МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32629— 2014

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Липофильность твердых и жидких веществ Метод смешивания в колбе

(OECD, Test No 116:1981, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык руководящего документа, указанного в пункте 4;

Техническим комитетом по стандартизации № 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации, протокол от 30 мая 2014 г. № 67-П

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республика Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджистандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу OECD Test No116:1981 OECD guideline for the testing of chemicals, Fat Solubility of Solid and Liquid Substances. Flask Method (Руководство ОЭСР по испытаниям химических веществ, Метод № 116:1981. Липофильность твердых и жидких веществ. Метод смешивания в колбе).

Международный документ разработан Организацией экономического сотрудничества и развития.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия — идентичная (IDT).

Официальный экземпляр международного стандарта имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2014 г. № 1266-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32629—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Липофильность веществ является одним из показателей, используемым для оценки распределения липофильных (жирорастворимых) соединений в биологической ткани. Определение липофильности веществ необходимо в тех случаях, когда их растворимость в воде слишком мала, чтобы можно было измерить коэффициент распределения. Определение липофильности веществ также имеет отношение к рассмотрению миграции химических веществ из компонентов упаковочных материалов в продукты питания.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Липофильность твердых и жидких веществ. Метод смешивания в колбе

Testing of chemicals that are hazardous to the environment
Fat Solubility of Solid and Liquid Substances. Flask Method

Дата введения – 2015—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к проведению испытаний по определению липофильности твердых и жидких веществ методом смешивания компонентов в колбе.

Данный метод позволяет исследовать зависимость между липофильностью и коэффициентом распределения, а также биоаккумуляцией испытуемых веществ.

Данный метод может быть применен только для чистых веществ, а также только для тех веществ, которые являются стабильными при 50 °С в течение не менее 24 ч и, кроме того, при тех же условиях обладают слабой летучестью. Природные жиры и масла не следует использовать для определения липофильности (жирорастворимости), потому что их точный состав не известен.

Метод не подходит для испытания веществ, взаимодействующих с триглицеридами.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

2.1 **липофильность (fat solubility):** Характеристика способности массовой доли вещества взаимодействовать с жирами (маслами) без вступления с ними в химическую реакцию, образуя при этом однородную фазу. Максимально возможная массовая доля вещества называется массовой долей насыщения (насыщенной массовой долей) и является функцией температуры.

2.2 **стандартные образцы жиров (standard fat):** Смеси триглицеридов, выпускаемые промышленностью в качестве стандартных образцов, подобные по составу и поведению жирам, имеющим природное происхождение.

3 Общие требования и рекомендации к проведению испытаний

3.1 Методы анализа

При проведении испытаний необходимо использовать подходящие аналитические методы.

3.2 Необходимая информация

Перед проведением испытаний должна быть известна следующая информация:

- значение коэффициента распределения;
- растворимость в воде;
- структурная формула;
- кривая давления паров;
- стабильность при температуре 50 °С.

3.3 Стандартные образцы

3.3.1 Стандартные образцы жиров

Известно, что состав жиров отличается в зависимости от их принадлежности к различным организмам, и даже в пределах одного организма. Применение стандартных образцов жиров в экспериментальной работе обусловлено необходимостью сравнения результатов испытаний, проведенных в разных лабораториях (межлабораторные испытания).

3.3.2 Стандартные образцы смесей триглицеридов

Стандартные образцы смесей триглицеридов, удовлетворяющие вышеуказанным требованиям, описаны в Приложении к настоящему стандарту. В то же время допускается использование других смесей триглицеридов, которые дают сопоставимые результаты исследований.

Издание официальное

3.3.3 Применение стандартных образцов

Применение стандартных образцов веществ не является необходимым во всех случаях исследования новых веществ. Прежде всего, стандартные образцы применяют для регулярной калибровки при выполнении конкретного метода испытаний, а также при сравнении результатов, полученных с использованием других методов.

3.3.4 Значения липофильности

В таблице 3.1 в качестве примера представлены значения липофильности, которые были получены при использовании более ранней версии рассматриваемого Метода испытания ОЭСР. Коэффициент вариации средних значений, определенный участниками программы межлабораторных исследований ОЭСР, зависел от испытуемых химических веществ, и колебался от 0,035 до 0,244.

Таблица 3.1 Значения липофильности веществ

Название вещества	Липофильность веществ * (г / 1000 г жиров)
Гексахлорбензол	11,4 (11,1 -12, 1) (ОЭСР)
Хлорид ртути (II)	20,1 (14,7 -24,3) (ОЭСР)
Карбамид (мочевина)	0,17 (0,05 – 0,28) (ЕЭС)
* Величины среднего значения и диапазона средних значений (в скобках указано участие лабораторий ОЭСР или ЕЭС в сравнительных межлабораторных испытаниях)	

3.3.5 Насыщенная массовая доля вещества должна выражаться в г/кг стандартного образца жиров при стандартной температуре 37 ± 0,5 °С.

3.3.6 Ниже представлена зависимость между значением растворимости, выражаемой в г на 1000 г раствора (*S'*), и значением растворимости, выражаемой в г на 1000 г растворителя (*S*):

$$S = \frac{1000 \cdot S'}{1000 - S'} \quad (1)$$

4 Принцип метода испытания

Описанный в настоящем стандарте метод определения растворимости твердых и жидких веществ в жирах (характеристики липофильности веществ) базируется на методе, описанном в ASTM D 2780 [1].

4.1 Ход проведения испытания

Испытуемое вещество растворяют в жидком стандартном образце жиров при перемешивании. Насыщение массовой доли вещества достигается путем продолжающегося добавления вещества до тех пор, пока постоянное значение массовой доли не будет достигнуто, что должно быть подтверждено путем проведения анализа испытуемой пробы соответствующими физико-химическими методами.

5 Описание процедуры испытания

5.1 Подготовка к проведению испытания

5.1.1 Оборудование

При проведении испытаний используется следующее оборудование:

- обычная лабораторная стеклянная посуда;
- весы;
- центрифуга, снабженная термостатом;
- мешалка, которая может быть использована в комбинации с системой температурного контроля;
- термостат.

5.1.2 Предварительное испытание

Для определения приблизительного количества вещества, необходимого для установления насыщения массовой доли (насыщенной массовой доли) испытуемого вещества, следует провести упрощенные предварительные испытания при температуре 37 °С.

Примечание - скорость установления равновесия насыщения может в значительной степени зависеть от размера частиц в том случае, если проводится испытание твердых веществ. По этой причине такие вещества должны быть измельчены.

5.1.3 Подготовка веществ

Взвесить восемь проб испытуемого вещества в колбах вместимостью 50 мл. Масса каждой пробы должна быть вдвое больше количества, необходимого для насыщения, как это было определено на стадии предварительных испытаний.

После добавления приблизительно 25 г взвешенного сжиженного стандартного образца смеси жиров, колбы, снабженные мешалками, плотно закрывают притертой пробкой. Пробы в одной половине колб (группа I) перемешивают при 30 °С, а в другой половине колб (группа II) - примерно при 50 °С, в течение не менее одного часа.

5.1.4 Условия проведения испытаний

Определение липофильности вещества проводят при температуре 37 ± 0,5 °С.

5.1.5 Выполнение испытания

Перемешивать содержимое колб обеих групп следует при температуре 37±0,5 °С. Необходимо учитывать, что не представляется возможным предсказать время перемешивания, требуемое для установления равновесия. При испытании жидких веществ насыщение может быть достигнуто в течение нескольких минут, в то время как при испытании твердых веществ процесс насыщения может занять несколько часов. Для испытуемых жидкостей должно быть достаточно трех часов перемешивания проб, после чего перемешивание должно быть остановлено для двух колб в обеих группах, и эти две колбы выдерживают, по крайней мере, в течение одного часа при 37 °С, чтобы произошло разделение пробы на две фракции: фракцию, содержащую нерастворенное вещество, и фракцию, содержащую однородную фазу. В случае образования эмульсии или суспензии (эффект Тиндаля), они должны быть удалены подходящим способом, таким как термостатированное центрифугирование.

Пробы в третьей и четвертой колбах в обеих группах должны подвергаться перемешиванию в течение не менее 24 ч перед выдержкой в течение одного часа при 37 ± 0,5 °С.

Примечание - Если не образовались отложения на дне колбы (для твердых веществ) или не произошло разделения фаз в течение данного периода времени (для жидких веществ), испытание необходимо повторить с использованием большего количества вещества.

5.1.6 Проведение анализа проб

Из каждой насыщенной жировой фазы отбирают по одной пробе для анализа. Эта проба взвешивается, а массовая доля определяется соответствующим для конкретного вещества аналитическим методом.

Для анализа могут быть использованы такие методы, как, например:

- фотометрические методы;
- газовая (газожидкостная) хроматография;
- экстракция водой и последующее определение либо непосредственно в этой среде или после реэкстракции органическими растворителями.

6 Критерии качества

6.1 Повторяемость (сходимость)

Повторяемость (сходимость) результатов измерений для испытаний в рамках данного метода в настоящее время неизвестна. Этот критерий связан с применением одной и той же аналитической процедуры, которая, в свою очередь, зависит от физико-химической характеристики испытуемого вещества. В качестве мер повторяемости используются стандартные отклонения [2] относительно среднего значения результатов измерений (испытаний).

6.2 Чувствительность

Чувствительность метода определяется в зависимости от чувствительности аналитической процедуры.

6.3 Специфичность

Поскольку специфичность метода – это возможность точно и селективно определять испытуемое вещество в присутствии другого, результаты должны быть основаны на применении

стандартных образцов жиров и соответствующих относительно чистых веществ. Следует учитывать, что даже при 37 °С стандартные образцы жиров могут образовывать эмульсии или суспензии с испытуемыми твердыми веществами. Данного эффекта следует избегать, поскольку это будет мешать последующему определению массовой доли вещества.

7 Данные и отчетность

7.1 Обработка результатов испытания

Если существуют значительные различия в результатах, полученных для определения степени насыщения в течение коротких или длительных периодов времени, испытание следует повторить с более длительным временем перемешивания.

8 Отчет об испытании

8.1 Результаты испытания должны быть оценены в соответствии с описанным выше принципом, и являются частью отчета об проведенных испытаниях.

8.2 Если не существует значительных различий между наблюдаемыми значениями, выражаемыми в граммах на килограмм (г/кг), в отчет должны быть включены отдельные значения, среднее значение и стандартная девиация (среднее квадратичное отклонение от ожидаемой величины).

8.3 Если существуют значительные различия, даже после повторного испытания, в отчет должны быть включены лишь отдельные результаты.

8.4 Кроме того, в отчет о растворимости веществ в жирах должны быть также включены следующие пункты:

- вещество (любые подробности о подготовке, идентичности вещества и др.);
- жиры (описание, характеристики, происхождение и др.);
- метод анализа, отклонения и особенности проведения анализа.

Приложение А
(справочное)

Стандартные образцы жиров

Стандартные образцы жиров являются имитаторами, а именно представляют собой синтетическую смесь насыщенных триглицеридов жирных кислот, при этом распределение триглицеридов похоже на таковое в кокосовом жире.

Таблица А.1 Стандартные образцы жиров

Распределение жирных кислот								
Число атомов углерода в жирной кислоте	6	8	10	12	14	16	18	другое
ГЖХ (%)	0,5	7,5	10,3	50,4	13,9	7,8	8,6	1
Распределение глицеридов								
Общее число атомов углерода в жирной кислоте	22	24	26	28	30	32	34	36	38
ГЖХ (%)	0,1	0,3	1,0	2,3	4,9	10,9	13,9	21,1	16,1
Общее число атомов углерода в жирной кислоте	40	42	44	46	48	50			
ГЖХ (%)	11,7	9,8	4,4	2,2	1,1	0,2			
Примечание – Данные приведены для стандартного образца, выпускаемого компанией NATEC, Германия, HB 307.									

Таблица А.2 Чистота веществ, входящих в стандартный образец жиров

Содержание моноглицеридов (энзиматическое)	≤ 0,1%
Содержание диглицеридов (энзиматическое)	≤ 0,4%
Содержание неомыляемых веществ	≤ 0,1%
Йодное число (число Wijs)	≤ 0,5%
Кислотное число	0,02%
Содержание воды (титрование по К. Фишеру)	≤ 0,1%
Точка плавления	28,5 °С
Примечание – Данные приведены для стандартного образца, выпускаемого компанией NATEC, Германия, HB 307.	

Таблица А.3 Типичный спектр поглощения образцов жиров

Длина волны, нм	290	310	330	350	370	390	430	470	510
Пропускание (%)	2	15	37	64	80	88	95	97	98

Примечания

1 Спектр поглощения регистрировали при следующих условиях: толщина слоя — 1 см, кювета сравнения - вода, 35 °С

2 Светопропускание при длине волны 303 нм составляет, по крайней мере, 10 %

3 Данные приведены для стандартного образца, выпускаемого компанией NATEC, Германия, НВ 307.

Библиография

[1]	ASTM D 2780	Test for solubility of fixed gases in liquids. (Испытание растворимости основных газов в жидкости)
[2]	ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

УДК 541.8/543.616.2/ 543.616.3/544.351.3/006.05 МКС 13.020.01

Ключевые слова: липофильность, растворимость в жирах, биоаккумуляция, триглицериды

Подписано в печать 12.01.2015. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 33 экз. Зак. 167.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru