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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32381— 2013

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Определение коэффициента распределения в системе н-октанол/вода методом встряхивания колбы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, 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 перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 октября 2013 г. № 60-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 786-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32381—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2014 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному документу OECD, Test No. 107:1995 «Коэффициент распределения (н-октанол/вода), метод встряхивания колбы» («Partition Coefficient (n-octanol/water): Shake Flask Method», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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

Настоящий стандарт разработан в рамках комплекса стандартов, посвященных методам испытаний химической продукции, представляющей опасность для окружающей среды. Данный стандарт идентичен руководству OECD по испытаниям химической продукции. OECD Guideline For The Testing of Chemicals. Partition Coefficient (n-octanol/water): Shake Flask Method. Adopted by the Council on 27th July 1995.

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

Определение коэффициента распределения в системе н-октанол/вода методом встряхивания колбы

Testing of chemicals of environmental hazard. Determination of Partition Coefficient (n-octanol/water) by shake flask method

Дата введения — 2014—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы испытаний для определения коэффициента распределения н-октанол/вода методом встряхивания колбы.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **коэффициент распределения н-октанол/вода (K_{ow}):** Соотношение равновесных концентраций вещества растворенного в двухфазной системе, состоящей из двух практически несмешивающихся растворителей.

3 Основные положения

3.1 Метод применяется при оценках коэффициента распределения значения, которого находятся от двух до четырех (максимум пяти). При значении коэффициента распределения нуля до шести необходимо использовать метод, приведенный в [4]. Перед принятием решения об использовании того или иного метода для оценки коэффициента распределения рекомендуется провести предварительную оценку значения коэффициента распределения, используя приложения 1 [4] или, в случае необходимости, используя отношение растворимости исследуемого вещества в чистом растворителе.

3.2 Перед определением K_{ow} рекомендуется знать предварительную информацию о тестируемом веществе: структурную формулу, константу диссоциации, растворимость в воде, степень гидролиза, способность к растворению в н-октаноле и поверхностное натяжение.

3.3 Данный метод не применим к поверхностно-активным веществам (для них, K_{ow} может быть вычислен, как отношение индивидуальной растворимости ПАВ в воде и н-октаноле).

3.4 Коэффициент распределения н-октанол/вода (K_{ow}) является соотношением равновесных концентраций вещества растворенного в двухфазной системе, состоящей из двух практически несмешивающихся растворителей. В случае н-октанола и воды см. формулу

$$K_{ow} = C_{\text{н-октанол}}/C_{\text{вода}}, \quad (1)$$

где С — концентрация.

Будучи отношением двух концентраций или отношением растворимостей испытуемого вещества в системе н-октанол/вода, умноженных на объемное соотношение, K_{ow} является безразмерным и обычно приводится в виде десятичного логарифма.

3.5 Референтные вещества не должны использоваться и могут служить только для периодической проверки показателей метода и для сравнения с результатами других методов.

Издание официальное

4 Описание метода

4.1 Испытания проводятся при постоянной температуре, давлении и pH для раствора. Для ионизированных веществ испытания проводятся только для их неионизированных форм (свободная кислота или свободная щелочь), полученными с использованием соответствующего буфера с pH фактором, по крайней мере, ниже единицы (свободная кислота) или выше (свободная щелочь) pK.

4.2 В экспериментах используется чистый октанол и дистиллированная вода или бидистиллят. Не должна использоваться вода, отобранная непосредственно из ионообменника.

4.3 Готовят исходный раствор известной концентрации тестируемого вещества в н-октаноле, предварительно насыщенным водой. Этот раствор должен хранится в условиях, гарантирующих его стабильность.

4.4 До определения K_{ow}, эти два растворителя взаимно насыщаются при температуре эксперимента. Для этого необходимо тщательно перемешать две большие колбы, в одной из которых содержится н-октанол и достаточное количество воды, в другой — вода и достаточное количество н-октанола, в течение 24 часов на механическом шейкере, а затем выдерживать достаточное количество времени для разделения фаз.

4.5 Испытание проводится при температуре от 20 °С до 25°С (при поддержании постоянной температуры в пределах ± 1°С).

4.6 Для первого опыта соотношение объемов н-октанола/воды и количество испытуемого вещества выбирают, руководствуясь следующими принципами:

- предварительной/приблизительной оценкой K_{ow};
- минимальной концентрацией тестируемого вещества в каждой фазе, достаточной для проведения аналитической процедуры;
- максимальная концентрация тестируемого вещества в каждой фазе должна не превышать 0,01 моль на литр.

Для второго опыта, первоначально выбранное соотношение объемов уменьшается в два раза; для третьего — оно увеличивается в два раза. Количество тестируемого вещества, используемого во втором и третьем опытах, по всей вероятности будет отличаться от того что используется в первом опыте, так как необходимо обеспечить выполнение упомянутых выше критериев.

4.7 Во всех трех опытах используются одинаковые колбы, содержащие точно измеренное количество обоих растворителей и исходного раствора.

4.8 Двухфазная система должна почти полностью заполнять весь объем колбы. Это поможет предотвратить потери за счет испарения.

4.9 Колбы с двухфазной системой должны быть помещены в механический шейкер или встряхиваются вручную. При использовании центрифуги, рекомендуется вращать центрифужные пробирки через 180° относительно их поперечной оси (приблизительно сто раз в течение пяти минут), позволяя захваченному воздуху пройти через обе фазы.

4.10 Разделение двух фаз может быть достигнуто центрифугированием, которое должно проводиться при температуре эксперимента. Если центрифуга не оснащена датчиком температуры, центрифужные пробирки должны быть выдержаны при температуре испытания в течение по крайней мере, одного часа перед анализом.

4.11 Необходимо определить концентрации тестируемого вещества в обеих фазах. Для этого могут использоваться подходящие для тестируемого вещества аналитические методы: фотометрия, газовая хроматография и высокоэффективная жидкостная хроматография. Должно быть вычислено общее количество вещества в обеих фазах, которое должно соответствовать количеству первоначально введенному.

4.12 Водная фаза должна быть отобрана методом, который минимизирует риск попадания следов октанола. Это может быть сделано при помощи шприца со сменной иглой. Шприц должен первоначально быть частично заполнен воздухом. Воздух должен быть мягко удален, через слой н-октанола. Затем забирается соответствующий объем водного раствора. Шприц быстро извлекается, игла отделяется.

5 Результаты и подготовка отчета

5.1 Значение K_{ow} вычисляется для каждого опыта. В целом должны быть получены шесть значений, так как проводятся: три серии опытов в двух различных по объему фазовых отношениях раство-

рителя и, возможно, также различие в количестве тестируемого вещества. Шесть значений K_{ow} должны находиться в пределах диапазона ± 0,3 единицы.

5.2 Отчет о проведении испытания должен содержать следующую информацию:

- химическую принадлежность и примеси;
- результаты предварительной оценки (в том случае, когда данный метод не применим; например, для поверхностно-активных веществ, а также при расчете значения или при оценке, основанной на индивидуальных растворимостях н-октанола и воды, соответствующая информация должна быть приведена;
- вся информация, имеющая отношение к интерпретации результатов, особенно в отношении примесей и физического состояния вещества;
- условия проведения испытаний: температура, количество исследуемого вещества, внесенное в тестируемую колбу, объем каждой фазы в каждой колбе, и расчет общего количества исследуемого вещества, основанный на аналитической информации;
- pH используемой воды и водной фазы в ходе проведения эксперимента;
- обоснование использования буферных растворов, состав, концентрация и pH буферов, pH водной фазы до и после проведения эксперимента;
- длительность и скорость центрифугирования (если оно применялось);
- аналитические процедуры;
- концентрации, измеренные в каждом эксперименте (всего 12 концентраций);
- значения K_{ow} и их среднее значение для каждых установленных условий проведения испытаний и общее среднее значение (если предполагается концентрационная зависимость коэффициента распределения, это должно быть отмечено);
- стандартное отклонение отдельных значений K_{ow} и их среднее значение;
- общее среднее значение, выраженное в виде десятичного логарифма;
- рассчитанное теоретическое значение K_{ow}, либо когда измеренное значение превышает 10^4.

Библиография

[1] NF T 20-043 AFNOR (1985). Chemical products for industrial use — Determination of partition coefficient — Shake flask method

[2] 40 CFR, 796.1550, Office of the Federal Register (1989)

[3] Jubermann, O. (1958). In Houben-Weyl, Methoden der Organischen Chemie, Band I/1, 223—339, Georg Thieme Verlag, Stuttgart

[4] OECD Test Guideline for Testing of Chemicals No.117 «Partition Coefficient (n-octanol/water), High Performance Liquid Chromatography (HPLC) Method». April 2004

УДК 658.382.3:006.354 МКС 71.040.50

Ключевые слова: химическая продукция, окружающая среда, водная среда, метод испытаний, коэффициент распределения, встряхивание, колба, н-октанол/вода

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 05.04.2019. Подписано в печать 25.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru