

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**

(OECD, Test №107:1995, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

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

Сведения о стандарте

ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»);

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

ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

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

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

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 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.

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

© Стандартиформ, 2014

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.

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.
Partition Coefficient (n-octanol/water): 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-октанолу 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-октанолу).

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.

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) рК.

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 храниться 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°C до 25°C (при поддержании постоянной температуры в пределах $\pm 1^\circ\text{C}$).

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 соотношениях раствори-

теля и, возможно, также различие в количестве тестируемого вещества. Шесть значений K_{ow} должны находиться в пределах диапазона $\pm 0,3$ 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 *n*-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 каждого установленного условия 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

T58

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

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60x841/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 34 экз. Зак. 3241.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru