



中华人民共和国国家标准

GB/T 21845—2008

化学品 水溶解度试验

Chemicals—Water solubility test

2008-05-12 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准等同采用经济合作与发展组织(OECD)化学品测试导则 105(1995)《水溶解度》(英文版)。

本标准做了下列编辑性修改:

——增加了范围部分;

——将计量单位改为我国法定计量单位。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准负责起草单位:中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:周新、陈会明、王军兵、于文莲、王立峰、郝楠、孙鑫、王峥。

本标准为首次发布。

OECD 引言

本标准是1981年的原始的OECD 105方法的一个修订版本。新版和1981年版在化学物质上没有区别。主要格式被改变了。本版本也基于EC方法“水溶解度”^[1]做了修改。

物质的水溶解度受杂质的影响很大。本方法是对纯物质水溶解度测定的方法,该物质须在水中是稳定的且不易挥发。在测定水溶解度之前,得到化合物的一些初步信息是有益的,比如说结构式、蒸气压、解离常数和在pH条件下的水解能力。

本标准介绍了两种方法:柱洗提法和烧瓶法,在本标准中,他们各自适用于溶解度小于和大于 10^{-2} g/L的化学品。本标准还介绍了一种简单的预试验。在预试验进行最后一步试验时,所用样品的数量是粗略的,同时要使溶液达到饱和也需要一定的时间。

化学品 水溶解度试验

1 范围

本标准规定了化学品水溶解度试验的范围、定义和单位、参照物、试验方法、数据与报告。
本标准适用于测定化学品的溶解度。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

水溶解度 water solubility

水溶解度是一种物质在给定温度下在水中的饱和质量浓度。水溶解度以单位体积溶液中的溶质的质量表示,其标准单位为 kg/m^3 ,但通常使用的单位为 g/L 。

3 参照物

本标准不需要参照物。

4 试验方法

4.1 试验条件

试验应在 $20^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 下进行,应使所有设备的有关部分均处于恒定的测定温度下。

4.2 预试验

在室温条件下,在 10 mL 具玻璃磨口塞的量筒中加入约 0.1 g 的待测样品(固体物质必须研磨成粉末),逐渐增加水的体积,在每次加入一定量水后,搅拌混合 10 min,用肉眼检查是否存在有样品不溶。如果加水 10 mL 后,样品或样品中某些部分仍不溶时,试验应在 100 mL 量筒中继续进行。在表 1 中是样品发生全溶时的近似溶解度(g/L)。当溶解度小,溶解样品需要时间长时,允许至少 24 h。如果 24 h 后物质仍未溶解,允许用更长时间(可长达 96 h)或尝试继续解释,并确定是否采用柱洗提法或烧瓶法。

表 1 初步试验待测物质近似溶解度表

在“x”毫升水中溶解 0.1 g 样品	0.1	0.5	1	2	10	100	>100
近似的溶解性/(g/L)	>1 000	1 000~200	200~100	100~50	50~10	10~1	<1

4.3 柱洗提法

4.3.1 原理

在一微型柱内填充了预先覆盖着过量被测物质的载体,柱洗提法就是从微型柱中用水洗提测试物,随着时间的改变^[2],当流出的洗提液的质量浓度达到一个稳定值时,就是水溶解度。

4.3.2 装置

装置中有保持恒温的微型柱(图 1),它既联接在一个回流泵上(图 2),又联接在一个调节水平面的容器上(图 3)。微型柱含有惰性载体,并被固定在一个用于过滤微粒的玻璃棉塞上。用做载体的物质可以是玻璃球,也可以是硅藻土或其他惰性物质。

微型柱如图 1 所示,装配在回流泵上,它有一柱头空间提供了 5 个样品床层的体积(试验开始时不用)和 5 个样品的体积(试验中分析取样用)。如果试验中将水加入到系统中取代初始的 5 个样品床层,以除去杂质的话,可以减小微型柱的尺寸。将微型柱与惰性物质制成的管子连接到回流泵,流速可达到

25 mL/h。回流泵可以是蠕动泵或薄膜泵,要注意管材应没有污染或吸附。

调节水平面容器的安装如图 3 所示。微型柱用一柱塞联接,容器出口处由磨砂玻璃接头和惰性物质制成的管子联接,调节水平面容器的流速约为 25 mL/h。

单位为毫米

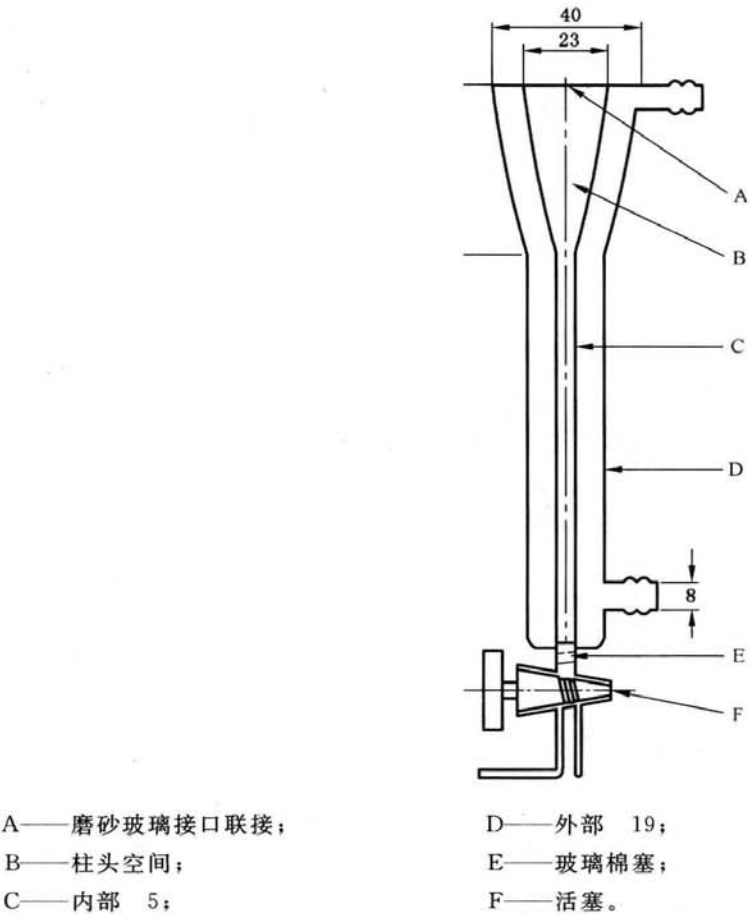


图 1 保持恒温的微型柱

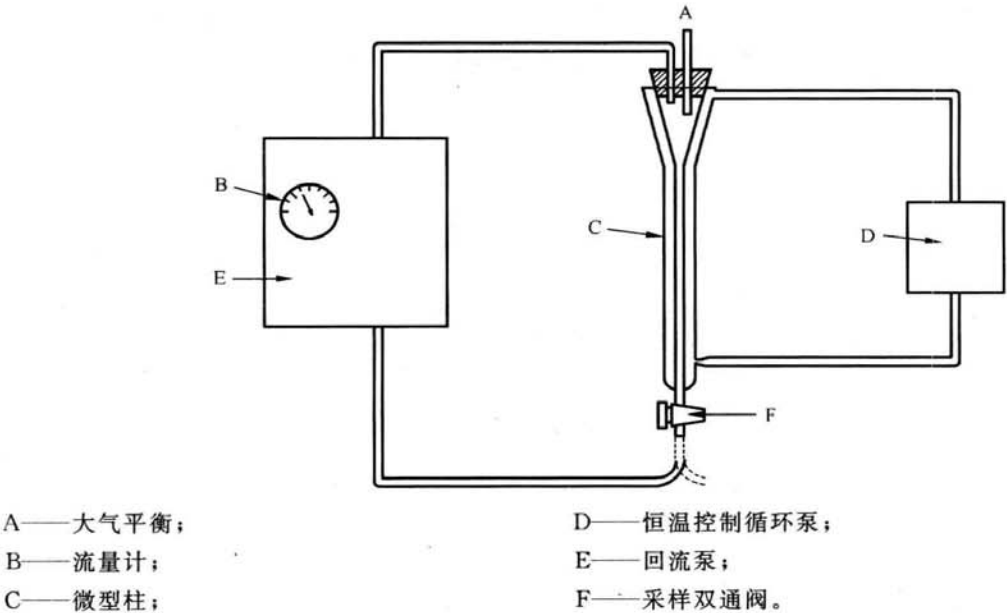
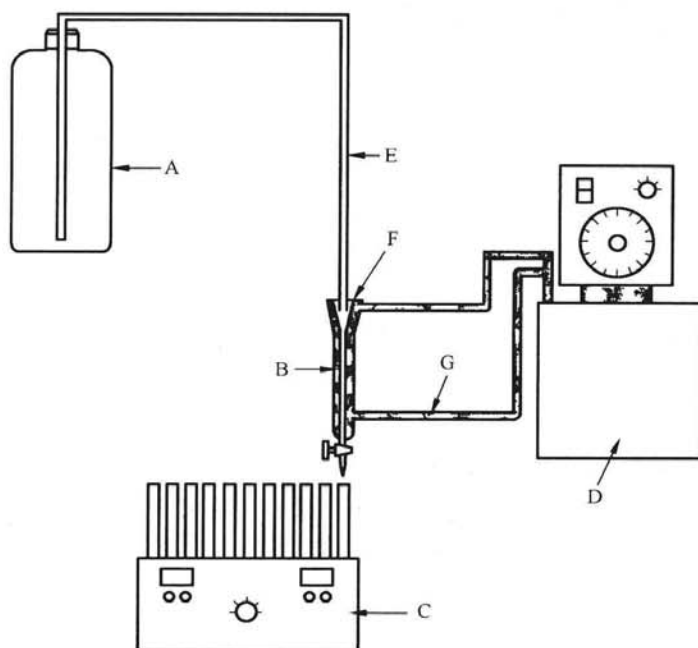


图 2 回流泵



- A——调节水平的容器 (2.5 L 的化学烧瓶);
 B——柱子;
 C——分流物积蓄器;
 D——恒温器;
 E——聚四氟乙烯管;
 F——磨砂玻璃联接;
 G——水管(恒温器和柱之间,内径约为 8 mm)。

图 3 联接后的装置

4.3.3 柱填充

将 600 mg 准备填充到柱中的柱填充物转移到— 50 mL 的圆底烧瓶中,把适量的待测物质溶解在一分析纯的挥发性溶剂中,取适量的此溶液加到柱填充物支柱物中,将溶剂全部蒸发。譬如,使用一旋转蒸发器,将已涂过的柱填充物在 5 mL 水中浸泡 2 h,再将悬浊液倒入微型柱中;或者采用以下方法:将干的柱填充物倾倒入充满水的微型柱中,放置 2 h 使之平衡。否则当流出液流出时,还未达到水饱和,这是由于柱填充物的表面部分所致。

柱填充物填充时如果出现问题,往往会导致测试产生错误的结果。例如当待测物质作为一种油被沉积时,应及时检查出这类问题,并详细写入报告。

4.3.4 使用回流泵的步骤

液体通过柱子流动开始,推荐的流速大约 25 mL/h,相当于每小时 10 个所用柱子下垫层的体积。至少最初 5 个柱子下垫层的体积是除去水溶性杂质。接下来,让泵运行直至达到平衡。规定在任何随机情况下,要有 5 个成功的样品,他们的浓度差别小于 30%。这些样品以流出时间的间隔相互分开,相当于通过至少 10 个所用柱子下垫层的体积。依靠所用的分析方法,最好建立一条浓度对时间的曲线来表示平衡的到达。

4.3.5 使用水平(平衡)容器的步骤

收集一份一份的成功的流出液,用选择的方法分析。这些从中间范围流出的一份一份的流出液,至少在连续 5 次流出的每一份流出液的浓度为—常数,差别应在 $\pm 30\%$ 以内,这部分流出液用来测定溶解度。

4.3.6 适用于两种操作的注意事项

洗提液最好用二次蒸馏水。电阻率在 $10\text{ M}\Omega/\text{cm}$ 以上、总有机碳含量在 0.01% 以下的去离子水也可使用。

在两种操作下,第二次运行采用第一次流速的一半,如果两次运行的结果一致,表明此试验是圆满的。如果在较低流速测出的溶解度较高的话,取该流速的一半继续进行,直至两次成功的运行得出相同的溶解度。

在两种操作下,每部分流出液均应用 Tyndall 反应来试验是否有胶体产生,如有颗粒存在,将使试验无效,需用柱子过滤以后重复试验。

每个样品应测定其 pH 值,最好使用专用的指示剂试纸。

4.4 烧瓶法

4.4.1 原理

待测物质(如是固体,需粉碎)溶于高于试验温度的水中。当达到饱和时,冷却至试验温度。如果确认取样是适当的,达到饱和平衡,便可在试验温度下直接测定溶解度。水溶液中必须不包括任何不溶解的颗粒,用适当的分析方法来测定溶液中物质的质量浓度^[3]。

4.4.2 装置

以下装置是必须的:

- 正规的实验室玻璃器皿和测量仪器;
- 在控制恒温条件下,溶液的搅拌装置;
- 对于乳化胶体,需要离心机(最好是恒温的);
- 分析设备。

4.4.3 操作步骤

从预试验估计的待测物质的量必须满足使预期体积的水达到饱和。称取约 5 倍的量放入具有玻璃瓶塞的 3 个玻璃容器(如离心试管、烧瓶等)中。根据分析及溶解度的范围,将 1 体积的水加到每一个容器中,用塞子塞紧容器,在 30°C 下不断搅动。装置必须在恒温下具有摇动和搅拌功能,例如,在恒温水浴中的磁搅拌。1 d 后,将其中的一个容器在试验温度下 24 h 不时摇动以达到平衡。在试验温度下,容器中的内容物被离心分离,用适当的分析方法测定在澄清的水相中的被测物质。其他两个烧瓶采用与初始平衡的方法相类似的办法处置,在 30°C 分别是 2 d 和 3 d。如果最后两个容器测定出的浓度差在 15% 以内,则表明试验结果是有效的。如果从三个容器中的测定结果显示有逐渐增加的倾向,则整个试验将要用更长的平衡时间来重复进行。

试验也可不用在 30°C 下的预备阶段,为了顾及达到饱和平衡的速率,搅动的时间应不致长到影响浓度的测定。

每个样品必须测定 pH 值,最好采用特效指示剂试纸。

4.4.4 分析测定

因在测定溶解度时,小量的溶解性杂质能引起较大的误差,所以应采用一种测定物质的特效方法。例如,采用气相或液相色谱法、滴定法、光度法或伏安法。

5 数据与报告

5.1 数据

5.1.1 柱洗提法

在平衡饱和状况下,每次运行从饱和平台上得到至少连续 5 个样品的测定结果来计算平均值和标准偏差,从两次不同的流出液的试验得到的平均值之差应不大于 30% 。

5.1.2 烧瓶法

从 3 个烧瓶测定的每个单独的结果,其差别应不大于 15% ,取其平均值。

5.2 试验报告

5.2.1 柱洗提法

试验报告必须包括以下内容：

- 初步试验结果；
- 被测化学品的本体和杂质(若有,写出预先进行的提纯步骤)；
- 每个被测物质样品的浓度、流速和 pH 值；
- 当每次运行达到饱和平衡时,至少要有 5 个被测物质测定结果的平均值和标准偏差；
- 至少两次成功运行的平均值；
- 饱和进程时的水温；
- 分析方法；
- 柱填充物质的性质；
- 柱填充物质的填充；
- 所用的溶剂；
- 试验时被测物质显著的任何化学不稳定性；
- 所有有关解释试验结果的内容,特别是有关杂质和物质的物理状态。

5.2.2 烧瓶法

试验报告必须包括以下内容：

- 初步试验结果；
- 被测化学物质的本体和杂质(若有,写出预先进行的提纯步骤)；
- 单独分析测定的结果和平均值(对于每个烧瓶有一个以上的测定时)；
- 每个样品的 pH 值；
- 不同烧瓶在一致的情况下测定的平均值；
- 试验温度；
- 分析方法；
- 试验时被测物质显著的任何化学不稳定性；
- 所有有关解释试验结果的内容,特别是杂质和物质的物理状态。

参 考 文 献

- [1] Official Journal of the European Communities L 383 A, 54-62(1992).
 - [2] NF T 20-045 (AFNOR) (September 1985). Chemical products for industrial use-Determination of water solubility of solids and liquids with low solubility-Column elution method.
 - [3] NF T 20-046 (AFNOR) (September 1985). Chemical products for industrial use-Determination of water solubility of solids and liquids with high solubility-Flask method.
-