



中华人民共和国国家标准

GB/T 14825—93

农药可湿性粉剂悬浮率 测定方法

Determination method of suspensibility of
wetable powders for pesticides



C9509106

1993-12-30 发布

1994-10-01 实施

国家技术监督局 发布

(京)新登字 023 号

GB/T 14825—93

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
农 药 可 湿 性 粉 剂 悬 浮 率
测 定 方 法

GB/T 14825—93

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字
1994 年 7 月第一版 1994 年 7 月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066 · 1-10755 定价 1.50 元

*

标 目 243—42

中华人民共和国国家标准

农药可湿性粉剂悬浮率
测定方法

GB/T 14825—93

Determination method of suspensibility of
wetable powders for pesticides

1 适用范围

本方法适用于农药可湿性粉剂悬浮率的测定。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备



3 悬浮率的测定

3.1 方法一(仲裁法)

3.1.1 方法提要:用标准硬水将待测试样配制适当浓度的悬浮液。在规定的条件下,于量筒中静置 30 min,测定底部十分之一悬浮液中有效成分含量,计算其悬浮率。

3.1.2 试剂

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB 6682 中规定的三级水。

3.1.2.1 氧化镁(GB 9857):使用前于 105℃干燥 2 h;

3.1.2.2 碳酸钙(HG 3—1066):使用前于 400℃烘 2 h;

3.1.2.3 盐酸(GB 622)溶液:0.1 mol/L、1 mol/L;

3.1.2.4 氢氧化钠(GB 629)溶液:0.1 mol/L;

3.1.2.5 氨水(GB 631):1 mol/L;

3.1.2.6 甲基红(HG 3—958)指示液:1 g/L,按 GB 603 4.5.6 配制;

3.1.2.7 贮备液:A、B 配制方法如下:

A 溶液: $c(\text{Ca}^{2+}) = 0.04 \text{ mol/L}$

准确称取碳酸钙 4.000 g 于 800 mL 烧杯中,加少量水润湿,缓缓加入 1 mol/L 盐酸溶液 82 mL,充分搅拌。待碳酸钙全部溶解后,加水 400 mL,煮沸,除去二氧化碳,冷却至室温,加 2 滴甲基红指示液,用氨水中和至橙色,将此溶液转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中备用。

B 溶液: $c(\text{Mg}^{2+}) = 0.04 \text{ mol/L}$

准确称取氧化镁 1.613 g,置于 800 mL 烧杯中,加少量水润湿,缓缓加 1 mol/L 盐酸溶液 82 mL,充分搅拌并缓缓加热,待氧化镁全部溶解后,加水 400 mL,煮沸,除去二氧化碳。冷却至室温,加 2 滴甲基红指示液,用氨水中和至橙色,将此溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中备用。

3.1.2.8 标准硬水:以含碳酸钙计,342 mg/L,其配制方法如下:

国家技术监督局 1993-12-30 批准

1994-10-01 实施

移取 68.5 mL A 溶液和 17.0 mL B 溶液于 1 000 mL 烧杯中,加水 800 mL,滴加 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液或 0.1 mol/L 盐酸溶液,调节 pH 为 6.0~7.0(用 pH 计测定)。将此溶液转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 量筒:250 mL,带磨口玻璃塞,0~250 mL 刻度间距为 20.0~21.5 cm,250 mL 刻度线与塞子底部之间距离应为 4~6 cm;

3.1.3.2 玻璃吸管:长约 40 cm,内径约为 5 mm,一端尖处有约 2~3 mm 的孔,管的另一端连接在相应的抽气源上;

3.1.3.3 恒温水浴:30±1℃;

3.1.3.4 秒表。

3.1.4 测定步骤

称取适量试样¹⁾,精确至 0.000 1 g,置于盛有 50 mL 标准硬水(30±1℃)的 200 mL 烧杯中,用手摇荡作圆周运动,约每分钟 120 次,进行 2 min,将该悬浮液在同一温度的水浴中放置 13 min,然后用 30±1℃的标准硬水将其全部洗入 250 mL 量筒中,并稀释至刻度,盖上塞子,以量筒底部为轴心,将量筒在 1 min 内上下颠倒 30 次(将量筒倒置并恢复至原位为一次,约 2 s)。打开塞子,再垂直放入无振动的恒温水浴中,放置 30 min。用吸管在 10~15 s 内将内容物的 9/10(即 225 mL)悬浮液移出,不要摇动或搅起量筒内的沉降物,确保吸管的顶端总是在液面下几毫米处。

按规定方法²⁾测定试样和留在量筒底部 25 mL 悬浮液中的有效成分含量。

注:1) 以此称样量制备悬浮液的浓度,应为该可湿性粉剂推荐使用的最高喷洒浓度。其称样量在产品标准中加以规定。

2) 有效成分含量的测定应在产品标准中加以规定。

3.1.5 计算

试样悬浮率 X_1 [% (m/m)] 按式(1)计算:

$$X_1 = 10/9 \times \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

$$= 111.1 \times \frac{m_1 - m_2}{m_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 —— 配制悬浮液所取试样中有效成分质量, g;

m_2 —— 留在量筒底部 25 mL 悬浮液中有效成分质量, g。

3.2 方法二

3.2.1 方法提要

用标准硬水将待测试样配制成适当浓度的悬浮液,在规定的条件下,于量筒中静置 30 min,测定量筒上部十分之九悬浮液中有效成分含量,计算试样的悬浮率。

3.2.2 试剂

与 3.1.2 相同。

3.2.3 仪器

与 3.1.3 相同。

3.2.4 测定步骤

称取适量试样¹⁾,精确至 0.000 1 g,直接置于盛有 50 mL 标准硬水(30±1℃)的量筒中,轻轻振摇使试样分散,然后用 30±1℃标准硬水稀释至刻度,盖上塞子。以量筒底部为轴心,将量筒在 1 min 内上下颠倒 30 次(将量筒倒置并恢复至原位为一次,约 2 s)。打开塞子,垂直放入无振动的恒温水浴中,避免阳光直射,放置 30 min。用吸管在 10~15 s 内将内容物的 9/10(即 225 mL)悬浮液移至一干净的 500 mL 三角瓶中,不要摇动或搅起量筒内的沉降物,确保吸管顶端总是在液面下几毫米处。

将三角瓶中 225 mL 悬浮液充分摇匀后,迅速移取一定体积(V mL)试液,测定其中有效成分含量或测定底部 25 mL 悬浮液和沉淀物中有效成分含量²⁾。

注: 1) 以此称样量制备悬浮液的浓度,应为该可湿性粉剂推荐使用的最高喷洒浓度。其称样量在产品标准中加以规定。

2) 有效成分含量的测定应在产品标准中加以规定。

3.2.5 计算

3.2.5.1 测定上部 225 mL 悬浮液时,试样悬浮率 X_2 [% (m/m)] 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{250}{V} \times \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V —— 用于分析之悬浮液体积, mL;

m_1 —— 制备悬浮液所取试样中有效成分质量, g;

m_2 —— V mL 悬浮液中有效成分质量, g;

250 —— 配制悬浮液的总体积, mL。

3.2.5.2 测定底部 25 mL 悬浮液时,试样悬浮率按 3.1.5 中式(1)计算。

附录 A

硬水测定方法

(补充件)

A1 试剂和溶液

- A1.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲: pH $\approx$ 10, 按 GB 603 4.4.8 配制;
- A1.2 铬黑 T 指示液: 5 g/L, 按 GB 603 4.5.24 配制;
- A1.3 乙二胺四乙酸二钠标准溶液: $c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$, 按 GB 601 4.15 条配制及标定。

A2 总硬度的测定

准确移取 25 mL 水样于锥形瓶中, 加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲 (pH $\approx$ 10) 及 5 滴铬黑 T 指示液 (5 g/L), 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时作空白试验。

总硬度 (以碳酸钙计, 单位 mg/L) 按式 (A1) 计算:

$$\text{总硬度} = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.1001}{25.00} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: c —— 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 —— 滴定试样溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 —— 滴定空白溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

25.00 —— 移取硬水的体积, mL;

0.1001 —— 与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钙质量。

附录 B

采用说明

(参考件)

本标准方法一系等效采用 FAO (联合国粮农组织) 标准, 即 CIPAC (国际农药分析协作委员会) MT 15.1。

其差异之处是:

B1 碳酸钙、氧化镁两种试剂的纯度由原方法大于 99% 的规定改为分析纯。

B2 制备悬浮液后, 在打开量筒塞子情况下, 恒温 30 min。CIPAC MT 15.1 方法对是否打开塞子, 未作具体规定。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由沈阳化工研究院负责起草并技术归口。

本标准主要起草人楼少巍、高晓晖。

本标准中方法一等效采用国际农药分析协作委员会标准 CIPAC MT 15.1《水分散性粉剂的悬浮性 15.1》(1970)。