

前 言

本标准是参照 WHO 以及 CIPAC 的农药乳液稳定性测定方法,在 GB/T 1603—1979(1988)《农药乳剂稳定性测定方法》的基础上修订而成。

本标准与 WHO 和 CIPAC 方法的主要技术差异为:

1 取样量不同:WHO 与 CIPAC 均规定移取 5 mL 试样,稀释 20 倍。本标准考虑到我国的实际情况,大部分产品习惯采用稀释 200 倍测定,此浓度更接近使用浓度,所以仍保留修订前标准的规定,即对取样量不做具体的规定。

2 判定标准不同:WHO 规定静置 2 h 后观察浮油、浮膏和沉淀,具体到不同的产品一般都规定不大于 2 mL;CIPAC 规定 0.5 h、2 h 和 24 h 分别观察浮油、浮膏和沉淀的量,FAO 采用了 CIPAC 的方法,对具体的产品规定浮油、浮膏和沉淀的最大量。本标准规定 1 h 后若乳液无浮油、浮膏和沉淀出现,则判定产品的乳液稳定性合格。

本标准与 GB/T 1603—1979(1988)的主要技术差异为:

- 1 扩大了方法的使用范围,将水乳剂和微乳剂纳入了本标准的使用范围。
- 2 测定温度由原来的 25℃~30℃修订为 30℃±2℃。
- 3 移取样品所用的移液管由过去的 5 mL 修订为具有刻度为 0.02 mL 的移液管。
- 4 对试验所用的标准硬水在保留原标准规定的配制方法基础上,增加了 CIPAC 方法所用的硬水配制方法。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 1603—1979(1988)《农药乳剂稳定性测定方法》。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会技术归口。

本标准由农业部农药检定所负责起草。

本标准主要起草人:季颖、单炜力、李国平。

本标准于 1980 年 1 月 1 日首次发布。

本标准第一次修订。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB/T 1603—2001

农药乳液稳定性测定方法

代替 GB 1603—1979(1988)

Determination method of emulsion stability for pesticide

1 范围

本方法适用于农药乳油、水乳剂和微乳剂等制剂乳液稳定性的测定。

2 检验方法

2.1 方法提要

试样用标准硬水稀释,1 h 后观察乳液的稳定性。

2.2 试剂和溶液

无水氯化钙;

碳酸钙:使用前在 400℃ 下烘 2 h;

氯化镁六个结晶水:使用前在 200℃ 下烘 2 h;

盐酸;

标准硬水:硬度以碳酸钙计为 0.342 g/L,配制方法如下:

方法一:称取无水氯化钙 0.304 g 和带结晶水的氯化镁 0.139 g 于 1 000 mL 的容量瓶中,用蒸馏水溶解稀释至刻度。

方法二:称取 2.740 g 碳酸钙及 0.276 g 氧化镁,用少量 2 mol/L 盐酸溶解,在水浴上蒸发至干以除去多余的盐酸。然后用蒸馏水将残留物完全转移至 100 mL 容量瓶中,并用蒸馏水稀释至刻度,再取出 10 mL 该溶液于 1 000 mL 的容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度。

方法三:1) A 溶液——0.04 mol/L 钙离子溶液的配制

准确称取碳酸钙 4.000 g 于 800 mL 烧杯中,加入少量水润湿,然后缓缓加入 1.0 mol/L 盐酸 82 mL,充分搅拌混合,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,加入 2 滴甲基红指示液,用 1 mol/L 氨水中和至橙色。将此溶液转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水定容后摇匀,备用。

2) B 溶液——0.04 mol/L 镁离子溶液的配制

准确称取氧化镁 1.631 g 于 800 mL 烧杯中,加少量水润湿,然后缓缓加入 1.0 mol/L 盐酸 82 mL,充分搅拌混合并缓慢加热,待氧化镁全部溶解后,加蒸馏水 400 mL,煮沸除去二氧化碳。冷却至室温后,加入 2 滴甲基红指示剂溶液,用 1 mol/L 氨水中和至橙色,将此溶液转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水定容后摇匀,备用。

3) 标准硬水配制

移取 68.5 mL 溶液 A 和 17.0 mL 溶液 B 溶于 1 000 mL 烧杯中,加入 800 mL 水,滴加 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液或 0.1 mol/L 盐酸溶液,调节溶液 pH 为 6.0~7.0,将溶液转移到 1 000 mL 容量瓶中,定溶摇匀,备用。

以上三种方法可任选一种。

2.3 仪器

量筒:100 mL,内径 28 mm±2 mm,高 250 mm±5 mm;

烧杯:250 mL,直径 60 mm~65 mm;

玻璃搅拌棒:直径 6 mm~8 mm;

移液管:刻度精确至 0.02 mL;

恒温水浴。

2.4 测定方法

在 250 mL 烧杯中,加入 100 mL $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 标准硬水,用移液管吸取适量乳剂试样,在不断搅拌的情况下慢慢加入硬水中(按各产品规定的稀释浓度),使其配成 100 mL 乳状液。加完乳剂后,继续用 2~3 r/s 的速度搅拌 30 s,立即将乳状液移至清洁、干燥的 100 mL 量筒中,并将量筒置于恒温水浴内,在 $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 范围内,静置 1 h,取出,观察乳状液分离情况,如在量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出,则判定乳液稳定性合格。
