



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4844—2017

## 液体农药制剂的粒度测定 激光衍射法

Particle size analysis of liquid pesticide formulation—  
Laser diffraction method

2017-07-21 发布

2018-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

# 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。  
本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。  
本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。  
本标准主要起草人：顾中怡、程欲晓、强音、张琳、张峥、金樱华。



# 液体农药制剂的粒度测定 激光衍射法

## 1 范围

本标准规定了激光衍射法测定液体农药制剂粒度的方法。

本标准适用于原药成分不溶或难溶于水的、粒径分布在  $0.1\ \mu\text{m}\sim 500\ \mu\text{m}$  的液体农药制剂的粒度测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法 第1部分:通则

## 3 术语、定义和符号

### 3.1 术语和定义

GB/T 19077.1 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1.1

**对光 focusing**

对光学系统进行校正,调整透镜,使探测器对中良好,并位于透镜的焦平面上。

#### 3.1.2

**遮光度 obscuration**

光束中由于样品的引入而衍射的光能量,%;以此代表分散器中的样品浓度,也可用遮光比表述。

### 3.2 符号

GB/T 19077.1 界定的以及下列符号适用于本文件。

- $x_{10}$  占总体积 10% 的颗粒直径小于这个值,  $\mu\text{m}$ ; 也可用  $d(0.1)$ 、 $d_{10}$  等表述;
- $x_{50}$  颗粒的中位直径,  $\mu\text{m}$ ; 占总体积 50% 的颗粒直径小于这个值, 另有占总体积 50% 的颗粒直径大于这个值; 也可用  $d(0.5)$ 、 $d_{50}$  等表述;
- $x_{90}$  占总体积 90% 的颗粒直径小于这个值,  $\mu\text{m}$ ; 也可用  $d(0.9)$ 、 $d_{90}$  等表述;
- $D[3,2]$  表面积平均粒径,  $\mu\text{m}$ ;
- $D[4,3]$  体积平均粒径,  $\mu\text{m}$ 。

## 4 方法提要

试样在激光粒度仪的湿法分散器中经分散剂分散后,由光学元件中的检测器进行粒度测定。



5 原理及计算模型

有代表性的样品,以适当的浓度在合适的液体中分散后,让一束单色的光束通过其间。光被颗粒散射后,分布在不同的角度上,有规律的多元探测器在许多角度上接收到的有关散射图的数值,并记录这些数值。使用适当的光学模型和数学程序,对散射数值进行计算,得到各粒度级别的颗粒体积占总体积的比值,从而得到粒度的体积分布。本方法中采用米氏(Mie)散射理论进行计算。见 GB/T 19077.1。

6 试剂和材料

除非另有说明,仅使用符合 GB/T 6682 规定的一级水,在使用前应超声除去气泡。

7 仪器和设备

- 7.1 激光粒度仪:具湿法分散器的激光粒度仪,测量范围达到  $0.1\ \mu\text{m}\sim 500\ \mu\text{m}$ ,带可采用米氏理论光学模型进行计算的软件。仪器示例参见附录 A。
- 7.2 滴管:1 mL。
- 7.3 烧杯:50 mL。
- 7.4 仪器校准:根据 GB/T 19077.1,定期用粒度分布已知的标准样品校准仪器。

8 测定步骤

8.1 测量前准备及参数设置

连接仪器、启动系统,等待 30 min 或按照仪器说明书规定稳定系统。在湿法分散器中加入分散剂水至规定位置,设置进样器参数:

- a) 搅拌器/泵速:1 500 r/min $\sim$ 2 000 r/min;
- b) 超声:不开启,即强度为 0%。

测量前,按以下要求设置主要参数,并控制仪器进行一次自动对光:

- a) 样品物质折射率:除另有规定外,设置为折射率为 1.52/0.1 的物质;
- b) 分散剂折射率:除另有规定外,设置为水,折射率为 1.33/0;
- c) 结果计算模式:适用于大多数样品或粒度分布较宽样品的模式;
- d) 背景测量时间:6 s,每秒扫描 1 000 次;
- e) 样品测量时间:6 s,每秒扫描 1 000 次;
- f) 测量循环次数:5 次,报告其平均值。

注:上述参数系典型操作参数,可根据不同样品或不同仪器的特点对操作参数作适当调整,以获最佳效果。

8.2 背景测量

每次测量样品前,需进行空白背景测量,背景遮光度应为小于 0.2%;若发现污染,则需清洁仪器直至满足测量要求。

8.3 样品分散及测定

室温下,样品摇匀后,缓慢滴加入已加入水并启动搅拌的分散器中使其均匀分散,控制遮光度在



5%~10%范围内;若样品浓度过高,可先以水适当稀释后再滴加。待遮光度稳定后,继续搅拌 2 min 再进行粒度测定。

待测量完成后,清洁仪器。

9 结果计算

由仪器自带软件自动测算和显示数据,以连续 5 次循环测量的平均值为结果,对  $x_{10}$ 、 $x_{50}$ 、 $x_{90}$ 、 $D[3,2]$ 、或  $D[4,3]$ 中的一个或多个读数,根据软件功能,保留小数点后 2 位或 3 位有效数字。标准物质及农药样品粒径分布图示例参见附录 B 中的图 B.1、图 B.2。

10 重复性与再现性

对于粒度分布的变异系数不大于 50%(或颗粒大小直径之比为 10 : 1)的样品, $x_{50}$  的变异系数应小于 3%, $x_{10}$ 、 $x_{90}$  的变异系数应不超过 5%,对于 10  $\mu\text{m}$  以下颗粒,变异系数可加倍。由 8 个实验室对 6 个不同品种的试样进行方法精密度试验,按照 GB/T 6379.2 进行统计,结果见表 1。

表 1 验证结果的相对标准偏差

样品	项目	实验室内 RSD/%								实验室间 RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7	8	
1	$x_{50}$	3.64	2.96	5.60	3.95	5.92	0.99	1.95	3.77	3.00
	$x_{90}$	4.12	4.48	3.05	5.09	3.48	5.64	2.91	3.07	3.16
	$D[4,3]$	5.07	5.29	3.85	5.84	3.63	5.66	1.44	3.06	3.55
2	$x_{50}$	0.29	0.71	0.62	0.52	1.29	1.72	2.26	1.03	1.56
	$x_{90}$	1.00	0.02	1.36	1.23	0.79	2.08	1.54	0.11	3.15
	$D[4,3]$	0.93	0.62	1.08	1.51	0.23	2.77	2.41	0.26	3.16
3	$x_{50}$	1.73	1.43	4.93	1.65	5.80	2.37	0.41	5.30	7.73
	$x_{90}$	0.25	2.78	4.00	1.41	5.71	1.75	1.62	7.70	6.25
	$D[4,3]$	0.20	1.86	3.76	0.92	5.57	0.88	0.66	6.11	6.09
4	$x_{50}$	0.85	3.64	4.13	1.85	5.46	3.34	2.38	4.82	2.88
	$x_{90}$	2.57	1.40	2.65	0.50	4.25	0.90	0.47	4.14	2.73
	$D[4,3]$	0.99	2.49	3.18	1.21	4.56	2.01	1.87	4.23	2.49
5	$x_{50}$	0.04	1.45	0.34	2.53	1.28	0.97	0.91	1.13	1.44
	$x_{90}$	1.23	6.56	0.32	6.67	1.47	1.45	5.63	4.19	5.63
	$D[4,3]$	2.49	4.94	1.95	6.41	0.03	1.74	7.33	4.99	6.70
6	$x_{50}$	1.55	4.95	1.86	2.41	2.92	0.64	0.13	0.45	2.45
	$x_{90}$	1.85	6.83	2.90	3.25	4.71	0.25	1.00	1.44	3.54
	$D[4,3]$	1.88	6.31	2.32	3.11	4.06	0.76	0.29	0.73	3.13



表 2 精密度结果

%

样品	项目	重复性 $S_r$	重复性限 $r_{95}$	再现性 $S_R$	再现性限 $R_{95}$
1	$x_{50}$	0.045	0.126	0.043	0.120
	$x_{90}$	0.187	0.524	0.182	0.510
	$D[4,3]$	0.085	0.238	0.085	0.238
2	$x_{50}$	0.034	0.095	0.049	0.137
	$x_{90}$	0.297	0.832	0.824	2.307
	$D[4,3]$	0.118	0.330	0.267	0.748
3	$x_{50}$	0.614	1.719	1.425	3.990
	$x_{90}$	2.46	5.729	3.580	10.02
	$D[4,3]$	0.753	2.108	1.499	4.197
4	$x_{50}$	0.100	0.280	0.100	0.280
	$x_{90}$	0.150	0.420	0.187	0.524
	$D[4,3]$	0.090	0.252	0.096	0.269
5	$x_{50}$	0.170	0.476	0.220	0.616
	$x_{90}$	1.703	4.768	2.526	7.073
	$D[4,3]$	0.879	2.460	1.473	4.124
6	$x_{50}$	0.172	0.482	0.205	0.574
	$x_{90}$	0.443	1.240	0.530	1.484
	$D[4,3]$	0.231	0.647	0.273	0.764



附 录 A  
(资料性附录)

Mastersizer 2000 及 Hydro 2000S 湿法进样器技术资料

Mastersizer 2000 及 Hydro 2000S 湿法进样器技术资料见表 A.1、表 A.2。

表 A.1 Mastersizer 2000 技术资料

测量尺寸范围	0.02 $\mu\text{m}$ ~2 000 $\mu\text{m}$
测量原理	米氏(Mie)散射理论
监控系统	红光,正向散射、侧边散射和反向散射
光源	红光:He-Ne 激光 蓝光:固态光源
光学校正系统	光学十字线黑色区域和多重部分校正监测仪的自动快速校正系统
样品分散元件互换系统	样品分散元件自动识别、布局,并能将盒式测量元件插入光学元件
功率	110~240 V,50/60 Hz,60 VA

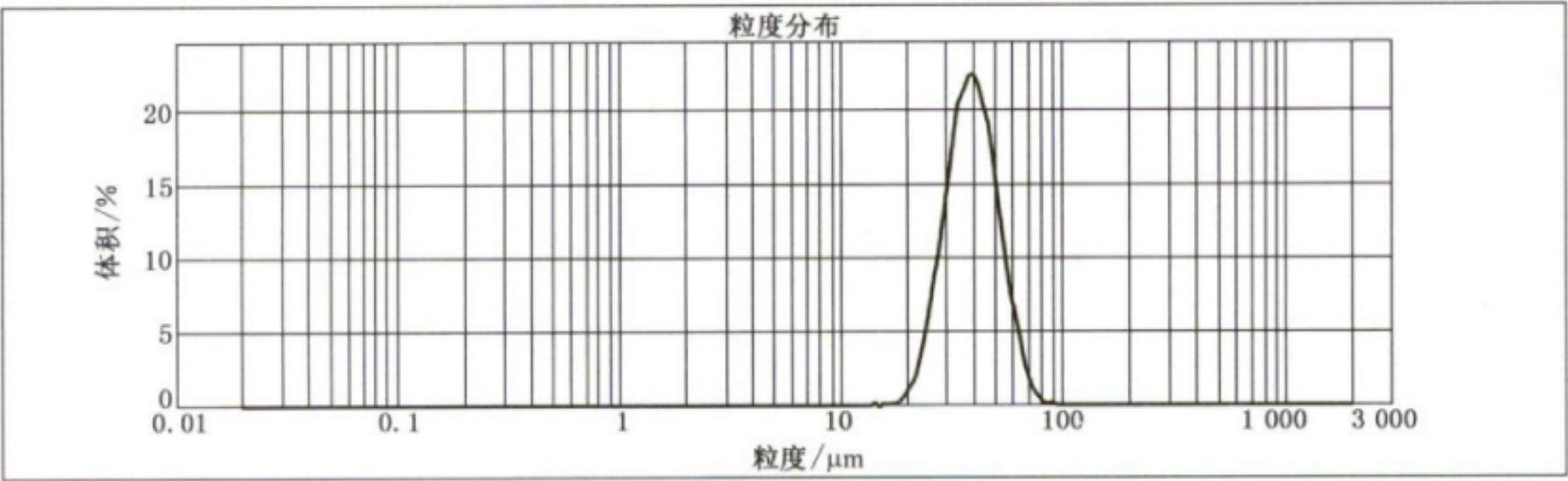
表 A.2 Hydro 2000S 湿法进样器技术资料

分散类型	湿法
容量	50 mL~150 mL
分散装置	变速泵、搅拌器联合机,变速超声探测仪
功率	100 V~120 V/200/240 V(AC)50/60 Hz,240 VA
最大颗粒度	400 $\mu\text{m}$ ~600 $\mu\text{m}$ 不等,依据颗粒性状和密度



附 录 B  
(资料性附录)  
粒径分布图示例

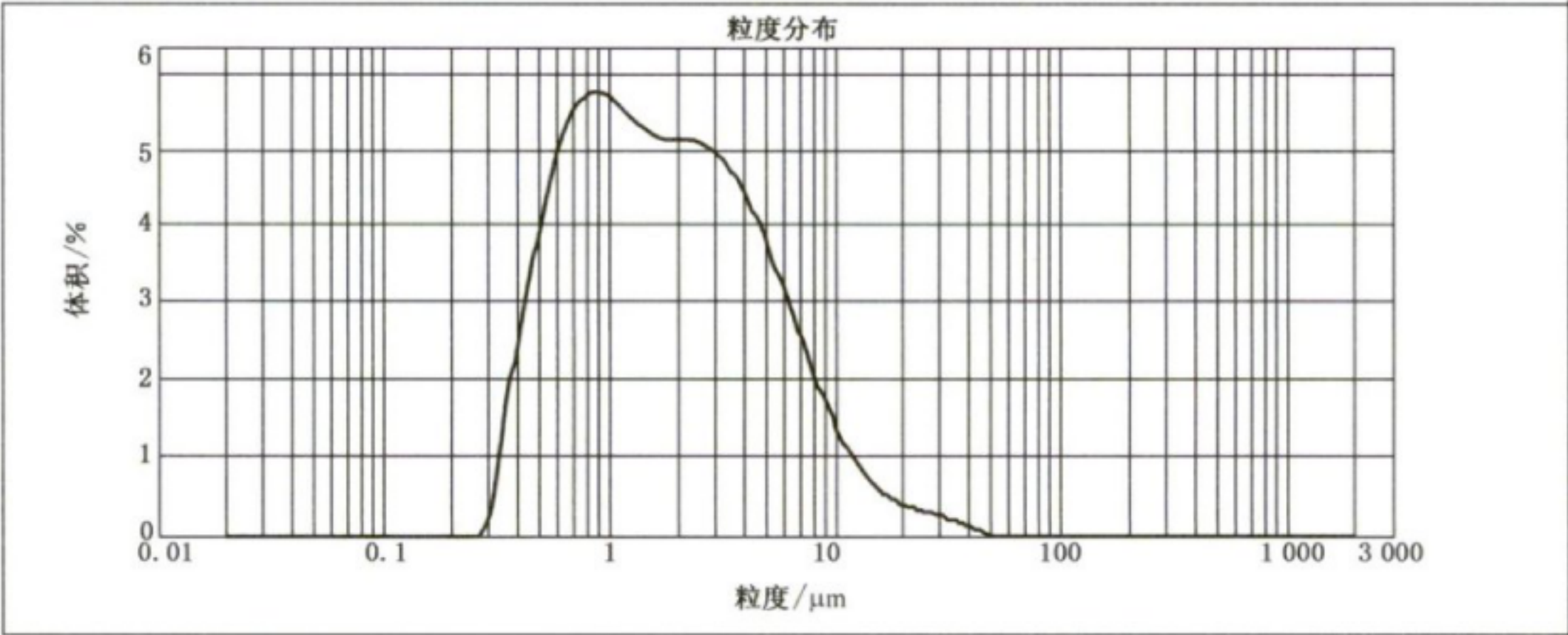
粒径分布图示例见图 B.1、图 B.2。



粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%
0.010	0.00	0.080	0.00	0.634	0.00	5.053	0.00	40.244	52.94	320.535	100.00
0.011	0.00	0.090	0.00	0.717	0.00	5.709	0.00	45.469	70.12	362.148	100.00
0.013	0.00	0.102	0.00	0.810	0.00	6.450	0.00	51.371	83.91	409.163	100.00
0.014	0.00	0.115	0.00	0.915	0.00	7.287	0.00	58.041	92.98	462.281	100.00
0.016	0.00	0.130	0.00	1.034	0.00	8.233	0.00	65.575	97.75	522.296	100.00
0.018	0.00	0.147	0.00	1.168	0.00	9.302	0.00	74.089	99.61	590.102	100.00
0.021	0.00	0.166	0.00	1.320	0.00	10.510	0.00	83.707	100.00	666.711	100.00
0.024	0.00	0.187	0.00	1.491	0.00	11.874	0.00	94.574	100.00	753.265	100.00
0.027	0.00	0.211	0.00	1.684	0.00	13.416	0.00	106.852	100.00	851.056	100.00
0.030	0.00	0.239	0.00	1.903	0.00	15.157	0.00	120.724	100.00	961.542	100.00
0.034	0.00	0.270	0.00	2.150	0.00	17.125	0.00	136.397	100.00	1 086.372	100.00
0.038	0.00	0.305	0.00	2.429	0.00	19.348	0.10	154.104	100.00	1 227.408	100.00
0.043	0.00	0.345	0.00	2.745	0.00	21.860	0.88	174.110	100.00	1 386.753	100.00
0.049	0.00	0.389	0.00	3.101	0.00	24.698	3.51	196.714	100.00	1 566.785	100.00
0.055	0.00	0.440	0.00	3.503	0.00	27.904	9.54	222.251	100.00	1 770.189	100.00
0.062	0.00	0.497	0.00	3.958	0.00	31.527	20.18	251.105	100.00	2 000.000	100.00
0.070	0.00	0.561	0.00	4.472	0.00	35.620	35.28	283.704	100.00		

图 B.1 40 μm 玻璃微球颗粒标准物质粒径分布图





粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%	粒度 /μm	体积不 足/%
0.010	0.00	0.080	0.00	0.634	14.49	5.053	83.78	40.244	99.95	320.535	100.00
0.011	0.00	0.090	0.00	0.717	18.76	5.709	86.62	45.469	100.00	362.148	100.00
0.013	0.00	0.102	0.00	0.810	23.25	6.450	89.11	51.371	100.00	409.163	100.00
0.014	0.00	0.115	0.00	0.915	27.82	7.287	91.25	58.041	100.00	462.281	100.00
0.016	0.00	0.130	0.00	1.034	32.36	8.233	93.05	65.575	100.00	522.296	100.00
0.018	0.00	0.147	0.00	1.168	36.81	9.302	94.53	74.089	100.00	590.102	100.00
0.021	0.00	0.166	0.00	1.320	41.12	10.510	95.71	83.707	100.00	666.711	100.00
0.024	0.00	0.187	0.00	1.491	45.32	11.874	96.65	94.574	100.00	753.265	100.00
0.027	0.00	0.211	0.00	1.684	49.44	13.416	97.39	100.852	100.00	851.056	100.00
0.030	0.00	0.239	0.00	1.903	53.53	15.157	97.97	120.724	100.00	961.542	100.00
0.034	0.00	0.270	0.00	2.150	57.61	17.125	98.42	136.397	100.00	1 086.372	100.00
0.038	0.00	0.305	0.00	2.429	61.69	19.348	98.78	154.104	100.00	1 227.408	100.00
0.043	0.00	0.345	0.65	2.745	65.73	21.860	99.07	174.110	100.00	1 386.753	100.00
0.049	0.00	0.389	2.14	3.101	69.69	24.698	99.32	196.714	100.00	1 566.785	100.00
0.055	0.00	0.440	4.29	3.503	73.53	27.904	99.53	222.251	100.00	1 770.189	100.00
0.062	0.00	0.497	7.14	3.958	77.20	31.527	99.70	251.105	100.00	2 000.000	100.00
0.070	0.00	0.561	10.57	4.472	80.63	35.620	99.85	283.704	100.00		

图 B.2 200 g/L 氯虫苯甲酰胺悬浮剂样品粒径分布图