

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1860.20—2010

农药理化性质测定试验导则 第20部分：熔点

Guidance on the determination of physico-chemical properties of pesticides
Part 20: Melting point

2010-05-20 发布

2010-09-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

NY/T 1860《农药理化性质测定试验导则》为系列标准,共 22 部分:

- 第 1 部分:pH 值;
- 第 2 部分:酸(碱)度;
- 第 3 部分:外观;
- 第 4 部分:原药稳定性;
- 第 5 部分:紫外/可见光吸收;
- 第 6 部分:爆炸性;
- 第 7 部分:水中光解;
- 第 8 部分:正辛醇/水分配系数;
- 第 9 部分:水解;
- 第 10 部分:氧化-还原/化学不相容性;
- 第 11 部分:闪点;
- 第 12 部分:燃点;
- 第 13 部分:与非极性有机溶剂混溶性;
- 第 14 部分:饱和蒸气压;
- 第 15 部分:固体可燃性;
- 第 16 部分:对包装材料腐蚀性;
- 第 17 部分:密度;
- 第 18 部分:比旋光度;
- 第 19 部分:沸点;
- 第 20 部分:熔点;
- 第 21 部分:黏度;
- 第 22 部分:溶解度。

本部分是《农药理化性质测定试验导则》的第 20 部分。

本部分由农业部种植业管理司提出并归口。

本部分起草单位:农业部农药检定所和中国农业大学。

本部分主要起草人:陈铁春、吴学民、赵永辉、徐妍、李国平。

农药理化性质测定试验导则

第 20 部分：熔点

1 范围

本部分规定了农药熔点测定的试验方法、试验报告编写等基本要求。
本部分适用于为申请农药登记而进行的农药纯品和农药原药熔点的测定。

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 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法(ISO 6353-1:1982, NEQ)

JJG 130 工作用玻璃液体温度计

JJG 701 毛细管法熔点测定仪

3 要求

农药纯品和原药的熔点测定应采用适当的方法进行：

——熔点在 0℃~300℃宜采用 GB/T 1602—2001 或液浴毛细管法；

——熔点在 20℃~300℃宜采用金属块毛细管法或熔点显微镜法；

——熔点在 20℃~1 000℃宜采用差热分析仪(TDA)；

——熔点在 -100℃~1 000℃宜采用差示扫描量热仪(DSC)。

4 试验方法

4.1 GB/T 1602—2001 农药熔点测定方法

4.2 毛细管/油浴法

4.2.1 方法原理

通过测定在样品生成弯月面和(或)样品全部液化时的温度，即为该样品的熔点。

4.2.2 仪器

4.2.2.1 三口圆底烧瓶：500 mL，主颈长约 230 mm。

4.2.2.2 样品管：样品管外径最大 5 mm。

4.2.2.3 毛细管：约 100 mm 长，内径约 1 mm，壁厚 0.2 mm~0.3 mm。

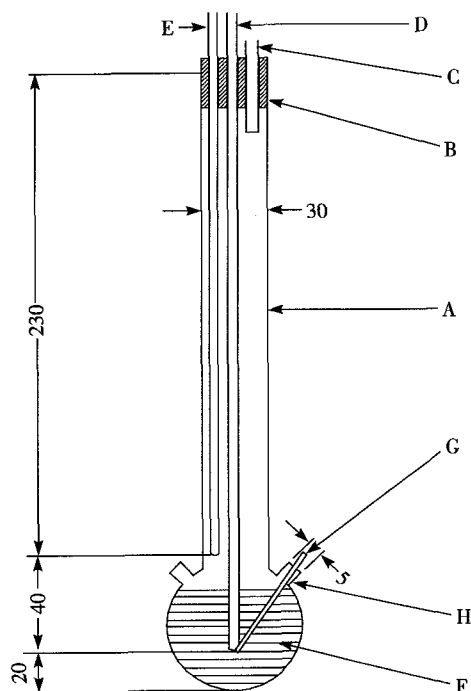
4.2.2.4 胶塞：外侧具有出气槽。

4.2.2.5 测量温度计：内标式单球温度计，分度值为 0.1℃，量程适合于所测样品的熔点温度。

4.2.2.6 辅助温度计：分度值为 1℃。

4.2.3 仪器的安装

如图 1 所示，将三口圆底烧瓶、样品管、毛细管及测量温度计以胶塞连接，测量温度计下端与试管液面相距 20 mm，温度计的水银球中部应与样品管装有样品的末端相接触。将辅助温度计附在测量温度计边上，使其水银球距测量温度计水银球约 40 mm 处。



A—烧瓶;B—胶塞;C—通气孔;D—温度计;E—辅助温度计;
 F—油浴;G—样品管,外径最大 5 mm,毛细管,约 100 mm 长,
 内径约 1 mm,壁厚 0.2 mm~0.3 mm;H—侧管。

图 1 毛细管/油浴法装置示意图

可以根据试样熔点温度选择浴液,如低于 200℃可使用液体石蜡,低于 300℃可选用硅油,在 250℃以上也可以使用 3 份硫酸加 2 份硫酸钾的混合物。温度计的水银球中部应与毛细管装有样品的末端相接触。

4.2.4 测定

将试样干燥磨碎后装入末端融封的毛细管,将毛细管在细玻璃管内自由下落 700 mm 左右,使其压实,压实后样品高度约 3 mm。浴液在搅拌下升温(约 3℃/min)至比预计熔点低 10℃时,把毛细管插入到适当位置,同时升温速度降为 1℃/min。记录初熔温度和全熔温度。

4.2.5 结果计算

校正熔点温度按式(1)计算:

$$T = T_D + 0.00016(T_D - T_E) \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- T——校正熔点温度,单位为摄氏度(℃);
- T_D ——温度计 D 的读数,单位为摄氏度(℃);
- T_E ——温度计 E 的读数,单位为摄氏度(℃);
- n——温度计 D 在液面以下浸没的刻度数。

4.2.6 允许差

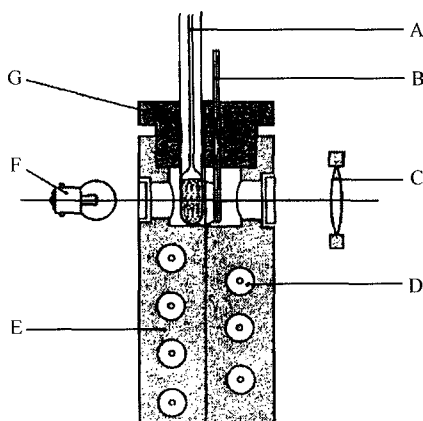
两次平行测定值相对差不大于 15%。

4.3 金属块毛细管法

4.3.1 仪器

金属块毛细管法熔点测定装置见图 2。其中,如果采用自动测定方法,温度计 A 可改用热电偶传感器,而目镜 C 则采用光电传感器。

- 4.3.1.1 金属加热块:其上部是空的,形成一个小空腔,小空腔壁的侧面有四个耐热玻璃制成的小窗,呈直角,其中一个窗前设立目镜。如图2中的E。
- 4.3.1.2 金属插口座:上有2个或多个孔,用来插毛细管。如图2中的G。
- 4.3.1.3 可调功率的电气加热系统:由多个可调电阻组成,用以调节加热速率。如图2中的D。
- 4.3.1.4 毛细管:同4.2.2.3。
- 4.3.1.5 测量温度计:同4.2.2.5,或用同等精度的热电测量仪。
- 4.3.1.6 灯:用于提供光源,以观察样品的变化情况。



A——温度计;B——毛细管;C——目镜;D——电阻;E——金属加热块;F——灯;G——金属插口座。

图2 金属块毛细管法熔点测定装置

4.3.2 测定

毛细管采用与4.2.4中相同的方法装填样品。金属加热块以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至比预计熔点低 10°C 时,把毛细管插入到金属加热块中的小室中,同时升温速度降为 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。记录初熔温度和全熔温度。

4.4 熔点显微镜法

4.4.1 方法原理

通过加热玻片上的样品,观察其相变过程以确定熔点。

4.4.2 仪器

4.4.2.1 玻片:壁厚 $0.1\text{ mm}\sim 0.2\text{ mm}$ 。

4.4.2.2 熔点仪:应符合JJG 701的规定,并达到0.2级的要求。

4.4.3 测定

将试样干燥磨碎后放在玻片上,然后将玻片置于熔点显微镜的样品台中央的透光孔上,玻片上可以再覆盖一片玻片,以减少空气的影响。逐渐加热样品台直至样品熔化,记录温度。对于晶状物质,可以使用偏振光,使熔化过程更易于观察。

4.4.4 结果处理

结果由熔点仪直接读出。

4.5 差热分析(DTA)法

4.5.1 方法原理

将试样和一种参考物质按照同样的温度控制程序加热或冷却。通过记录温度基线上试样发生相转变时,其熵变造成吸热(熔化)或放热(凝结)峰时的温度,即为熔点。

4.5.2 仪器

差热分析仪,基本参数:

- 测量范围:20℃~1 000℃;
- 升温速率:0℃/min~100℃/min;
- 准确度:±0.2℃。

4.5.3 测定

将试样和一种参考物质研磨至100目~200目,称取适量试样和参考物放入样品炉,按照同样的温度控制程序加热或冷却,程序升(降)温10℃/min~15℃/min为宜。当试样发生相转变时,其熵变会在温度记录基线上造成吸热(熔化)或放热(凝结)峰。记录出现该峰时的温度即为试样的熔点。

4.6 差示扫描量热(DSC)法

4.6.1 方法原理

将试样和标准物质按照同样的温度控制程序加热。通过记录能量基线上试样发生相转变时,其熵变造成吸热(熔化)或放热(凝结)峰时的温度即为试样的熔点。

4.6.2 仪器

差示扫描量热仪,基本参数:

- 量程:±2 000 μV;
- 测量范围:-100℃~1 000℃;
- 升温速率:10℃/min~30℃/min;
- 准确度:±0.2℃。

4.6.3 测定

将被试物和标准物质按照同样的温度控制程序加热或冷却。为维持被试物和参考物的温度相同所需要的能量在被试物发生相转变时会有差异,相转变的熵变会在能量输入基线上造成吸热(熔化)或放热(凝结)峰。记录峰值对应的温度即为试样的熔点。

5 试验报告

报告应提供足够详细的内容,至少包括以下内容:

- 1) 样品描述:应包括供试农药样品的名称、规格、批号、来源、生产日期,应明确样品包装/密封系统的性状,如包装材料的类型、形状和颜色等。
- 2) 试验条件:应包括环境温度、试剂、浴液、仪器等。
- 3) 试验方法:应描述采用的试验方法。
- 4) 试验结果:应包括测试结果。

中华人民共和国
农业行业标准
农药理化性质测定试验导则
第20部分：熔点

NY/T 1860.20—2010

* * *

中国农业出版社出版
(北京市朝阳区麦子店街18号楼)
(邮政编码：100125 网址：www.ccap.com.cn)
北京昌平环球印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

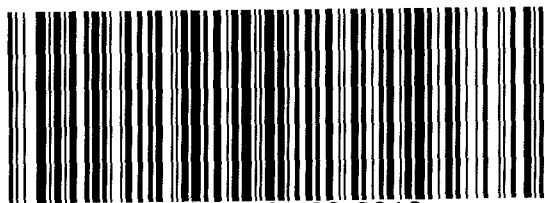
* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 7千字

2010年5月第1版 2010年5月北京第1次印刷

书号：16109·2005

定价：18.00元



NY/T 1860.20-2010

版权专有 侵权必究
举报电话：(010) 65005894