



中华人民共和国国家标准

GB/T 43167—2023

农药检测用标准硬水

Standard waters for pesticides testing

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：广西田园生化股份有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司、滨州黄海科学技术研究院有限公司、广西速竞科技有限公司、深圳诺普信农化股份有限公司、江西巴菲特化工有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、山东绿霸化工股份有限公司、惠州市银农科技股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：林洋、孙伟吉、卢瑞、黄亮、冯晓琦、廖小解、戴兰芳、胡灵玲、姚二艳、梁亚琪、韦沙迪、丁海关。

农药检测用标准硬水

1 范围

本文件规定了农药检测用标准硬水的技术要求,描述了农药标准硬水的配制方法以及总硬度测定方法。

本文件适用于农药标准硬水的质量控制。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

标准硬水 standard water

含有指定浓度可溶性钙、镁化合物的水。

3.2

标准硬水总硬度 total hardness of standard water

标准硬水中所含钙、镁化合物的总质量浓度(以碳酸钙计)。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

4 技术要求

4.1 外观

无色澄清透明液体,无可见悬浮物或沉淀。

4.2 技术指标

标准硬水应符合表 1 的要求。

表 1 标准硬水技术指标

项 目		指 标
标准硬水 A	总硬度/(mg/L)	20±3
	钙、镁离子摩尔比	1:1
	pH 值	5.0~6.0
标准硬水 B	总硬度/(mg/L)	20±3
	钙、镁离子摩尔比	4:1
	pH 值	8.0~9.0
标准硬水 C	总硬度/(mg/L)	500±25
	钙、镁离子摩尔比	4:1
	pH 值	7.0~8.0
标准硬水 D	总硬度/(mg/L)	342±17
	钙、镁离子摩尔比	4:1
	pH 值	6.0~7.0
注：根据总硬度、钙镁离子摩尔比以及 pH 值的不同，将标准硬水分为标准硬水 A、标准硬水 B、标准硬水 C 和标准硬水 D。		

5 试验方法

警告：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和去离子水。

5.2 外观

采用目测法检查。

5.3 农药标准硬水的配制

5.3.1 方法提要

分别配制 Ca^{2+} 溶液、 Mg^{2+} 溶液、碳酸氢钠溶液三种储备溶液，通过稀释不同配比的储备溶液，调节溶液的 pH 值，配制得到不同规格的标准硬水。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 碳酸钙：质量分数 $\geq 99\%$ ，使用前在 105℃ 条件下干燥 2 h。

5.3.2.2 氧化镁：质量分数 $\geq 99\%$ ，使用前在 105℃ 条件下干燥 2 h。

5.3.2.3 碳酸氢钠。

5.3.2.4 氢氧化钠溶液： $c_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

- 5.3.2.5 无水氯化钙:质量分数 $\geq 95\%$,使用前在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥 2 h 。
- 5.3.2.6 六水合氯化镁:质量分数 $\geq 99\%$ 。
- 5.3.2.7 氨水溶液: $c_{\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 1\text{ mol/L}$ 。
- 5.3.2.8 盐酸溶液 I: $c_{\text{HCl}} = 1\text{ mol/L}$ 。
- 5.3.2.9 盐酸溶液 II: $c_{\text{HCl}} = 0.1\text{ mol/L}$ 。
- 5.3.2.10 盐酸溶液 III: $c_{\text{HCl}} = 2\text{ mol/L}$ 。
- 5.3.2.11 甲基红指示剂:甲基红乙醇溶液, $\rho = 1\text{ g/L}$ 。按 GB/T 603 进行配制。

5.3.3 仪器

- 5.3.3.1 移液管:25 mL,50 mL,100 mL。
- 5.3.3.2 烧杯:1 000 mL。
- 5.3.3.3 容量瓶:1 000 mL。
- 5.3.3.4 水浴锅。
- 5.3.3.5 pH 计。

5.3.4 配制步骤

5.3.4.1 储备溶液的配制

5.3.4.1.1 储备溶液 I ($c_{\text{Ca}^{2+}} = 0.04\text{ mol/L}$)

5.3.4.1.1.1 方法一:称取 4.0 g (精确至 0.01 g)碳酸钙于 1 000 mL 烧杯中,加入少量水润湿,然后缓慢加入 82 mL 盐酸溶液 I,充分搅拌混合,待碳酸钙完全溶解后,用 400 mL 水稀释,煮沸除去二氧化碳,冷却至室温后,滴加 2 滴甲基红指示剂,用氨水溶液中和至橙色。转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。溶液需储存在聚乙烯容器中,不超过 30 d 。

5.3.4.1.1.2 方法二:称取 4.44 g (精确至 0.01 g)无水氯化钙于 1 000 mL 烧杯中,用 800 mL 水溶解完全,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。溶液需储存在聚乙烯容器中,不超过 30 d 。

5.3.4.1.1.3 仲裁方法:当发生质量争议时,以方法一为仲裁方法。

5.3.4.1.2 储备溶液 II ($c_{\text{Mg}^{2+}} = 0.04\text{ mol/L}$)

5.3.4.1.2.1 方法一:称取 1.61 g (精确至 0.01 g)氧化镁于 1 000 mL 烧杯中,加入少量水润湿,然后缓慢加入 82 mL 盐酸溶液 I,充分搅拌混合,待氧化镁完全溶解后,用 400 mL 水稀释,煮沸除去二氧化碳,冷却至室温后,滴加 2 滴甲基红指示剂,用氨水溶液中和至橙色。转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。溶液需储存在聚乙烯容器中,不超过 30 d 。

5.3.4.1.2.2 方法二:称取 8.13 g (精确至 0.01 g)六水合氯化镁于 1 000 mL 烧杯中,用 800 mL 水溶解完全,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。溶液需储存在聚乙烯容器中,不超过 30 d 。

5.3.4.1.2.3 仲裁方法:当发生质量争议时,以方法一为仲裁方法。

5.3.4.1.3 储备溶液 III ($c_{\text{NaHCO}_3} = 1.0\text{ mol/L}$)

称取 84.01 g (精确至 0.01 g)碳酸氢钠于 1 000 mL 烧杯中,用 800 mL 水溶解完全,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

5.3.4.2 工作溶液的配制

5.3.4.2.1 标准硬水 A(硬度 20 mg/L 、pH 值 $5.0\sim 6.0$ 、 $n_{\text{Ca}^{2+}} : n_{\text{Mg}^{2+}} = 1 : 1$)

用移液管移取 2.5 mL 储备溶液 I 和 2.5 mL 储备溶液 II 于 1 000 mL 烧杯中,加入 795 mL 水。用

氢氧化钠溶液或盐酸溶液Ⅱ调节 pH 值至 5.0~6.0(用 pH 计测定)。将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

5.3.4.2.2 标准硬水 B(硬度 20 mg/L、pH 值 8.0~9.0、 $n_{Ca^{2+}} : n_{Mg^{2+}} = 4 : 1$)

用移液管移取 4.0 mL 储备溶液Ⅰ、1.0 mL 储备溶液Ⅱ和 2.0 mL 储备溶液Ⅲ于 1 000 mL 烧杯中,加入 790 mL 水。用氢氧化钠溶液调节 pH 值至 8.0~9.0(用 pH 计测定)。将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

5.3.4.2.3 标准硬水 C(硬度 500 mg/L、pH 值 7.0~8.0、 $n_{Ca^{2+}} : n_{Mg^{2+}} = 4 : 1$)

用移液管移取 100 mL 储备溶液Ⅰ和 25 mL 储备溶液Ⅱ于 1 000 mL 烧杯中,加入 675 mL 水。用氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0~8.0(用 pH 计测定)。将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

5.3.4.2.4 标准硬水 D(硬度 342 mg/L、pH 值 6.0~7.0、 $n_{Ca^{2+}} : n_{Mg^{2+}} = 4 : 1$)

5.3.4.2.4.1 方法一:用移液管移取 68.5 mL 储备溶液Ⅰ和 17.0 mL 储备溶液Ⅱ于 1 000 mL 烧杯中,加入 715 mL 水。用氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.0~7.0(用 pH 计测定)。将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

5.3.4.2.4.2 方法二:称取 2.74 g(精确至 0.001 g)碳酸钙和 0.276 g(精确至 0.001 g)氧化镁于 100 mL 烧杯中,加入适量盐酸溶液Ⅲ,充分搅拌混合,待碳酸钙和氧化镁完全溶解后,在水浴上加热蒸发至干以除去多余盐酸。然后将残留物用 60 mL 水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,用 30 mL 水分次冲洗烧杯,冲洗液一并倒入容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。溶液需储存在聚乙烯容器中,不超过 30 d。用移液管移取 10 mL 上述溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

5.3.4.2.4.3 仲裁方法:当发生质量争议时,以方法一为仲裁方法。

5.4 农药标准硬水总硬度及钙、镁离子摩尔比的测定

5.4.1 方法提要

使用配位滴定分析法对标准硬水的总硬度及钙、镁离子质量浓度进行测定,通过乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的消耗体积分别计算标准硬水的总硬度和钙、镁离子的质量浓度。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 EDTA 标准溶液:乙二胺四乙酸二钠标准溶液, $c_{EDTA} = 0.01 \text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601 进行配制和标定。

5.4.2.2 浓氨水:质量分数 $\geq 28\%$ 。

5.4.2.3 氯化铵:质量分数 $\geq 99\%$ 。

5.4.2.4 铬黑 T。

5.4.2.5 乙醇。

5.4.2.6 甲醇。

5.4.2.7 依来铬蓝黑 R:(CAS 号:2538-85-4)。

5.4.2.8 二乙胺。

5.4.2.9 九水硫化钠。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 容量瓶:1 000 mL,100 mL。

5.4.3.2 量筒:1 000 mL,100 mL。

5.4.3.3 锥形瓶:250 mL,500 mL。

5.4.3.4 移液管:25 mL,100 mL。

5.4.3.5 滴定管:25 mL(分度值:0.1 mL)。

5.4.3.6 水浴锅。

5.4.4 试验步骤

5.4.4.1 工作溶液的配制

5.4.4.1.1 pH10 缓冲溶液

称取 67.5 g 氯化铵,加入 570 mL 浓氨水,用水定容至 1 000 mL。

5.4.4.1.2 铬黑 T 指示剂溶液

称取 0.5 g 铬黑 T,20 mL 乙醇溶解,加水稀释至 100 mL。

5.4.4.1.3 依来铬蓝黑 R 指示剂溶液

称取 0.5 g 依来铬蓝黑 R,用 100 mL 甲醇溶解。

5.4.4.1.4 硫化钠溶液

称取 3.7 g 九水硫化钠,用 100 mL 水溶解。

5.4.4.2 测定

5.4.4.2.1 总硬度测定

用移液管移取一定体积标准硬水(当需测定标准硬水 A 或标准硬水 B 时,移取体积为 100 mL;当需测定标准硬水 C 或标准硬水 D 时,移取体积为 25 mL,根据测定需求,选择移取上述的一种标准硬水)于 250 mL 锥形瓶中,向标准硬水 C 和标准硬水 D 中加入 75 mL 水,使溶液总体积为 100 mL,用水浴锅加热至 40 ℃。加入 1 mL pH10 缓冲溶液,2 mL 硫化钠溶液和 6 滴铬黑 T 指示剂溶液。用 EDTA 标准溶液滴定至蓝色为终点。

5.4.4.2.2 钙离子质量浓度测定

用移液管移取一定体积标准硬水(当需测定标准硬水 A 或标准硬水 B 时,移取体积为 100 mL;当需测定标准硬水 C 或标准硬水 D 时,移取体积为 25 mL,根据测定需求,选择移取上述的一种标准硬水)于 250 mL 锥形瓶中,向标准硬水 C 和标准硬水 D 中加入 75 mL 水,使溶液总体积为 100 mL。用二乙胺调节溶液 pH 值为 12.5,加入 1 mL 硫化钠溶液和 6 滴依来铬蓝黑 R 溶液。用 EDTA 标准溶液滴定至蓝色为终点。

5.4.5 计算

标准硬水总硬度按公式(1)计算,钙离子质量浓度按公式(2)计算,镁离子质量浓度按公式(3)计算,钙、镁离子摩尔比按公式(4)计算:

$$\rho_1 = \frac{c_1 \times V_1 \times M_1 \times 1\,000}{V_2} \dots\dots\dots(1)$$

$$\rho_2 = \frac{c_1 \times V_3 \times M_2 \times 1\,000}{V_2} \dots\dots\dots(2)$$

$$\rho_3 = \frac{c_1 \times (V_1 - V_3) \times M_3 \times 1\,000}{V_2} \dots\dots\dots(3)$$

$$n_{\text{Ca}^{2+}} : n_{\text{Mg}^{2+}} = \frac{\rho_2}{M_2} : \frac{\rho_3}{M_3} \dots\dots\dots(4)$$

式中：

- ρ_1 ——标准硬水总硬度,单位为毫克每升(mg/L);
- c_1 ——EDTA 标准溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——测定标准硬水总硬度时消耗 EDTA 标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M_1 ——碳酸钙摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- V_2 ——移取标准硬水体积的数值,单位为毫升(mL);
- ρ_2 ——钙离子质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V_3 ——测定钙离子质量浓度时消耗 EDTA 标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M_2 ——钙离子摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- ρ_3 ——镁离子质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- M_3 ——镁离子摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- $n_{\text{Ca}^{2+}}$ ——钙离子摩尔数,单位为摩尔(mol);
- $n_{\text{Mg}^{2+}}$ ——镁离子摩尔数,单位为摩尔(mol)。

5.4.6 允许差

两次平行测定结果之相对差,应不大于 5%。取其算术平均值为测定结果。

5.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

6 检验规则

每批标准硬水配制完毕后,均应按不同标准硬水检测相应的所有项目。

7 质量保证期

在规定的储存条件下,标准硬水的质量保证期从配制日期算起为 3 个月。质量保证期内,各项指标均应符合本文件要求。

8 储存

标准硬水应储存在洁净的聚乙烯容器中,严防日晒。

中华人民共和国
国家标准
农药检测用标准硬水
GB/T 43167—2023

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2023年9月第一版 2023年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-73779 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 43167-2023



码上扫一扫 正版服务到

