

水分散性粒劑之規格檢驗方法

農藥化學系

成品農藥中水分散性粒劑 (water dispersible granules, WG), 改善了可溼性粉劑 (water dispersible powder / wettable powder, WP) 調配操作時粉塵飄散之情形, 是降低環境污染及使用者吸入風險之較安全劑型, 並且其體積相對於可溼性粉劑和水懸劑 (suspension concentrate, SC) 等使用時藥液狀態類似的劑型為小, 運貯較為經濟便利, 尤其對在水中不安定之有效成分無法製作為水懸劑者最具運用價值。

為使調配方便, 水分散性粒劑之顆粒以水稀釋時, 應迅速崩解分散形成均勻懸浮藥液, 又為保持運貯時顆粒完整, 以便使用時計量正確, 又不能易碎以致產生多量粉塵等特殊考量, 為了確保上述之優良產品規格, 需以適當檢驗方法驗證其適合性質。水分散性粒劑除了所含農藥有效成分含量之檢驗外, 因其使用時與可溼性粉劑類同, 有效成分配為懸浮藥液噴佈, 因此其懸浮率、細度 (溼篩)、起泡等測試目的與製劑性質皆與可溼性粉劑相似, 可依相同方法加以檢驗。其他因該劑型特殊性質, 茲列舉目前發展出來的數種理化性質檢驗方法如下, 可供植物保護產業界研發新劑型參考。

1. 取樣方法 (sampling of water dispersible granules) ;
2. 流動性 (flowability) ;
3. 塵量 (dustiness) ;
4. 分散性 (dispersibility) ;
5. 崩解性 (disintegrability) ;
6. 耐磨試驗 (attrition resistance) 。

註：農藥標準檢驗方法以經中央主管機關公告者為準。

水分散性粒劑的取樣方法

此方法適用於測主成分含量或測劑型的物理特性時，對於水分散性粒劑樣品的取樣。

1. 適用範圍：本方法適用於水分散性粒劑。

2. 裝置：

2.1 機械樣品分樣器：ISO-R-607 (DIN 539911) , Retsch樣品分樣器 PTZ型, 或同等級 (Firma RETSCH, Rheinische Straße 36, P.O.B. 1510, W. -Germany, D-42781 Haan.)。

2.2 聚乙烯塑膠袋：約30 cm見方。

2.3 藥勺。

3. 操作步驟：

3.1 以分樣器取樣：機器取樣可用於取單一個別樣品，使用依儀器操作說明。

3.2 手動取樣：

3.2.1 檢體量大於 200g 時，則開始手動取樣過程時應注意，先將檢體在容器中攤平，然後以藥勺以每公斤取 20~25 個不同位置的部份樣品集成約 200g。注意：由大容器中取樣時，以使用機械樣品分樣器較好。

3.2.2 取約 200 g 的水分散性粒劑樣品於適合的聚乙烯塑膠袋，裝滿約三分之一。翻轉密閉的袋子至少 10 次以混合內容物，將聚乙烯塑膠袋放平並儘可能在整個袋子上攤平，使樣品層接近 1 cm 厚，在樣品層上至少從 5 個位置取得所需的次樣品。

4. 參考文獻：

4.1 CIPAC. 1995. MT166 Sampling of waterdispersible granules. In “ CIPAC Handbook F. Physio-chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijn eds.) , 472pp. ” , p. 415 -416.

粉狀及粒狀成品農藥製劑流動性檢驗方法

檢體在固定壓力下經 54 ± 2 14 日熱處理後篩析，以篩面滯留量評估其流動性，以確保粉狀 粒狀成品農藥製劑在施藥器具中自由流動，並於貯放期間維持為具流動性、粒徑均勻之不黏著粉粒。

1. 適用範圍：本方法適用於粉狀及粒狀製劑之流動性檢驗。

2. 檢驗方法：

2.1 裝置：

2.1.1 壓貯管：由下列配件依圖組合。

2.1.1.1 塑膠管，聚氯乙烯材質，長 15~20cm，內徑 5~5.5cm。

2.1.1.2 底盤，聚氯乙烯材質塑膠管帽，口徑配合 2.1.1.1 塑膠管外徑。

2.1.1.3 塞壓管，聚氯乙烯材質塑膠管帽，外徑配合 2.1.1.1 塑膠管內徑。

2.1.1.4 鉛單或鋼珠，取適量填充於 2.1.1.3 管帽內，使底面形成 $25\text{g}/\text{cm}^2$ 之壓力。

2.1.2 天平，精至 0.1g。

2.1.3 烘箱， 54 ± 2 。

2.1.4 篩析裝置：由下列配件依圖組合。

2.1.4.1 硬橡膠墊， $20 \times 20 \text{ cm}$ ，厚 0.5 cm，硬度 35 ~ 50。

2.1.4.2 實驗架，3 組。

2.1.4.3 金屬棒，長 15 ~ 20 cm，3 支附固定夾。

2.2 器具及材料：

2.2.1 標準試驗篩，直徑 20cm，孔徑 5mm，附底盤及頂蓋。

2.2.2 乾燥皿，內無乾燥劑。

2.3 操作步驟：

2.3.1 將壓貯管之塑膠管與底盤組合，在檢體充分混合後，均勻取樣精確秤入 50.0 g，稍加攪動使厚度均勻，自上方放入塞壓管，注意勿施壓於塞壓管，應使其自由落入，置 54 ± 2 烘箱中（相對溼度應小於 30%）。

2.3.2 14 日後將壓貯管取出，置空乾燥皿中，於室溫靜置 2 小時後，倒置拆除底盤後，管口向下，將樣品向下擠出使輕落於試驗篩內（試驗篩淨重 W_0 ）。

2.3.3 如樣品未全數自動過篩落入底盤中，將試驗篩加蓋移至篩析裝置內，於 1 cm 高度落下方式振動試驗篩，分別於振動 5 次

及 20 次後記錄篩試與殘留篩面樣品總重量 (W5, W20)

2.3.4 分別計算振動 5 次與 20 次後殘留樣品重量，為 W5 - W0 及 W20 - W0。

3. 參考文獻：

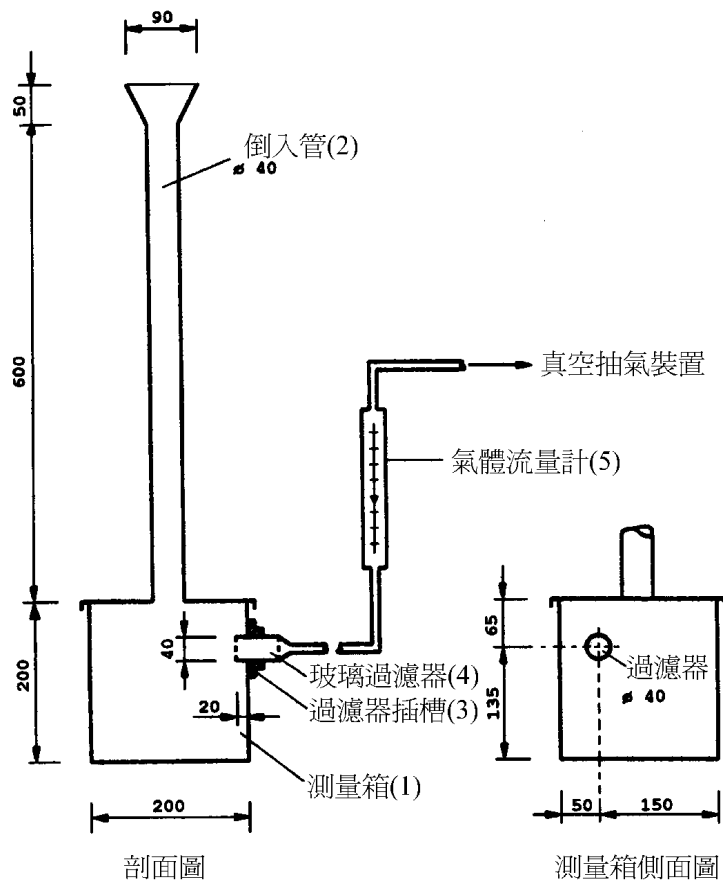
- 3.1 CIPAC. 1995. MT 172 Flowability of water dispersible granules after heat test under pressure. In “ CIPAC Handbook F. Physio-chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijn eds.) , 472pp. ” , p. 430-431.
- 3.2 CIPAC. 1995. MT 46 Accelerated storage procedure. In “ CIPAC Handbook F. Physio -chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijned.) , 472pp. ” , p. 148-152.
- 3.3 CIPAC. 1995. MT 170 Dry sieve analysis of water dispersible granules. In “ CIPAC Handbook F. Physio -chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijn eds.) , 472pp. ” , p. 420-425.
- 3.4 CIPAC. 1995. MT 166 Sampling of water di spersible granules. In “ CIPAC Handbook F. Physio-chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijn eds.) , 472pp. ” , p. 415-416.

粒狀製劑塵量檢驗方法

塵量檢驗之目的在模擬田間撒佈使用時，或配製藥液量取藥劑倒入藥桶中之過程中，由於粒狀製劑可能在製造、運輸中因磨損、破碎而產生之微細粉塵發生飄散，造成對操作人員之安全危害。

1. 適用範圍：本方法適用於各種外形為粒狀之農藥劑型。
2. 裝置：

2.1 塵量測定裝置（如圖）：由測量箱(1)及倒入管(2)組成，測量箱之上蓋可以掀開，其中央連接倒入管。測量箱側面開口，在插槽(3)可安裝燒結玻璃過濾裝置(4)，過濾裝置由管連接流量計(5)以及真空抽氣裝置。本裝置因無成品，係採定製，其材質應採用厚1.5 mm之耐蝕金屬板（如不銹鋼）。



塵量測量裝置

- 2.2 真空抽氣裝置。
- 2.3 氣體流量計，流量設定範圍10 ~ 20 L/min。

2.4 天平，精密度0.1 mg，準確度±0.1 mg。

2.5 馬錶。

3. 器具及材料：

3.1 燒結玻璃過濾漏斗，孔徑40~100 μm (P100孔) 直徑40 mm。

3.2 燒結玻璃過濾片，直徑35 mm，允許15 L/min空氣流量通過並足以攔阻粉塵者。

3.3 燒杯，100 mL。

3.4 鑷子。

4. 操作步驟：

4.1 取樣參照水分散性粒劑之取樣法 (CIPAC MT166)。應自完整包裝中取樣，取樣前不做任何高低溫度處理。於100mL燒杯中秤取樣品30.0 g (記錄至0.1 g)。

4.2 將過濾片秤重並記錄 (W1 mg，記錄至0.1 mg)，放入過濾裝置中。連接抽氣裝置之管路，並將過濾裝置插入測量盒側方之座中。開始抽氣並調整空氣流量為15 L/min。

4.3 將預秤之30.0 g樣品一次倒入管中，並開始計時。60秒後取下過濾裝置，以鑷子將過濾片取出秤重，記錄其重量 (W2 mg，記錄至0.1 mg)。計算收集塵量為 (W2-W1) mg。

5. 參考文獻：

5.1 CIPAC. 1995. MT 171 Dustiness of granular products. In "CIPAC Handbook F. Physico-chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijned.), 472pp. ", p. 425 -429.

附註：塵量之分級

| 分級 | 塵量測量結果 (mg) | 評語 |
|----|-------------|-----------------------------|
| 1 | 0 - 12 | 無粉塵 (Nearly dust-free) |
| 2 | >12 - 30 | 低粉塵 (Essentially non-dusty) |
| 3 | > 30 | 多粉塵 (Dusty) |

固態劑型分散性檢驗方法

測試固態劑型分散性之目的在確保使用時須加水分散之固體劑型，如：可溼性粉劑、水分散性粒劑、水分散性片劑等，能在調配稀釋時迅速均勻分散於水中。

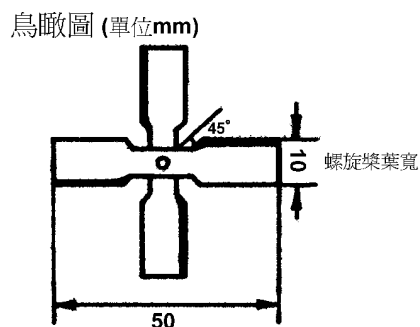
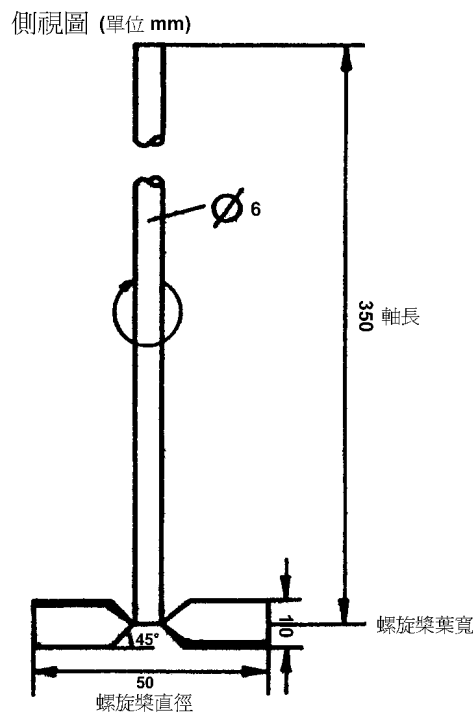
1. 適用範圍：本方法適用於可溼性粉劑、水分散性粒劑、水分散性片劑之分散性測試。

2. 試藥：

2.1 標準硬水：詳見標準硬水（CIPAC Standard water D）製備。

3. 裝置：

3.1 電氣攪拌器：可控制轉速300rpm，附45°固定式四片螺旋槳型攪拌器，不銹鋼製，其構造尺寸如圖。



3.2 乾燥箱：可溫度控制。

3.3 減壓濃縮機。

3.4 馬錶。

4. 器具及材料：

4.1 燒杯：1000 mL，直徑 10.2 ± 0.2 cm。

4.2 玻璃吸管：內徑5 mm，長約40 cm，吸取端燒口為2~3 mm內徑，另一端以軟管連接抽氣裝置。為確保吸除時不致過量，可以橡皮塞套於距吸管口適當處（約22 cm），以為保護。

5. 操作步驟：

5.1 在1000mL燒杯中加入900 mL 20 ± 1 標準硬水。攪拌器螺旋槳葉的位置距燒杯底部上方約15 mm。螺旋槳葉的位置和旋轉方向可剛好推動水流向上。

5.2 啟重攪拌，速度設定為300 rpm。

5.3 秤取約 9 ± 1 g (m g，記錄至0.01 g) 的樣品（水分散性粒劑樣品可由樣品分裝器取得，參CIPAC MT166），置入攪拌的水中，持續攪拌1分鐘後，停止攪拌，靜置1分鐘，再於30 ~ 60秒內以玻璃吸管自液面吸除810 mL之檢液（注意勿攪動檢液揚起沈澱物）(MT15.1)。

5.4 將所剩90mL液體以減壓濃縮器濃縮至乾(建議60-70)，並秤量所剩固體物質的重量(W g，記錄至0.01 g)。

5.5 依下式計算分散性(至1%，應同時註明試驗用水的硬度與溫度)：

$$\text{分散性} = \frac{10}{9} \times \frac{m - W}{m} \times 100\%$$

m：檢體取樣量(g)；

W：殘餘在燒杯中90 mL 檢液中之重量(g)

6. 參考文獻：

6.1 CIPAC. 1995. MT174 Dispersibility of water dispersible granules. In “CIPAC Handbook F. Physio-chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijn eds.)，472pp. ”，p. 435-437.

粒狀與片狀成品農藥製劑崩解性檢驗方法

測試檢體在標準硬水中崩解時間，以確保需加水稀釋使用之粒狀或片狀成品農藥製劑，在調配時迅速崩解。（依序測試水溼性、崩解性、細度）

1. 適用範圍：本方法適用於水分散性粒劑、水溶性粒劑及水分散性片劑、水溶性片劑之崩解性檢驗。

2. 檢驗方法：

2.1 裝置：

2.1.1 旋轉裝置：以馬達帶動，轉軸水平，旋轉弧面與地面垂直，定速於每分鐘 8 轉。

2.1.2 天平，精至 0.01g。

2.1.3 馬錶。

2.2 器具及材料：

2.2.1 量筒，100mL，內徑 28mm，高 22.5mm，附有膠塞。

2.2.2 燒杯，100mL。

2.3 試藥：

2.3.1 標準硬水。

2.4 操作步驟：

2.4.1 取樣，並記錄樣品重量（記錄至 0.01 g）

2.4.1.1 粒狀製劑：在檢體充分混合後，均勻取樣於燒杯中精確秤入樣品 0.5 g。

2.4.1.2 片狀製劑：每片重量達 0.5 g 或以上者，取樣 1 片。每片重量不足 0.5 g 者，取適量完整藥片至總重超過 0.5 g。將適量樣品放於燒杯中。

2.4.2 於 100mL 共栓量筒中加入 90mL 標準硬水，自量筒中央處固定於旋轉裝置，將燒杯中樣品緩緩倒入量筒中，即刻將量筒塞住並以 8rpm 速度旋轉並開始計時，目視觀察並記錄顆粒完全崩解之時間。（3 min 以內）

2.4.3 如超過 5 分鐘以上，尚有明顯未崩解顆粒者，以 75 μ m 試驗篩濾除懸浮液，將殘留於篩面之顆粒洗入蒸發皿中，烘乾稱重。（參考溼篩試驗）

3. 參考文獻：

3.1 CIPAC. 1995. MT 18 Standard waters. In “CIPAC Handbook F. Physio-chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijn eds.)，472pp. ”，p. 59-69.

粒狀製劑耐磨試驗

本試驗之目的在測試粒狀劑型之抗磨損性質，以確保在製造儲運過程中，顆粒與設備容器間以及顆粒間彼此磨擦、碰撞、擠壓不致造成嚴重破損，產生粉塵危及使用安全，與造成製劑顆粒大小分佈之變化，影響量取使用之準確性。

1. 適用範圍：本方法適用於各種外形為粒狀之農藥劑型。

2. 裝置：

2.1 滾軸旋轉混合機（roller bank）。

2.2 試驗篩振盪機（Inclyno test sieve shaker），試驗篩放置面與水平呈 4.5° 角，啟動時，試驗篩沿篩框邊緣旋轉，轉速為2.5 rpm；試驗篩並以 300 min^{-1} 頻率，振幅4 mm方式振動。

2.3 馬錶。

3. 器具及材料：

3.1 試驗篩，孔徑0.125mm及2.5mm，直徑20cm，附蓋及底盤。

3.2 玻璃廣口瓶，500 mL，外徑8 cm，高約15 cm。

3.3 玻璃珠，容積重（假比重，總體密度，bulk density）約 1.5 g/cm^3 ，直徑 $4.0 \pm 0.2 \text{ mm}$ 。

3.4 蒸發皿。

3.5 軟毛刷。

4. 操作步驟：

4.1 取樣前將原始盛裝容器上下倒置5次使粒劑分佈均勻。取約60 g 樣品，置0.125 mm試驗篩中，放置於試驗篩振盪機上處理3分鐘以篩除細粉。如樣品破碎多細粉，則增加取樣量，以篩餘樣品足量供4.2步驟之操作為原則。

4.2 取篩餘樣品50.0 g（w g，記錄至0.01 g）置500 mL玻璃廣口瓶中，再加入50g玻璃珠，蓋緊瓶蓋，將玻璃瓶橫放滾軸上，以75 ~ 125 rpm旋轉4500轉。

4.3 依序上下疊放2.5 mm、0.125 mm試驗篩及底盤，將樣品及玻璃珠緩緩倒入最上層之2.5 mm試驗篩，再以軟毛刷輕輕刷除黏附在玻璃珠上之細粉，使之落入0.125 mm試驗篩後，移去2.5 mm試驗篩。

4.4 以軟毛刷輕輕刷玻璃廣口瓶，使殘留瓶內細粉落入0.125 mm試驗篩後，試驗篩加蓋，放置於試驗篩振盪機上處理3分鐘以篩除細粉。

4.5 將殘餘於0.125 mm試驗篩面之顆粒倒入預先稱重之蒸發皿中，用手輕輕拍打試驗篩外框5次，保持試驗篩篩面向上，以軟毛刷自

篩面底部剔除黏附之細粉。翻轉專式馬鈴篩使篩面向下，以軟毛刷將篩面之細粉刷入蒸發皿中，秤重（a g，記錄至0.01 g）。

4.6 結果計算：

$$\text{抗磨性} = \frac{a}{w} \times 100\%$$

a = 殘餘 0.125 mm 篩面之樣品重 (g)；

w = 秤取樣品重 (g)。

5. 參考文獻：

- 5.1 CIPAC. 1998. MT 178 Attrition resistance of granules. In “CIPAC Handbook H. Analysis of Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martijn eds.) , 359pp. ” , p. 304-306.