

Lời nói đầu

TCVN 8387 : 2010 do Cục Bảo vệ thực vật biên soạn,
Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị,
Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất isoxaflutole – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing isoxaflutole –

Technical requirements and test methods

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với isoxaflutole kỹ thuật và các sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV) có chứa hoạt chất isoxaflutole (xem Phụ lục A).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 2741, *Thuốc trừ sâu – Basudin 10 % dạng hạt*

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 8050 : 2009, *Nguyên liệu và thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật – Phương pháp thử tính chất lý hóa*

TCVN 8143 : 2009, *Thuốc bảo vệ thực vật – Xác định hàm lượng hoạt chất cypermethrin*

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Yêu cầu cảm quan

Yêu cầu về cảm quan của isoxaflutole kỹ thuật và dạng sản phẩm được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

Dạng sản phẩm	Màu sắc	Trạng thái
Isoxaflutole kỹ thuật	Sản phẩm không màu hoặc màu vàng	Sản phẩm có dạng bột kết tinh
Dạng hạt phân tán trong nước có chứa isoxaflutole	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi, khi hòa vào nước có thể phân tán đều trong nước

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

Hàm lượng isoxaflutole (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) phải được công bố và phù hợp với mức sai lệch cho phép của hàm lượng hoạt chất được quy định trong Bảng 2.

Bảng 2 – Hàm lượng isoxaflutole trong isoxaflutole kỹ thuật và dạng sản phẩm

Hàm lượng hoạt chất công bố (ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$)		Mức sai lệch cho phép
%	g/kg	
Đến 2,5	Đến 25	$\pm 15\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (EC, SC, SL...) hoặc $\pm 25\%$ đối với dạng không đồng nhất (GR, WG...)
Từ trên 2,5 đến 10	Từ trên 25 đến 100	$\pm 10\%$ của hàm lượng công bố
Từ trên 10 đến 25	Từ trên 100 đến 250	$\pm 6\%$ của hàm lượng công bố
Từ trên 25 đến 50	Từ trên 250 đến 500	$\pm 5\%$ của hàm lượng công bố
Lớn hơn 50	—	$\pm 2,5\%$
—	Lớn hơn 500	$\pm 25\text{ g/kg}$

3.3 Yêu cầu về tính chất lý - hoá

3.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa isoxaflutole

3.3.1.1 Tỷ suất lơ lửng

Sau khi tạo huyền phù của sản phẩm trong nước cứng chuẩn ở $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 30 min, hàm lượng isoxaflutole trong dung dịch huyền phù: không nhỏ hơn 60 %.

3.3.1.2 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 μm sau khi thử rây ướt: không lớn hơn 2 %.

3.3.1.3 Độ tạo bọt

Lượng bọt tạo thành sau 1 min: không lớn hơn 25 ml.

3.3.1.4 Độ thấm ướt

Sản phẩm phải thấm ướt hoàn toàn trong 20 s mà không cần khuấy trộn.

3.3.1.5 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm sau khi bảo quản phải phù hợp với yêu cầu trong 3.3.1.1; 3.3.1.2 và 3.3.1.4.

4 Phương pháp thử

4.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo Phụ lục A của TCVN 8143 : 2009.

4.2 Xác định hàm lượng hoạt chất

4.2.1 Nguyên tắc

Hàm lượng isoxaflutole được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, với detector tử ngoại (UV).

4.2.2 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích, nước ít nhất đạt loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696) trừ khi có quy định khác.

4.2.2.1 Chất chuẩn isoxaflutole, đã biết hàm lượng.

4.2.2.2 Axetonitril, dùng cho sắc ký lỏng.

4.2.2.3 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân khoảng 0,01 g chất chuẩn isoxaflutole (4.2.2.1), chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 20 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng axetonitril (4.2.2.2).

CHÚ THÍCH: Mẫu chuẩn bảo quản trong tủ lạnh phải được đưa về nhiệt độ phòng trước khi cân.

4.2.3 Dụng cụ, thiết bị

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

4.2.3.1 Bình định mức, dung tích 20; 50; 100 ml.

4.2.3.2 Pipet, dung tích 5; 20 ml.

4.2.3.3 Xyranh bơm mẫu, dung tích 20 μ l, chia vạch đến 1 μ l.

4.2.3.4 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,00001 g.

4.2.3.5 Màng lọc, có cỡ lỗ 0,45 μ m.

4.2.3.6 Máy lắc siêu âm.

4.2.3.7 Thiết bị sắc ký lỏng, được trang bị như sau:

- detector tử ngoại (UV);
- cột Nucleosil C18, có chiều dài 150 mm, đường kính 4,6 mm hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay;
- máy tích phân hoặc máy vi tính.

4.2.4 Cách tiến hành

4.2.4.1 Chuẩn bị mẫu

Mẫu cần được làm đồng nhất trước khi cân: đối với mẫu dạng lỏng phải lắc đều, nếu bị đông đặc do nhiệt độ thấp cần được làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp; đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều.

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân khoảng mẫu thử có chứa khoảng 0,01 g hoạt chất isoxaflutole, chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 20 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng axetonitril (4.2.2.2). Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μ m (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

- pha động: axetonitril : nước = 50 : 50 (theo thể tích)

– bước sóng:	280 nm
– tốc độ dòng:	1 ml/min
– lượng mẫu bơm:	10 µl
– nhiệt độ cột:	45 °C

4.2.4.4 Xác định hàm lượng hoạt chất

Dùng xyranh (4.2.3.3) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỉ số của số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc (4.2.2.3) và dung dịch mẫu thử (4.2.4.2), lặp lại 2 lần (tỷ số của số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

4.2.4.5 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất isoxaflutole trong mẫu, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) được tính theo công thức:

$$X = \frac{S_m \times m_c}{S_c \times m_m} \times P$$

trong đó:

S_m là giá trị trung bình của số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là giá trị trung bình của số đo diện tích của pic mẫu chuẩn;

m_c là khối lượng mẫu chuẩn, tính bằng gam (g);

m_m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

P là độ tinh khiết của chất chuẩn, tính bằng phần trăm (%).

4.3 Xác định tỷ suất lơ lửng

Xác định tỷ suất lơ lửng theo TCVN 8050 : 2009, trong đó khối lượng hoạt chất isoxaflutole (q) trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong được xác định theo (4.2) và bổ sung như sau:

4.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Sau khi hút 225 ml dung dịch phía trên của cột chất lỏng, lắc đều và chuyển định lượng toàn bộ 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong vào bình định mức 50 ml, định mức đến vạch bằng axetonitril

(4.2.2.2), đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.6) trong 10 min để hoà tan mẫu. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy.

4.3.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc

Tùy theo nồng độ hoạt chất sử dụng ghi trên nhãn của từng sản phẩm để chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ tương đương với nồng độ dung dịch mẫu thử (4.3.1).

4.3.3 Tính kết quả

Tỷ suất lorlùng, Y, biểu thị bằng phần trăm (%) được tính theo công thức:

$$Y = \frac{1,11 \times (c - q)}{c} \times 100$$

trong đó

1,11 là hệ số tỷ lệ của thể tích toàn cột chất lỏng (250 ml) với thể tích dung dịch phía trên được hút ra (225 ml);

c là khối lượng hoạt chất isoxaflutole trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

$$c = \frac{a \times b}{100}$$

a là hàm lượng của isoxaflutole trong sản phẩm đã xác định được, tính bằng phần trăm (%);

b là khối lượng mẫu chuyển vào ống đong 250 ml, tính bằng gam (g);

q là khối lượng hoạt chất isoxaflutole trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g):

$$q = \frac{S_m \times N_c}{S_c} \times \frac{P}{100} \times 50$$

S_m là số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là số đo diện tích của pic mẫu chuẩn;

N_c là nồng độ của dung dịch chuẩn, tính bằng gam trên mililit (g/ml);

P là độ tinh khiết của chất chuẩn, tính bằng phần trăm (%);

50 là thể tích pha loãng 25 ml dung dịch dưới đáy ống đong, tính bằng mililit (ml).

4.4 Xác định độ mịn

Xác định độ mịn theo TCVN 8050 : 2009.

4.5 Xác định độ bọt

Xác định độ bọt theo TCVN 8050 : 2009.

4.6 Xác định độ thấm ướt

Xác định độ thấm ướt theo TCVN 8050 : 2009.

4.7 Xác định độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Xác định độ bền ở nhiệt độ cao theo TCVN 2741.

5 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

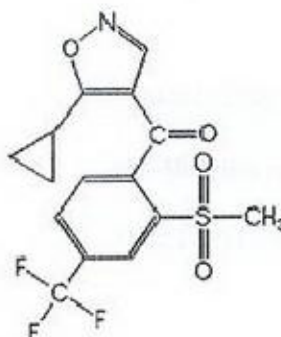
- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất isoxaflutole

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất:	isoxaflutole
Tên hoá học:IUPAC:	5-cyclopropyl-1,2-oxazol-4-yl α, α, α -trifluoro-2-mesyl-p-tolyl ketone
Công thức phân tử:	$C_{15}H_{12}F_3NO_4S$
Khối lượng phân tử:	359,3
Nhiệt độ nóng chảy:	140 °C
Áp suất hơi bão hoà ở 25 °C:	10^{-3} mPa
Độ hòa tan ở 20 °C trong:	
Nước (pH 5,5):	6,2 mg/l
Axeton:	293 g/l
Diclometan:	346 g/l
Etyl axetat:	142 g/l
Metanol:	14 g/l
n-Hexan:	0,1 g/l
Toluen:	31 g/l
Dạng bên ngoài:	bột màu vàng nhạt
Độ bền:	tương đối bền trong điều kiện nhiệt độ (14 ngày ở 54 °C) và ánh sáng.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Phương pháp phân tích isoxaflutole - Cty Rhône-Poulenc Agrochimie
- [2] Manual on development and use of FAO and WHO specifications for pesticides (first edition) – World Health Organization and Food and Agriculture Organization of The United Nations, 2006
- [3] The e-Pesticide Manual (13th Edition) – Version 3.1