

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8144:2009

Xuất bản lần 1

**THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG HOẠT CHẤT PRETILACHLOR**

Pesticides – Determination of pretilachlor content

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8144:2009 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 – Xác định hàm lượng hoạt chất pretilachlor

Pesticides – Determination of pretilachlor content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng hoạt chất pretilachlor trong nguyên liệu và thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV) có chứa hoạt chất pretilachlor

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

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

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

3 Nguyên tắc

Hàm lượng pretilachlor được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID). Dùng dibutyl phthalat (DBP) làm chất nội chuẩn

4 Thuốc thử

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

4.1 Chất chuẩn pretilachlor, đã biết hàm lượng.

4.2 Chất nội chuẩn DBP, có độ tinh khiết 99 %.

TCVN 8144:2009

4.3 Axeton.

4.4 Khí nitơ, có độ tinh khiết $\geq 99,9\%$.

4.5 Khí hydro, có độ tinh khiết $\geq 99,9\%$.

4.6 Không khí nén, dùng cho máy sắc ký khí.

4.7 Dung dịch nội chuẩn nồng độ 8,0 mg/ml

Dùng cân phân tích (5.4) cân 0,80 g chất nội chuẩn DBP (4.2) chính xác tới 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (5.1), hoà tan và định mức tới vạch bằng axeton

4.8 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (5.4) cân 0,01 g chất chuẩn pretilachlor (4.1), chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (5.1), dùng pipet (5.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn, hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton

Chú ý - Trước khi cân, cân đưa nhiệt độ của mẫu chuẩn bảo quản lạnh đến nhiệt độ phòng cân.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Bình định mức, dung tích 10 ml và 100 ml.

5.2 Pipet, dung tích 1 ml

5.3 Xyranh bơm mẫu, dung tích 10 μ l, chia vạch đến 1 μ l

5.4 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,00001 g.

5.5 Thiết bị sắc ký khí được trang bị như sau:

- detector ion hoá ngọn lửa (FID);
- bộ bơm chia dòng và không chia dòng;
- cột mao quản HP-5, dài 30 m, đường kính 0,32 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25 μ m hoặc loại tương đương
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay

6 Lấy mẫu

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

7 Cách tiến hành

7.1 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 lạnh thì cần làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp, đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều.

7.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (5.4) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,01 g hoạt chất pretilachlor, chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (5.1), dùng pipet (5.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton. Lọc dung dịch trước khi bơm vào máy, nếu cần.

7.3 Điều kiện phân tích

- nhiệt độ cột : 210 °C
- nhiệt độ buồng bơm mẫu : 230 °C
- nhiệt độ detector : 260 °C
- khí mang nitơ : 2 ml/min
- khí hydro : 35 ml/min
- khí nén : 280 ml/min
- khí hỗ trợ cho detector 40 ml/min
- thể tích bơm mẫu : 1 µl, có chia dòng
- tỷ lệ chia dòng: 50 : 1

7.4 Xác định

Dùng xyranh (5.3) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỉ số giữa diện tích pic của mẫu chuẩn và pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch mẫu chuẩn và mẫu thử, lặp lại 2 lần (tỷ số giữa diện tích pic của mẫu chuẩn với pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu). Dùng đường chuẩn để xác định nồng độ của mẫu thử khi bơm vào máy.

8 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất pretilachlor trong mẫu. X , biểu thị bằng phần trăm (%) tính theo công thức sau:

$$X = \frac{F_m \cdot m_c}{F_c \cdot m_m} \cdot P$$

trong đó:

F_m là trung bình tỉ số số đo diện tích của pic mẫu thử với pic nội chuẩn;

F_c là trung bình tỉ số số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội 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 (%).

9 Báo cáo thử nghiệm

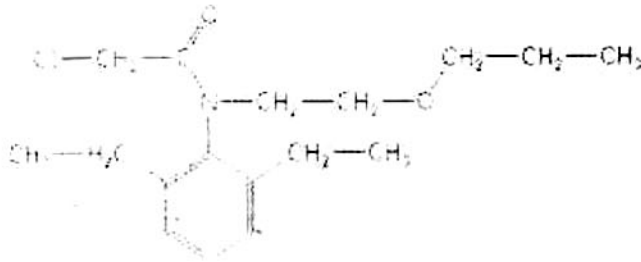
Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ

- mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- 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 tới kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất pretilachlor

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất: **pretilachlor**

Tên hoá học (IUPAC): **2-chloro-2',6'-diethyl-N-(2-propoxyethyl)acetanilide**

Công thức phân tử: **C₁₇H₂₆ClNO₂**

Khối lượng phân tử: **311,9**

Áp suất hơi bão hoà ở 20 °C: **0,133 mPa**

Độ hòa tan ở 20 °C trong nước: **50 mg/l**, tan tốt trong benzen, hexan, metanol và diclorometan

Dạng bên ngoài: **chất lỏng không màu**

Độ bền: **ít bị thủy phân.**

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Ciba-geigy crop Protection, Resistration file SOFIT 300 ND. 29th October, 1993
 - [2] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003
-