

THUỐC TRỪ DỊCH HẠI METYLA PARATHION 50 % - DẠNG NHỮ DẦU		TCVN 3713-82
Пестициды паратион метил 50 % эмульгирующий концентрат	Insecticides. Metyl parathion 50% emulsifiable concen- trates	Có hiệu lực từ 1-1-1983

Tiêu chuẩn này áp dụng cho metyla parathion 50 % - dạng nhũ dầu, chế biến từ metyla parathion kỹ thuật, chất gây nhũ và các dung môi thích hợp, dùng làm thuốc trừ sâu trong nông nghiệp.

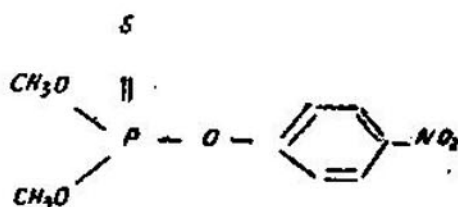
1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

1.1. Thành phần của metyla parathion 50 % - dạng nhũ dầu gồm: metyla parathion kỹ thuật, chất gây nhũ và dung môi thích hợp.

Tên hóa học của metyla parathion là:

0.0 - dimetyla O - p - nitrofenyla photphothioat

Công thức cấu tạo:



Khối lượng phân tử: 263.

Metyla parathion 50 % dạng nhũ dầu là dung dịch trong suốt màu vàng sẫm, mùi thối của hợp chất có lưu huỳnh.

Tỷ trọng: tùy theo nguồn nguyên liệu sử dụng

Tỷ trọng ở 28°C: $d = 1,066 \div 1,1000$.

1.2. Metyla parathion 50 % — dạng nhũ dầu phải có các chỉ tiêu đạt mức quy định trong bảng sau:

Tên chỉ tiêu	Mức và yêu cầu
1. Hàm lượng 0,0—dimetyla O—P nitrofenyla photphothioat, tính bằng %	$50 \pm 2,5$
2. Độ bền của nhũ tương 5 % trong nước cứng chuẩn	Lớp kem ở trên mặt hoặc lớp lắng ở đáy ống đong không được lớn hơn 2 ml (sau 30 phút) và 4 ml (sau 1 giờ)
3. Độ tự nhũ	Theo mục 3.4
4. Độ tái nhũ	Sau 24 giờ sự tái nhũ phải hoàn toàn. Lớp kem trên mặt hoặc lớp lắng ở đáy ống đong không được quá 4 ml (sau 24 giờ 30 phút)
5. Độ axit (theo H_2SO_4), không lớn hơn	0,1

2. Lấy mẫu theo TCVN 3711 - 81

3. PHƯƠNG PHÁP THỬ

3.1. Tất cả các phép xác định phải tiến hành song song ít nhất với hai lượng cân.

3.2. Xác định hàm lượng 0,0—dimetyla O — p — nitrofenyla photphothioat.

3.2.1. Nguyên tắc của phương pháp: metyla parathion được tách khỏi chất gây nhũ và p-nitrophenola bằng cách xử lý với ete dầu mỡ và dung dịch etanola, sau đó bằng dung dịch natri cacbonat Metyla parathion trong lớp ete dầu mỡ được khử bằng kẽm và hỗn hợp axit axetic—axit clohydric, và nhóm amino tạo thành được định phân, dung dịch natri nitrit chuẩn.

3.2.2. Thuốc thử và dụng cụ:

Etanola, dung dịch 50 % (thể tích/thể tích);

Ete dầu mỏ, có nhiệt độ sôi vào khoảng 40 đến 60°C;

Natri clorua, dung dịch bão hòa;

Natri bicacbonat, dung dịch 10 %;

Hỗn hợp axit axetic axit clohydric;

Kẽm kim loại, dạng bột;

Axit clohydric đậm đặc;

Axit axetic băng;

Kali bromua hay natri bromua

Axit sunfanilic khan

Natri nitrit dung dịch chuẩn 0,1 M: cân 6,90 g natri nitrit cho vào bình định mức 1000 ml, thêm nước đến vạch.

Dung dịch này được chuẩn lại như sau:

Cân 0,40 đến 0,45 g axit sunfanilic khan (chính xác đến 0,0002g) vào cốc đốt cao thành dung tích 400 ml. Thêm 80 ml nước, 10 ml axit clohydric đậm đặc, 30 ml axit axetic băng và 5 g natri bromua (hoặc kali bromua), làm lạnh hỗn hợp tới nhiệt độ 10°C rồi đến 0°C bằng cách thêm nước đá bào, sạch để vào máy khuấy từ. Chuẩn độ nhanh hỗn hợp này ở 0°C đến 10°C với dung dịch natri nitrit 0,1 M như thí nghiệm vết màu (xem phần cách tiến hành). Gần đến điểm cuối, thêm dung dịch natri nitrit từng 4 giọt một.

Độ chuẩn (N) của natri nitrit tính theo công thức sau:

$$N = \frac{m \cdot 100}{V \cdot 173,2} = \frac{m \cdot 5,774}{V}$$

trong đó:

m — khối lượng axit sunfanilic sử dụng, tính bằng g

V — thể tích dung dịch natri nitrit sử dụng, tính bằng ml

3.2.3. Tiến hành thử

a) Tách và chiết tách metyla parathion

Cân khoảng 1 g metyla parathion 50 % dạng nhũ dầu (chính xác đến 0,0002 g) cho vào phễu tách 250 ml và tránh bình đựng với 100 ml dung dịch etanola và 100 ml ete dầu mỏ. Cho phần trắng vào phễu tách, thêm 10 ml dung dịch natri clorua bão hòa và lắc trong 30 giây. Rút Tóp dung dịch etanola cho vào phễu

tách thứ 2 và chiết với 100 ml ete dầu mỏ. Lặp lại với phễu tách thứ ba và rút bỏ lớp dung dịch etanola

Rửa riêng biệt ba phần ete đã chiết tách được theo thứ tự và với các dung dịch sau (dùng cùng một dung dịch để rửa lần lượt cho cả 3 phần):

- hai lần với 30 ml dung dịch etanola
- hai lần với dung dịch natri bicacbonat
- 50 ml nước có thêm 10 ml dung dịch natri clorua bão hòa

b) Xác định metyla parathion trong lớp ete:

Gộp ba phần chiết vào cốc đốt có thành cao, dung tích 400 ml và làm bốc hơi dung môi. Thêm 35 ml hỗn hợp axit axetic-axit clohydric và 1 g bột kẽm. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ và đun cách thủy ít nhất là 15 phút, cho đến khi dung dịch trở thành không màu. Thêm 10 ml axit clohydric đậm đặc và tiếp tục đun nóng cho đến khi kẽm hòa tan hoàn toàn. Làm lạnh, thêm 50 ml nước và 5 g natri bromua hoặc kali bromua, làm lạnh tới khoảng 10° đến 0°C bằng cách thêm nước đá bào sạch, và để vào máy khuấy. Định phân hỗn hợp ở 0°C đến 10°C với dung dịch natri nitrit chuẩn 0,1 M một cách nhanh chóng như thí nghiệm vết màu. Gần đến điểm cuối, thêm dung dịch natri nitrit từng 4 giọt một.

c) Thí nghiệm vết màu:

Nhúng đũa khuấy bằng thủy tinh vào dung dịch thử nghiệm và kế đó dùng đũa nhanh vào giấy tinh bột hoặc giấy tẩm KI. Phản ứng kết thúc khi màu xanh đen xuất hiện ngay lúc khắc lúc vừa chấm lên giấy và hiện tượng này có thể lặp lại trong vòng 1 phút mà không cần thêm dung dịch natri nitrit.

3.2.4. Tính kết quả.

Hàm lượng 0,0 - dimetyla O-p-nitrofenyla photphotthioat (X); tính bằng %, theo công thức:

$$X = \frac{V.N. 26,3 . f}{m}$$

trong đó:

V — lượng natri nitrit dùng để chuẩn độ, tính bằng ml

N — độ chuẩn của dung dịch natri nitrit

m – khối lượng mẫu, tính bằng g

f – hệ số hiệu chỉnh, được xác định theo công thức

$$f = \frac{T}{A},$$

trong đó :

T – số lượng lý thuyết, theo tính toán của dung dịch natri nitrit 0,1 M (tính bằng ml) đã dùng trong việc định phân nhóm nitro của 1 g chất rắn chứa 1 nhóm nitro.

A – Số lượng thực tế natri nitrit đã dùng trong việc định phân nhóm nitro của 1 g chất rắn nguyên chất đó đủ kết tinh lại

3.3. Xác định độ bền của nhũ tương 5 % trong nước cứng chuẩn

Theo TCVN 3711 - 82

3.4. Xác định độ tự nhũ

Theo TCVN 3711 - 82

3.5 Xác định độ tái nhũ

Theo TCVN 3711 - 82

3.6. Xác định độ axit

Theo TCVN 3711 - 82

4. BAO GÓI, GHI NHÃN, VẬN CHUYỂN VÀ BẢO QUẢN

Theo TCVN 3711 - 82