

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10163:2013

Xuất bản lần 1

**THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT
CHỨA HOẠT CHẤT PHENTHOATE
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ**

Pesticides containing phenthoate

Technical requirements and test methods

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10163 : 2013 do Cục Bảo vệ thực vật - Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn 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 phenthoate

Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing phenthoate

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 phenthoate kỹ thuật và các dạng thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất phenthoate. (xem giới thiệu hoạt chất-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.

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

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*;

TCVN 8050 : 2009, *Thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật – Phương pháp xác định tính chất lý hóa*;

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

TCVN 8382 : 2010 *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất dimethoate - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Yêu cầu cảm quan

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

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

Dạng sản phẩm	Màu sắc	Trạng thái
Phenthoate kỹ thuật (Technical material - TC)	Sản phẩm màu vàng đỏ	Sản phẩm có dạng lỏng
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa phenthoate (Emulsifiable concentrate - EC)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, trong suốt, không lắng cặn, tạo nhũ tương khi hoà vào nước

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Phenthoate kỹ thuật

Hàm lượng phenthoate phải được công bố không nhỏ hơn 90% và khi xác định, hàm lượng trung bình không được nhỏ hơn mức hàm lượng tối thiểu đã công bố.

3.2.2 Phenthoate thành phẩm

Hàm lượng phenthoate (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 phenthoate trong các 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 hoặc g/l	
Đến 2,5	Đến 25	$\pm 15\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất EC
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	± 25 g/kg hoặc g/l

3.3 Giới hạn hàm lượng tạp chất

3.3.1 Phenthoate kỹ thuật

3.3.1.1 Axít

Không lớn hơn 0,3%, tính theo H_2SO_4

3.3.1.2 Nước

Không lớn hơn 0,5%

3.3.1.3 Chất không hòa tan trong axeton

Không lớn hơn 0,5%

3.3.2 Phenthoate dạng nhũ dầu

3.3.2.1 Axít/kiềm

Không lớn hơn 0,2%, tính theo H_2SO_4

Không lớn hơn 0,1%, tính theo NaOH

3.3.2.2 Nước

Không lớn hơn 0,5%

3.4 Yêu cầu về tính chất lý – hoá

3.4.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa phenthoate

3.4.1.1 Độ bền nhũ tương

Sản phẩm sau khi pha loãng với nước cứng chuẩn ở $30\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, phải phù hợp với quy định trong Bảng 3.

Bảng 3 Độ bền nhũ tương của thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa phenthoate

Chi tiêu	Yêu cầu
Độ tự nhũ ban đầu	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 0,5 h:	

TCVN 10163:2013

– thể tích lớp kem, không lớn hơn	0,5 ml
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h:	
– thể tích lớp kem, không lớn hơn	2 ml
– thể tích lớp dầu, không lớn hơn	0,5 ml
Độ tái nhũ sau khi pha mẫu 24 h ^{a)}	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương cuối cùng sau khi pha mẫu 24,5 h ^{a)}	
– thể tích lớp kem, không lớn hơn	1 ml
– thể tích lớp dầu, không lớn hơn	0,5 ml
^{a)} Chỉ xác định khi có nghi ngờ kết quả xác định độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h.	

3.4.1.2 Độ bền bảo quản

3.4.1.2.1 Độ bền ở 0 °C

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ 0 °C ± 2 °C trong 7 ngày, có thể tích chất rắn hoặc lỏng tách lớp không lớn hơn 0,3 ml

3.4.1.2.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ 54 °C ± 2 °C trong 14 ngày có hàm lượng hoạt chất chính xác định được theo 4.2 không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong mục 3.4.1.1.

4 Phương pháp thử

4.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo phụ lục A của tiêu chuẩn TCVN 8143:2009.

4.2 Xác định hàm lượng hoạt chất

4.2.1 Nguyên tắc

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

4.2.2 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.

4.2.2.1 Chất chuẩn phenthoate, đã biết hàm lượng.

4.2.2.2 Chất nội chuẩn dibutylphthalate (DBP), 99 %.

4.2.2.3 Axeton, dùng cho sắc ký khí.

4.2.2.4 Khí nitơ, có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99,9 %.

4.2.2.5 Khí hydro, có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99,9 %.

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

4.2.2.7 Dung dịch nội chuẩn, nồng độ 12,0 mg/ml.

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân khoảng 1,20 g chất nội chuẩn DBP (4.2.2.2) chính xác tới 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức tới vạch bằng axeton (4.2.2.3).

4.2.2.8 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân khoảng 0,012 g chất chuẩn phenthoate (4.2.2.1) vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3).

CHÚ THÍCH: Chất chuẩn 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 thông thường của phòng thử nghiệm và cụ thể như sau:

4.2.3.1 Bình định mức, dung tích 10 ml.

4.2.3.2 Pipet, dung tích 1 ml.

4.2.3.3 Xylanh bơm mẫu, dung tích 10 µl, chia vạch đến 1 µl.

4.2.3.4 Cân phân tích (*), có độ chính xác đến 0,0001 g.

4.2.3.5 Màn lọc, có cỡ lỗ 0,45 µm.

4.2.3.6 Đĩa bay hơi.

4.2.3.7 Tủ sấy chân không.

4.2.3.8 Thiết bị sắc ký khí, được trang bị như sau:

– detector ion hoá ngọn lửa (FID);

TCVN 10163:2013

- injector chia dòng và không chia dòng;
- cột mao quản ZB-50 (50% phenyl 50% methylpolysiloxane), có chiều dài 30 m, đường kính trong 0,32 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25 μm hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay;
- Máy tích phân kế hoặc máy vi tính.

4.2.3.9 Máy lắc siêu âm

(* **Ghi chú** : Nếu sử dụng cân có độ chính xác đến 0,00001g thì có thể cân các mẫu chuẩn và mẫu thử đến 0,01g.

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 mẫu thử có chứa khoảng 0,012 g hoạt chất phenthoate vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3), đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.9) trong 10 min để hòa tan mẫu. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μm (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

- chương trình nhiệt độ cột:

Nhiệt độ đầu:	150 $^{\circ}\text{C}$
Nhiệt độ cuối:	290 $^{\circ}\text{C}$
Tốc độ tăng nhiệt độ:	20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
Thời gian giữ nhiệt độ đầu:	0,5 min
Thời gian giữ nhiệt độ cuối:	4 min

- nhiệt độ buồng bơm mẫu : 250 $^{\circ}\text{C}$
- nhiệt độ detector : 300 $^{\circ}\text{C}$
- khí mang nitơ : 1,8 ml/min
- khí hydro : 25 ml/min
- khí nén : 200 ml/min

- khí nitơ hỗ trợ cho detector 30 ml/min
- thể tích bơm mẫu : 1 μ l
- tỷ lệ chia dòng: 30 : 1.

4.2.4.4 Xác định hàm lượng hoạt chất

Dùng xylanh (4.2.3.3) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỉ số của số đo diện tích của pic mẫu chuẩn và pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc (4.2.2.8) và dung dịch mẫu thử (4.2.4.2), lặp lại 2 lần (tỷ số của số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

4.2.4.5 Tính kết quả

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

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

trong đó:

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

F_c là giá trị trung bình của 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 (%).

4.3 Xác định độ bền nhũ tương

Xác định độ bền nhũ tương theo TCVN 8382 : 2010.

4.4 Xác định độ bền bảo quản

4.4.1 Độ bền ở 0 °C

Xác định độ bền ở 0 °C theo TCVN 8382 : 2010.

4.4.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

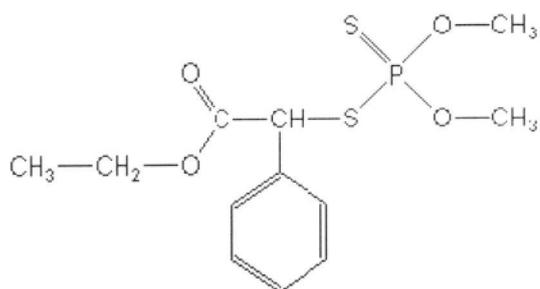
Xác định độ bền ở nhiệt độ cao theo TCVN 2741 : 86

Phụ lục A

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất phenthoate

A1. Công thức cấu tạo:



- A2. Tên hoạt chất: Phenthoate
- A3. Tên hoá học: IUPAC: S- α -ethoxycarbonylbenzyl O, O-dimethyl phosphorodithioate
- A4. Công thức phân tử: $C_{12}H_{17}O_4PS_2$
- A5. Khối lượng phân tử: 320,4
- A6. Nhiệt độ nóng chảy: 17 - 18 $^{\circ}$ C
- A7. Độ hòa tan ở 20 $^{\circ}$ C trong:
- | | |
|---------------------|--------------|
| Nước: | 200 mg/l |
| Dichlorometan | > 200 g/l |
| Isopropanol, toluen | 50 – 100 g/l |
| Hexan | 102 g/l |
- A8. Dạng bên ngoài: Tinh thể không màu
- A9. Độ bền: Bền ở nhiệt độ thường, phân huỷ trong môi trường axit và bazơ mạnh

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Thuốc trừ sâu chứa hoạt chất phenthoate TC 80/1998-CL
 - [2] Nissan Chemical Industries, Ltd
 - [3] FAO Specifications for Plant Protection Products, phenthoate, 1980
 - [4] Manual on the development and use of FAO and WHO specification for pesticides (First Edition, 2006)
-