

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9476 : 2012

Xuất bản lần 1

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

Pesticides containing paraquat dichloride - Technical requirements and test methods

HÀ NỘI - 2012

Lời nói đầu

TCVN 9476: 2012 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 paraquat dichloride - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing paraquat dichloride-

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 paraquat dichloride kỹ thuật và các thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa hoạt chất paraquat dichloride (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 4543, *Thuốc trừ nấm bệnh - Kitazin 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 tinh 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*

TCVN 8980 : 2011, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất deltamethrine – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

CIPAC HANDBOOK, *Volume H, 1998; Collaborative International Pesticide analytical Council Limited, Analysis of Technical and Formulated Pesticides*

TCVN 9476 : 2012

CIPAC HANDBOOK, Volume F, 1995; Collaborative International Pesticide analytical Council Limited, Analysis of Technical and Formulated Pesticides.

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Yêu cầu cảm quan

Yêu cầu về cảm quan của paraquat dichloride 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
Paraquat dichloride đậm đặc kỹ thuật có thành phần chính là paraquat dichloride và chất gây nôn (*). Ngoài ra, phải cho thêm chất tạo màu và mùi cảnh báo (Technical concentrate -TK)	Màu xanh đậm	Sản phẩm dạng dung dịch đồng nhất không lắng cặn, không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường.
Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa paraquat dichloride và chất gây nôn (*). Ngoài ra, phải cho thêm chất tạo màu và mùi cảnh báo (Soluble concentrate)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng dung dịch đồng nhất, bền vững, không lắng cặn, không lẫn dung môi.
Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt hòa tan trong nước có chứa paraquat dichloride và chất gây nôn(*). Ngoài ra, phải cho thêm chất tạo màu và mùi cảnh báo (Water soluble granule - SG)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, ít bụi, không có các tạp chất hoặc vật cứng có thể nhìn thấy được. Không bị ảnh hưởng bởi phụ gia hoặc chất mang không tan.

(*)Ghi chú: Chất gây nôn phải thỏa mãn các yêu cầu sau đây:

- Phải hấp phụ nhanh (nhanh hơn paraquat dichloride) và phản ứng nhanh. Gây nôn phải xảy ra trong khoảng 30 phút với ít nhất 50 % số trường hợp bị ngộ độc.
- Phải là chất kích thích mạnh để gây nôn nhanh và có tác dụng trong khoảng từ 2-3 giờ
- Phải tác động vào trung tâm gây nôn trên não bộ.
- Không được kích thích dạ dày vì nó có thể làm tăng độ độc của paraquat dichloride
- Độ độc phải nằm trong khoảng cho phép, phải có thời gian bán hủy ngắn trong cơ thể.
- Phải tương thích và bền trong paraquat dichloride thương phẩm. Không ảnh hưởng đến hiệu lực diệt cỏ.

Hiện nay, chất gây nôn tìm được và đáp ứng được các yêu cầu trên là 2-amino-4,5-dihydro-6-methyl-4-propyl-s-triazole-(1,5)pyrimidine-5-one (PP796)

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Paraquat dichloride dạng đậm đặc kỹ thuật

Hàm lượng paraquat dichloride (tính theo g/l ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) phải được công bố, không nhỏ hơn 500 g/l và khi xác định, hàm lượng trung bình không sai khác quá $\pm 25\text{ g/l}$.

3.2.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa paraquat dichloride

Hàm lượng paraquat dichloride (tính theo % 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 paraquat dichloride trong các dạng thành 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 (g/l)	
Đến 2,5	Đến 25	$\pm 15\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (SL)
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	$\pm 25\text{ g/kg}$ hoặc g/l

3.3 Yêu cầu về hàm lượng chất gây nôn PP796

3.3.1 Hàm lượng chất gây nôn PP796 phải được công bố trong paraquat dichloride đậm đặc kỹ thuật và khi xác định không nhỏ hơn 0,8 g/l

3.3.2 Hàm lượng chất gây nôn PP796 phải được công bố, không nhỏ hơn 0,23 % của hàm lượng ion paraquat trong các dạng thuốc thành phẩm có chứa paraquat dichloride và khi xác định, hàm lượng trung bình không sai khác quá $\pm 15\%$.

3.4 Yêu cầu về hàm lượng tạp chất

Hàm lượng tạp chất trong paraquat đậm đặc kỹ thuật và các dạng thành phẩm:

3.4.1 4,4'-bipyridyl tự do

TCVN 9476 : 2012

Không lớn hơn 1,0 g/kg

3.4.2 Tổng lượng terpyridines

Không lớn hơn 0,001 g/kg

3.5 Yêu cầu về tính chất hóa - lý

3.5.1 Paraquat dichloride dạng đậm đặc kỹ thuật

3.5.1.1 Độ pH (dung dịch 1 % trong nước)

Trong khoảng 2,0 – 6,0

3.5.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa paraquat dichloride

3.5.2.1 Độ pH (dung dịch 1 % trong nước)

Trong khoảng 4,0 – 8,0

3.5.2.2 Độ bền pha loãng (dung dịch 5 % trong nước cứng chuẩn)

Sau 18 h để yên ở nhiệt độ $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, dung dịch phải trong đồng nhất, trong suốt. Nếu có lắng cặn hoặc hạt tạo thành phải lọt qua rây 0,45 μm .

3.5.2.3 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.5.2.4 Độ bền bảo quản

3.5.2.4.1 Độ bền ở 0°C

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 7 ngày, có thể tích chất rắn hoặc lỏng tách lớp không lớn hơn 0,3 ml.

3.5.2.4.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày có hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 không nhỏ hơn 97 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.5.2.1 .

3.5.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt hòa tan trong nước có chứa paraquat dichloride

3.5.3.1 Độ pH (Dung dịch 1 % trong nước)

Trong khoảng 6,0 – 8,0

3.5.3.2 Độ bền phân rã và độ bền dung dịch

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 μm sau khi phân rã trong nước cứng chuẩn D ở $30^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$: - Không lớn hơn: 2 % sau 5 min
- Không lớn hơn: 2 % sau 18 h

3.5.3.3 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 30 ml.

3.5.3.4 Độ bụi

Lượng bụi thu được bằng phương pháp phân tích trọng lượng không lớn hơn: 1 mg (0,0033%)

3.5.3.5 Độ chảy

Sản phẩm thu được sau khi chảy qua rây có đường kính lỗ 5 mm với 20 lần vỗ vào thành rây, không nhỏ hơn 98 %.

3.5.3.6 Tính chống mòn

Không nhỏ hơn 99,5 %

3.5.3.7 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ trong 14 ngày có hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 không nhỏ hơn 97 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.5.3.1; 3.5.3.2 và 3.5.3.5.

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 paraquat dichloride bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC)

4.2.1 Nguyên tắc

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

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.

TCVN 9476 : 2012

4.2.2.1 Chất chuẩn paraquat dichloride, đã biết hàm lượng.

4.2.2.2 Muối natri 1-octan sulfonic axít, 92 %

4.2.2.3 Acetonitrile, dùng cho HPLC

4.2.2.4 Diethylamine, dùng cho HPLC

4.2.2.5 Orthophosphoric acid, 85 %.

4.2.2.6 Dung môi pha động

Hòa tan 3,89 g muối natri 1-octan sulfonic acid (4.2.2.2) vào 800 ml nước cất, thêm 200 ml acetonitrile (4.2.2.3), 10 ml diethylamine (4.2.2.4) và 16 ml orthophosphoric acid (4.2.2.5)

4.2.2.7 Dung dịch chuẩn làm việc

CẢNH BÁO: Các muối bispyridylium và dung dịch của chúng là những chất rất độc. Khi tiếp xúc với các hóa chất này phải đeo kính, khẩu trang, găng tay và làm việc trong tủ hút.

Dùng cân phân tích (4.2.3.3) cân 0,1 g chất chuẩn paraquat dichloride (4.2.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng nước cất.

CHÚ THÍCH: Chất 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 20; 100; 200 ml

4.2.3.2 Màng lọc, có kích thước lỗ 0,45 µm

4.2.3.3 Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0001 g

4.2.3.4 Thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao, được trang bị như sau:

- Máy sắc ký lỏng hiệu năng cao với detector tử ngoại (UV)
- Máy tích phân hoặc máy vi tính
- Cột RP 18, dài 250 mm, đường kính 4,6 mm, cỡ hạt pha tĩnh 5 µm hoặc loại tương đương
- Bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay.

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 lạnh cần được làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp.

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

CẢNH BÁO: Các muối bispyridylium và dung dịch của chúng là những chất rất độc. Khi tiếp xúc với các hóa chất này phải đeo kính, khẩu trang, găng tay và làm việc trong tủ hút.

Dùng cân phân tích (4.2.3.3) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,1 g hoạt chất paraquat dichloride, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng nước cất. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (4.2.3.2) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

Pha động: Theo (4.2.2.6)

Bước sóng: 290 nm

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min

Thể tích vòng bơm: 20 µl

4.2.4.4 Xác định

Bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.2.2.7) cho đến khi số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc và dung dịch mẫu thử (4.2.4.2), lặp lại 2 lần (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 paraquat dichloride trong mẫu, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) được tính theo công thức:

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

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

$$Y = X \times 0,7243$$

Trong đó:

S_m là số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là 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 (%).

0,7243 là hệ số của ion paraquat

TCVN 9476 : 2012

4.3 Xác định hàm lượng chất gây nôn PP796 bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC)

4.3.1 Nguyên tắc

Hàm lượng chất gây nôn PP796 được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) với detector tử ngoại (UV).

4.3.2 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.

4.3.2.1 Chất chuẩn gây nôn PP796, đã biết hàm lượng.

4.3.2.2 Methanol, dùng cho HPLC

4.3.2.3 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.3) cân 0,1 g chất chuẩn PP796 (4.3.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng methanol

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

4.3.3 Cách tiến hành

4.3.3.1 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 cần được làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp.

4.3.3.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

CẢNH BÁO: Các muối bispyridylium và dung dịch của chúng là những chất rất độc. Khi tiếp xúc với các hóa chất này phải đeo kính, khẩu trang, găng tay và làm việc trong tủ hút.

Dùng cân phân tích (4.2.3.3) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,1 g chất gây nôn PP796, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng methanol. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (4.2.3.2) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

4.3.3.3 Điều kiện phân tích

Pha động: Methanol(4.3.2.2) : Nước = 55 : 45 (Theo thể tích)

Bước sóng: 320 nm

Tốc độ dòng: 1 ml/min

Thể tích vòng bơm: 20 µl

4.3.3.4 Xác định

Bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.3.2.3) cho đến khi số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc và dung dịch mẫu thử (4.3.3.2), lặp lại 2 lần (số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

4.3.3.5 Tính kết quả

Hàm lượng chất gây nồn PP796 trong mẫu, Z, biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) được tính theo công thức:

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

Trong đó:

S_m là số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là 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 (%).

4.4 Xác định tạp chất 4,4'-bipyridyl và 2,2',6',2''terpyridyl bằng phương pháp sắc ký khí

4.4.1 Nguyên tắc

Tạp chất 4,4'-bipyridyl và 2,2',6',2''terpyridyl trong paraquat dichloride được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID).

4.4.2 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.

4.4.2.1 Chất chuẩn 4,4'-bipyridyl và 2,2',6',2''terpyridyl, đã biết hàm lượng.

4.4.2.2 Chất nội chuẩn octadecan, 99 %.

4.4.2.3 Dichlormethan, dùng cho sắc ký khí.

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

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

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

TCVN 9476 : 2012

4.4.2.7 Dung dịch natri hydroxit 1 M

4.4.2.8 Dung dịch nội chuẩn, nồng độ 0,5 mg/ml.

Dùng cân phân tích (4.2.3.3) cân 0,1 g chất nội chuẩn (4.4.2.2), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 200 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng dichlormethane (4.2.1.2.3).

4.4.2.9 Dung dịch chuẩn làm việc

CẢNH BÁO : Các muối bipyridylium và dung dịch của chúng là những chất rất độc. Khi tiếp xúc với các hóa chất này phải đeo kính, khẩu trang, găng tay và làm việc trong tủ hút.

Dùng cân phân tích (4.2.3.3) cân 0,01g chất chuẩn 4,4'-bipyridyl và 2,2',6',2''terpyridyl (4.4.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 20 ml (4.2.3.1), thêm chính xác 5 ml dung dịch nội chuẩn (4.4.2.8) hoà tan và định mức đến vạch bằng dichlormethane (4.4.2.3).

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

4.4.3 Dụng cụ, thiết bị

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

4.4.3.1 Pipet 1; 5 ml

4.4.3.2 Phễu chiết, dung tích 100 ml

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

- detector ion hoá ngọn lửa (FID);
- injector chia dòng và không chia dòng;
- cột mao quản Chrompack CP Sil 8CB có chiều dài 25 m, đường kính 0,25 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25 µm hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay;
- máy vi tính hoặc máy tích phân.

4.4.4 Cách tiến hành

4.4.4.1 Chuẩn bị mẫu thử nghiệm

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

4.4.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

CẢNH BÁO: Các muối bipyridylium và dung dịch của chúng là những chất rất độc. Khi tiếp xúc với chúng phải đeo kính, khẩu trang, găng tay và làm việc trong tủ hút.

Dùng cân phân tích (4.2.3.3) cân mẫu thử có chứa khoảng 4 g hoạt chất paraquat dichloride, chính xác đến 0,0001 g vào phễu chiết 100 ml. Thêm 1 ml NaOH (4.4.2.7), lắc mạnh. Dùng pipet (4.4.3.1) thêm 5 ml dung dịch nội chuẩn (4.4.2.8), lắc mạnh. Để yên cho đến khi dung dịch tách ra thành 2 lớp. Thu phần dichlormethane vào bình định mức 20 ml (4.2.3.1). Chiết dung dịch còn lại bằng dichlormethane (2 ml × 2 lần). Gộp dịch chiết dichlormethane vào bình định mức 20 ml ở trên, định mức đến vạch bằng dichlormethane (4.4.2.3). Khử bọt khí trước khi bơm vào máy.

4.4.4.3 Điều kiện phân tích

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 300 °C

- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ đầu 50 °C giữ trong 1 min, tăng 20°C/min đến 100°C và giữ trong 2 min. Tăng 20°C/min đến 280°C và giữ trong 20 min.

- Nhiệt độ detector : 325 °C
- Tốc độ khí mang nitơ : 1 ml/min
- Tốc độ khí hydro : 30 ml/min
- Tốc độ khí nén : 450 ml/min
- khí hỗ trợ cho detector 40 ml/min
- thể tích bơm mẫu : 1 µl
- tỷ lệ chia dòng: 50 : 1.

4.4.4.4 Xác định

Bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỷ 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 (4.4.2.9) và dung dịch mẫu thử (4.4.4.2), 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).

4.4.4.5 Tính kết quả

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

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

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);

TCVN 9476 : 2012

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

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

4.5 Xác định độ pH

Xác định độ pH theo TCVN 4543

4.6 Xác định độ bền pha loãng

4.6.1 Thuốc thử : Nước cứng chuẩn (theo TCVN 8050:2009)

4.6.2 Dụng cụ : Ống đong, dung tích 100 ml

4.6.3 Cách tiến hành

Lấy 5 ml mẫu vào ống đong 100 ml (4.6.2), hòa tan bằng 95 ml nước cứng (4.6.1), để yên 18 h ở nhiệt độ $30 \pm 2^\circ\text{C}$. Sau đó, quan sát dung dịch trong ống đong.

4.7 Xác định độ bọt

Xác định độ bọt theo TCVN 8050:2009

4.8 Xác định độ rã và hòa tan

Xác định độ rã và hòa tan theo MT 179, CIPAC Handbook H, p307, 1998

4.9 Xác định độ bụi

Xác định độ bụi theo TCVN 8980:2011

4.10 Xác định độ chảy

Xác định độ chảy theo MT 172, CIPAC Handbook F, p430, 1995

4.11 Xác định độ chống mòn

Xác định độ chống mòn theo MT 178.2, CIPAC Handbook H, p140, 2003

4.12 Xác định độ bền bảo quản

4.12.1 Xác định độ bền ở 0°C

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

4.12.2 Xác định độ bền ở nhiệt độ cao

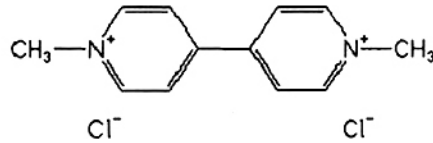
Xác định độ bền ở nhiệt độ cao theo TCVN 2741.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất paraquat dichloride

A.1 Công thức cấu tạo:



A.2 Tên hoạt chất (dication): paraquat

A.3 Tên hóa học:(IUPAC)

dication - 1,1'-dimethyl-4,4'-bipyridinium 1

dichloride - 1,1'-dimethyl-4,4'-bipyridinium dichloride

A.4 Công thức phân tử:

$C_{12}H_{14}N_2$ (dication); $C_{12}H_{14}Cl_2N_2$ (dichloride)

A.5 Khối lượng phân tử: 186,3 257,2

A.6 Nhiệt độ nóng chảy: 340 °C

A.7 Độ hòa tan:

Trong nước: 620 g/l ở 20 °C

Không tan trong hầu hết các dung môi hữu cơ

A.8 Độ bền: Bền trong môi trường trung tính và axit.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] 10 TCN 614-2005 Thuốc trừ cỏ chứa hoạt chất paraquat - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử, 2005
 - [2] FAO specification and evaluations for agricultural pesticides - Paraquat dichloride
 - [3] The Pesticide Manual, Thirteenth edition, 2003.
-