

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9477 : 2012**

Xuất bản lần 1

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

*Pesticides containing buprofezin - Technical requirements and test methods*

**HÀ NỘI - 2012**

## **Lời nói đầu**

TCVN 9477: 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 buprofezin - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử**

*Pesticides containing buprofezin –  
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 buprofezin kỹ thuật và các thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV) có chứa hoạt chất buprofezin (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 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 : 2010, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất deltamethrine – 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 buprofezin 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
Buprofezin kỹ thuật (Technical material - TC)	Sản phẩm có màu vàng nhạt	Dạng bột tinh thể, không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường.
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa buprofezin (Emulsifiable concentrate - EC)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, tạo nhũ tương khi hòa vào nước.
Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa buprofezin (Aqueous suspension concentrate - SC)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng huyền phù ổn định của một hay nhiều hoạt chất trong nước thành một chất lỏng. Sau khi khuấy nhẹ, sản phẩm đồng nhất và dễ hoà loãng với nước để sử dụng.
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột hòa tan trong nước (Water soluble powder - SP)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột, khi hòa tan trong nước tạo thành dung dịch thật; nhưng cũng có thể chứa phụ gia không tan trong nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa buprofezin (Wettable powder - WP)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột mịn đồng nhất, phân tán được trong nước, tạo một huyền phù khi sử dụng
Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa buprofezin (Water dispersible granule - WG)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi được làm rã và phân tán trong nước trước khi sử dụng.

#### 3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

##### 3.2.1 Buprofezin kỹ thuật

Hàm lượng buprofezin (tính theo %, g/kg) phải được công bố và khi xác định, hàm lượng trung bình không được nhỏ hơn mức hàm lượng tối thiểu đã công bố.

### 3.2.2 Buprofezin thành phẩm

Hàm lượng buprofezin (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 buprofezin trong buprofezin 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 (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	$\pm 25\text{ g/kg}$ hoặc $\text{g/l}$

### 3.3 Yêu cầu về tính chất lý - hoá

#### 3.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa buprofezin

##### 3.3.1.1 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 buprofezin**

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ tự nhũ ban đầu (30 s)	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 0,5 h, tính theo thể tích lớp kem, không lớn hơn	2 ml

Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h: – thể tích lớp kem, không lớn hơn	4 ml
Độ tái nhũ sau khi pha mẫu 24 h <sup>a)</sup>	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương cuối cùng sau khi pha mẫu 24,5 h <sup>a)</sup> – thể tích lớp kem, không lớn hơn	4 ml
<sup>a)</sup> Chỉ xác định khi cơ nghi ngờ kết quả xác định độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h.	

### 3.3.1.2 Độ bọt

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

### 3.3.1.3 Độ bền bảo quản

#### 3.3.1.3.1 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 chất lỏng tách lớp không lớn hơn 0,3 ml.

#### 3.3.1.3.2 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 xác định được theo 4.2 không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.3.1.1

### 3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa buprofezin

#### 3.3.2.1 Tỷ suất lơ lửng

Sản phẩm sau khi tạo huyền phù với nước cứng chuẩn ở 30 °C ± 2 °C trong 30 min, hàm lượng buprofezin trong dung dịch huyền phù: không nhỏ hơn 70 %.

#### 3.3.2.2 Độ mịn

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

#### 3.3.2.3 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: không lớn hơn 40 ml.

#### 3.3.2.4 Độ bền bảo quản

**3.3.2.4.1 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, phải phù hợp với quy định trong 3.3.2.1 và 3.3.2.2

**3.3.2.4.2 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 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.3.2.1 và 3.3.2.2

**3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột hòa tan trong nước có chứa buprofezin****3.3.3.1 Độ thấm ướt**

Sản phẩm được thấm ướt hoàn toàn trong 1 min mà không cần khuấy trộn.

**3.3.3.2 Độ bột**

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

**3.3.3.3 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 phải phù hợp với 3.3.3.1.

**3.3.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa buprofezin****3.3.4.1 Tỷ suất lơ lửng**

Sản phẩm sau khi tạo huyền phù với nước cứng chuẩn ở  $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  trong 30 min, hàm lượng buprofezin trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %.

**3.3.4.2 Độ mịn**

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ  $75\ \mu\text{m}$  sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

**3.3.4.3 Độ bột**

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

**3.3.4.4 Độ thấm ướt**

Sản phẩm được thấm ướt hoàn toàn trong 1 min mà không cần khuấy trộn.

**3.3.4.5 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao**

## **TCVN 9477:2012**

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 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.3.4.1; 3.3.4.2 và 3.3.4.4

### **3.3.5 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa buprofezin**

#### **3.3.5.1 Tỷ suất lơ lửng**

Sản phẩm sau khi tạo huyền phù với nước cứng chuẩn ở  $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  trong 30 min, hàm lượng buprofezin trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %.

#### **3.3.5.2 Độ mịn**

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ  $75\ \mu\text{m}$  sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

#### **3.3.5.3 Độ bọt**

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

#### **3.3.5.4 Độ thấm ướt**

Sản phẩm được thấm ướt hoàn toàn trong 1 min mà không cần khuấy trộn.

#### **3.3.5.5 Độ bụi**

Sản phẩm không được có bụi

#### **3.3.5.6 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 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.3.5.1; 3.3.5.2 và 3.3.5.4

## **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**

Hàm lượng hoạt chất buprofezin được xác định bằng một trong hai phương pháp sau:

#### **4.2.1 Xác định hàm lượng hoạt chất buprofezin bằng sắc ký khí**



**4.2.1.1 Nguyên tắc**

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

**4.2.1.2 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.

**4.2.1.2.1 Chất chuẩn buprofezin, đã biết hàm lượng.**

**4.2.1.2.2 Chất nội chuẩn DBP, 99 %.**

**4.2.1.2.3 Axeton, dùng cho sắc ký khí.**

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

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

**4.2.1.2.6 Không khí nén, dùng cho máy sắc ký khí.**

**4.2.1.2.7 Dung dịch nội chuẩn, nồng độ 8,8 mg/ml.**

Dùng cân phân tích (4.2.1.3.4) cân 0,88 g chất nội chuẩn DBP (4.2.1.2.2), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.1.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.1.2.3).

**4.2.1.2.8 Dung dịch chuẩn làm việc**

Dùng cân phân tích (4.2.1.3.4) cân 0,1 g chất chuẩn buprofezin (4.2.1.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.1.3.1), dùng pipet (4.2.1.3.2) thêm chính xác 10 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.1.2.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.1.2.3).

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

**4.2.1.3 Dụng cụ, thiết bị**

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

**4.2.1.3.1 Bình định mức, dung tích 10, 20; 50; 100 ml.**

**4.2.1.3.2 Pipet, dung tích 1; 2; 10 ml.**

**4.2.1.3.3 Xyranh bơm mẫu, dung tích 10  $\mu$ l, chia vạch đến 1  $\mu$ l**

**4.2.1.3.4 Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0001 g.**

## **TCVN 9477:2012**

**4.2.1.3.5** Màng lọc, có kích thước lỗ 0,45 µm.

**4.2.1.3.6** Máy lắc siêu âm.

**4.2.1.3.7** Đĩa bay hơi

**4.2.1.3.8** Tủ sấy chân không

**4.2.1.3.9** 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 HP-5, có chiều dài 30 m, đường kính 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 vi tính hoặc máy tích phân.

**4.2.1.4** Cách tiến hành

**4.2.1.4.1** 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 thấp cần được làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp; đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều.

**4.2.1.4.2** Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.1.3.4) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,1 g hoạt chất buprofezin, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.1.3.1), dùng pipet (4.2.1.3.2) thêm chính xác 10 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.1.2.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.1.2.3). Lọc dung dịch trước khi bơm vào máy (nếu cần).

**4.2.1.4.3** Điều kiện phân tích

- nhiệt độ cột : 220 °C
- nhiệt độ buồng bơm mẫu : 230 °C
- nhiệt độ detector : 240 °C
- khí mang nitơ : 2 ml/min
- khí hydro : 35 ml/min

- khí nén : 280 ml/min
- thể tích bơm mẫu : 1  $\mu$ l
- tỷ lệ chia dòng: 50 : 1.

#### 4.2.1.4.4 Xác định

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 (4.2.1.2.8) và dung dịch mẫu thử (4.2.1.4.2), 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).

#### 4.2.1.4.5 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất buprofezin trong mẫu,  $X$ , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) 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 (%).

### 4.2.2 Xác định hàm lượng hoạt chất buprofezin bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC)

#### 4.2.2.1 Nguyên tắc

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

#### 4.2.2.2 Thuốc thử

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

##### 4.2.2.2.1 Metanol, dùng cho HPLC.

## **TCVN 9477:2012**

### **4.2.2.2.2 Acetonitril, dùng cho HPLC**

### **4.2.2.2.3 Dung dịch chuẩn làm việc**

Dùng cân phân tích (4.2.1.3.4) cân 0,10 g chất chuẩn buprofezin (4.2.1.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.1.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2.1)

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

### **4.2.2.3 Dụng cụ, thiết bị**

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

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.

### **4.2.2.4 Cách tiến hành**

#### **4.2.2.4.1 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.

#### **4.2.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử**

Dùng cân phân tích (4.2.1.3.4) cân mẫu thử chứa khoảng 0,10 g hoạt chất buprofezin, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.1.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2.1). Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (4.2.1.3.5) và đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.1.3.6) để đuổi bọt khí trước khi bơm vào máy.

#### **4.2.2.4.3 Điều kiện phân tích**

Pha động: ACN (4.2.2.2.2) : H<sub>2</sub>O = 70 : 30 (theo thể tích)

Bước sóng: 230 nm

Tốc độ dòng: 1 ml/min

Thể tích vòng bơm: 20 µl

#### 4.2.2.4.4 Xác định

Bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.2.2.2.3) 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(4.2.2.4.2), lặp lại 2 lần (số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

#### 4.2.2.4.5 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất buprofezin 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 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 (%).

### 4.3 Xác định tỷ suất lọc lừng

Cân lượng mẫu thử đủ để pha 250 ml dung dịch huyền phù có nồng độ tương ứng với nồng độ sử dụng.

Xác định tỷ suất lọc lừng theo TCVN 8050 : 2009, trong đó khối lượng hoạt chất buprofezin trong 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong được xác định bằng một trong hai phương pháp sau:

#### 4.3.1 Xác định tỷ suất lọc lừng bằng sắc ký khí

Xác định theo (4.2.1) trong tiêu chuẩn này và bổ sung như sau:

##### 4.3.1.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Sau khi hút 225 ml dung dịch huyền phù phía trên, chuyển định lượng toàn bộ dung dịch còn lại vào một đĩa bay hơi(4.2.1.3.7). Cho bay hơi ở nhiệt độ  $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong tủ sấy chân không(4.2.1.3.8) đến trọng lượng không đổi. Chuyển toàn bộ lượng mẫu đã sấy vào một bình định mức có dung tích 10 ml(4.2.1.3.1), dùng pipet(4.2.1.3.2) thêm 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.1.2.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.1.2.3). Lọc dung dịch qua màng lọc  $0,45\text{ }\mu\text{m}$  (4.2.1.3.5) trước khi bơm vào máy.

##### 4.3.1.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc

## TCVN 9477:2012

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 (4.3.1.1).

### 4.3.1.3 Tính kết quả

Tỷ suất lơ lửng,  $Y$ , 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);

$c$ : Khối lượng hoạt chất buprofezin trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

$a$ : Hàm lượng của buprofezin trong sản phẩm đã xác định được, tính bằng phần trăm (%)

$b$ : Khối lượng mẫu chuyển vào ống đong 250 ml, tính bằng gam (g);

$q$ : Khối lượng hoạt chất buprofezin trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g)

$$q = \frac{F_m \times N_c}{F_c} \times \frac{P}{100} \times 10$$

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

$F_c$  là giá trị trung bình của tỷ số số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội 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 (%);

10 là thể tích hoà tan lượng mẫu sau khi sấy khô, tính bằng mililit (ml).

### 4.3.2 Xác định tỷ suất lơ lửng bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao

Xác định theo (4.2.2) của tiêu chuẩn này và bổ sung như sau:

#### 4.3.2.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Sau khi hút 225 ml dung dịch huyền phù 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 (4.2.1.3.1), định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2.1), đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.1.3.6) trong 10 min để hoà tan mẫu. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (4.2.1.3.5) trước khi bơm vào máy.

#### 4.3.2.2 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 (4.3.2.1).

#### 4.3.2.3 Tính kết quả

Tỷ suất lơ lửng,  $Y$ , 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 buprofezin trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

$a$  là hàm lượng của buprofezin 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 buprofezin 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).

## **TCVN 9477:2012**

### **4.4 Xác định độ bền nhũ tương**

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

### **4.5 Xác định độ mịn**

Xác định độ mịn theo TCVN 8050 : 2009.

### **4.6 Xác định độ bọt**

Xác định độ bọt theo TCVN 8050 : 2009.

### **4.7 Xác định độ thấm ướt**

Xác định độ thấm ướt theo TCVN 8050 : 2009.

### **4.8 Xác định độ bụi**

Xác định độ bụi theo TCVN 8980:2011

### **4.9 Xác định độ bền bảo quản**

#### **4.9.1 Xác định độ bền ở 0 °C**

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

#### **4.9.2 Xác định độ bền ở nhiệt độ cao**

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

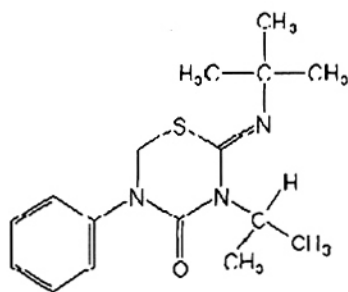


**Phụ lục A**

(Tham khảo)

**Giới thiệu hoạt chất buprofezin**

A1 Công thức cấu tạo:



- A2 Tên hoạt chất: buprofezin
- A3 Tên hoá học (IUPAC): 2-tert-butylimino-3-isopropyl-5-phenyl-1,3,5 thiadiazinan-4-one
- A4 Công thức phân tử:  $C_{16}H_{23}N_3OS$
- A5 Khối lượng phân tử: 305.44
- A6 Nhiệt độ nóng chảy: 104.5 - 105.51°C
- A7 Độ hòa tan (g/l, ở 25 °C) trong:

Nước	0,0009
Cloroform	520
Benzen	370
Toluen	320
Axeton	240
Ethanol	80
Metanol	20
n-Hexan	20

- A8 Dạng bên ngoài: Tinh thể màu trắng.
- A9 Độ bền: Bền với nhiệt độ và ánh sáng

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] 10 TCN 387-99 Thuốc trừ sâu chứa hoạt chất buprofezin - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử, 1999
  - [2] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003
  - [3] Manual on the development and use of FAO specifications for plant protection Products (March 2006 revision of the First Edition)
-