



TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8984:2011

Xuất bản lần 1

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

*Pesticides containing sulfur –
Technical requirements and test methods*

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8984:2011 do Cục Bảo vệ thực vật soát xét, sửa đổi, bổ sung từ tiêu chuẩn ngành, 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 sulfur – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing sulfur – 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 sulfur kỹ thuật và các dạng sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất sulfur (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 tính chất lý hóa*

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

TCVN 8980:2011, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất deltamethrin – 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 sulfur 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
Sulfur kỹ thuật (TC)	Sản phẩm có màu vàng	Dạng bột không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường
Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa sulfur (SC)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng dung dịch lơ lửng của các hạt mịn phân tán trong nước. Sau khi khuấy nhẹ, sản phẩm phải đồng nhất và dễ dàng hoà loãng với nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa sulfur (WP)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột mịn đồng nhất
Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa sulfur (WG, WDG, DF)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa sulfur (EC)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, không lắng cặn, tạo nhũ tương khi hoà vào nước

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Thuốc kỹ thuật

Hàm lượng sulfur trong thuốc kỹ thuật phải được công bố và khi xác định hàm lượng trung bình không nhỏ hơn hàm lượng tối thiểu công bố.

3.2.2 Thuốc thành phẩm

Hàm lượng sulfur (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) trong các dạng sản phẩm 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 sulfur 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 (g/l)	
Đến 2,5	Đến 25	$\pm 15\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (EC, SC,...) hoặc $\pm 25\%$ đối với dạng không đồng nhất (WG...)
Từ 2,5 đến 10	Từ 25 đến 100	$\pm 10\%$ của hàm lượng công bố
Từ 10 đến 25	Từ 100 đến 250	$\pm 6\%$ của hàm lượng công bố
Từ 25 đến 50	Từ 250 đến 500	$\pm 5\%$ của hàm lượng công bố
Lớn hơn 50	—	$\pm 2,5$
—	Lớn hơn 500	$\pm 25\text{ g/kg (g/l)}$

3.3 Yêu cầu về tính chất lý-hoá

3.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa sulfur

3.3.1.1 Tỷ suất lơ lửng

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

3.3.1.2 Độ mịn

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

3.3.1.3 Độ bột

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

3.3.1.4 Độ bền bảo quản

3.3.1.4.1 Độ bền ở $0\text{ }^{\circ}\text{C}$

Sau khi bảo quản ở nhiệt độ $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 ngày, sản phẩm phải phù hợp với quy định trong 3.3.1.1 và 3.3.1.2.

3.3.1.4.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với quy định trong 3.3.1.1 và 3.3.1.2

3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa sulfur

3.3.2.1 Tỷ suất lơ lửng

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

3.3.2.2 Độ mịn

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

3.3.2.3 Độ bột

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

3.3.2.4 Độ thấm ướt

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

3.3.2.5 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 3.3.2.1 và 3.3.2.2.

3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa sulfur

3.3.3.1 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 sulfur trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %.

3.3.3.2 Độ mịn

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

3.3.3.3 Độ bọt

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

3.3.3.4 Độ thấm ướt

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

3.3.3.5 Độ bụi

Sản phẩm không được có bụi.

3.3.3.6 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; 3.3.3.2 và 3.3.4.5.

3.3.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa sulfur

3.3.4.1 Độ bọt

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

3.3.4.2 Độ bền bảo quản

3.3.4.2.1 Độ bền ở 0°C

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

3.3.4.2.2 Độ bền 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 quy định trong 3.3.3.1.

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

4.2.1 Nguyên tắc

Sulfur được chuyển thành dạng natri thiosulfat bằng cách đun hồi lưu với natri sulfit. Natri thiosulfat tạo thành được chuẩn độ bằng dung dịch iốt chuẩn với chỉ thị hồ tinh bột.

4.2.2 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại 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 Natri sulfit tinh thể ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

4.2.2.2 Formaldehyde, 35 %.

4.2.2.3 Dung dịch axit axetic, 20 %.

4.2.2.4 Etanol, 95 %.

4.2.2.5 Hồ tinh bột, dung dịch 1 %

Hòa 1 g hồ tinh bột với 5 ml nước, khuấy đều, vừa thêm nước sôi vừa khuấy đến 100 ml, đun dung dịch vài phút cho đến khi trong, để nguội dung dịch.

4.2.2.6 Dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,05 M (ống chuẩn)

Xác định nồng độ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn: Dùng cân phân tích (4.2.3.8) cân chính xác khoảng 0,15 g kali iodat (đã sấy khô ở nhiệt độ 105°C , trong 2 h) vào bình nón (4.2.3.2), hòa tan bằng 40 ml nước cất, thêm 2 g kali iodua và 6 ml axit clohydric 2 N, lắc đều. Chuẩn độ bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn 0,05 M cho đến khi dung dịch có màu vàng tái, thêm 200 ml nước cất và 1 ml hồ tinh bột, tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch mất màu.

Nồng độ dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn, C_1 , tính bằng mol/l theo công thức sau:

$$C_1 = \frac{1000 \times w}{35,67 \times V_1} = \frac{28,04 \times w}{V_1}$$

Trong đó:

C_1 là nồng độ dung dịch natri thiosulfat chuẩn (mol/l);

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulfat chuẩn dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

w là khối lượng kali iodat dùng để chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, tính bằng gam (g);

Dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn cần được chuẩn lại trước mỗi lần làm thử nghiệm.

4.2.2.7 Dung dịch chuẩn iốt, 0,05 M

Hòa tan 12,7 g iốt và 60 g KI trong 75 ml nước, chuyển vào bình định mức 1 lít, định mức đến vạch bằng nước cất, lắc kỹ, bảo quản dung dịch trong lọ thủy tinh màu nâu.

Xác định nồng độ dung dịch iốt chuẩn: Dùng pipet lấy chính xác V_1 ml dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 20 ml nước cất, thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột và chuẩn độ bằng dung dịch iốt cho đến khi xuất hiện màu xanh tím.

Nồng độ dung dịch iốt chuẩn, C , tính bằng mol/l theo công thức sau:

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V}$$

Trong đó:

C_1 là nồng độ dung dịch natri thiosulfat chuẩn (mol/l);

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulfat chuẩn dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

V là thể tích dung dịch iốt chuẩn đã chuẩn độ hết, tính bằng mililit (ml).

Dung dịch iốt chuẩn cần được chuẩn lại trước mỗi lần làm thử nghiệm.

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 Ống đong có chia vạch, dung tích 25 ml và 50 ml.

4.2.3.2 Bình nón, dung tích 250 ml có nút nhám.

4.2.3.3 Pipet 20 ml và 100 ml.

4.2.3.4 Bình định mức, dung tích 250 ml.

4.2.3.5 Buret

4.2.3.6 Bộ sinh hàn

4.2.3.7 Bếp điện

4.2.3.8 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,0001 g.

4.2.4 Cách tiến hành

4.2.4.1 Xác định hàm lượng sulfur

Dùng cân phân tích (4.2.3.8) cân mẫu thử chứa khoảng 0.250 g hoạt chất sulfur, chính xác đến 0,0001 vào bình nón 250 ml có nhám (4.2.3.2), Thêm 25 ml etanol (4.2.2.4) và 40 ml nước. Sau đó thêm 5 g natri sulfit (4.2.2.1), cho hạt sôi vào và lắp sinh hàn, đun sôi hồi lưu 1 h, trong khi đun lắc cho hạt sulfur tan hết. (Nếu hạt sulfur chưa tan thì tiếp tục gia nhiệt cho đến khi hạt sulfur tan hết). Để nguội, tháo sinh hàn và chuyển định lượng dung dịch đó vào bình định mức 250 ml (4.2.3.4), định mức tới vạch bằng nước, lắc đều. Dùng pipet 100 ml (4.2.3.3) hút chính xác 100 ml vào bình nón 250 ml khác (4.2.3.2). Thêm 12,5ml formaldehyd (4.2.2.2), để yên 5 min. Thêm 10 ml axit axetic (4.2.2.3) và 1 ml hồ tinh bột làm chỉ thị, chuẩn độ ngay lập tức bằng dung dịch iot 0,05 M (4.2.2.7) cho đến khi xuất hiện màu xanh tím.

Hàm lượng hoạt chất sulfur tổng trong mẫu, X_1 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) được tính theo công thức:

$$X_1 = \frac{2 \times 32,08 \times V_1 \times C}{1000 \times m_1} \times \frac{250}{100} \times 100 = \frac{16,04 \times V_1 \times C}{m_1}$$

Trong đó:

32,08 là khối lượng nguyên tử của sulfur (1 ml I_2 0,05 M tương đương với 0,003208 g sulfur);

V_1 là thể tích dung dịch iốt dùng để chuẩn độ với mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

C là nồng độ dung dịch iốt chuẩn (mol/l);

m_1 là khối lượng mẫu tính bằng gam (g).

4.2.4.2 Xác định thiosulfat tự do

Dùng cân phân tích (4.2.3.8) cân mẫu thử chứa khoảng 3,0 g hoạt chất sulfur, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 250 ml (4.2.3.4), thêm 50 ml nước, lắc kỹ cho tan hết thiosulfat. Định mức tới vạch

bằng nước. Dùng pipet 100 ml (4.2.3.3) hút chính xác 100 ml vào bình nón 250 ml (4.2.3.2). Thêm 12,5ml formaldehyd (4.2.2.2), để yên 5 min. Thêm 10 ml axit axetic (4.2.2.3) và 1 ml hồ tinh bột làm chỉ thị, chuẩn độ ngay lập tức bằng dung dịch iot 0,05 M (4.2.2.7), cho đến khi xuất hiện màu xanh tím.

Xác định thiosulfat tự do trong mẫu suy ra hàm lượng sulfur dư ra, X_2 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) được tính theo công thức:

$$X_2 = \frac{2 \times 32,08 \times V_2 \times C}{1000 \times m_2} \times \frac{250}{100} \times 100 = \frac{16,04 \times V_2 \times C}{m_2}$$

Trong đó:

V_2 là thể tích dung dịch iốt dùng để chuẩn độ với mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

m_2 là khối lượng mẫu tính bằng gam (g)

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

$$X = X_1 - X_2$$

4.3 Xác định tỷ suất lơ lửng

4.3.1 Cách tiến hành

Xác định tỷ suất lơ lửng theo TCVN 8050:2009 và bổ sung như sau:

Sau khi hút 225 ml dung dịch phía trên của cột chất lỏng, lắc đều, chuyển định lượng toàn bộ 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong vào bình nón 250 ml (4.2.3.2) và xác định khối lượng hoạt chất (q) theo (4.2) của tiêu chuẩn này.

4.3.2 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 sulfur trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

a là hàm lượng của sulfur trong sản phẩm đã xác định được, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

b là khối lượng mẫu chuyển vào ống đong 250 ml, tính bằng gam (g);

q là khối lượng hoạt chất sulfur trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g)

$$q = \frac{2 \times 32,08 \times V_3 \times C}{1000} \times \frac{250}{100} = 0,1604 \times V_3 \times C$$

V_3 là thể tích dung dịch iốt dùng để chuẩn độ với mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

4.4 Xác định độ mịn

Xác định độ mịn theo TCVN 8050:2009.

4.5 Xác định độ bọt

Xác định độ bọt theo TCVN 8050:2009.

4.6 Xác định độ thấm ướt

Xác định độ thấm ướt theo TCVN 8050:2009.

4.7 Xác định độ bụi

Xác định độ bụi theo TCVN 8980:2011.

4.8 Xác định độ bền bảo quản

4.8.1 Xác định độ bền ở 0 °C

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

4.8.2 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 sulfur

A.1	Công thức cấu tạo:	S
A.2	Tên hoạt chất:	sulfur (sulphur)
A.3	Tên hoá học (IUPAC):	sulfur
A.4	Công thức phân tử:	(S) _x
A.5	Khối lượng phân tử:	32,08
A.6	Nhiệt độ nóng chảy:	114,0 °C
A.7	Độ hòa tan:	
	- Không tan trong nước	
	- Dạng tinh thể tan trong carbondisulfit	
	- Ít tan trong các loại dung môi khác và trong dầu hỏa	
	- Tan trong benzen và axeton nóng	
A.8	Dạng bên ngoài:	Bột màu vàng nhạt

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] 10TCN 288-97 *Thuốc trừ nấm bệnh 80% sulfur dạng bột thấm nước -Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*
 - [2] Collaborative International Pesticide analytical Council Limited, Analysis of Technical and Formulated Pesticides , CIPAC HANDBOOK, Volume E, 1993
 - [3] Manual on the development and use of FAO and WHO specification for pesticides, First Edition, 2006.
 - [4] The Pesticide Manual, Thirteenth edition, 2003.
-