

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8750:2011

Xuất bản lần 1

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

*Pesticides containing deltamethrin –
Technical requirements and test methods*

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8750:2011 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 deltamethrin – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing deltamethrin – 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 deltamethrin kỹ thuật và các thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất deltamethrin (xem Phụ lục A).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau 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 các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (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 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 deltamethrin 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
Deltamethrin kỹ thuật (TC)	Màu trắng hoặc màu kem	Sản phẩm dạng bột kết tinh không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường
Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa deltamethrin (SC)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng dung dịch treo 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 để phun trực tiếp có chứa deltamethrin (DP)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Dạng bột mịn dễ bay tự do, thích hợp cho việc phun bột
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa deltamethrin (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 deltamethrin (WG, WDG, DF)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi
Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt nhũ dầu có chứa deltamethrin (EG)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời. Tạo nhũ tương khi phân rã trong nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa deltamethrin (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
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ tương, dầu trong nước có chứa deltamethrin (EW)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng lỏng không đồng nhất, khi hòa vào nước phân tán thành giọt nhỏ, đồng nhất
Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng thể tích cực thấp có chứa deltamethrin (UL, UVL)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất để phun trực tiếp bằng máy bơm
Thuốc bảo vệ thực vật dạng viên tan trong nước có chứa deltamethrin (ST)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng viên dẹt, khô, không bị gãy, vỡ. Hòa vào nước trước khi dùng.

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Thuốc kỹ thuật

Hàm lượng deltamethrin trong thuốc kỹ thuật được công bố, không nhỏ hơn 985 g/kg.

3.2.2 Thuốc thành phẩm

Hàm lượng deltamethrin (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 deltamethrin trong các dạng sản phẩm

Hàm lượng hoạt chất công bố (ở 20 °C ± 2 °C)		Mức sai lệch cho phép
%	g/kg (g/l)	
Đến 2,5	Đến 25	± 15 % của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (EC, SC,...) ± 25 % đối với dạng không đồng nhất (GR, WG...)
Từ 2,5 đến 10	Từ 25 đến 100	± 10 % của hàm lượng công bố
Từ 10 đến 25	Từ 100 đến 250	± 6 % của hàm lượng công bố
Từ 25 đến 50	Từ 250 đến 500	± 5 % của hàm lượng công bố
Lớn hơn 50	–	± 2,5
–	Lớn hơn 500	± 25 g/kg (g/l)

3.3 Yêu cầu về tạp chất và chỉ tiêu lý-hoá

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

3.3.1.1 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 deltamethrin trong dung dịch huyền phù: không nhỏ hơn 90 %.

3.3.1.2 Độ mịn

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

3.3.1.3 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: không lớn hơn 50 ml.

3.3.1.4 Độ pH (dung dịch phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4,5 đến 7,5.

3.3.1.5 Độ bền bảo quản

3.3.1.5.1 Độ bền ở 0 °C

Sau khi bảo quản ở nhiệt độ 0 °C ± 2 °C trong 7 ngày, sản phẩm phải phù hợp với quy định trong 3.3.1.1 và 3.3.1.2.

3.3.1.5.2 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 phải phù hợp với quy định trong 3.3.1.1; 3.3.1.2 và 3.3.1.4.

3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột phun trực tiếp có chứa deltamethrin

3.3.2.1 Độ mịn

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

3.3.2.2 Độ pH (dung dịch phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4,5 đến 7,5.

3.3.2.3 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 3.3.2.1 và 3.3.2.2.

3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa deltamethrin

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 deltamethrin 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 μm sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.3.3.3 Độ thấm ướt

Sản phẩm được thấm ướt hoàn toàn trong 2 min mà không cần khuấy trộn.

3.3.3.4 Độ bọt

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

3.3.3.5 Độ pH (dung dịch phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4,5 đến 7,5.

3.3.3.5 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 phải phù hợp với 3.3.3.1; 3.3.3.2; 3.3.3.3 và 3.3.3.5.

3.3.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa deltamethrin**3.3.4.1 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 deltamethrin 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 $75\text{ }\mu\text{m}$ sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 1 %.

3.3.4.3 Độ thấm ướt

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

3.3.4.4 Độ bọt

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

3.3.4.5 Độ phân tán

Sản phẩm phân tán trong nước sau khi khuấy 2 min: Không nhỏ hơn 90 %

3.3.4.6 Độ bụi

Sản phẩm không được có bụi.

3.3.5.6 Độ axit

Tính theo H_2SO_4 , không lớn hơn 20 g/kg.

3.3.4.78 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 $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.4.1; 3.3.4.2; 3.3.4.3 và 3.3.4.7.

3.3.5 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt nhũ dầu có chứa deltamethrin**3.3.5.1 Độ bền phân tán**

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

Bảng 3 – Độ bền phân tán của thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt nhũ dầu có chứa deltamethrin

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ tự phân tán ban đầu	Hoàn toàn
Độ bền phân tán sau khi pha mẫu 0,5 h	
- thể tích lớp cặn, không lớn hơn	0,2 ml
- thể tích lớp kem, không lớn hơn	1 ml
Độ tái phân tán sau khi pha mẫu 24 h	Hoàn toàn
Độ bền phân tán cuối cùng sau khi pha mẫu 24,5 h:	
- thể tích lớp cặn, không lớn hơn	0,2 ml
- thể tích lớp kem hoặc dầu, không lớn hơn	1 ml

3.3.5.2 Độ mịn

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

3.3.5.3 Độ thấm ướt

Sản phẩm được thấm ướt hoàn toàn trong 0,5 min mà không cần khuấy trộn.

3.3.5.4 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 20 ml.

3.3.5.5 Độ bụi

Sản phẩm không được có bụi.

3.3.5.6 Độ pH (dung dịch phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4,5 đến 7,5.

3.3.5.7 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 $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phải phù hợp với 3.3.5.1; 3.3.5.2; 3.3.5.5 và 3.3.5.6.

3.3.6 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa deltamethrin**3.3.6.1 Độ bọt**

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: không lớn hơn 50 ml.

3.3.6.2 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 4.

Bảng 4 – Độ bền nhũ tương của thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa deltamethrin

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

3.3.6.3 Độ pH (dung dịch phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4,5 đến 7,5.

3.3.6.4 Độ bền bảo quản**3.3.6.3.1 Độ bền ở 0 °C**

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

3.3.6.3.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất 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 hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao và phải phù hợp với qui định trong 3.3.6.2 và 3.3.6.3.

3.7 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ tương, dầu trong nước có chứa deltamethrin**3.3.7.1 Độ bọt**

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

3.3.7.2 Độ bền nhũ tương

Sản phẩm sau khi pha loãng với nước cứng chuẩn ở $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, phù hợp với quy định trong Bảng 5.

Bảng 5 – Độ bền nhũ tương của thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ tương, dầu trong nước có chứa deltamethrin

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

3.3.7.3 Độ pH (dung dịch phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4,5 đến 7,5.

3.3.7.4 Độ bền bảo quản**3.3.7.3.1 Độ bền ở 0 °C**

Không có chất rắn và/hoặc vết dầu tách ra sau khi bảo quản ở nhiệt độ $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 ngày.

3.3.7.3.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất 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 hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.7.2 và 3.3.6.3.

3.3.8 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng thể tích cực thấp có chứa deltamethrin**3.3.8.1 Độ pH (dung dịch phân tán trong nước)**

Trong khoảng từ 4,5 đến 7,5.

3.3.8.2 Độ bền bảo quản

3.3.8.2.1 Độ bền ở 0 °C

Không có chất rắn và/hoặc vết dầu tách ra sau khi bảo quản ở nhiệt độ $0\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ trong 7 ngày.

3.3.8.2.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ trong 14 ngày, không nhỏ hơn 95 % so với hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao sản phẩm phải phù hợp với 3.3.7.1.

3.3.9 Thuốc bảo vệ thực vật dạng viên tan trong nước có chứa deltamethrin

Hàm lượng hoạt chất sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ trong 14 ngày, không nhỏ hơn 95 % so với hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao và sản phẩm không bị gãy, vỡ.

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 deltamethrin

4.2.1 Xác định hàm lượng hoạt chất deltamethrin bằng phương pháp sắc ký khí

4.2.1.1 Nguyên tắc

Hàm lượng deltamethrin được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID). Dùng dioctyl phthalate (DOP) làm chất nội chuẩn.

4.2.1.2 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.

4.2.1.2.1 Chất chuẩn deltamethrin, đã biết hàm lượng.

4.2.1.2.2 Chất nội chuẩn DOP, 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 (4.2.1.3.5) cân 0,88 g chất nội chuẩn DOP (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 (4.2.1.3.5) cân 0,1 g chất chuẩn deltamethrin (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 ml, 50 ml và 100 ml.

4.2.1.3.2 Pipet, dung tích 1 ml và 10 ml

4.2.1.3.3 Màng lọc, có kích thước lỗ 0,45 μm .

4.2.1.3.4 Máy lắc siêu âm

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

4.2.1.3.6 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 (4.2.1.3.5) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,1 g hoạt chất deltamethrin, 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 qua màng lọc 0,45 μm (4.2.1.3.3) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

4.2.1.4.3 Điều kiện phân tích

- nhiệt độ cột : 265 °C
- nhiệt độ buồng bơm mẫu: 280 °C
- nhiệt độ detector : 300 °C
- khí mang nitơ : 1,8 ml/min
- khí hydro : 35 ml/min
- khí nén : 280 ml/min
- khí hỗ trợ cho detector 30 ml/min
- thể tích bơm mẫu: 1 μl
- tỷ lệ chia dòng: 80:1.

4.2.1.4.4 Xác định

Bơm dung dịch mẫu chuẩn làm việc (4.2.1.2.8) 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 (4.2.1.2.8) 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 deltamethrin 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 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;
 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 deltamethrin bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao

4.2.2.1 Nguyên tắc

Hàm lượng deltamethrin được xác định bằng phương pháp 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 chuẩn loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696) trừ khi có quy định khác.

4.2.2.2.1 Metanol, dùng cho HPLC.

4.2.2.2.2 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.1.3.5) cân 0,1 g chất chuẩn deltamethrin (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).

Đặt dung dịch vào máy lắc siêu âm (4.2.1.3.4) để đuổi bọt khí trước khi bơm vào máy.

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 150 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 (4.2.1.3.5) cân mẫu thử chứa khoảng 0,1 g hoạt chất deltamethrin, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.1.3.2), hoà tan và thêm metanol (4.2.2.2.1) đến vạch.

Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (4.2.1.3.3), nếu cần. Đặt dung dịch vào máy lắc siêu âm (4.2.1.3.4) để đuổi bọt khí trước khi bơm vào máy.

4.2.2.4.3 Điều kiện phân tích

- Pha động: nước : metanol (4.2.2.2.1) = 15 : 85 (theo thể tích)
- Bước sóng: 278 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 (4.2.2.2.2) 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, 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 deltamethrin 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 lơ lửng

Xác định tỷ suất lơ lửng theo TCVN 8050:2009, trong đó khối lượng hoạt chất (q) trong 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong được xác định bằng 4.3.1 hoặc 4.3.2 sau đây.

4.3.1 Phương pháp sắc ký khí

Xác định theo (4.2.1) của 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 phía trên, chuyển định lượng toàn bộ dung dịch còn lại vào một đĩa bay hơi. Cho bay hơi ở nhiệt độ $54\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ trong tủ sấy chân không 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 $0,45\text{ }\mu\text{m}$ (4.2.1.3.3) trước khi bơm vào máy và theo (4.2.1).

4.3.1.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc

Tùy theo nồng độ hoạt chất sử dụng ghi trên nhãn của 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 là khối lượng hoạt chất deltamethrin trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

- a* là hàm lượng của deltamethrin 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 deltamethrin 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 Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC)

Xác định theo (4.2.2) trong 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 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, hòa tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2.1). Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μm (4.2.1.3.3) 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 lợi lũng, *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 deltamethrin trong toàn ống đong, tính bằng gam (g).

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

a là hàm lượng của deltamethrin 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 deltamethrin 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).

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 bền nhũ tương

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

4.8 Xác định độ phân tán

Xác định độ phân tán theo TCVN 8050:2009.

4.9 Xác định độ bụi

4.9.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này dùng để xác định bụi trong các sản phẩm dạng hạt như: hạt dùng trực tiếp (G, Gr), hạt phân tán trong nước (WG, WDG, DF), hạt tan trong nước (SG, WSG), hạt nhũ dầu (EG)...

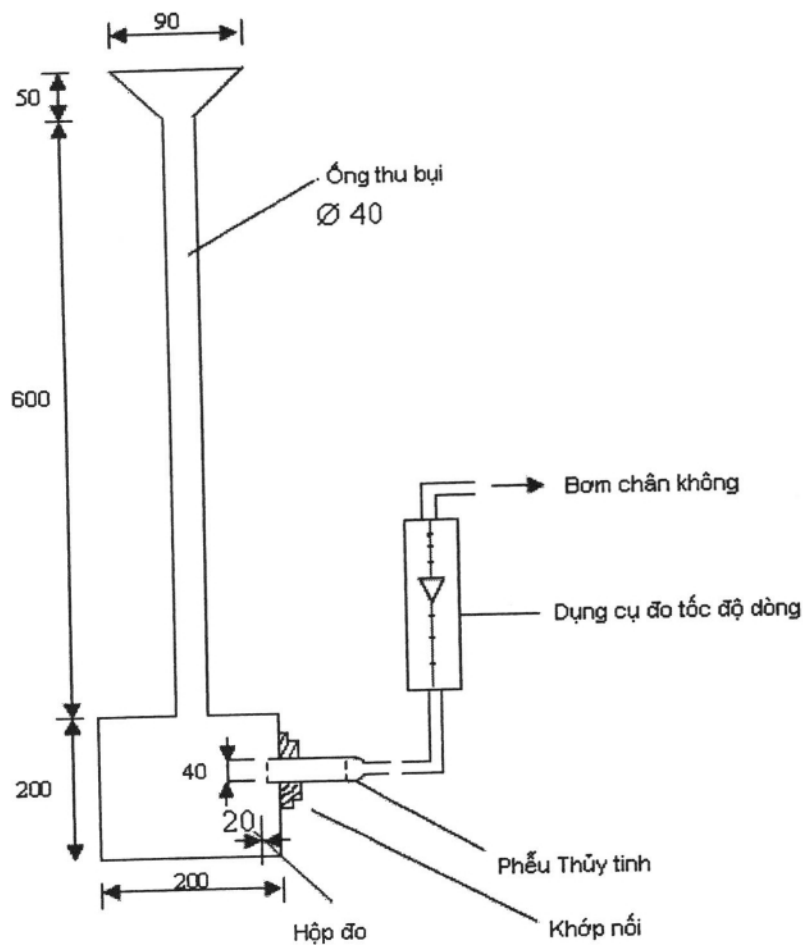
4.9.2 Nguyên tắc

Việc xác định độ bụi bao gồm 2 giai đoạn: Cân mẫu đổ vào 1 khoang thử và giải phóng bụi, sau đó thu gom bụi để đánh giá lượng bụi bằng phương pháp khối lượng.

4.9.3 Dụng cụ

4.9.3.1 Dụng cụ đo bụi (xem Hình 1).

Kích thước tính bằng milimet



Hình 1 – Dụng cụ đo bụi

4.9.3.2 Phễu lọc xốp có kích thước lỗ từ 40 μm đến 100 μm , đường kính 40 mm.

4.9.3.3 Dụng cụ đo tốc độ dòng, có dải đo từ 10 l/min đến 20 l/min.

4.9.3.4 Đĩa lọc, đường kính 35 mm.

4.9.3.5 Cân phân tích, có thể cân đến 0,0001 g.

4.9.3.6 Đồng hồ bấm giây.

4.9.3.7 Cốc thủy tinh 100 ml.

4.9.3.8 Kẹp.

4.9.4 Cách tiến hành

4.9.4.1 Chuẩn bị mẫu

Mẫu phải được đảm bảo không bị thay đổi bởi điều kiện môi trường bên ngoài như nhiệt độ, độ ẩm.

4.9.4.2 Xác định bụi

Cân đĩa lọc (4.9.3.4) chính xác đến 0,1 g và đặt vào tấm lọc của phễu lọc xốp (4.9.3.2). Nối phễu (4.9.3.2) với dụng cụ đo tốc độ dòng (4.9.3.3) và bơm chân không, rồi nối phễu (4.9.3.2) với dụng cụ đo độ bụi (4.9.3.1). Bật bơm chân không và điều chỉnh dòng khí sao cho tốc độ dòng là 15 l/min. Cân 30 g mẫu chính xác đến 0,1 g vào cốc (4.9.3.7), rồi chuyển toàn bộ vào ống thu bụi, bấm đồng hồ (4.9.3.6) để đo lượng bụi giải phóng ra trong 1 min. Dùng kẹp (4.9.3.8) để gấp đĩa lọc (4.9.3.4) ra khỏi phễu (4.9.3.2) và cân để xác định bụi.

4.9.5 Tính kết quả

Lượng bụi Z thu được tính bằng g theo công thức sau:

$$Z = W_2 - W_1$$

Trong đó:

W_1 là khối lượng của đĩa lọc trước khi đo độ bụi, tính bằng gam (g)

W_2 là khối lượng của đĩa lọc sau khi đo độ bụi, tính bằng gam (g)

4.10 Xác định độ bền phân tán

4.10.1 Nguyên tắc

Độ bền phân tán được quan sát từ một dung dịch có nồng độ xác định trong một thời gian xác định sau khi chuẩn dung dịch đó vào hai ống đong.

4.10.2 Thuốc thử, dụng cụ

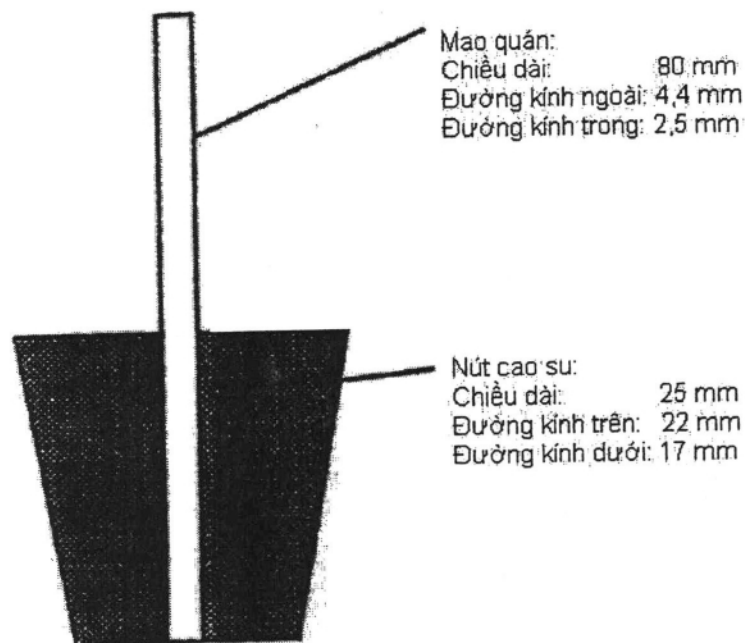
4.10.2.1 Nước cứng chuẩn, theo TCVN 8050:2009.

4.10.2.2 Ống đong, dung tích 250 ml, có nút nhám và vạch chia (khoảng cách từ vạch 0-250 ml từ 20 đến 21,5 cm và từ vạch 250 ml đến đáy của nút nhám là 4 cm đến 6 cm).

4.10.2.3 Đèn, có thể điều chỉnh và bóng đèn 60 W.

4.10.2.4 Pipet, 10 ml.

4.10.2.5 Ống ly tâm, có dung tích 100 ml bằng thủy tinh, đáy nhọn, dài 15 cm, có vạch chia độ và nút cao su có ống mao quản thủy tinh.



Hình 2 – Nút cao su có ống mao quản thủy tinh

4.10.3 Cách tiến hành

Chuyển 240 ml nước cứng ở nhiệt độ phòng vào 2 ống đong 250 ml (4.10.2.2). Dùng pipet thêm từ từ 5 g mẫu vào từng ống đong sao cho đầu nhọn của pipet không chạm mặt nước. Thêm nước cứng đến vạch 250 của ống đong (nếu mẫu là chất rắn thì cho cẩn thận 5 g mẫu lên mặt nước).

Đậy nút rồi đảo ngược ống đong (4.10.2.2) 30 lần, mỗi lần 2 s. Để yên ống đong và quan sát:

4.10.3.1 **Xác định phân tán ban đầu:** Quan sát sự phân tán và ghi lại lượng cặn hoặc kem hoặc dầu.

4.10.3.2 Xác định thể tích cặn

Chuyển ngay 100 ml dung dịch của ống đong thứ nhất (I) vào ống ly tâm (4.10.2.5). Phần còn lại trong ống đong (I) được đẩy nút và để yên 30 min ở nhiệt độ phòng. Sau đó, dùng đèn (4.10.2.3) chiếu vào ống đong (I) sao cho nhìn rõ nhất ranh giới giữa các pha trong ống đong. Ghi thể tích cặn với mức dung sai là $\pm 0,05$ ml.

4.10.3.3 Xác định thể tích kem hoặc dầu

Phần thể tích 100 ml dung dịch trong ống ly tâm được đẩy nút cao su (4.10.2.5), đảo ngược ống ly tâm và giữ ở vị trí đó 30 min ở nhiệt độ phòng. Ghi lại thể tích kem hoặc dầu.

4.10.3.4 Xác định độ tái phân tán

Ống đong thứ hai (II) được để yên 24 h ở nhiệt độ phòng. Sau đó, đảo ngược ống đong (II) 30 lần, Quan sát lượng cặn. Chuyển ngay 100 ml dung dịch của ống đong thứ nhất (II) vào ống ly tâm khác (4.10.2.5), đảo ngược ống ly tâm và giữ ở vị trí đó 30 min ở nhiệt độ phòng. Ghi thể tích kem hoặc dầu.

4.10.4 Biểu thị kết quả

Độ phân tán sau 30 min và độ tái phân tán sau 24 h:

- Thể tích cặn (ml);
- Thể tích lớp kem hoặc dầu (ml).

4.11 Xác định độ pH

Xác định độ pH theo TCVN 4543.

4.12 Xác định độ bền bảo quản

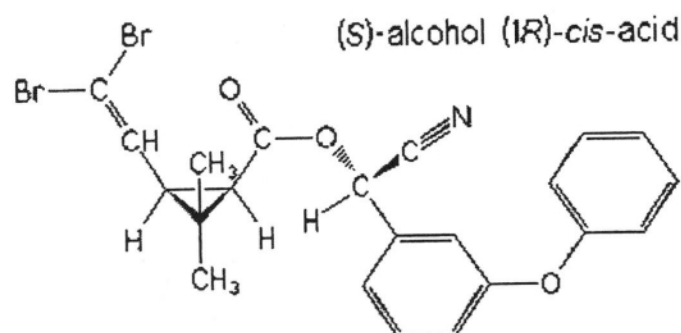
4.12.1 Xác định độ bền ở 0 °C

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 deltamethrin

A.1 Công thức cấu tạo

A.2 Tên hoạt chất: deltamethrin

A.3 Tên hóa học (IUPAC):

S)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1R,3R)-3-(2,2-dibromovinyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate.

A.4 Công thức phân tử: $C_{22}H_{19}Br_2NO_3$

A.5 Khối lượng phân tử: 505,2

A.6 Nhiệt độ nóng chảy: 100 °C đến 102 °C

A.7 Áp suất hơi bão hoà ở 25 °C: $1,24 \times 10^{-5}$ mPa

A.8 Độ hòa tan: ở 25 °C, $\mu\text{g/l}$ - trong nước: 0,2

ở 20 °C, g/l - trong:

dioxan	900
cyclohexanon	750
diclometan	700
axeton	500
benzen, dimetyl sulfoxid	450
xylen	250
etanol	15
isopropanol	6

A.9 Dạng bên ngoài: Tinh thể không màu

A.10 Độ bền: Rất bền trong không khí và dưới ánh nắng mặt trời. Trong môi trường axit bền hơn trong môi trường kiềm.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] 10 TCN 233-95, *Thuốc trừ sâu Desis 2,5 % dạng nhũ dầu - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*
 - [2] CIPAC Handbook volume D, 333/TC/M/2.1; 1988
 - [3] CIPAC Handbook volume F, 1995
 - [4] FAO Specifications and Evaluations for Deltamethrin, 2009
 - [5] The Pesticide Manual, Thirteenth edition, 2003
-