

Mục lục

| | Trang |
|---|-------|
| Lời nói đầu..... | 5 |
| 1 Phạm vi áp dụng..... | 7 |
| 2 Tài liệu viện dẫn..... | 7 |
| 3 Thuật ngữ và chữ viết tắt..... | 8 |
| 4 Xác định độ pH..... | 9 |
| 5 Xác định độ axit..... | 9 |
| 6 Xác định độ bền nhũ tương..... | 9 |
| 7 Xác định độ bền bảo quản..... | 9 |
| 8 Xác định kích thước hạt bằng phương pháp thử rây khô..... | 9 |
| 9 Xác định độ mịn..... | 9 |
| 9.1 Phương pháp thử rây khô..... | 9 |
| 9.1.1 Phạm vi áp dụng..... | 9 |
| 9.1.2 Thiết bị, dụng cụ..... | 9 |
| 9.1.3 Chuẩn bị mẫu..... | 10 |
| 9.1.4 Cách tiến hành..... | 10 |
| 9.1.5 Tính kết quả..... | 10 |
| 9.2 Phương pháp thử rây ướt..... | 10 |
| 9.2.1 Phạm vi áp dụng..... | 10 |
| 9.2.2 Thiết bị, dụng cụ..... | 11 |
| 9.2.3 Cách tiến hành..... | 11 |
| 9.2.4 Tính kết quả..... | 11 |
| 10 Xác định độ thấm ướt..... | 12 |
| 10.1 Phạm vi áp dụng..... | 12 |
| 10.2 Thuốc thử..... | 12 |
| 10.3 Thiết bị, dụng cụ..... | 13 |
| 10.4 Cách tiến hành..... | 13 |
| 10.5 Biểu thị kết quả..... | 13 |
| 11 Xác định độ tạo bọt..... | 13 |
| 11.1 Phạm vi áp dụng..... | 13 |
| 11.2 Thuốc thử..... | 13 |
| 11.3 Thiết bị, dụng cụ..... | 13 |
| 11.4 Cách tiến hành..... | 14 |
| 11.5 Biểu thị kết quả..... | 14 |

| | | |
|--------|---|----|
| 12 | Xác định tỷ suất lơ lửng | 14 |
| 12.1 | Phạm vi áp dụng | 14 |
| 12.2 | Nguyên tắc | 14 |
| 12.3 | Thuốc thử | 14 |
| 12.4 | Thiết bị, dụng cụ | 14 |
| 12.5 | Cách tiến hành | 15 |
| 12.6 | Tính kết quả | 15 |
| 13 | Xác định độ phân tán | 16 |
| 13.1 | Phạm vi áp dụng | 16 |
| 13.2 | Thiết bị, dụng cụ | 16 |
| 13.3 | Cách tiến hành | 16 |
| 13.4 | Tính kết quả | 16 |
| 14 | Xác định khối lượng riêng | 17 |
| 14.1 | Phương pháp dùng bình đo tỉ trọng | 17 |
| 14.1.1 | Phạm vi áp dụng | 17 |
| 14.1.2 | Thuốc thử | 17 |
| 14.1.3 | Thiết bị, dụng cụ | 17 |
| 14.1.4 | Cách tiến hành | 17 |
| 14.1.5 | Tính kết quả | 18 |
| 14.2 | Phương pháp dùng ống đo tỉ trọng | 20 |
| 14.2.1 | Phạm vi áp dụng | 20 |
| 14.2.2 | Thiết bị, dụng cụ | 20 |
| 14.2.3 | Cách tiến hành | 21 |
| 14.2.4 | Biểu thị và tính kết quả | 21 |
| 15 | Xác định hàm lượng nước | 22 |
| 15.1 | Phương pháp Dean-Stark (phương pháp chưng cất đẳng sôi) | 22 |
| 15.2 | Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer | 22 |
| 15.2.1 | Phạm vi áp dụng | 22 |
| 15.2.2 | Nguyên tắc | 22 |
| 15.2.3 | Thuốc thử | 22 |
| 15.2.4 | Thiết bị, dụng cụ | 22 |
| 15.2.5 | Cách tiến hành | 22 |
| 15.2.6 | Tính kết quả | 24 |
| 16 | Báo cáo thử nghiệm | 25 |
| | Thư mục tài liệu tham khảo | 26 |

Lời nói đầu

TCVN 8050:2009 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.

Nguyên liệu và thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật –

Phương pháp thử tính chất lý hoá

Raw materials and formulated pesticides –

Testing methods of physical and chemical properties

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp thử tính chất lý hoá của nguyên liệu và thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV).

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 các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 2739, Thuốc trừ dịch hại – Phương pháp xác định độ axit và độ kiềm.

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

TCVN 2743, Thuốc trừ dịch hại – Xác định phần còn lại trên sàng.

TCVN 2744, Thuốc trừ dịch hại – Phương pháp xác định hàm lượng nước.

TCVN 3711, Thuốc trừ dịch hại – Diazinon 50% dạng nhũ dầu.

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.

3 Thuật ngữ và chữ viết tắt

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và chữ viết tắt như sau:

| Thuật ngữ tiếng Việt | Thuật ngữ tiếng Anh | Viết tắt |
|-----------------------------------|---|-------------|
| Nguyên liệu kỹ thuật | Technical material | TC |
| Nguyên liệu nồng độ kỹ thuật | Technical concentrate | TK |
| Dạng bột | Dust powder | DP |
| Dạng hạt | Granule | GR |
| Dạng viên dùng trực tiếp | Tablet for direct application | DT |
| Dạng bột thấm nước | Wettable powder | WP |
| Dạng hạt phân tán trong nước | Water dispersible granule | WG; WDG; DF |
| Dạng viên nén phân tán trong nước | Water dispersible tablet | WT |
| Dạng hạt nhũ dầu | Emulsifiable granule | EG |
| Dạng bột nhũ dầu | Emulsifiable powder | EP |
| Dạng bột hòa tan trong nước | Water soluble powder | SP |
| Dạng hạt hòa tan trong nước | Water soluble granule | SG; WSG |
| Dạng viên nén hòa tan trong nước | Water soluble table | ST |
| Dạng dung dịch | Soluble concentrate | SL |
| Dạng nhũ dầu | Emulsifiable concentrate | EC |
| Dạng nhũ, dầu trong nước | Emulsion, oil in water | EW |
| Dạng vi nhũ | Micro-emulsion | ME |
| Dạng huyền phù | Aqueous suspension concentrate | SC |
| Dạng huyền phù dùng để xử lý hạt | Suspension concentrate for seed treatment | FS |
| Dạng huyền phù viên nang | Aqueous capsule suspension | CS |
| Dạng huyền phù trong dầu | Oil-based suspension concentrate | OD |
| Dạng nhũ tương-huyền phù | Aqueous suspo-emulsion | SE |

4 Xác định độ pH

Xem TCVN 4543.

5 Xác định độ axit

Xem TCVN 2739.

6 Xác định độ bền nhũ tương

Xem TCVN 3711.

7 Xác định độ bền bảo quản

Xem TCVN 2741.

8 Xác định kích thước hạt bằng phương pháp thử rây khô

Xem TCVN 2743.

9 Xác định độ mịn

9.1 Phương pháp thử rây khô

9.1.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc BVTV dạng bột dùng trực tiếp.

9.1.2 Thiết bị, dụng cụ

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

9.1.2.1 Rây, cỡ lỗ 45 và 75 μm (hoặc kích thước theo yêu cầu), có đáy hứng và nắp đậy.

9.1.2.2 Chổi lông.

9.1.2.3 Bình hút ẩm.

9.1.2.4 Tủ sấy.

9.1.2.5 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

9.1.3 Chuẩn bị mẫu

Nếu mẫu dễ hút ẩm, làm khô bằng cách sấy trong tủ sấy (9.1.2.4) đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 100 °C (có thể ở nhiệt độ thấp hơn nếu có yêu cầu hoặc tùy theo tính chất vật lý của mẫu thử). Trước khi cân mẫu, sản phẩm phải đạt được độ ẩm cân bằng trong không khí. Nếu sản phẩm có tính hút ẩm mạnh, phải được bảo quản trong bình hút ẩm (9.1.2.3) và tiến hành phép thử trong môi trường có độ ẩm nhỏ nhất.

9.1.4 Cách tiến hành

9.1.4.1 Loại bỏ bụi mịn ban đầu

Trong trường hợp nhà sản xuất không qui định rõ cỡ rây thì lắp rây 45 µm (9.1.2.1) lên trên đáy hứng. Cân khoảng 20 g mẫu thử đã chuẩn bị, chính xác đến 0,1 g vào rây và đậy nắp. Lắc tròn hệ rây, lần lượt vỗ nhẹ vào thành rây. Dừng lại 5 s cho bụi lắng xuống, mở nắp rây, dùng chổi lông (9.1.2.2) quét bụi bịt kín lỗ rây. Làm như vậy cho đến khi hết bụi mịn. Loại bỏ lượng bụi thu được ở đáy rây.

9.1.4.2 Rây đến điểm cuối

Lắp rây 75 µm (9.1.2.1) lên đáy rây, chuyển toàn bộ lượng mẫu còn lại trên rây 45 µm vào rây 75 µm, đậy nắp. Lắc và vỗ nhẹ vào thành rây cho đến khi lượng mẫu còn lại trên rây không đổi (không cần đẩy những hạt cứng xuống, những hạt mềm sẽ bị vỡ khi dùng chổi lông quét nhẹ). Tháo rây 75 µm ra rồi úp ngược rây lên miếng giấy đã biết trước khối lượng. Đập nhẹ thành rây lên miếng giấy, dùng chổi lông (9.1.2.2) quét nhẹ lên mặt rây cho bong những bụi bám vào lỗ rây. Lật rây lại, quét nhẹ trên mặt dưới của rây. Cân miếng giấy đã chứa mẫu, chính xác đến 0,1 g.

9.1.5 Tính kết quả

Phần mẫu còn lại trên rây, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_1}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu còn lại trên rây, tính bằng gam (g);

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

9.2 Phương pháp thử rây ướt

9.2.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho các dạng thuốc BTVT: WP, WG (WDG, DF), WT, OD, SC, FS, CS, SE.

9.2.2 Thiết bị, dụng cụ

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

9.2.2.1 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

9.2.2.2 Đũa thủy tinh, có đầu bịt cao su.

9.2.2.3 Rây, cỡ lỗ 45 và 75 μm (hoặc kích thước theo yêu cầu).

9.2.2.4 Giấy lọc.

9.2.2.5 Bình hút ẩm.

9.2.2.6 Ống cao su, đường kính trong 10 mm.

9.2.2.7 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

9.2.2.8 Tủ sấy.

9.2.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 15 g mẫu, chính xác đến 0,1 g vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml (9.2.2.1). Thêm 100 ml nước, để yên 1 min rồi khuấy nhẹ bằng đũa thủy tinh (9.2.2.2) trong 30 s với tốc độ khuấy 3 r/s đến 4 r/s. Chuyển toàn bộ bột nhão lên rây (9.2.2.3) đã được thấm ướt, tráng cốc nhiều lần và đổ lên rây. Mẫu trên mặt rây được rửa dưới dòng nước chảy qua ống cao su (9.2.2.6) với lưu lượng từ 4 l/min đến 5 l/min. Điều khiển dòng nước theo vòng tròn từ thành cho đến tâm của rây, giữ khoảng cách giữa đầu ống cao su và mặt rây từ 3 cm đến 5 cm. Rửa mẫu trong 10 min. Chuyển phần mẫu còn lại trên rây lên miếng giấy lọc (9.2.2.4) đã biết khối lượng, để khô trong bình hút ẩm (9.2.2.5) và sấy trong tủ sấy (9.2.2.8) ở $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Cân giấy lọc chứa mẫu đã sấy khô, chính xác đến 0,1 g.

9.2.4 Tính kết quả

Phần mẫu còn lại trên rây, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_1}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu còn lại trên rây, tính bằng gam (g);

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

10 Xác định độ thấm ướt

10.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho các dạng thuốc BVTV: WP, WG (WDG, DF), WT.

10.2 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 qui định khác.

10.2.1 Nước cứng chuẩn, có độ cứng 342 mg/l (tính theo canxi cacbonat), pH 6,0 đến 7,0, tỉ lệ nồng độ $\text{Ca}^{2+} : \text{Mg}^{2+} = 4 : 1$, chuẩn bị như sau:

10.2.1.1 Dung dịch Ca^{2+} 0,04 M (dung dịch A)

Cân chính xác 4,000 g canxi cacbonat (CaCO_3 99 % khối lượng, sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 2 h trước khi dùng) cho vào bình nón 500 ml đã chứa sẵn 10 ml nước, thêm từ từ 82 ml dung dịch axit clohydric (HCl) 1 M vào bình qua phễu nhỏ, lắc đều. Khi CaCO_3 tan hết, pha loãng dung dịch bằng 400 ml nước đun sôi để đuổi CO_2 dư. Làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 2 giọt chỉ thị đỏ metyl 0,1 % và trung hòa dung dịch bằng dung dịch amoniac (NH_4OH) 1 M. Chuyển hết dung dịch này sang bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

Cứ 1 ml dung dịch A, khi pha loãng thành 1 000 ml, sẽ có độ cứng 4 mg/l tính theo CaCO_3 .

10.2.1.2 Dung dịch Mg^{2+} 0,04 M (dung dịch B)

Cân chính xác 1,613 g magiê oxit (MgO 99 % khối lượng, sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 2 h trước khi dùng) cho vào bình nón 500 ml đã chứa sẵn 10 ml nước, thêm từ từ 82 ml dung dịch HCl 1 M vào bình qua phễu nhỏ, lắc đều. Khi MgO tan hết, pha loãng dung dịch bằng 400 ml nước, thêm 2 giọt chỉ thị đỏ metyl 0,1 % và trung hòa dung dịch bằng dung dịch NH_4OH 1 M. Chuyển hết dung dịch này sang bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

Cứ 1 ml dung dịch B, khi pha loãng thành 1 000 ml, sẽ có độ cứng 4 mg/l tính theo CaCO_3 .

10.2.1.3 Chuẩn bị nước cứng chuẩn

Dùng buret lấy 68,5 ml dung dịch A (10.2.1.1) và 17 ml dung dịch B (10.2.1.2) vào cốc thủy tinh 1 000 ml, pha loãng đến vạch 800 ml bằng nước, điều chỉnh pH của dung dịch khoảng 6,0 đến 7,0 bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M. Chuyển hết dung dịch trên vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

10.3 Thiết bị, dụng cụ

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

10.3.1 **Cốc thủy tinh**, dung tích 250 ml, đường kính $6,5 \text{ cm} \pm 0,5 \text{ cm}$, chiều cao $9,0 \text{ cm} \pm 0,5 \text{ cm}$.

10.3.2 **Ống đong**, dung tích 100 ml ở nhiệt độ $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

10.3.3 **Cân**, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

10.3.4 **Cốc cân**.

10.3.5 **Đồng hồ bấm giây**.

10.4 Cách tiến hành

Dùng ống đong (10.3.2) lấy 100 ml nước cứng chuẩn (10.2.1) vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml (10.3.1). Cân khoảng 5 g mẫu, chính xác đến 0,1 g vào cốc cân (10.3.4), thao tác nhẹ nhàng để mẫu không bị nén chặt. Chuyển toàn bộ mẫu vào cốc thủy tinh (10.3.1) cùng một lúc ở vị trí sát miệng cốc để không làm xáo động mạnh bề mặt nước.

10.5 Biểu thị kết quả

Độ thấm ướt, biểu thị bằng phút, tính theo thời gian thấm ướt từ khi mẫu được chuyển hết vào cốc thủy tinh (10.3.1) cho đến khi lượng mẫu được thấm ướt hoàn toàn hoặc chỉ còn lại lớp mỏng hạt mịn trên bề mặt nước.

11 Xác định độ tạo bọt

11.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc BVTV dạng rắn và lỏng hoà nước trước khi dùng.

11.2 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 qui định khác.

11.2.1 **Nước cứng chuẩn**, xem 10.2.1.

11.3 Thiết bị, dụng cụ

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

11.3.1 Ống đong, có nút nhám, dung tích 250 ml, chia vạch đến 1 ml (xem Hình 1).

11.3.2 Cân, có thể cân chính xác đến 0,000 1 g.

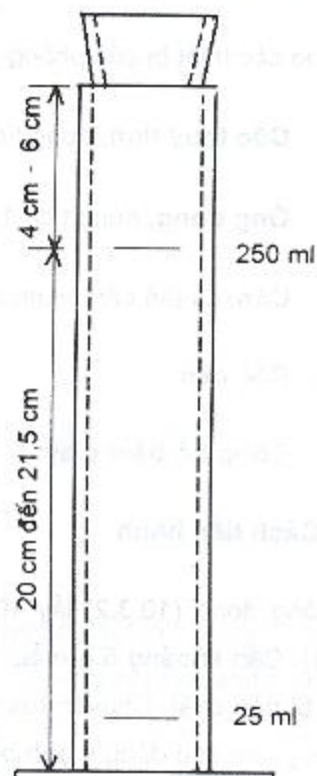
11.3.3 Đồng hồ bấm giây.

11.4 Cách tiến hành

Cân lượng mẫu thử đủ để pha loãng với 200 ml nước cứng chuẩn (11.2.1) theo nồng độ sử dụng, chính xác đến 0,000 1 g, vào ống đong (11.3.1) có chứa sẵn 180 ml nước cứng chuẩn (11.2.1). Thêm nước cứng chuẩn đến vạch 200 ml. Đậy nút, đảo ngược ống đong 30 lần, đặt ống đong lên bàn và lập tức bấm đồng hồ (11.3.3).

11.5 Biểu thị kết quả

Đọc và ghi lại thể tích bọt tạo thành sau $10\text{ s} \pm 1\text{ s}$; $1\text{ min} \pm 10\text{ s}$; $3\text{ min} \pm 10\text{ s}$ và $12\text{ min} \pm 10\text{ s}$.



Hình 1 – Ống đong có nút nhám

12 Xác định tỷ suất lơ lửng

12.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho các dạng thuốc BVTV: WP, WG (WDG, DF), SC, CS.

12.2 Nguyên tắc

Xác định nồng độ hoạt chất lơ lửng trong cột huyền phù mẫu thử có chiều cao xác định và so sánh với nồng độ hoạt chất trong toàn bộ cột huyền phù mẫu thử đó sau một khoảng thời gian xác định, ở nhiệt độ xác định.

12.3 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 qui định khác.

12.3.1 Nước cứng chuẩn, xem 10.2.1.

12.4 Thiết bị, dụng cụ

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

12.4.1 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

12.4.2 Ống đong, có nút nhám, dung tích 250 ml, chia độ đến 1 ml, khoảng cách giữa vạch 0 và vạch 250 ml từ 20 cm đến 21,5 cm (xem Hình 1).

12.4.3 Ống hút thủy tinh, dài 40 cm, đường kính trong 5 mm, một đầu nhọn có đường kính trong 2 mm đến 3 mm, đầu còn lại nối với nguồn hút.

12.4.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,000 1 g.

12.4.5 Bể ổn nhiệt, điều chỉnh được nhiệt độ trong khoảng $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

12.5 Cách tiến hành

Cân lượng mẫu thử đủ để pha 250 ml dung dịch huyền phù có nồng độ tương ứng với nồng độ sử dụng, chính xác đến 0,000 1 g, vào cốc thủy tinh (12.4.1) đã chứa sẵn 50 ml nước cứng chuẩn (12.3.1) ở nhiệt độ $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, khuấy trong 2 min với tốc độ 2 r/s. Chuyển hết dung dịch huyền phù vào ống đong (12.4.2). Thêm nước cứng chuẩn (12.3.1) ở nhiệt độ $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến vạch. Đậy nút, đảo ngược ống đong 30 lần sau đó đặt ống đong vào bể ổn nhiệt (12.4.5) ở $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, tránh rung và tránh ánh nắng mặt trời trực tiếp chiếu vào. Sau 30 min, dùng ống hút (12.4.3) để hút 9/10 thể tích (khoảng 225 ml) dung dịch phía trên trong 10 s đến 15 s, chú ý để ống hút sao cho đầu ống hút luôn luôn nhúng dưới mặt chất lỏng vài milimet, tránh động tới lớp dưới ống đong. Lượng hoạt chất trong 1/10 thể tích (khoảng 25 ml) còn lại dưới đáy ống đong được xác định theo phương pháp riêng đối với từng loại thuốc.

12.6 Tính kết quả

Tỷ suất lơ lửng của mẫu thử, X , biểu thị bằng phần trăm (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{10}{9} \times \frac{m_1 - m_0}{m_1} \times 100$$

trong đó:

m_0 là khối lượng hoạt chất trong 25 ml thể tích chất lỏng còn lại trong ống đong, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng hoạt chất trong toàn bộ ống đong, tính bằng gam (g), như sau:

$$m_1 = \frac{a \times m}{100}$$

trong đó:

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

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

13 Xác định độ phân tán

13.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho các dạng thuốc BTVT: WG (WDG, DF), SC, CS.

13.2 Thiết bị, dụng cụ

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

13.2.1 Cốc thủy tinh, dung tích 1 000 ml, đường kính 102 mm ± 2 mm (dạng thấp).

13.2.2 Ống hút thủy tinh, dài 40 cm, đường kính trong 5 mm, một đầu nhọn có đường kính trong từ 2 mm đến 3 mm, đầu còn lại nối với nguồn hút.

13.2.3 Máy khuấy từ, có thể điều chỉnh tốc độ.

13.2.4 Thiết bị làm bay hơi nước.

13.2.5 Đồng hồ bấm giây.

13.2.6 Tủ sấy, có role nhiệt.

13.2.7 Cân, có thể cân chính xác đến 0,01 g.

13.3 Cách tiến hành

Cho 900 ml nước ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào cốc (13.2.1), dùng máy khuấy từ (13.2.3) để khuấy nước với tốc độ 300 r/min, thêm 9 g mẫu thử vào nước đang khuấy, tiếp tục khuấy trong 1 min. Tắt máy khuấy, để yên dung dịch huyền phù trong 1 min. Hút 9/10 thể tích (khoảng 810 ml) dung dịch huyền phù phía trên ra khỏi cốc bằng ống hút (13.2.2) sao cho đầu ống hút nhúng dưới mặt chất lỏng và tránh khuấy động đến lớp chất lỏng phía dưới. Dùng thiết bị làm bay hơi nước (13.2.4) để làm bay hơi 90 ml dung dịch huyền phù còn lại trong cốc và sấy khô trong tủ sấy (13.2.6) ở $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi.

13.4 Tính kết quả

Độ phân tán của mẫu thử, X, biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{10}{9} \times \frac{m - m_0}{m} \times 100$$

trong đó:

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_0 là khối lượng mẫu còn lại sau khi sấy khô 90 ml dung dịch đáy, tính bằng gam (g).

14 Xác định khối lượng riêng

14.1 Phương pháp dùng bình đo tỉ trọng

14.1.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc BVTV dạng lỏng, dạng huyền phù và dạng rắn.

14.1.2 Thuốc thử

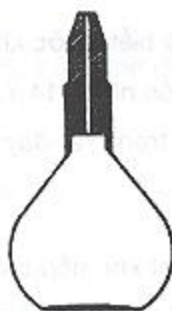
Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích, nước ít nhất đạt tiêu chuẩn loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có qui định khác.

14.1.2.1 Dung dịch khử bọt, 1 % khối lượng trên thể tích, ví dụ loại "Sicolapse 5000".

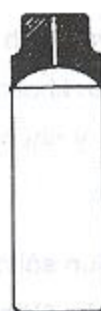
14.1.3 Thiết bị, dụng cụ

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

14.1.3.1 Bình đo tỉ trọng thủy tinh, có nút nhám, có ống mao quản ở giữa, có nắp đậy (đối với chất lỏng dễ bay hơi), dung tích 5; 10; 25; 50 và 100 ml (xem Hình 2).



a) Bình đo tỉ trọng nút nhám có mao quản



b) Bình đo tỉ trọng miệng rộng

Hình 2 – Ví dụ về bình đo tỉ trọng

14.1.3.2 Dụng cụ đo nhiệt độ, chia độ đến 0,1 °C.

14.1.3.3 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

14.1.3.4 Bể ổn nhiệt.

14.1.3.5 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

14.1.4 Cách tiến hành

14.1.4.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Đổ đầy mẫu thử (được giữ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$) vào bình đo tỉ trọng (14.1.3.1) sạch và khô đã biết trước khối lượng cả nút, đặt vào bể ổn nhiệt (14.1.3.4) ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến 0,1 g.

Xác định khối lượng của nước trong bình đo tỉ trọng ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ như xác định khối lượng mẫu thử, nhưng thay bằng nước đun sôi để nguội.

14.1.4.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù

Đổ khoảng 20 ml mẫu thử (được giữ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$) vào bình đo tỉ trọng (14.1.3.1) sạch và khô đã biết trước khối lượng cả nút, đặt vào bể ổn nhiệt (14.1.3.4) ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến 0,1 g.

Thêm khoảng 20 ml dung dịch khử bọt (14.1.2.1) (được giữ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$), trộn bằng cách xoay nhẹ bình. Sau đó thêm dung dịch khử bọt đến đầy bình đo tỉ trọng và đặt vào bể ổn nhiệt (14.1.3.4) ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến 0,1 g.

14.1.4.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn không hòa tan trong nước nhưng thấm ướt bằng nước

Đổ một lượng mẫu thử vào bình đo tỉ trọng (14.1.3.1) sạch và khô đã biết trước khối lượng cả nút, sao cho mẫu thử chiếm thể tích khoảng 1,5 ml. Đặt bình đo tỉ trọng vào bể ổn nhiệt (14.1.3.4) ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến 0,1 g.

Thêm một lượng nước đun sôi để nguội đến nửa bình và khử hết bọt khí, tiếp tục thêm nước đun sôi để nguội cho đến đầy bình, đặt bình vào bể ổn nhiệt ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến 0,1 g.

14.1.4.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn hòa tan trong nước nhưng không thấm ướt bằng nước

Tiến hành tương tự 14.1.4.3, sử dụng chất lỏng không hòa tan mẫu nhưng thấm ướt mẫu.

14.1.5 Tính kết quả

14.1.5.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Khối lượng riêng của mẫu thử ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = d_{20}^* \times \frac{m_2 - m_0}{m_n}$$

trong đó:

d'_{20} là khối lượng riêng của nước ở 20 °C, tính bằng gam trên mililit (g/ml) ($d'_{20} = 0,9982$ g/ml);

m_0 là khối lượng của bình đo tỉ trọng ở 20 °C, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của bình đo tỉ trọng chứa mẫu thử ở 20 °C, tính bằng gam (g);

m_n là khối lượng của nước chứa trong bình đo tỉ trọng ở 20 °C, tính bằng gam (g), như sau:

$$m_n = m_1 - m_0$$

trong đó m_1 là khối lượng của bình đo tỉ trọng chứa nước ở 20 °C, tính bằng gam (g).

14.1.5.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù

Khối lượng riêng của mẫu thử ở 20 °C, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = \frac{m_2 - m_0}{\frac{m_n}{d'_{20}} - \frac{m_3 - m_2}{d'_{20}}}$$

trong đó:

m_3 là khối lượng của bình đo tỉ trọng có chứa mẫu thử và dung dịch khử bọt ở 20 °C, tính bằng gam (g);

d'_{20} là khối lượng riêng của dung dịch khử bọt ở 20 °C, tính bằng gam trên mililit (g/ml);

m_n , m_0 , m_2 và d'_{20} xem 14.1.5.1.

14.1.5.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn không hòa tan trong nước nhưng thấm ướt bằng nước

Khối lượng riêng của mẫu thử ở 20 °C, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = d'_{20} \times \frac{m_2 - m_0}{m_n - (m_4 - m_2)}$$

trong đó:

m_4 là khối lượng của bình đo tỉ trọng chứa mẫu thử và nước ở 20 °C, tính bằng gam (g);

m_n , m_0 , m_2 và d'_{20} xem 14.1.5.1.

14.1.5.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn hòa tan trong nước nhưng không thấm ướt bằng nước

Khối lượng riêng của mẫu thử ở 20 °C, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = \frac{m_2 - m_0}{\frac{m_n}{d_{20}^s} - \frac{m_5 - m_2}{d_{20}^s}}$$

trong đó:

m_5 là khối lượng của bình đo tỉ trọng chứa mẫu thử và chất lỏng không hoà tan mẫu, tính bằng gam (g);

d_{20}^s là khối lượng riêng của chất lỏng không hoà tan mẫu ở 20 °C, tính bằng gam trên mililit (g/ml);

m_n , m_0 , m_2 và d_{20}^s xem 14.1.5.1.

14.2 Phương pháp dùng ống đo tỉ trọng

14.2.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc BVTV dạng lỏng và dạng huyền phù.

14.2.2 Thiết bị, dụng cụ

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

14.2.2.1 Ống đo tỉ trọng, chia độ đến 0,001 g/ml (loại I) hay 0,0005 g/ml (loại II).

14.2.2.2 Bình thủy tinh hình trụ, không màu, dung tích từ 100 ml đến 1 000 ml, có đường kính lớn hơn đường kính lớn nhất của ống đo tỉ trọng (14.2.2.1) ít nhất 25 mm, có chiều cao đủ để ống đo tỉ trọng có thể nổi trong chất lỏng và đáy của ống đo tỉ trọng phải cách đáy của bình ít nhất là 25 mm.

14.2.2.3 Dụng cụ đo nhiệt độ, có thể đo được trong dải nhiệt độ từ 0 °C đến 100 °C, chia độ đến 0,2 °C.

14.2.2.4 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

14.2.2.5 Bể ổn nhiệt.

14.2.2.6 Cân, có thể cân chính xác đến 0,01 g.

14.2.2.7 Pipet.

14.2.3 Cách tiến hành

14.2.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Cho mẫu thử vào bình thủy tinh hình trụ (14.2.2.2) đến cách miệng bình 4 cm, đặt vào bể ổn nhiệt (14.2.2.5) ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min, dùng dụng cụ đo nhiệt độ (14.2.2.3) vừa khuấy vừa đo nhiệt độ của chất lỏng. Khi nhiệt độ của chất lỏng đạt $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, thả nhẹ ống đo tỉ trọng (14.2.2.1) vào bình sao cho không chạm đáy và thành bình (khoảng cách của ống đo tỉ trọng và đáy bình không được nhỏ hơn 3 cm). Sau 3 min đến 4 min, đọc khối lượng riêng của mẫu trên vạch ống đo tỉ trọng.

14.2.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù

Cân 100 g nước đun sôi để nguội, chính xác đến 0,01 g vào cốc thủy tinh 250 ml (14.2.2.4). Giữ cốc trên cân (14.2.2.6), thêm mẫu từ từ đến 100 g. Trộn đều bằng cách rót đi rót lại sang một cốc thủy tinh khác cho đến đồng nhất, thu được dung dịch A. Đặt dung dịch A vào bể ổn nhiệt (14.2.2.5) trong 15 min ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, dùng pipet (14.2.2.7) để khử bọt khí trên bề mặt dung dịch. Xác định khối lượng riêng của dung dịch A theo 14.2.3.1.

14.2.4 Biểu thị và tính kết quả

14.2.4.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Khối lượng riêng của mẫu thử ứng với vạch chia của ống đo tỉ trọng theo điểm dưới của mặt cầu lõm đối với chất lỏng trong suốt, sáng màu và giới hạn trên của mặt cầu lõm đối với chất lỏng hơi đục và sẫm màu.

Kết quả đo là trung bình của hai lần đo liên tiếp. Sự chênh lệch của hai lần đo không lớn hơn 0,001 g/ml đối với ống đo tỉ trọng loại I và 0,0005 g/ml đối với ống đo tỉ trọng loại II.

14.2.4.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù

Khối lượng riêng của mẫu thử ở 20°C , d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = \frac{d_{20}^a}{2 - d_{20}^a}$$

trong đó d_{20}^a là khối lượng riêng của dung dịch A ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng gam trên mililit (g/ml).

15 Xác định hàm lượng nước

15.1 Phương pháp Dean-Stark (phương pháp chưng cất đẳng sôi)

Xem TCVN 2744.

15.2 Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer

15.2.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho các dạng thuốc BVTV.

15.2.2 Nguyên tắc

Mẫu thử được phân tán trong metanol (15.2.3.1) và chuẩn độ bằng dung dịch Karl Fischer (15.2.3.2).

15.2.3 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 qui định khác.

15.2.3.1 Metanol khan, có hàm lượng nước không lớn hơn 0,03 % khối lượng.

15.2.3.2 Dung dịch Karl Fischer (KF).

15.2.4 Thiết bị, dụng cụ

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

15.2.4.1 Pipet, dung tích 20 ml.

15.2.4.2 Xyranh lấy mẫu, dung tích 1 ml.

15.2.4.3 Thiết bị chuẩn độ Karl Fischer, được trang bị điện cực platin kép.

15.2.4.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,000 1 g.

15.2.4.5 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

15.2.5 Cách tiến hành

15.2.5.1 Xác định đương lượng nước của thuốc thử Karl Fischer

Dùng pipet (15.2.4.1) thêm chính xác 20 ml metanol (15.2.3.1) vào bình phản ứng của thiết bị chuẩn độ Karl Fischer (15.2.4.3). Dùng xyranh (15.2.4.2) để lấy một thể tích nước tương đương với khoảng

0,05 g, cân chính xác đến 0,000 1 g cho vào bình phản ứng, chuẩn độ bằng dung dịch KF (15.2.3.2) đến điểm tương đương. Thực hiện chuẩn độ với 3 lần lặp lại.

15.2.5.2 Xác định hàm lượng nước của mẫu thử

15.2.5.2.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Dùng pipet (15.2.4.1) thêm chính xác 20 ml metanol (15.2.3.1) vào bình phản ứng của thiết bị chuẩn độ Karl Fischer (15.2.4.3). Dùng xyranh (15.2.4.2) để lấy một thể tích mẫu thử, cân chính xác đến 0,000 1 g cho vào bình phản ứng, khuấy trong 1 min và chuẩn độ bằng dung dịch KF (15.2.3.2) đến điểm tương đương. Thực hiện chuẩn độ với 3 lần lặp lại.

15.2.5.2.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn

Cân một lượng mẫu thử, chính xác đến 0,000 1 g, hòa tan (hoặc tách thành phần nước của mẫu) vào cốc thủy tinh (15.2.4.5) (đã biết trước khối lượng) bằng dung môi thích hợp, thu được dung dịch A. Cân cốc chứa dung dịch A, chính xác đến 0,000 1 g.

Dùng xyranh (15.2.4.2) để lấy một thể tích dung dịch A, cân chính xác đến 0,000 1 g cho vào bình phản ứng của thiết bị chuẩn độ Karl Fischer (15.2.4.3), khuấy trong 1 min và chuẩn độ bằng dung dịch KF (15.2.3.2) đến điểm tương đương. Thực hiện chuẩn độ với 3 lần lặp lại.

Thực hiện tương tự đối với mẫu trắng.

CHÚ THÍCH: Khối lượng mẫu thử để xác định hàm lượng nước bằng phương pháp chuẩn độ Karl Fischer, tham khảo Bảng 1.

Bảng 1 – Khối lượng mẫu thử được lấy để xác định hàm lượng nước

| Hàm lượng nước dự kiến, % khối lượng | Lượng cân mẫu, g |
|---|---------------------|
| 0,0001 đến 0,001 | 10 đến 5 |
| 0,001 đến 0,01 | 5 đến 1 |
| 0,01 đến 0,1 | 1 đến 0,1 |
| 0,1 đến 1 | 0,1 đến 0,05 |
| 1 đến 10 | 0,05 đến 0,01 |
| 10 đến 50 | 0,01 đến 0,001 |

15.2.6 Tính kết quả

15.2.6.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Hàm lượng nước trong mẫu thử dạng lỏng, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{V_1 \times E}{m} \times 100$$

trong đó:

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

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

E là đương lượng nước của thuốc thử Karl Fischer, tính bằng gam nước trên mililit dung dịch KF (g/ml), như sau:

$$E = \frac{m_0}{V_0}$$

trong đó:

m_0 là khối lượng nước cho vào bình phản ứng (xem 15.2.5.1), tính bằng gam (g);

V_0 là thể tích dung dịch KF đã dùng để chuẩn độ dung dịch metanol trong nước (xem 15.2.5.1), tính bằng mililit (ml).

15.2.6.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn

Hàm lượng nước trong mẫu thử dạng rắn, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_2 \times (V_3 - V_0) \times E}{m \times m_3} \times 100$$

trong đó:

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng dung dịch A, tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng phần dung dịch A đưa vào bình phản ứng, tính bằng gam (g);

V_3 là thể tích dung dịch KF dùng để chuẩn độ phần dung dịch A trong bình phản ứng, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch KF dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

E là đương lượng nước của thuốc thử Karl Fischer, tính bằng gam nước trên mililit dung dịch KF (g/ml).

16 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Manual on Development and Use of FAO and WHO, *Specifications for pesticides*, First edition, Rome, 2006.
- [2] CIPAC Handbook, *Physico-chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides*, Collaborative international pesticides analytical council limited, Volume F, 1995.