

| | | | | |
|---|---------------------------|--------------|-------------|---|
| : | THUỐC TRỪ SÂU BASUDIN 10% | : | TCVN | : |
| : | dạng hạt | : | 2741-86 | : |
| : | ИНСЕКТИЦИД ГРАНУЛИРОВА- | Insecticide | Có hiệu lực | : |
| : | ННЫЙ БАСУДИН 10% | Basudin 10 % | từ | : |
| : | | granules. | 1-7-1987 | : |

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 2741-78.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho basudin 10% dạng hạt (basudin 10H), chế biến từ diazinon kỹ thuật và các chất phụ gia thích hợp, theo kỹ thuật tẩm trực tiếp, dùng làm thuốc trừ sâu trong nông nghiệp.

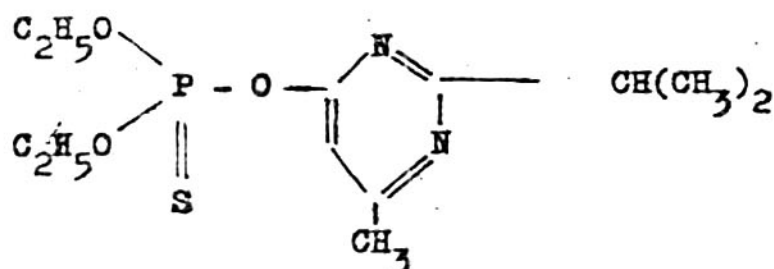
1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

1.1. Thành phần của basudin 10H có : diazinon kỹ thuật, cát (nhân) và chất mang.

Tên hóa học của diazinon kỹ thuật là :
OO-diethyl O-2-isopropyl - 4 - methyl - 6 - pyrimidyl thiophotphat.

Công thức phân tử : $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$

Công thức cấu tạo :



Khối lượng phân tử : 304,4 (theo khối lượng nguyên tử quốc tế năm 1956).

1.2. Các chỉ tiêu hóa lý của basudin 10H phải đạt yêu cầu quy định trong bảng.

| Tên chỉ tiêu | Giá trị |
|---|--------------|
| 1. Hàm lượng OO - dietyl O-2 isopropyl... 4 - methyl - 6 - pyrimidyl thiophosphat (gọi tắt là diazinon nguyên chất), tính bằng %. | $10 \pm 0,5$ |
| 2. Tỷ lệ hạt từ 0,4 đến 2mm, tính bằng %, không nhỏ hơn. | 90 |
| 3. Lượng thuốc khô chảy qua phễu đường kính 5mm, tính bằng %, không nhỏ hơn. | 95 |
| 4. Độ rã hoàn toàn trong nước, tính bằng phút, không lớn hơn. | 120 |
| 5. Độ bền khi bảo quản ở 65°C trong một tuần lễ, tính bằng %, (so với hàm lượng diazinon nguyên chất ban đầu), không nhỏ hơn. | 90 |
| 6. pH của dung dịch 5 % trong nước. | 9 - 11 |

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1. Lấy mẫu

2.1.1. Các định nghĩa, lược đồ và phương pháp lấy mẫu basudin 10H theo TCVN 1694-75.

2.1.2. Số đơn vị bao gói được chỉ định lấy mẫu ngẫu nhiên phải theo TCVN 1694-75, bảng 2 với hệ số chính xác a là 0,250.

2.1.3. Từ mỗi đơn vị bao hay gói, lấy ngẫu nhiên 100-200g mẫu basudin 10H, lượng mẫu lấy từ các bao gói phải bằng nhau.

Trộn đều mẫu, giảm lược theo phương pháp chia tư để được mẫu trung bình thí nghiệm và mẫu lưu, mẫu lưu được cho vào bình thủy tinh khô, sạch có nút đậy kín và dán nhãn ghi rõ :

Cơ quan lấy mẫu ;
Tên sản phẩm ;
Số hiệu lô hàng ;
Ngày lấy mẫu .

Nếu mẫu thử không đạt tiêu chuẩn, cho phép lấy mẫu thử hai với số lượng gấp đôi.

2.1.4. Tất cả các phép xác định phải tiến hành song song với ít nhất là hai lượng cân mẫu thử.

2.1.4. Xác định hàm lượng diazinon nguyên nhất.

2.2.1. Nguyên tắc

Cho hấp thụ các tạp chất kiềm đi kèm với diazinon nguyên chất bằng axit sunfuric, 3N qua cột sắc ký và chuẩn độ diazinon nguyên chất bằng axit pecloric 0,1 N trong axit axêtic khan.

2.2.2. Dụng cụ và thuốc thử

Cột sắc ký đường kính 2,5 cm, cao 40 cm (hoặc đường kính 3 cm, cao 42 cm) phía đáy có màng xốp và có khóa bằng teflon hoặc thủy tinh ;

Máy trộn dùng để trộn bột nhồi vào cột sắc ký (nếu không có máy trộn có thể trộn bằng tay trong cốc thủy tinh) ;

Bình chiết 250 ml ;

Ống bơm cao su ;

Ete dầu mỏ (nhiệt độ sôi 40°C - 60°C) ;

Axit sunfuric, dung dịch 3 N chuẩn bị như sau :

Cho 300 ml nước vào bình dung tích 1 lít và thêm từ từ 153g axit sunfuric (96%), thêm nước cất cho đến vạch ;

Axit axêtic băng ;

Axit pecloric dung dịch 0,1 N ;

Hyflosuperxel (chất hấp phụ cát mịn gốc SiO_2).

2.2.3. Cách tiến hành :

2.2.3.1. Chuẩn bị cột sắc ký :

Cân khoảng 250g hyflosuperxel cho vào máy trộn, v ừ a trộn vừa thêm từ từ 150 ml axit sunfuric 3N. đến khi được một hỗn hợp đồng nhất (trong lúc quay nhỏ cạo hai bên thành máy trộn). Sau đó cho ête dầu mỡ vào hỗn hợp, dùng đũa thủy tinh khuấy cho đến khi được một chất bột hơi sền sệt. Ta được một hỗn hợp đủ để làm mười hai đến mười lăm cột tùy theo kích thước cột. Hỗn hợp này được đưa vào cột sắc ký.

Lấy một cột sắc ký thật khô, cho ête dầu mỡ vào đến nửa cột. Dùng đũa có một đầu phẳng đục lỗ, ấn một miếng bông gòn thủy tinh xuống đáy cột sắc ký; trên màng xốp cho bột hyflosuperxel vào đến hai phần ba cột. Khuấy nhẹ bằng đũa thủy tinh để loại tất cả các bọt khí. Đồng thời mở khóa dưới đáy cột sắc ký, dùng bơm cao su để nén bột trong cột sắc ký. Ête dầu mỡ phải luôn phủ lớp bột.

2.2.3.2. Tách diazinon nguyên chất.

Cân khoảng 6 - 7g mẫu thử (chính xác đến 0,0002g) trích ly bảy lần, mỗi lần với 25ml ête dầu mỡ. Lọc qua phễu lọc xốp. Hứng vào bình nón dung tích 250 ml, cho dung dịch lọc n ó i trên vào cột sắc ký. Mở khóa dưới đáy cột sắc ký cho chảy xuống. Hứng ête chảy qua cột vào bình nón khác dung tích 500 ml. Tráng bình nón dung tích 250 ml ba lần, mỗi lần với 15ml ête dầu mỡ. Cho ête tráng bình chảy qua cột sắc ký. Lấp bình chiết 250 ml vào cột cho vào bình 200 ml ête dầu mỡ, mở khóa dưới đáy cột sắc ký cho ête chảy xuống hết; làm bốc hơi ête dầu mỡ bằng cách đun cách thủy. Cặn được hoà tan trong 80 ml axit axêtic băng và chuẩn độ bằng axit pecloric 0,1N với chất chỉ thị màu α - naptol benzêin đến khi xuất hiện màu xanh lá cây sẫm.

2.2.4. Cách tính kết quả :

Hàm lượng diazinon (X) tính bằng phần trăm, theo công thức

$$\bar{X} = \frac{V \times 0,03044}{m} \times 100 ,$$

trong đó : V - thể tích axit pecloric 0,1 N tiêu tốn trong phép chuẩn độ, tính bằng ml ;

m - khối lượng mẫu, tính bằng g ;

0,03044 - Lượng diazinon tương ứng với 1 ml axit pecloric 0,1 N, tính bằng g.

Sai lệch cho phép giữa kết quả của hai phép xác định song song không vượt quá 0,2% giá trị tuyệt đối.

2.3. Xác định tỷ lệ hạt.

2.3.1. Dụng cụ :

Rây có kích thước lỗ 0,4 và 2,0 mm.

2.3.2. Tiến hành thử :

Cân 100 g basudin 10H (với độ chính xác 0,01 g) l à n lượt sàng qua rây 2,0 mm và 0,4 mm cho đến khi phần còn lại trên rây có khối lượng không đổi. Cân. Phần còn lại trên rây 0,4 mm chính là hàm lượng hạt có kích thước từ 0,4 mm đến 2mm

2.4. Xác định lượng thuốc khô chảy qua phễu đường kính 5 mm.

Cân khoảng 100 g mẫu (chính xác đến 0,01 g). Đổ mẫu vào phễu qua mắt đũa khuấy, thuốc phải chảy đều xuống. Cân lượng mẫu còn lại trên phễu. Tính lượng thuốc chảy qua phễu bằng phân trăm.

2.5. Xác định độ rã trong nước.

Cân khoảng 5g mẫu, cho vào cốc dung tích 250 ml chứa 100 ml nước cất. Độ rã của basudin 10H trong nước tính bằng thời gian từ lúc bắt đầu đổ mẫu vào trong nước đến khi mẫu rã hoàn toàn (thấy rõ hạt cát và dung dịch trở nên đục).

2.6. Xác định độ bền khi bảo quản ở 65°C trong một tuần lễ.

Sau một tuần bảo quản basudin 10H trong một chai thủy tinh kín ở nhiệt độ 65°C hàm lượng diazinon nguyên chất xác định theo điều 2.2 của tiêu chuẩn không được giảm hơn 10% so với hàm lượng phân tích trước khi bảo quản.

2.7. Xác định pH

Cân 5 g mẫu thử cho vào cốc thủy tinh có chứa 100 ml nước cất. Khuấy đều đến khi thuốc rã. Đo bằng máy pH.

3. BAO GÓI, GHI NHÃN, VẬN CHUYỂN VÀ BẢO QUẢN

3.1. Basudin 10H được đóng gói trong bao polyetylen, bên ngoài có không ít hơn hai lớp bao bằng giấy dày. Khối lượng tối đa một bao không quá 25 kg. Cho phép sai lệch như sau :

Đối với loại bao 5kg : $\pm 2\%$;

Đối với loại bao 25 kg : $\pm 1\%$.

3.2. Trên mỗi đơn vị bao gói trực tiếp phải ghi nhãn với nội dung sau :

Tên thông thường (basudin), tên hóa học và hàm lượng hoạt chất ;

Tên cơ sở sản xuất, thời gian bảo hành tính từ ngày sản xuất ;

Số hiệu lô hàng ;

Khối lượng tịnh ;

Ký hiệu độc hại "ĐỘC - NGUY HIỂM - CẦN THẬN" ;

Đặc tính công dụng và sử dụng thuốc ;

Các biện pháp để phòng ngộ độc và cấp cứu sơ bộ.

3.3. Việc vận chuyển và bảo quản basudin 10H phải theo đúng quy định hiện hành của Nhà nước đối với hóa chất độc hại.

3.4. Thời hạn bảo hành : một năm sau ngày sản xuất.
