

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10985:2016

**THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT
CHỨA HOẠT CHẤT FOSETYL ALUMINIUM -
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ**

Pesticides containing foswtyl aluminium - Technical requirements and test methods

HÀ NỘI - 2016

Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất Fosetyl aluminium - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing fosetyl aluminium - 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 fosetyl aluminium kỹ thuật và các thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất fosetyl aluminium (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 4543: 1988, *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*

TCVN 8050 : 2016, *Nguyên liệu và thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

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

TCVN 8984:2011, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất sulfur– 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 fosetyl aluminium kỹ thuật và các dạng thành phẩm được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

Dạng thành phẩm	Màu sắc	Trạng thái
Fosetyl aluminium kỹ thuật (TC)	Sản phẩm có màu trắng	Sản phẩm dạng bột kết tinh không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa fosetyl aluminium (WP)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột, 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 fosetyl aluminium (WG)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Thuốc kỹ thuật

Hàm lượng fosetyl aluminium trong thuốc kỹ thuật được công bố, không nhỏ hơn 950 g/kg và khi xác định, hàm lượng trung bình không nhỏ hơn mức hàm lượng tối thiểu đã công bố.

3.2.2 Thuốc thành phẩm

Hàm lượng fosetyl aluminium (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) trong các dạng thành 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 fosetyl aluminium trong các dạng thành phẩm

Hàm lượng hoạt chất công bố		Mức sai lệch cho phép
% (khối lượng/khối lượng hoặc khối lượng/thể tích)	g/kg (g/l ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$)	
Đến 2,5	Đến 25	$\pm 25\%$ đối với dạng không đồng nhất (WP, 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 chỉ tiêu lý-hoá

3.3.1 Thuốc kỹ thuật

3.3.1.1 Tạp chất

Hàm lượng nước: Không lớn hơn 7g/kg

3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước (WP) có chứa fosetyl aluminium

3.3.2.1 Tạp chất

Hàm lượng nước: Không lớn hơn 15 g/kg

3.3.2.2 Độ pH

Trong khoảng 3 đến 5

3.3.2.3 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 fosetyl aluminium trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 70 %.

3.3.2.4 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 %.

3.3.2.5 Độ thấm ướt

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

3.3.2.6 Độ bột

Thể tích bột tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 50 ml.

3.3.2.7 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 97 % so với trước khi bảo quản và phải phù hợp với 3.3.2.2; 3.3.2.3; 3.3.2.4.

TCVN 10985:2016

3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước (WG) có chứa fosetyl aluminium

3.3.3.1 Tạp chất

Hàm lượng nước: Không lớn hơn 10 g/kg

3.3.3.2 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 fosetyl aluminium trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 70 %.

3.3.3.3 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 %.

3.3.3.4 Độ thấm ướt

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

3.3.3.5 Độ bọt

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

3.3.3.6 pH

Trong khoảng 3 đến 5

3.3.3.7 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 sản phẩm phải phù hợp với 3.3.3.2; 3.3.3.3; 3.3.3.4; 3.3.3.6.

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 fosetyl aluminium

4.2.1 Nguyên tắc

Amonium phosphite bị thủy phân trong môi trường pH = 7,3 và phản ứng với iod dư. Dùng Natriethiosulphat chuẩn độ với iod dư với chỉ thị hồ tinh bột.

4.2.2 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.

4.2.2.1 Dung dịch H_2SO_4 2N

4.2.2.2 KI (PA)

4.2.2.3 Dung dịch chuẩn $Na_2S_2O_3$ 0,1 N (ống chuẩn)

Trước khi làm thử nghiệm cần xác định nồng độ dung dịch chuẩn $Na_2S_2O_3$ theo TCVN 8984:2011

4.2.2.4 Dung dịch Iod 0,1N

4.2.2.5 Dung dịch phenolphthalein 1%

4.2.2.6 Dung dịch NaOH 1 N

4.2.2.7 Axit acetic băng

4.2.2.8 Hồ tinh bột, dung dịch 1%

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

4.2.3 Dụng cụ, thiết bị

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

4.2.3.1 Bình định mức, dung tích 500 ml.

4.2.3.2 Pipet, dung tích 10 ml.

4.2.3.3 Cốc, dung tích 150ml, 2000 ml.

4.2.3.4 Bình tam giác, dung tích 250 ml.

4.2.3.5 Buret, dung tích 50 ml.

4.2.3.6 Ống đong, dung tích 100 ml, có chia độ đến 1 ml.

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

4.2.3.8 Máy đo pH.

4.2.4 Cách tiến hành

4.2.4.1 Chuẩn bị mẫu thử nghiệm

TCVN 10985:2016

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.

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch đệm pH = 7,3

Cân 100g NaOH rắn vào cốc, hoà tan với 1800ml nước cất. Hiệu chỉnh pH = 8 bằng H₃PO₄ đậm đặc. Để nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó tiếp tục hiệu chỉnh đến pH = 7,3 ± 0,2. Thêm 30g KI và 30 ml I₂ 0,1 N vào, định mức đến vạch 2 lit bằng nước cất.

4.2.4.3 Xác định hàm lượng fosetyl aluminium

Dùng cân phân tích (4.2.3.7) cân mẫu thử chứa khoảng 2,5 g hoạt chất fosetyl aluminium chính xác tới 0,0001 g vào cốc 150 ml. Chuyển toàn bộ vào bình định mức 500ml, tráng cốc bằng 30-50 ml nước cất. Sau đó định mức đến vạch bằng NaOH 1 N. Lắc siêu âm cho đến khi hoạt chất tan hết hoàn toàn (dung dịch A).

Hút chính xác 10ml dung dịch A vào bình tam giác 250 ml có nút nhám, thêm 40 ml NaOH 1 N. Đun hoàn lưu trong 1 giờ. Tráng rửa ống hoàn lưu bằng 40 ml H₂SO₄ 2 N trung hoà NaOH dư cho đến mất màu (dung dịch B).

Thêm 25 ml dung dịch đệm pH= 7,3 vào dung dịch B, lắc đều. Thêm chính xác 20 ml I₂ 0, 1N, đậy kín bình tam giác, lắc đều và để trong bóng tối khoảng 30 min đến 45 min.

Thêm 3 ml axit acetic băng, chuẩn độ lượng I₂ dư với dung dịch Na₂S₂O₃ 0,1 N đến khi mất màu xanh bằng chỉ thị hồ tinh bột.

Làm mẫu trắng tương tự như trên.

4.2.4.4 Tính kết quả

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

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 29,51}{m}$$

Trong đó:

V₁ là thể tích dung dịch chuẩn Na₂S₂O₃ 0,1 N dùng để xác định lượng I₂ dư trong mẫu, ml

V₂ là thể tích dung dịch chuẩn Na₂S₂O₃ 0,1 N dùng để xác định lượng I₂ trong mẫu trắng, ml

N là nồng độ dung dịch, Na₂S₂O₃ chuẩn (mol/l);

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

4.2.4.5 Hàm lượng hoạt chất phosphite vô cơ trong mẫu

Cân lượng mẫu thử có chứa 0,8 g hoạt chất fosetyl aluminium vào cốc 150 ml. Thêm 80 ml nước cất, lắc siêu âm. Hiệu chỉnh pH = 7,3 bằng dung dịch NaOH 1 N. Chuyển toàn bộ vào bình tam giác 250 ml

có nút nhám, tráng cốc với một ít nước cất. Thêm 25 ml dung dịch đệm pH = 7,3 vào dung dịch trên, lắc đều. Thêm chính xác 20ml I₂ 0,1 N, đậy kín bình tam giác, lắc đều và để trong tối khoảng 30-45 phút. Thêm 3 ml axit acetic băng rồi chuẩn độ lượng I₂ dư với dung dịch Na₂S₂O₃ 0,1 N đến khi mất màu xanh tím bằng chỉ thị hồ tinh bột. Làm mẫu trắng tương tự như trên.

Hàm lượng hoạt chất phosphite vô cơ trong mẫu, X₁, biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X_1 = \frac{(V_3 - V_4) \times N \times 4,898}{m}$$

Trong đó:

V₃ là thể tích dung dịch chuẩn Na₂S₂O₃ 0,1 N dùng để xác định lượng I₂ dư trong mẫu trắng, ml

V₄ là thể tích dung dịch chuẩn Na₂S₂O₃ 0,1 N dùng để xác định lượng I₂ dư trong mẫu xác định phosphite vô cơ, ml

N là nồng độ dung dịch, Na₂S₂O₃ chuẩn (mol/l);

m là khối lượng mẫu xác định phosphit vô cơ tính bằng gam (g);

4.3 Xác định tỷ suất lơ lửng

4.3.1 Cách tiến hành

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

Xác định tỷ suất lơ lửng theo TCVN 8050:2016 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 tam giác 250 ml và xác định khối lượng hoạt chất 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 fosetyl aluminium trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

TCVN 10985:2016

a là hàm lượng của fosetyl aluminium 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 fosetyl aluminium trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g)

$$q = 0,2951 \times (V_2 - V_1) \times N$$

Trong đó:

*V*₁ là thể tích dung dịch chuẩn Na₂S₂O₃ 0,1 N dùng để xác định lượng I₂ dư trong mẫu, ml

*V*₂ là thể tích dung dịch chuẩn Na₂S₂O₃ 0,1 N dùng để xác định lượng I₂ trong mẫu trắng, ml

N là nồng độ dung dịch, Na₂S₂O₃ chuẩn (mol/l);

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

4.4 Xác định độ mịn, độ bọt, độ thấm ướt, độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao và hàm lượng nước

Xác định theo TCVN 8050:2016.

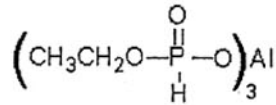
4.5 Xác định độ pH

Xác định theo TCVN 4543:1988

Phụ lục A
(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất fosetyl aluminium

A.1 Công thức cấu tạo



- A.2 Tên hoạt chất:** fosetyl aluminium
- A.3 Tên hóa học (IUPAC):** aluminium tris-(ethylphosphonate)
- A.4 Công thức phân tử:** C₆H₁₈AlO₉P₃
- A.5 Khối lượng phân tử:** 354,14
- A.6 Nhiệt độ nóng chảy:** > 200°C
- A.7 Độ hòa tan (ở 20°C) trong:**

Nước	120 mg/l
Methanol	920mg/l
Methylglycol	45 g/l
Axetonitril, ethylacetate, nhỏ hơn	5g/l

- A.8 Dạng bên ngoài:** Dạng bột màu trắng
- A.9 Độ bền:** Ổn định trong môi trường bảo quản bình thường
-

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCCS 135: 2014/BVTV, Thuốc bảo vệ thực vật- Yêu cầu kỹ thuật
- [2] Danh mục thuốc bảo vệ thực vật được phép sử dụng ở Việt Nam, 2014
- [3] Collaborative International Pesticide analytical Council Limited, Analysis of Technical and Formulated Pesticides, CIPAC HANDBOOK, Volume D, mục 262/TC/M/3; 1988
- [4] FAO Specifications and Evaluations for Agricultural Pesticides, Fosetyl aluminium, 2013
- [5] Manual on development and use of FAO and WHO specifications for pesticides, 2006
- [6] The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003