

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8751:2014

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

Pesticides containing thiophanate methyl - Technical requirements and test methods

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 8751:2014 do Cục Bảo vệ thực vật 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.



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

Pesticides containing thiophanate methyl - 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 thiophanate methyl kỹ thuật và các dạng sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất thiophanate methyl (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 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*

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*

TCVN 8750:2014, *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 thiophanate methyl 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
Thiophanate methyl kỹ thuật (TC)	Sản phẩm có màu nâu sáng	Dạng bột không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường
Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa thiophanate methyl (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 thiophanate methyl (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 thiophanate methyl (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 thiophanate methyl trong thuốc kỹ thuật được công bố, không nhỏ hơn 950 g/kg.

3.2.2 Thuốc thành phẩm

Hàm lượng thiophanate methyl (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở 20 °C ± 2 °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 thiophanate methyl 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 (SC,...) hoặc ± 25 % đối với dạng không đồng nhất (WG, WP...)
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 chỉ tiêu lý-hoá

3.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa thiophanate methyl

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 thiophanate methyl 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 40 ml.

3.3.1.4 Độ pH (dung dịch phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 6,0 đến 9,0.

3.3.1.5 Độ bền bảo quản

3.3.1.5.1 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.

3.3.1.5.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 97 % so với trước khi bảo quản và 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 thấm nước có chứa thiophanate methyl

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 thiophanate methyl 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 khô: Không lớn hơn 2 %.

3.3.2.3 Độ bột

Thể tích bột tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 25 ml.

TCVN 8751:2014

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 pH (dung dịch phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4,0 đến 7,0.

3.3.2.6 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 $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 97 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.2.1; 3.3.2.2; 3.3.2.4 và 3.3.2.5.

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

3.3.3.1 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 thiophanate methyl 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 phân tán

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

3.3.3.6 Độ bụi

Sản phẩm không được có bụi.

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 3.3.3.1; 3.3.3.2; 3.3.3.4; 3.3.3.5; 3.3.3.6 và 3.3.3.7.

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

Hàm lượng thiophanate methyl được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) với detector tử ngoại (UV).

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 Chất chuẩn thiophanate methyl, đã biết hàm lượng.

4.2.2.2 Metanol, dùng cho HPLC.

4.2.2.3 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.5) cân 0,1 g chất chuẩn thiophanate methyl (4.2.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2) (dung dịch A).

Dùng pipet (4.2.3.2) hút chính xác 1 ml dung dịch A vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2).

CHÚ THÍCH: Chất chuẩn bảo quản trong tủ lạnh phải được đưa về nhiệt độ phòng trước khi cân.

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 Bình định mức, dung tích 10 ml; 50 ml; 100 ml.

4.2.3.2 Pipet, dung tích 1 ml.

4.2.3.3 Màn lọc, có kích thước lỗ 0,45 μm .

4.2.3.4 Máy lắc siêu âm.

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

4.2.3.6 Thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao, được trang bị như sau:

TCVN 8751:2014

- Máy sắc ký lỏng hiệu năng cao với detector tử ngoại (UV);
- Máy tích phân hoặc máy vi tính;
- Cột RP 18, dài 250 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.

4.2.4 Cách tiến hành

4.2.4.1 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.

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.5) cân mẫu thử chứa khoảng 0,1 g hoạt chất thiophanate methyl, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2) (Dung dịch B).

Dùng pipet (4.2.3.2) hút chính xác 1 ml dung dịch B vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), pha loãng đến vạch bằng metanol (4.2.2.2). Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (4.2.3.3) (nếu cần) và đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.4) để đuổi bọt khí trước khi bơm vào máy.

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

- Pha động: MeOH (4.2.2.2) : H₂O = 70 : 30 (theo thể tích)
- Bước sóng: 269 nm
- Nhiệt độ cột: 30 °C
- Tốc độ dòng: 1 ml/min
- Thể tích vòng bơm: 20 µl

4.2.4.4 Xác định

Bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.2.2.3) 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).

4.2.4.5 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất thiophanate methyl 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, khối lượng hoạt chất (q) trong 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong được xác định theo (4.2) của tiêu chuẩn này và bổ sung như sau:

4.3.1 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, định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2) và đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.4) trong 10 min để hoà tan mẫu. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μm (4.2.3.3) trước khi bơm vào máy.

4.3.2 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 (4.3.1).

4.3.3 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 thiophanate methyl trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

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

TCVN 8751:2014

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

q là khối lượng hoạt chất thiophanate methyl trong 25 ml còn lại trên 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 mililít (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 mililít (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 phân tán

Xác định độ phân tán theo TCVN 8050:2009.

4.8 Xác định độ bụi

Xác định độ bụi theo TCVN 8750:2014.

4.9 Xác định độ pH

Xác định độ pH theo TCVN 4543.

4.10 Xác định độ bền bảo quản

4.10.1 Xác định độ bền ở 0 °C

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

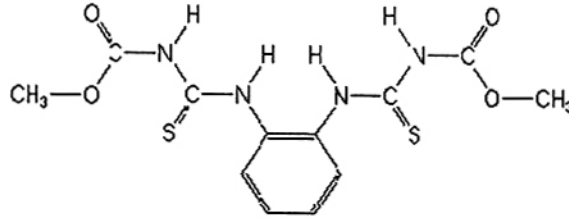
4.10.2 Xác định độ bền ở nhiệt độ cao

Xác định độ bền ở nhiệt độ cao theo TCVN 2741.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất thiophanate methyl

A.1 Công thức cấu tạo:



A.2 Tên hoạt chất:

Thiophanate methyl

A.3 Tên hoá học (IUPAC):

Dimethyl 4,4'-(*o*-phenylene)bis(3-thioallophanate)

A.4 Công thức phân tử:

$C_{12}H_{14}N_4O_4S_2$

A.5 Khối lượng phân tử:

342.4

A.6 Nhiệt độ nóng chảy:

172 °C

A.7 Độ hòa tan (g/kg, ở 23 °C) trong:

Nước:	Không tan
Axeton	58.1
Cyclohexanon	43
Metanol	29.2
Cloroform	26.2
Axetonitril	24.4
Etyl axetat	11.9

A.8 Dạng bên ngoài:

Tinh thể không màu.

A.9 Độ bền:

và ánh sáng.

Bền trong môi trường trung tính ở nhiệt độ phòng, trong không khí

Rất bền trong dung dịch có tính axit ở nhiệt độ phòng.

Phân hủy trong môi trường kiềm.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] 10 TCN 230-95 Thuốc trừ nấm bệnh Topsin-M 70% 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 D, mục 262/TC/M/3; 1988
- [3] FAO Specifications and Evaluations for thiophanate methyl, 2006
- [4] Manual on development and use of FAO and WHO specifications for pesticides, 2006
- [5] The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003