

Lời nói đầu

TCVN 8382 : 2010 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 dimethoate – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing dimethoate –

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 dimethoate kỹ thuật và các sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV) có chứa hoạt chất dimethoate (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 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 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*

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

3.3.1 Dimethoate kỹ thuật

3.3.1.1 Tạp chất

Hàm lượng nước: không lớn hơn 2 g/kg.

3.3.1.2 Độ axit

Độ axit tính theo H_2SO_4 : không lớn hơn 10 g/kg.

3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa dimethoate

3.3.2.1 Tạp chất

Hàm lượng nước: không lớn hơn 2 g/kg.

3.3.2.2 Độ axit

Độ axit tính theo H_2SO_4 : không lớn hơn 7 g/kg.

3.3.2.3 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: không lớn hơn 25 ml

3.3.2.4 Độ bền nhũ tương

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

Bảng 3 – Độ bền nhũ tương của thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa dimethoate

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	1 ml
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h: – thể tích lớp kem, không lớn hơn – thể tích lớp dầu, không lớn hơn	2 ml 0,5 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	4 ml
– thể tích lớp dầu, không lớn hơn	0,5 ml

^{a)} Chỉ xác định khi có nghi ngờ kết quả xác định độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h.

3.3.2.5 Độ bền bảo quản

3.3.2.5.1 Độ bền ở 0 °C

Thể tích chất rắn và/hoặc chất lỏng tách lớp sau khi bảo quản ở nhiệt độ 0 °C ± 2 °C trong 7 ngày, không lớn hơn 0,3 ml.

3.3.2.5.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất sau khi bảo quản ở nhiệt độ 54 °C ± 2 °C trong 14 ngày, không nhỏ hơn 90 % so với hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.2.4.

3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt có chứa dimethoate

3.3.3.1 Kích thước hạt

Khoảng kích thước hạt của sản phẩm phải được đăng ký và phù hợp với quy định sau:

- Tỷ lệ đường kính hạt lớn nhất và hạt nhỏ nhất, không lớn hơn 4 : 1;
- Lượng hạt nằm trong khoảng kích thước công bố: không nhỏ hơn 85 %.

3.3.3.2 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất sau khi bảo quản ở nhiệt độ 54 °C ± 2 °C trong 14 ngày, không nhỏ hơn 90 % so với hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.3.1.

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 dimethoate bằng phương pháp sắc ký khí

4.2.1 Nguyên tắc

Hàm lượng dimethoate được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID). Dùng dibutyl phthalat (DBP) làm chất nội chuẩn.

4.2.2 Thuốc thử

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

4.2.2.1 Chất chuẩn dimethoate, đã biết hàm lượng.

4.2.2.2 Chất nội chuẩn DBP, 99 %.

4.2.2.3 Axeton, dùng cho sắc ký khí.

4.2.2.4 Khí nitơ, có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99,9 %.

4.2.2.5 Khí hydro, có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99,9 %.

4.2.2.6 Không khí nén, dùng cho máy sắc ký khí.

4.2.2.7 Dung dịch nội chuẩn, nồng độ 3,3 mg/ml.

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân 0,33 g chất nội chuẩn DBP (4.2.2.2), chính xác đến 0,000 1 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hòa tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3).

4.2.2.8 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân 0,01 g chất chuẩn dimethoate (4.2.2.1), chính xác đến 0,000 01 g vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), hòa tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3).

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 của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

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

4.2.3.2 Pipet, dung tích 1 ml.

4.2.3.3 Xyranh bơm mẫu, dung tích 10 μ l, chia vạch đến 1 μ l.

4.2.3.4 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,00001 g.

4.2.3.5 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.

4.2.4 Cách tiến hành

4.2.4.1 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.

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,01 g hoạt chất dimethoate, chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), hòa tan và định mức đến vạch bằng axeton. Lọc dung dịch trước khi bơm vào máy (nếu cần).

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

- nhiệt độ cột : 205 °C
- nhiệt độ buồng bơm mẫu : 240 °C
- nhiệt độ detector : 260 °C
- khí mang nitơ : 1,8 ml/min
- khí hydro : 35 ml/min
- khí nén : 280 ml/min
- khí hỗ trợ cho detector 40 ml/min
- thể tích bơm mẫu : 1 µl

4.2.4.4 Xác định

Dùng xyranh (4.2.3.3) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỉ 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 (4.2.2.8) và dung dịch mẫu thử (4.2.4.2), lặp lại 2 lần (tỉ 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).

4.2.4.5 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất dimethoate 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 tỉ số số đo diện tích của pic mẫu thử với pic nội chuẩn;

F_c là giá trị trung bình của tỉ 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 (%).

4.3 Xác định hàm lượng hoạt chất dimethoate bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao

4.3.1 Nguyên tắc

Hàm lượng dimethoate được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) với detector tử ngoại (UV), dùng axetophenon làm chất nội chuẩn.

4.3.2 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.

4.3.2.1 Chất nội chuẩn axetophenon, đã biết hàm lượng.

4.3.2.2 Axetonitril, dùng cho HPLC.

4.3.2.3 Dung dịch axít phosphoric (H_3PO_4), pH 2,6

Nước cất đã khử ion được điều chỉnh đến pH 2,6 bằng axít H_3PO_4 85 % dùng máy lắc siêu âm (4.3.3.5) để loại bỏ khí.

4.3.2.4 Dung môi pha động, axetonitril (4.3.2.2) : Dung dịch axit phosphoric (4.3.2.3) = 33 : 67 (theo thể tích).

4.3.2.5 Dung dịch nội chuẩn

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân 0,5 g chất nội chuẩn acetophenone (4.3.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.3.3.1), hòa tan và định mức đến vạch bằng axetonitril (4.3.2.2).

4.3.2.7 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân 0,01 g chất chuẩn dimethoate (4.2.2.1), chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (4.3.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.3.2.6), hòa tan và định mức đến vạch bằng dung môi pha động (4.3.2.5) (dung dịch A).

Dùng pipet (4.2.3.2) hút chính xác 1 ml dung dịch A vào bình định mức 20 ml (4.3.3.1), pha loãng đến vạch bằng dung môi pha động (4.3.2.5). Lắc siêu âm để loại bỏ 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.

4.3.3 Dụng cụ, thiết bị

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

4.3.3.1 Bình định mức, dung tích 10; 20; 100 ml.

4.3.3.2 Xyranh bơm mẫu, dung tích 50 μ l, chia vạch đến 1 μ l.

4.3.3.3 Màng lọc, có cỡ lỗ 0,45 μ m.

4.3.3.4 Máy lắc siêu âm.

4.3.3.5 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 có chiều dài 150 mm, đường kính 4,6 mm, cỡ hạt pha tĩnh 5 μ m hoặc loại tương đương.
- Bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay.

4.3.4 Cách tiến hành

4.3.4.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân lượng mẫu thử chứa khoảng 0,01 g hoạt chất dimethoate, chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (4.3.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.3.2.6), hòa tan và định mức đến vạch bằng dung môi pha động (4.3.2.5) (dung dịch B).

Dùng pipet (4.2.3.2) hút chính xác 1 ml dung dịch B vào bình định mức 20 ml (4.3.3.1), pha loãng đến vạch bằng dung môi pha động (4.3.2.5). Lọc dung dịch bằng màng lọc 0,45 µm (4.3.3.4) và lắc siêu âm để loại bọt khí trước khi bơm vào máy.

5.3.4.2 Điều kiện phân tích

Pha động: axetonitril (4.3.2.2); dung dịch đậm (4.3.2.5) = 33 : 67 (theo thể tích)

Bước sóng: 210 nm

Tốc độ dòng: 1,2 mL/min

Thể tích vòng bơm: 20 µL

Nhiệt độ cột: 20 °C

5.3.4.3 Xác định

Dùng xyranh (4.3.3.2) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỉ 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 và dung dịch mẫu thử, lặp lại 2 lần (tỷ số của số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

5.3.4.4 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất dimethoate 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 tỉ số số đo diện tích của pic mẫu thử với pic nội chuẩn;

F_c là giá trị trung bình của tỉ 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 (%).

4.5 Xác định độ axit

Xác định độ axit theo TCVN 2739.

4.6 Xác định độ bền nhũ tương

4.6.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng đối với thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu (EC, ND), dạng vi nhũ (ME), dạng nhũ, dầu trong nước (EW).

4.6.2 Nguyên tắc

Trộn 5 ml mẫu thử với nước cứng chuẩn để được 100 ml dung dịch nhũ tương. Độ bền của dung dịch nhũ tương này được đánh giá bằng thể tích lớp kem hay dầu tự do tách ra khi để yên dung dịch sau 0,5 h; 2 h và 24,5 h.

4.6.3 Thuốc thử

4.6.3.1 Nước cứng chuẩn, phù hợp với Điều 15 của TCVN 8050 : 2009.

4.6.4 Thiết bị, dụng cụ

4.6.4.1 Ống đong, dung tích 100 ml, chia vạch đến 1 ml, có nút nhám.

4.6.4.2 Pipet, dung tích 5 ml.

4.6.4.3 Bể ấm nhiệt, có thể duy trì được nhiệt độ 30 °C.

4.6.5 Cách tiến hành

4.6.5.1 Xác định độ tự nhũ

Cho nước cứng chuẩn (4.6.3) ở nhiệt độ $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ vào ống đong (4.6.4.1) đến vạch 95 ml. Dùng pipet (4.6.4.2) lấy 5 ml mẫu thử (có cùng nhiệt độ như nước cứng chuẩn) cho vào ống đong. Đậy nút, đảo ngược ống đong một lần, sau 30 s, quan sát xem dung dịch có tạo nhũ hoàn toàn không⁽¹⁾.

⁽¹⁾ Độ tự nhũ và tái nhũ không hoàn toàn khi có bột, kem, dầu hoặc cặn tạo thành.

4.6.5.2 Xác định độ bền nhũ tương

Đảo ngược ống đồng 10 lần rồi để yên ống đồng trong bể ổn nhiệt (4.6.4.3) ở nhiệt độ $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 24,5 h. Quan sát sự tách lớp của hỗn hợp (tách kem và/hoặc tách dầu, ở phía dưới hoặc trên của cột chất lỏng) và tính thể tích lớp kem và/hoặc lớp dầu tách ra sau 0,5 h, 2 h và 24,5 h.

4.6.5.3 Độ tái nhũ sau 24 h

Sau khi để yên hỗn hợp trong 24 h, đảo ngược ống đồng 10 lần rồi để yên trong 30 s. Quan sát xem có dầu, bọt, kem hoặc cặn tạo thành hay không^(*).

4.6.5.4 Độ bền nhũ tương cuối cùng

Để yên ống đồng 0,5 h. Quan sát xem hỗn hợp có tách lớp không, ghi thể tích tách lớp.

4.7 Xác định độ bền bảo quản

4.7.1 Độ bền ở nhiệt độ cao

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

4.7.2 Độ bền ở 0°C

4.7.2.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng đối với thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng.

4.7.2.2 Nguyên tắc

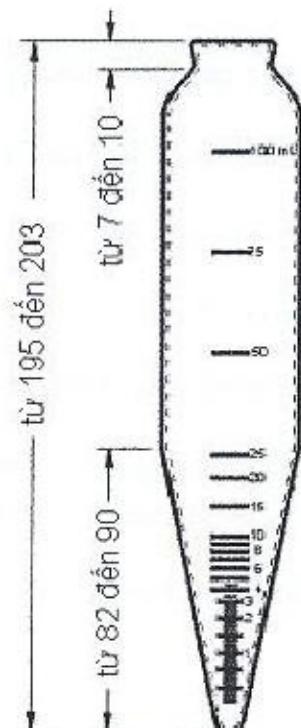
Mẫu thử được bảo quản ở $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ liên tục trong 7 ngày, sau đó xác định thể tích chất rắn hay chất lỏng tách lớp.

4.7.2.3 Dụng cụ

4.7.2.3.1 Ống đồng, dung tích 100 ml, chia vạch đến 1 ml.

4.7.2.3.2 Ống ly tâm, dung tích 100 ml, có kích thước như Hình 1.

4.7.2.3.3 Tủ lạnh, có khả năng duy trì ở nhiệt độ $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.



Kích thước, tính theo milimet

Hình 1 - Ống ly tâm

^(*) Độ tự nhũ và tái nhũ không hoàn toàn khi có bọt, kem, dầu hoặc cặn tạo thành.

4.7.2.4 Tiết hành

Dùng ống đồng (4.7.2.3.1) lấy 100 ml mẫu thử, chính xác đến 1,0 ml vào ống ly tâm (4.7.2.3.2), đặt vào tủ lạnh (4.7.2.3.3) ở nhiệt độ $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 1 h. Trong thời gian đó, cứ mỗi 15 min khuấy mẫu một lần, mỗi lần khuấy 30 s. Tiếp tục bảo quản mẫu ở nhiệt độ $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ liên tục trong 7 ngày. Sau đó lấy mẫu ra, để ở nhiệt độ 20°C trong 3 h, đảo ngược ống ly tâm một lần, ly tâm 15 min với tốc độ 2 500 r/min và ghi lại thể tích chất rắn và/hoặc chất lỏng tách lớp ở đáy ống ly tâm.

4.8 Xác định kích thước hạt

Xác định kích thước hạt theo TCVN 2743.

4.9 Xác định hàm lượng nước

Xác định hàm lượng nước theo Điều 15 của TCVN 8050 : 2009.

4.10 Xác định độ bột

Xác định độ bột theo TCVN 8050 : 2009.

5 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

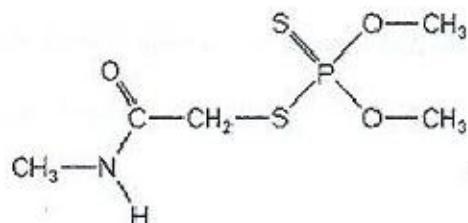
- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng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

Phụ lục A

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất dimethoate

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất: dimethoate

Tên hoá học (IUPAC): O,O-dimethyl S-methylcarbamoylmethyl phosphorodithioate
hoặc 2-dimethoxyphosphinothioylthio-N-methylacetamide

Công thức phân tử: C₅H₁₂NO₃PS₂

Khối lượng phân tử: 229,3

Nhiệt độ nóng chảy: từ 50,0 °C đến 51,5 °C

Áp suất hơi bão hoả ở 25 °C : 0,25 mPa

Độ hòa tan:

- trong nước (pH 5; pH 7) ở 25 °C: 23,3 mg/l
- trong n-octanol ở 20 °C: lớn hơn 50 g/l
- trong alcohol, xeton, toluen, cloroform, diclometan ở 20 °C: lớn hơn 300 g/l
- trong hexan: 103 g/l

Dạng bên ngoài: tinh thể không màu

Độ bền: tương đối bền ở môi trường trung tính và axit yếu, thuỷ phân trong môi trường kiềm.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Collaborative International Pesticide analytical Council Limited, Analysis of Technical and Formulated Pesticides , CIPAC HANDBOOK, Volume H, 1998
- [2] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, Thirteenth edition, 2003
- [3] FAO Specifications and Evaluations for Agricultural Pesticides, Dimethoate
- [4] 10 TCN 290-97 Thuốc trừ sâu Dimethoate 40 % dạng nhũ dầu - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử, 1997
- [5] PTN 102 – CL Phương pháp xác định hàm lượng hoạt chất dimethoate bằng phương pháp sắc ký khí, 2005