

Lời nói đầu

TCVN 8143:2009 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 – Xác định hàm lượng hoạt chất cypermethrin

Pesticides – Determination of cypermethrin content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng hoạt chất cypermethrin trong 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 tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 4851 (ISO 3696), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Nguyên tắc

Hàm lượng cypermethrin được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID), dùng bis (2-ethylhexyl) phthalat (DOP) làm chất nội chuẩn.

4 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.

4.1 Chất chuẩn cypermethrin, đã biết hàm lượng.

4.2 Chất nội chuẩn DOP, có độ tinh khiết 99 %.

4.3 Axeton.

4.4 **Khí nitơ**, có độ tinh khiết $\geq 99,9\%$.

4.5 **Khí hydro**, có độ tinh khiết $\geq 99,9\%$.

4.6 **Không khí nén**, dùng cho máy sắc ký khí.

4.7 **Dung dịch nội chuẩn**, nồng độ 8,0 mg/ml.

Dùng cân phân tích (5.4) cân 0,80 g chất nội chuẩn DOP (4.2) chính xác tới 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (5.1). Hoà tan và thêm axeton đến vạch.

4.8 **Dung dịch chuẩn làm việc**

Dùng cân phân tích (5.4) cân 0,01 g chất chuẩn cypemethrin (4.1), chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (5.1), dùng pipet (5.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn. Hoà tan và thêm axeton đến vạch.

Chú ý - Trước khi cân, cần đưa nhiệt độ của mẫu chuẩn bảo quản lạnh đến nhiệt độ phòng cân.

5 **Thiết bị, dụng cụ**

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

5.1 **Bình định mức**, dung tích 10 ml; 100 ml.

5.2 **Pipet**, dung tích 1 ml.

5.3 **Xyranh bơm mẫu**, dung tích 10 μ l, chia vạch đến 1 μ l

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

5.5 **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 dài 30 m, đường kính 0,32 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25 μ m hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay.

6 **Lấy mẫu**

Lấy mẫu theo quy định trong Phụ lục A.

7 Cách tiến hành

7.1 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 thì cần làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp, đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều.

7.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (5.4) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,01 g hoạt chất cypermethrin, chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (5.1), dùng pipet (5.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn, hoà tan và thêm axeton đến vạch. Lọc dung dịch trước khi bơm vào máy, nếu cần.

7.3 Điều kiện phân tích

- nhiệt độ cột:	269 °C
- nhiệt độ buồng bơm mẫu:	300 °C
- nhiệt độ detector:	320 °C
- khí mang nitơ:	2 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, có chia dòng
- tỷ lệ chia dòng:	50 : 1

7.4 Xác định

Dùng xyranh (5.3) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỉ số giữa diện tích pic của mẫu chuẩn và pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch mẫu chuẩn và mẫu thử, lặp lại 2 lần (tỷ số số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu). Dùng đường chuẩn để xác định nồng độ của mẫu thử khi bơm vào máy.

7.5 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất cypermethrin trong mẫu, X, biểu thị bằng phần trăm (%), tính theo công thức sau:

$$X = \frac{F_m \times m_c}{F_c \times m_m} \times P$$

trong đó:

F_m là trung bình tỉ số giữa diện tích pic của mẫu thử với pic nội chuẩn;

F_c là trung bình tỉ số giữa diện tích pic của 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 (%).

8 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.

Phương pháp lấy mẫu

A.1 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong phần này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

A.1.1

Mẫu đơn

Mẫu lấy từ các điểm khác nhau trong lô hàng, lô sản phẩm cần kiểm tra. Mỗi mẫu đơn được lấy ra từ một đơn vị bao gói của lô sản phẩm.

A.1.2

Mẫu gộp

Hỗn hợp của tất cả các mẫu đơn gộp lại.

A.1.3

Mẫu trung bình

Một phần hoặc tất cả mẫu gộp được trộn đều. Mẫu trung bình được chia làm ba phần, một phần dùng để kiểm tra (gọi là mẫu kiểm tra), một phần để cơ quan kiểm tra lưu mẫu, một phần để tổ chức, cá nhân có mẫu kiểm tra lưu mẫu (mẫu lưu).

A.1.4

Lô hàng

Tập hợp sản phẩm đồng nhất về tên gọi, công dụng, nhãn hiệu, kiểu dáng, bao gói được sản xuất trên cùng một dây chuyền công nghệ trong cùng một thời điểm nhất định.

A.2 Quy định chung

Mẫu được lấy ngẫu nhiên theo hình chữ X theo các mặt cắt của lô hàng. Trường hợp mẫu không đồng nhất, phải lấy từng phần riêng biệt. Trước khi lấy mẫu phải kiểm tra bao gói sản phẩm để loại trừ mọi sự biến đổi tính chất, chất lượng của sản phẩm do điều kiện bảo quản.

Khi lấy mẫu, giao, nhận mẫu phải có biên bản có chữ ký của bên lấy mẫu và chủ hàng.

Dụng cụ lấy mẫu, lưu mẫu phải đảm bảo không ảnh hưởng tới chất lượng thuốc BVTV.

Lấy mẫu kiểm tra chất lượng thuốc BVTV: mẫu phải được lắc, khuấy trộn đều để đảm bảo cho mẫu đồng nhất trước khi lấy mẫu. Trường hợp mẫu không đồng nhất, phải lấy mẫu từng phần riêng biệt.

Dụng cụ lấy mẫu, đựng mẫu và lưu mẫu phải không ảnh hưởng tới các tính chất và chất lượng mẫu. Lọ đựng mẫu phải có nút kín.

A.3 Phương pháp lấy mẫu

A.3.1 Lượng mẫu trung bình được lấy theo quy định trong Bảng 1

Bảng 1

Dạng thuốc	Lượng mẫu trung bình không nhỏ hơn
Thuốc dạng lỏng	300 ml
Thuốc dạng bột nhão	600 g
Thuốc dạng rắn	1500 g

A.3.2 Số lượng mẫu đơn cần lấy để kiểm tra chất lượng thuốc BVTV

A.3.2.1 Thuốc dạng lỏng

A.3.2.1.1 Loại bao gói nhỏ hơn 50 l

Số lượng bao gói cần lấy theo quy định trong Bảng 2.

Bảng 2

Dung tích một đơn vị bao gói	Số mẫu đơn cần lấy
Nhỏ hơn 0,25 l	Cứ 1000 đơn vị bao gói lấy 3 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 100 ml đến 150 ml
Từ 0,25 l	Cứ 1000 đơn vị bao gói lấy 4 mẫu, mỗi mẫu lấy 100 ml
Từ trên 1 l trở lên	Cứ 1000 đơn vị bao gói lấy từ 2 mẫu đến 3 mẫu, mỗi mẫu lấy 100 ml

A.3.2.1.2 Loại bao gói lớn hơn 50 l

Số lượng bao gói cần lấy theo quy định trong Bảng 3

Bảng 3

Số đơn vị trong lô hàng	Số mẫu đơn cần lấy
Nhỏ hơn 10	Lấy từ 1 mẫu đến 2 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 100 ml đến 300 ml
Từ 10 đến 20	Lấy từ 1 mẫu đến 2 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 100 ml đến 200 ml
Từ 21 đến 40	Lấy từ 1 mẫu đến 2 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 100 ml đến 200 ml
Từ 40 đơn vị trở lên	Cứ 10 đơn vị lấy 1 mẫu, mỗi mẫu lấy 80 ml

A.3.2.2 Thuốc dạng bột nhão

A.3.2.2.1 Mẫu loại bao gói từ 10 kg trở xuống

Số lượng mẫu cần lấy theo quy định trong Bảng 4.

Bảng 4

Khối lượng một đơn vị bao gói	Số mẫu đơn cần lấy
Nhỏ hơn 0,1 kg	Cứ 100 đơn vị bao gói lấy 4 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 100 g đến 150 g
Từ 0,1 kg đến 2 kg	Cứ 500 đơn vị bao gói lấy 4 mẫu, mỗi mẫu lấy ít nhất 50 g
Từ 2 kg đến 10 kg	Cứ 100 đơn vị bao gói lấy 4 mẫu, mỗi mẫu lấy ít nhất 50 g

A.3.2.2.2 Mẫu loại bao gói lớn hơn 10 kg

Số lượng mẫu đơn cần lấy theo quy định trong Bảng 5.

Bảng 5

Số đơn vị trong lô hàng	Số mẫu đơn cần lấy
Nhỏ hơn 10	Lấy từ 1 mẫu đến 3 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 600 g đến 650 g
Từ 10 đến 30	Lấy từ 3 mẫu đến 4 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 300 g đến 350 g
Từ 31 đến 50	Lấy từ 4 mẫu đến 5 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 200 g đến 250 g
Từ 51 đến 100	Cứ 10 đơn vị lấy 1 mẫu, mỗi mẫu lấy từ lấy từ 100 g đến 150 g
Từ 100 trở lên	Cứ 15 đơn vị đến 20 đơn vị lấy 1 mẫu, mỗi mẫu lấy 100 g

A.3.2.3 Mẫu dạng hạt

A.3.2.3.1 Mẫu loại bao gói từ 10 kg trở xuống

Số lượng mẫu đơn cần lấy theo quy định trong Bảng 6.

Bảng 6

Khối lượng một đơn vị bao gói	Số mẫu đơn cần lấy
Nhỏ hơn 0,1 kg	Cứ 1000 đơn vị bao gói lấy từ 7 mẫu đến 10 mẫu
Từ 0,1 kg đến 2 kg	Cứ 500 đơn vị bao gói lấy từ 5 mẫu đến 7 mẫu, mỗi mẫu lấy 300 g
Từ 2 kg đến 10 kg	Cứ 1000 đơn vị bao gói lấy từ 3 mẫu đến 5 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 200 g đến 500 g

A.3.2.3.2 Mẫu loại bao gói lớn hơn 10 kg

Số lượng mẫu đơn cần lấy theo quy định trong Bảng 7.

Bảng 7

Khối lượng một đơn vị bao gói	Số mẫu đơn cần lấy
Nhỏ hơn 10 kg	Lấy từ 1 mẫu đến 2 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 1000 g đến 1500 g
Từ 10 kg đến 30 kg	Lấy từ 2 mẫu đến 4 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 750 g đến 800 g
Từ 31 kg đến 50 kg	Lấy từ 4 mẫu đến 2 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 400 g đến 450 g
Từ 51 kg đến 100 kg	Cứ 10 đơn vị lấy 1 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 250 g đến 300 g
Từ trên 100 kg	Cứ 15 đơn vị đến 20 đơn vị lấy 1 mẫu, mỗi mẫu lấy từ 200 g đến 250 g

A.3.3 Bảo quản

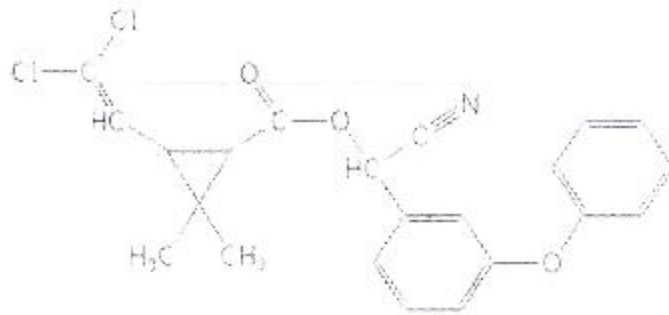
Mẫu thuốc BVTV được bảo quản trong thời gian 3 tháng.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất cypermethrin

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất: cypermethrin

Tên hoá học (IUPAC): *(RS)*- α -cyano-3-phenoxybenzyl(*1RS,3RS;1RS,3SR*)-3-(2,2-dichlorovinyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate

Công thức phân tử: $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

Khối lượng phân tử: 416,3

Nhiệt độ nóng chảy: 61 °C đến 83 °C

Áp suất hơi bão hoà ở 20 °C: $2,0 \times 10^{-4}$ mPa

Độ hòa tan ở 20 °C trong:

Nước (pH 7):	0,004 mg/l
Axeton, xylen, cyclohexanon, cloroform:	> 450 g/l
Etanol:	377 g/l
Hexan:	103 g/l

Dạng bên ngoài: tinh thể không màu.

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

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Collaborative International Pesticide analytical Council Limited, Analysis of Technical and Formulated Pesticides Volume, CIPAC HANDBOOK 1C, 1985
- [2] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003