

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8050:2016

**NGUYÊN LIỆU VÀ THÀNH PHẨM
THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT - YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ
PHƯƠNG PHÁP THỬ**

Raw materials and formulated pesticides - Technical requirements and test methods

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 8050:2016 thay thế TCVN 8050:2009;

TCVN 8050:2016 được xây dựng theo tài liệu *Manual on development and use of FAO and WHO specifications for pesticides* và *CIPAC HANDBOOKS*, 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.

Nguyên liệu và thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Raw materials and formulated pesticides - Technical requirements and test methods

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định yêu cầu kỹ thuật đối với các loại thuốc bảo vệ thực vật kỹ thuật và thuốc bảo vệ thực vật thành phẩm chưa được quy định trong các TCVN cụ thể.

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 2739:1986, *Thuốc trừ dịch hại – Phương pháp xác định độ axit và độ kiềm*

TCVN 2743 *Thuốc trừ dịch hại – Xác định phần còn lại trên sàng*

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 10157:2013, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất đồng hydroxit – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 10160:2013, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất đồng oxit – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

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*

TCVN 9476:2012, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất paraquat dicloride – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.1.1 Thuốc bảo vệ thực vật kỹ thuật (thuốc kỹ thuật)

Hàm lượng hoạt chất của thuốc kỹ thuật công bố không nhỏ hơn hàm lượng tối thiểu đã quy định trong Danh mục thuốc bảo vệ thực vật được phép sử dụng tại Việt Nam và khi xác định hàm lượng trung bình không nhỏ hơn hàm lượng tối thiểu đã công bố.

Trường hợp hàm lượng hoạt chất của thuốc kỹ thuật chưa quy định trong Danh mục thì phải công bố hàm lượng tối thiểu và khi xác định hàm lượng trung bình không nhỏ hơn mức hàm lượng tối thiểu đã công bố.

3.1.2 Thuốc bảo vệ thực vật thành phẩm (thuốc thành phẩm)

Hàm lượng hoạt chất (tính theo % khối lượng, 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 khi xác định, hàm lượng trung bình phải phù hợp với mức sai lệch cho phép quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Hàm lượng hoạt chất trong các dạng thành phẩm

Hàm lượng hoạt chất công bố		Mức sai lệch cho phép
% khối lượng	g/kg (g/l ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$)	
-	Đến 25	$\pm 15\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (EC, SC, SL ...) hoặc $\pm 25\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng không đồng nhất (GR, WG ...)
Từ trên 2,5 đến 10	Từ trên 25 đến 100	$\pm 10\%$ của hàm lượng công bố
Từ trên 10 đến 25	Từ trên 100 đến 250	$\pm 6\%$ của hàm lượng công bố
Từ trên 25 đến 50	Từ trên 250 đến 500	$\pm 5\%$ của hàm lượng công bố
Lớn hơn 50	-	$\pm 2,5\%$
-	Lớn hơn 500	$\pm 25\text{ g/kg}$ hoặc g/l

3.2 Yêu cầu về tính chất lý-hóa

3.2.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột (DP, DS)

3.2.1.1 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 μm sau khi thử rây khô: Không lớn hơn 5 %.

3.2.1.2 Độ bền bảo quản

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.1.1

3.2.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt rắc (GR)

3.2.2.1 Kích thước hạt

Khoảng kích thước hạt của sản phẩm phải được công bố và phù hợp với qui định sau:

Tỷ lệ giữa đường kính hạt lớn nhất và nhỏ nhất công bố: Không lớn hơn 4.

Lượng hạt nằm trong khoảng kích thước công bố: Không nhỏ hơn 85 %.

3.2.2.2 Độ bụi

Sản phẩm không bụi.

3.2.2.3 Độ bền bảo quản

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.2.1 và 3.2.2.2

3.2.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước (WP), dạng hạt phân tán trong nước (WG), dạng viên phân tán trong nước (WT)

3.2.3.1 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 μm sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.2.3.2 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.2.3.3 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 hoạt chất trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %.

3.2.3.4 Độ bền bảo quản

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.3.1 và 3.2.3.3

TCVN 8050:2016

3.2.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù đậm đặc (SC), dạng huyền phù viên nang (CS), hỗn hợp giữa dạng CS và SC (ZC), dạng huyền phù đậm đặc dùng xử lý hạt giống (FS) và dạng viên phân tán (CF)

3.2.4.1 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 μm sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.2.4.2 Độ bột

Thể tích bột tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.2.4.3 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 hoạt chất trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %.

3.2.4.4 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.4.1 và 3.2.4.3.

3.2.5 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu (EC), dạng nhũ tương dầu trong nước (EW), dạng vi sữa (ME), dạng nhũ dầu xử lý hạt giống (ES)

3.2.5.1 Độ bền nhũ tương

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

Bảng 2 – Yêu cầu về độ bền nhũ tương

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ tự nhũ ban đầu	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 0,5 h: – thể tích lớp kem, không lớn hơn	2 ml
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h: ^{a)} – thể tích lớp kem, không lớn hơn	4 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

^{a)} Chỉ xác định khi có nghi ngờ kết quả xác định độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 0.5 h.

3.2.5.2 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.2.5.3 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.5.1

3.2.6 Thuốc bảo vệ thực vật dạng dầu phân tán (OD), dạng nhũ tương-huyền phù (SE), dạng hỗn hợp của dạng CS và EW (ZW), dạng hỗn hợp của dạng CS và SE (ZE), dạng phân tán đậm đặc (DC)

3.2.6.1 Độ bền phân tán

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

Bảng 3 – Yêu cầu về độ bền phân tán

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ phân tán ban đầu	Hoàn toàn
Độ phân tán sau khi pha mẫu 0,5 h: - thể tích lớp kem/lớp dầu, không lớn hơn - thể tích lớp cặn, không lớn hơn	2 ml 0,2 ml
Độ tái phân tán sau khi pha mẫu 24 h ^{a)}	Hoàn toàn
Độ bền phân tán cuối cùng sau khi pha mẫu 24,5 h ^{a)} - thể tích lớp kem/lớp dầu, không lớn hơn - thể tích lớp cặn, không lớn hơn	2 ml 0,4ml
^{a)} Chỉ xác định khi có nghi ngờ kết quả xác định độ bền phân tán sau khi pha mẫu 0.5 h.	

3.2.6.2 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.2.6.3 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.6.1

TCVN 8050:2016

3.2.7 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột hoà tan trong nước (SP), hạt hòa tan trong nước (SG), viên hòa tan trong nước (ST)

3.2.7.1 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 µm sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.2.7.2 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.2.7.3 Độ hòa tan và độ bền dung dịch

Lượng còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 µm sau khi hòa tan với nước cứng chuẩn ở nhiệt độ phòng:

- Độ hòa tan: Không lớn hơn 2 % sau 5 min
- Độ bền dung dịch: Không lớn hơn 2 % sau 18 h.

3.2.7.4 Độ bền bảo quản

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.7.1 và 3.2.7.3.

3.2.8 Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch đậm đặc tan trong nước (SL), dung dịch để xử lý hạt giống (LS), bột hòa tan để xử lý hạt giống (SS)

3.2.8.1 Độ bền pha loãng

Sản phẩm sau khi hòa tan với nước cứng chuẩn ở nhiệt độ phòng, sau 18 h dung dịch thu được phải đồng nhất trong suốt hoặc trắng sữa, không lắng cặn.

3.2.8.2 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.2.8.3 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.8.1

3.2.9 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột phân tán trong nước để xử lý hạt giống (WS)

3.2.9.1 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 µm sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.2.9.2 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.2.9.3 Độ thấm ướt

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

3.2.9.4 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.9.1.

3.2.10 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt hóa sữa (EG), bột hóa sữa (EP)

3.2.10.1 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ $75\ \mu\text{m}$ sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.2.10.2 Độ bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml.

3.2.10.3 Độ bền phân tán

Sản phẩm sau khi pha loãng với nước cứng chuẩn ở nhiệt độ phòng, phải phù hợp với quy định trong Bảng 3

3.2.10.4 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.10.1; 3.2.10.2 và 3.2.10.3.

3.2.11. Thuốc bảo vệ thực vật dạng bả hạt ngũ cốc (AB), dạng bả tăng (BB), dạng bả bánh (RB) và dạng bả tấm (PB)

3.2.11.1 Ngoại quan

Sản phẩm phải nguyên vẹn, không bị vỡ.

3.2.11.2 Độ bụi

Sản phẩm không bụi

3.2.11.3 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

TCVN 8050:2016

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.2.11.1 và 3.2.11.2.

3.2.12 Thuốc bảo vệ thực vật dạng sương mù nóng (HN) và dạng sương mù lạnh (KN)

3.2.12.1 Ngoại quan

Sản phẩm phải nguyên vẹn, không rò rỉ.

3.2.12.2 Độ bọt (Chỉ yêu cầu nếu sản phẩm hòa vào nước)

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml

3.2.12.3 Độ bền dung dịch (Chỉ yêu cầu nếu sản phẩm hòa vào nước)

Sản phẩm sau khi hòa tan với nước cứng chuẩn ở nhiệt độ phòng, sau 18 h dung dịch thu được phải đồng nhất trong suốt hoặc trắng sữa, không lắng cặn.

3.2.12.4 Độ bền nhũ tương (Chỉ yêu cầu nếu sản phẩm hòa vào nước)

Sản phẩm sau khi pha loãng 5% với nước cứng chuẩn ở $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, phải phù hợp với quy định trong Bảng 2.

3.2.13 Thuốc bảo vệ thực vật thành phẩm dạng Gel bao gồm gel tan trong nước (GW)

3.2.13.1 Ngoại quan

Sản phẩm phải nguyên vẹn, không tách lớp

3.2.13.2 Độ bọt (Chỉ yêu cầu nếu sản phẩm hòa vào nước)

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 60 ml

3.2.13.3 Độ bền dung dịch (Chỉ yêu cầu nếu sản phẩm hòa vào nước)

Sản phẩm sau khi hòa tan với nước cứng chuẩn ở nhiệt độ phòng, sau 18 h dung dịch thu được phải đồng nhất trong suốt hoặc trắng sữa, không lắng cặn.

3.2.13.4 Độ bền nhũ tương (Chỉ yêu cầu nếu sản phẩm hòa vào nước hóa sữa)

Sản phẩm sau khi pha loãng 5 % với nước cứng chuẩn ở $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, phải phù hợp với quy định trong Bảng 2.

3.2.13.5 Tỷ suất lơ lửng (Chỉ yêu cầu nếu sản phẩm hòa vào nước phân tán lơ lửng)

Sản phẩm sau khi tạo huyền phù với nước cứng chuẩn ở $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 30 min, hàm lượng hoạt chất trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %.

3.2.14 Thuốc bảo vệ thực vật dạng phân tán cực thấp (SU), dạng thể tích cực thấp (UL), dạng dầu hỗn hợp các chất lỏng (OL)

3.2.14.1 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ thấp

Sau khi bảo quản ở nhiệt độ $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 ngày, thể tích chất rắn hoặc lỏng tách lớp không lớn hơn 0,3 ml.

3.2.14.2 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản.

3.2.15 Thuốc bảo vệ thực vật thành phẩm dạng khác

3.2.15.1 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản.

4 Phương pháp thử

4.1 Xác định độ mịn

4.1.1 Phương pháp thử rây khô

4.1.1.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc BVTV dạng bột dùng trực tiếp.

4.1.1.2 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1.1.2.1 Rây, cỡ lỗ 45 μm và 75 μm (hoặc kích thước theo yêu cầu), có đáy hứng và nắp đậy.

4.1.1.2.2 Chổi lông.

4.1.1.2.3 Bình hút ẩm.

4.1.1.2.4 Tủ sấy.

4.1.1.2.5 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

4.1.1.3 Chuẩn bị mẫu

TCVN 8050:2016

Nếu mẫu dễ hút ẩm, làm khô bằng cách sấy trong tủ sấy (4.1.1.2.4) đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 100 °C (có thể ở nhiệt độ thấp hơn nếu có yêu cầu hoặc tùy theo tính chất vật lý của mẫu thử). Trước khi cân mẫu, sản phẩm phải đạt được độ ẩm cân bằng trong không khí. Nếu sản phẩm có tính hút ẩm mạnh, phải được bảo quản trong bình hút ẩm (4.1.1.2.3) và tiến hành phép thử trong môi trường có độ ẩm nhỏ nhất.

4.1.1.4 Cách tiến hành

4.1.1.4.1 Loại bỏ bụi mịn ban đầu

Trong trường hợp nhà sản xuất không qui định rõ cỡ rây thì lắp rây 45 µm (4.1.1.2.1) lên trên đáy hứng. Cân khoảng 20 g mẫu thử đã chuẩn bị, chính xác đến 0,1 g vào rây và đậy nắp. Lắc tròn hệ rây, lần lượt vỗ nhẹ vào thành rây. Dừng lại 5 s cho bụi lắng xuống, mở nắp rây, dùng chổi lông (4.1.1.2.2) quét bụi bịt kín lỗ rây. Làm như vậy cho đến khi hết bụi mịn. Loại bỏ lượng bụi thu được ở đáy rây.

4.1.1.4.2 Rây đến điểm cuối

Lắp rây 75 µm (4.1.1.2.1) lên đáy rây, chuyển toàn bộ lượng mẫu còn lại trên rây 45 µm vào rây 75 µm, đậy nắp. Lắc và vỗ nhẹ vào thành rây cho đến khi lượng mẫu còn lại trên rây không đổi (không cần đẩy những hạt cứng xuống, những hạt mềm sẽ bị vỡ khi dùng chổi lông quét nhẹ). Tháo rây 75 µm ra rồi úp ngược rây lên miếng giấy đã biết trước khối lượng. Đập nhẹ thành rây lên miếng giấy, dùng chổi lông (4.1.1.2.2) quét nhẹ lên mặt rây cho bong những bụi bám vào lỗ rây. Lật rây lại, quét nhẹ trên mặt dưới của rây. Cân miếng giấy đã chứa mẫu, chính xác đến 0,1 g.

4.1.1.5 Tính kết quả

Phần mẫu còn lại trên rây, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_1}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu còn lại trên rây, tính bằng gam (g);

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g).

4.1.2 Phương pháp thử rây ướt

4.1.2.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc bảo vệ thực vật dạng: WP; WG; WT; ST; OD; SC; FS; CS; SE; EG; EP.

4.1.2.2 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1.2.2.1 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

4.1.2.2.2 Đũa thủy tinh, có đầu bịt cao su.

4.1.2.2.3 Rây, cỡ lỗ 45 và 75 μm .

4.1.2.2.4 Giấy lọc.

4.1.2.2.5 Bình hút ẩm.

4.1.2.2.6 Ống cao su, đường kính trong 10 mm.

4.1.2.2.7 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

4.1.2.2.8 Tủ sấy.

4.1.2.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 15 g mẫu, chính xác đến 0,1 g vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml (4.1.2.2.1). Thêm 100 ml nước, để yên 1 min rồi khuấy nhẹ bằng đũa thủy tinh (4.1.2.2.2) trong 30 s với tốc độ khuấy 3 r/s đến 4 r/s. Chuyển toàn bộ bột nhão lên rây (4.1.2.2.3) đã được thấm ướt, tráng cốc nhiều lần và đổ lên rây. Mẫu trên mặt rây được rửa dưới dòng nước chảy qua ống cao su (4.1.2.2.6) với lưu lượng từ 4 l/min đến 5 l/min. Điều khiển dòng nước theo vòng tròn từ thành cho đến tâm của rây, giữ khoảng cách giữa đầu ống cao su và mặt rây từ 3 cm đến 5 cm. Rửa mẫu trong 10 min. Chuyển phần mẫu còn lại trên rây lên miếng giấy lọc (4.1.2.2.4) đã biết khối lượng, để khô trong bình hút ẩm (4.1.2.2.5) và sấy trong tủ sấy (4.1.2.2.8) ở $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Cân giấy lọc chứa mẫu đã sấy khô, chính xác đến 0,1 g.

4.1.2.4 Tính kết quả

Phần mẫu còn lại trên rây, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_1}{m} \times 100$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu còn lại trên rây, tính bằng gam (g);

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g).

4.2 Xác định độ thấm ướt

4.2.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho các dạng thuốc BVTV:WP, SP, WG, WS.

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 qui định khác.

4.2.2.1 Nước cứng chuẩn

4.2.2.1.1 Dung dịch Ca^{2+} 0,04 M (dung dịch I)

Cân chính xác 4,000 g canxi cacbonat chính xác đến 0,1 g (CaCO_3 99 % khối lượng, sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 2 h trước khi dùng) , cho vào bình nón 500 ml đã chứa sẵn 10 ml nước, thêm từ từ 82 ml dung dịch axit clohydric (HCl) 1 M vào bình qua phễu nhỏ, lắc đều. Khi CaCO_3 tan hết, pha loãng dung dịch bằng 400 ml nước đun sôi để đuổi CO_2 dư. Làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 2 giọt chỉ thị đỏ methyl 0,1 % và trung hòa dung dịch bằng dung dịch amoniac (NH_4OH) 1 M. Chuyển hết dung dịch này sang bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

Cứ 1 ml dung dịch I khi pha loãng thành 1 000 ml, sẽ có độ cứng 4 mg/l tính theo CaCO_3 .

4.2.2.1.2 Dung dịch Mg^{2+} 0,04 M (dung dịch II)

Cân chính xác 1,613 g magiê oxit chính xác đến 0,1 g (MgO 99 % khối lượng, sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 2 h trước khi dùng) , cho vào bình nón 500 ml đã chứa sẵn 10 ml nước, thêm từ từ 82 ml dung dịch HCl 1 M vào bình qua phễu nhỏ, lắc đều. Khi MgO tan hết, pha loãng dung dịch bằng 400 ml nước, thêm 2 giọt chỉ thị đỏ methyl 0,1 % và trung hòa dung dịch bằng dung dịch NH_4OH 1 M. Chuyển hết dung dịch này sang bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

Cứ 1 ml dung dịch II, khi pha loãng thành 1 000 ml, sẽ có độ cứng 4 mg/l tính theo CaCO_3 .

4.2.2.1.3 Dung dịch NaHCO_3 1M (dung dịch III)

Cân chính xác 84,0 g natri hydro carbonate chính xác đến 0,1 g, vào cốc có chứa 800 ml nước cất, hòa tan và chuyển toàn bộ vào bình định mức 1000 ml và định mức tới vạch bằng nước cất.

Cứ 1 ml dung dịch III, khi pha loãng thành 1 000 ml, sẽ có độ 23 mg/l tính theo Na^+ .

4.2.2.1.4 Dung dịch Ca^{2+} 0,2 M (dung dịch IV)

Cân chính xác 20,0 g canxi cacbonat chính xác đến 0,1 g (CaCO_3 99 % khối lượng, sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 2 h trước khi dùng) cho vào cốc 1000 ml đã chứa sẵn 10 ml nước, thêm từ từ 410 ml dung dịch axit clohydric (HCl) 1 M vào bình qua phễu nhỏ, lắc đều. Khi CaCO_3 tan hết, pha loãng dung dịch bằng 400 ml nước đun sôi để đuổi CO_2 dư. Làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 2 giọt chỉ thị đỏ metyl 0,1 % và trung hòa dung dịch bằng dung dịch amoniac (NH_4OH) 1 M. Chuyển hết dung dịch này sang bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

Cứ 1 ml dung dịch IV khi pha loãng thành 1 000 ml, sẽ có độ cứng 20 mg/l tính theo CaCO_3 .

4.2.2.1.5 Dung dịch Mg^{2+} 0,2 M (dung dịch V)

Cân chính xác 8,065 g magiê oxit chính xác đến 0,1 g (MgO 99 % khối lượng, sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 2 h trước khi dùng) cho vào bình cốc 1000 ml đã chứa sẵn 10 ml nước, thêm từ từ 410 ml dung dịch HCl 1 M vào bình qua phễu nhỏ, lắc đều. Khi MgO tan hết, pha loãng dung dịch bằng 400 ml nước, thêm 2 giọt chỉ thị đỏ metyl 0,1 % và trung hòa dung dịch bằng dung dịch NH_4OH 1 M. Chuyển hết dung dịch này sang bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

Cứ 1 ml dung dịch V, khi pha loãng thành 1 000 ml, sẽ có độ cứng 20 mg/l tính theo CaCO_3 .

4.2.2.1.6 Chuẩn bị nước cứng chuẩn loại A có độ cứng 20 mg/l (tính theo canxi cacbonat), pH 5,0 đến 6,0, tỉ lệ nồng độ $\text{Ca}^{2+} : \text{Mg}^{2+} = 1:1$, chuẩn bị như sau:

Dùng buret lấy 2,5 ml dung dịch I (4.2.2.1.1) và 17 ml dung dịch II (4.2.2.1.2) vào cốc thủy tinh 1 000 ml, pha loãng đến vạch 800 ml bằng nước, điều chỉnh pH của dung dịch khoảng 5,0 đến 6,0 bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M. Chuyển hết dung dịch trên vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

4.2.2.1.7 Chuẩn bị nước cứng chuẩn loại B có độ cứng 20 mg/l (tính theo canxi cacbonat), pH 8,0 đến 9,0, tỉ lệ nồng độ $\text{Ca}^{2+} : \text{Mg}^{2+} = 4:1$, chuẩn bị như sau:

Dùng buret lấy 4 ml dung dịch I (4.2.2.1.1), 1 ml dung dịch II (4.2.2.1.2) và 2 ml dung dịch III (4.2.2.1.3) vào cốc thủy tinh 1 000 ml, pha loãng đến vạch 800 ml bằng nước, điều chỉnh pH của dung dịch khoảng 8,0 đến 8,0 bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M. Chuyển hết dung dịch trên vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

4.2.2.1.8 Chuẩn bị nước cứng chuẩn loại C có độ cứng 500 mg/l (tính theo canxi cacbonat), pH 7,0 đến 8,0, tỉ lệ nồng độ $\text{Ca}^{2+} : \text{Mg}^{2+} = 4:1$), chuẩn bị như sau:

Dùng buret lấy 100 ml dung dịch I (4.2.2.1.1) và 25 ml dung dịch II (4.2.2.1.2) vào cốc thủy tinh 1 000 ml, pha loãng đến vạch 800 ml bằng nước, điều chỉnh pH của dung dịch khoảng 7,0 đến 8,0 bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M. Chuyển hết dung dịch trên vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

TCVN 8050:2016

4.2.2.1.9 Chuẩn bị nước cứng chuẩn loại D có độ cứng 342 mg/l (tính theo canxi cacbonat), pH 6,0 đến 7,0, tỉ lệ nồng độ $Ca^{2+} : Mg^{2+} = 4:1$, chuẩn bị như sau:

Dùng buret lấy 68,5 ml dung dịch I (4.2.2.1.1) và 17 ml dung dịch II (4.2.2.1.2) vào cốc thủy tinh 1 000 ml, pha loãng đến vạch 800 ml bằng nước, điều chỉnh pH của dung dịch khoảng 6,0 đến 7,0 bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M. Chuyển hết dung dịch trên vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

4.2.2.1.10 Chuẩn bị nước cứng chuẩn loại E có độ cứng 1500 mg/l (tính theo canxi cacbonat), pH 7,0 đến 8,0, tỉ lệ nồng độ $Ca^{2+} : Mg^{2+} = 4:1$, chuẩn bị như sau:

Dùng buret lấy 60 ml dung dịch IV (4.2.2.1.4) và 15 ml dung dịch V (4.2.2.1.5) vào cốc thủy tinh 1 000 ml, pha loãng đến vạch 800 ml bằng nước, điều chỉnh pH của dung dịch khoảng 7,0 đến 8,0 bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M. Chuyển hết dung dịch trên vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

4.2.2.1.11 Chuẩn bị nước cứng chuẩn loại F có độ cứng 1500 mg/l (tính theo canxi cacbonat), pH 6,0 đến 7,0 chỉ có Ca^{2+} , chuẩn bị như sau:

Dùng buret lấy 250 ml dung dịch IV (4.2.2.1.4) vào cốc thủy tinh 1 000 ml, pha loãng đến vạch 800 ml bằng nước, điều chỉnh pH của dung dịch khoảng 6,0 đến 7,0 bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M. Chuyển hết dung dịch trên vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

4.2.2.1.12 Chuẩn bị nước cứng chuẩn loại G có độ cứng 8000 mg/l (tính theo canxi cacbonat), pH 6,0 đến 7,0 chỉ có Mg^{2+} , chuẩn bị như sau:

Dùng buret lấy 400 ml dung dịch V (4.2.2.1.5) vào cốc thủy tinh 1 000 ml, pha loãng đến vạch 800 ml bằng nước, điều chỉnh pH của dung dịch khoảng 6,0 đến 7,0 bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M. Chuyển hết dung dịch trên vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều và bảo quản trong bình polyetylen.

4.2.3 Thiết bị, dụng cụ

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

4.2.3.1 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml, đường kính $6,5 \text{ cm} \pm 0,5 \text{ cm}$, chiều cao $9,0 \text{ cm} \pm 0,5 \text{ cm}$.

4.2.3.2 Ống đong, dung tích 100 ml ở nhiệt độ $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.2.3.3 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

4.2.3.4 Cốc cân.

4.2.3.5 Đồng hồ bấm giây.

4.2.4 Cách tiến hành

Dùng ống đong (4.2.3.2) lấy 100 ml nước cứng chuẩn loại D (4.2.2.1.9) vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml (4.1.2.2.1). Cân khoảng 5 g mẫu, chính xác đến 0,1 g vào cốc cân (4.2.3.4), thao tác nhẹ nhàng để mẫu không bị nén chặt. Chuyển toàn bộ mẫu vào cốc thủy tinh (4.2.3.1) cùng một lúc ở vị trí sát miệng cốc để không làm xáo động mạnh bề mặt nước.

4.2.5 Biểu thị kết quả

Độ thấm ướt, biểu thị bằng phút, tính theo thời gian thấm ướt từ khi mẫu được chuyển hết vào cốc thủy tinh (4.1.2.2.1) cho đến khi lượng mẫu được thấm ướt hoàn toàn hoặc chỉ còn lại lớp mỏng hạt mịn trên bề mặt nước.

4.3 Xác định độ bột

4.3.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc bảo vệ thực vật pha loãng với nước trước khi sử dụng.

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 Nước cứng chuẩn C, xem 4.2.2.1.8

4.3.3 Thiết bị, dụng cụ

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

4.3.3.1 Ống đong, có nút nhám, dung tích 250 ml, chia vạch đến 1 ml (xem Hình 1).

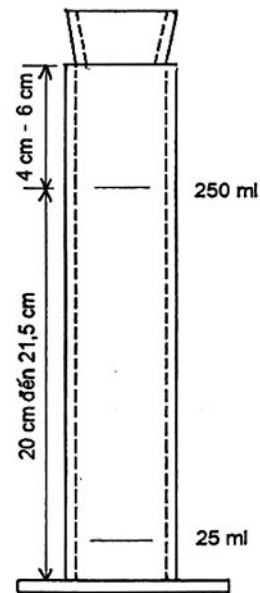
4.3.3.2 Cân, có thể cân chính xác đến 0,000 1 g.

4.3.3.3 Đồng hồ bấm giây.

4.3.4 Cách tiến hành

Cân lượng mẫu thử đủ để pha loãng với 200 ml nước cứng chuẩn C (4.2.2.1.8) theo nồng độ sử dụng, chính xác đến 0,000 1 g, vào ống đong (4.3.3.1) có chứa sẵn 180 ml nước cứng chuẩn (4.3.2.1). Thêm nước cứng chuẩn đến vạch 200 ml. Đậy nút, đảo ngược ống đong 30 lần, đặt ống đong lên bàn và lập tức bấm đồng hồ (4.3.3.3).

4.3.5 Biểu thị kết quả



Hình 1 – Ống đong có nút nhám

TCVN 8050:2016

Đọc và ghi lại thể tích bọt tạo thành sau $10 \text{ s} \pm 1 \text{ s}$; $1 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$; $3 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$ và $12 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$.

4.4 Xác định tỷ suất lơ lửng

4.4.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho các dạng thuốc BVTV:WP, WG (WDG, DF), SC, CS.

4.4.2 Nguyên tắc

Xác định nồng độ hoạt chất lơ lửng trong cột huyền phù mẫu thử có chiều cao xác định và so sánh với nồng độ hoạt chất trong toàn bộ cột huyền phù mẫu thử đó sau một khoảng thời gian xác định, ở nhiệt độ xác định.

4.4.3 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 qui định khác.

4.4.3.1 Nước cứng chuẩn D, xem 4.2.2.1.9.

4.4.4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.4.4.1 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

4.4.4.2 Ống đong, có nút nhám, dung tích 250 ml, chia độ đến 1 ml, khoảng cách giữa vạch 0 và vạch 250 ml từ 20 cm đến 21,5 cm (xem Hình 1).

4.4.4.3 Ống hút thủy tinh, dài 40 cm, đường kính trong 5 mm, một đầu nhọn có đường kính trong 2 mm đến 3 mm, đầu còn lại nối với nguồn hút.

4.4.4.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,000 1 g.

4.4.4.5 Bể ổn nhiệt, điều chỉnh được nhiệt độ trong khoảng $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.4.5 Cách tiến hành

Cân lượng mẫu thử đủ để pha 250 ml dung dịch huyền phù có nồng độ tương ứng với nồng độ sử dụng, chính xác đến 0,000 1 g, vào cốc thủy tinh (4.4.4.1) đã chứa sẵn 50 ml nước cứng chuẩn D (4.4.3.1) ở nhiệt độ $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, khuấy trong 2 min với tốc độ 2 r/s. Chuyển hết dung dịch huyền phù vào ống đong (4.4.4.2). Thêm nước cứng chuẩn D (4.4.3.1) ở nhiệt độ $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ đến vạch. Đậy nút, đảo ngược ống đong 30 lần sau đó đặt ống đong vào bể ổn nhiệt (4.4.4.5) ở $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, tránh rung và tránh ánh nắng mặt trời trực tiếp chiếu vào. Sau 30 min, dùng ống hút (4.4.4.3) để hút 9/10 thể tích (khoảng 225 ml) dung

dịch phía trên bằng ống hút trong 10 s đến 15 s, chú ý để ống hút sao cho đầu ống hút luôn luôn nhúng dưới mặt chất lỏng vài milimet, tránh động tới lớp dưới ống đong. Lượng hoạt chất trong 1/10 thể tích (khoảng 25 ml) còn lại dưới đáy ống đong được xác định theo phương pháp riêng đối với từng loại thuốc.

4.4.6 Tính kết quả

Tỷ suất lơ lửng của mẫu thử, X , biểu thị bằng phần trăm (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{10}{9} \times \frac{m_1 - m_0}{m_1} \times 100$$

trong đó:

m_0 là khối lượng hoạt chất trong 25 ml thể tích chất lỏng còn lại trong ống đong, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng hoạt chất trong toàn bộ ống đong, tính bằng gam (g), như sau:

$$m_1 = \frac{a \times m}{100}$$

trong đó:

a là hàm lượng hoạt chất của sản phẩm đã xác định được, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

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

4.5 Xác định độ phân tán

4.5.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc bảo vệ thực vật dạng: WG (WDG, DF)

4.5.2 Thiết bị, dụng cụ

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

4.5.2.1 Cốc thủy tinh, dung tích 1 000 ml, đường kính 102 mm ± 2 mm (dạng thấp).

4.5.2.2 Ống hút thủy tinh, dài 40 cm, đường kính trong 5 mm, một đầu nhọn có đường kính trong từ 2 mm đến 3 mm, đầu còn lại nối với nguồn hút.

4.5.2.3 Máy khuấy từ, có thể điều chỉnh tốc độ.

4.5.2.4 Thiết bị làm bay hơi nước.

4.5.2.5 Đồng hồ bấm giây.

4.5.2.6 Tủ sấy, có rơle nhiệt.

TCVN 8050:2016

4.5.2.7 Cân, có thể cân chính xác đến 0,01 g.

4.5.3 Cách tiến hành

Cho 900 ml nước cứng chuẩn D (4.2.2.1.9) ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào cốc (4.5.2.1), dùng máy khuấy từ (4.5.2.3) để khuấy nước với tốc độ 300 r/min, thêm 9 g mẫu thử vào nước đang khuấy, tiếp tục khuấy trong 1 min. Tắt máy khuấy, để yên dung dịch huyền phù trong 1 min. Hút 9/10 thể tích (khoảng 810 ml) dung dịch huyền phù phía trên ra khỏi cốc bằng ống hút (4.5.2.2) sao cho đầu ống hút nhúng dưới mặt chất lỏng và tránh khuấy động đến lớp chất lỏng phía dưới. Dùng thiết bị làm bay hơi nước (4.5.2.4) để làm bay hơi 90 ml dung dịch huyền phù còn lại trong cốc và sấy khô trong tủ sấy (4.5.2.6) ở $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ cho đến khối lượng không đổi.

4.5.4 Tính kết quả

Độ phân tán của mẫu thử, X, biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{10}{9} \times \frac{m - m_0}{m} \times 100$$

Trong đó:

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

m_0 là khối lượng mẫu còn lại sau khi sấy khô 90 ml dung dịch đáy, tính bằng gam (g).

4.6 Xác định khối lượng riêng

4.6.1 Phương pháp dùng bình đo tỉ trọng

4.6.1.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng, dạng huyền phù và dạng rắn.

4.6.1.2 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 qui định khác.

4.6.1.2.1 Dung dịch khử bọt, 1 % khối lượng trên thể tích, ví dụ: loại "Sicolapse 5000".

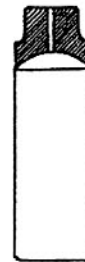
4.6.1.3 Thiết bị, dụng cụ

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

4.6.1.3.1 Bình đo tỉ trọng thủy tinh, có nút nhám, có ống mào quản ở giữa, có nắp đậy (đối với chất lỏng dễ bay hơi), dung tích 5 ml; 10 ml; 25 ml; 50 ml và 100 ml (xem Hình 2).



a) Bình đo tỉ trọng nút nhám có mao quản



b) Bình đo tỉ trọng miệng rộng

Hình 2 – Ví dụ về bình đo tỉ trọng

4.6.1.3.2 Dụng cụ đo nhiệt độ, chia độ đến $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.6.1.3.3 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

4.6.1.3.4 Bể ổn nhiệt.

4.6.1.3.5 Cân, có thể cân chính xác đến $0,1\text{ g}$.

4.6.1.4 Cách tiến hành

4.6.1.4.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Đổ đầy mẫu thử (được giữ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$) vào bình đo tỉ trọng (4.6.1.3.1) sạch và khô đã biết trước khối lượng bao gồm nút, đặt vào bể ổn nhiệt (4.6.1.3.4) ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến $0,1\text{ g}$.

Xác định khối lượng của nước trong bình đo tỉ trọng ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ như xác định khối lượng mẫu thử, nhưng thay bằng nước đun sôi để nguội.

4.6.1.4.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù

Đổ khoảng 20 ml mẫu thử (được giữ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$) vào bình đo tỉ trọng (4.6.1.3.1) sạch và khô đã biết trước khối lượng cả nút, đặt vào bể ổn nhiệt (4.6.1.3.4) ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến $0,1\text{ g}$.

Thêm khoảng 20 ml dung dịch khử bọt (4.6.1.2.1) (được giữ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$), trộn bằng cách xoay nhẹ bình. Sau đó thêm dung dịch khử bọt đến đầy bình đo tỉ trọng và đặt vào bể ổn nhiệt (4.6.1.3.4) ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến $0,1\text{ g}$.

4.6.1.4.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn không hòa tan trong nước nhưng thấm ướt bằng nước

TCVN 8050:2016

Đổ một lượng mẫu thử vào bình đo tỉ trọng (4.6.1.3.1) sạch và khô đã biết trước khối lượng cả nút, sao cho mẫu thử chiếm thể tích khoảng 1,5 ml. Đặt bình đo tỉ trọng vào bể ổn nhiệt (4.6.1.3.4) ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến 0,1 g.

Thêm một lượng nước đun sôi để nguội đến nửa bình và khử hết bọt khí, tiếp tục thêm nước đun sôi để nguội cho đến đầy bình, đặt bình vào bể ổn nhiệt ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 min (chú ý nhúng ngập đến cổ bình). Lấy bình đo tỉ trọng ra, đậy nút, lau khô bình và cân, chính xác đến 0,1 g.

4.6.1.4.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn hòa tan trong nước nhưng không thấm ướt bằng nước

Tiến hành tương tự 4.6.1.4.3, sử dụng chất lỏng không hòa tan mẫu nhưng thấm ướt mẫu.

4.6.1.5 Tính kết quả

4.6.1.5.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Khối lượng riêng của mẫu thử ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = d_{20}^* \times \frac{m_2 - m_0}{m_n}$$

Trong đó:

d_{20}^* là khối lượng riêng của nước ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng gam trên mililit (g/ml) ($d_{20}^* = 0,9982\text{ g/ml}$);

m_0 là khối lượng của bình đo tỉ trọng ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của bình đo tỉ trọng chứa mẫu thử ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng gam (g);

m_n là khối lượng của nước chứa trong bình đo tỉ trọng ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng gam (g), như sau:

$$m_n = m_1 - m_0$$

Trong đó m_1 là khối lượng của bình đo tỉ trọng chứa nước ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng gam (g).

4.6.1.5.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù

Khối lượng riêng của mẫu thử ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = \frac{m_2 - m_0}{\frac{m_n}{d_{20}^a} - \frac{m_3 - m_2}{d_{20}^b}}$$

Trong đó:

m_3 là khối lượng của bình đo tỉ trọng có chứa mẫu thử và dung dịch khử bọt ở 20 °C, tính bằng gam (g);

d_{20}^b là khối lượng riêng của dung dịch khử bọt ở 20 °C, tính bằng gam trên mililit (g/ml);

m_n, m_0, m_2 và d_{20}^s xem 4.6.1.5.1.

4.6.1.5.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn không hòa tan trong nước nhưng thấm ướt bằng nước

Khối lượng riêng của mẫu thử ở 20 °C, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = d_{20}^s \times \frac{m_2 - m_0}{m_n - (m_4 - m_2)}$$

Trong đó:

m_4 là khối lượng của bình đo tỉ trọng chứa mẫu thử và nước ở 20 °C, tính bằng gam (g);

m_n, m_0, m_2 và d_{20}^s xem 4.6.1.5.1.

4.6.1.5.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn hòa tan trong nước nhưng không thấm ướt bằng nước

Khối lượng riêng của mẫu thử ở 20 °C, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = \frac{m_2 - m_0}{\frac{m_n}{d_{20}^s} - \frac{m_5 - m_2}{d_{20}^s}}$$

Trong đó:

m_5 là khối lượng của bình đo tỉ trọng chứa mẫu thử và chất lỏng không hoà tan mẫu, tính bằng gam (g);

d_{20}^s là khối lượng riêng của chất lỏng không hoà tan mẫu ở 20 °C, tính bằng gam trên mililit (g/ml);

m_n, m_0, m_2 và d_{20}^s xem 4.6.1.5.1.

4.6.2 Phương pháp dùng ống đo tỉ trọng

4.6.2.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng và dạng huyền phù.

4.6.2.2 Thiết bị, dụng cụ

TCVN 8050:2016

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

4.6.2.2.1 Ống đo tỉ trọng, chia độ đến 0,001 g/ml (loại I) hay 0,0005 g/ml (loại II).

4.6.2.2.2 Bình thủy tinh hình trụ, không màu, dung tích từ 100 ml đến 1 000 ml, có đường kính lớn hơn đường kính lớn nhất của ống đo tỉ trọng (4.6.2.2.1) ít nhất 25 mm, có chiều cao đủ để ống đo tỉ trọng có thể nổi trong chất lỏng và đáy của ống đo tỉ trọng phải cách đáy của bình ít nhất là 25 mm.

4.6.2.2.3 Dụng cụ đo nhiệt độ, có thể đo được trong dải nhiệt độ từ 0 °C đến 100 °C, chia vạch 0,2 °C.

4.6.2.2.4 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

4.6.2.2.5 Bể ổn nhiệt.

4.6.2.2.6 Cân, có thể cân chính xác đến 0,01 g.

4.6.2.2.7 Pipet.

4.6.2.3 Cách tiến hành

4.6.2.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Cho mẫu thử vào bình thủy tinh hình trụ (4.6.2.2.2) đến cách miệng bình 4 cm, đặt vào bể ổn nhiệt (4.6.2.2.5) ở nhiệt độ $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ trong ít nhất 20 min, dùng dụng cụ đo nhiệt độ (4.6.2.2.3) vừa khuấy vừa đo nhiệt độ của chất lỏng. Khi nhiệt độ của chất lỏng đạt $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$, thả nhẹ ống đo tỉ trọng (4.6.2.2.1) vào bình sao cho không chạm đáy và thành bình (khoảng cách của ống đo tỉ trọng và đáy bình không được nhỏ hơn 3 cm). Sau 3 min đến 4 min, đọc khối lượng riêng của mẫu trên vạch ống đo tỉ trọng.

4.6.2.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù

Cân 100 g nước đun sôi để nguội, chính xác đến 0,01 g vào cốc thủy tinh 250 ml (4.6.2.2.4). Giữ cốc trên cân (4.6.2.2.6), thêm mẫu từ từ đến 100 g. Trộn đều bằng cách rót đi rót lại sang một cốc thủy tinh khác cho đến đồng nhất, thu được dung dịch A. Đặt dung dịch A vào bể ổn nhiệt (4.6.2.2.5) trong 15 min ở nhiệt độ $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$, dùng pipet (4.6.2.2.7) để khử bọt khí trên bề mặt dung dịch. Xác định khối lượng riêng của dung dịch A theo 4.6.2.3.1.

4.6.2.4 Biểu thị và tính kết quả

4.6.2.4.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Khối lượng riêng của mẫu thử ứng với vạch chia của ống đo tỉ trọng theo điểm dưới của mặt cầu lõm đối với chất lỏng trong suốt, sáng màu và giới hạn trên của mặt cầu lõm đối với chất lỏng hơi đục và sẫm màu.

Kết quả đo là trung bình của hai lần đo liên tiếp. Sự chênh lệch của hai lần đo không lớn hơn 0,001 g/ml đối với ống đo tỉ trọng loại I và 0,0005 g/ml đối với ống đo tỉ trọng loại II.

4.6.2.4.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù

Khối lượng riêng của mẫu thử ở 20°C, d_{20} , biểu thị bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức:

$$d_{20} = \frac{d_{20}^a}{2 - d_{20}^a}$$

Trong đó d_{20}^a là khối lượng riêng của dung dịch A ở 20 °C, tính bằng gam trên mililit (g/ml).

4.7 Xác định hàm lượng nước

4.7.1 Phương pháp Dean-Stark (phương pháp chưng cất đẳng sôi)

Xem TCVN 2744.

4.7.2 Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer

4.7.2.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho tất cả các dạng thuốc bảo vệ thực vật.

4.7.2.2 Nguyên tắc

Mẫu thử được phân tán trong metanol (4.7.2.3.1) và chuẩn độ bằng dung dịch Karl Fischer (4.7.2.3.2).

4.7.2.3 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 qui định khác.

4.7.2.3.1 Metanol khan, có hàm lượng nước không lớn hơn 0,03 % khối lượng.

4.7.2.3.2 Dung dịch Karl Fischer (KF).

4.7.2.4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.7.2.4.1 Pipet, dung tích 20 ml.

4.7.2.4.2 Xyranh lấy mẫu, dung tích 1 ml.

TCVN 8050:2016

4.7.2.4.3 Thiết bị chuẩn độ Karl Fischer, được trang bị điện cực platin kép.

4.7.2.4.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,000 1 g.

4.7.2.4.5 Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml.

4.7.2.5 Cách tiến hành

4.7.2.5.1 Xác định đương lượng nước của thuốc thử Karl Fischer

Dùng pipet (4.7.2.4.1) thêm chính xác 20 ml metanol (4.7.2.3.1) vào bình phản ứng của thiết bị chuẩn độ Karl Fischer (4.7.2.4.3). Dùng xyranh (4.7.2.4.2) để lấy một thể tích nước tương đương với khoảng 0,05 g, cân chính xác đến 0,000 1 g cho vào bình phản ứng, chuẩn độ bằng dung dịch KF (4.7.2.3.2) đến điểm tương đương. Thực hiện chuẩn độ với 3 lần lặp lại.

4.7.2.5.2 Xác định hàm lượng nước của mẫu thử

4.7.2.5.2.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Dùng pipet (4.7.2.4.1) thêm chính xác 20 ml metanol (4.7.2.3.1) vào bình phản ứng của thiết bị chuẩn độ Karl Fischer (4.7.2.4.3). Dùng xyranh (4.7.2.4.2) để lấy một thể tích mẫu thử, cân chính xác đến 0,000 1 g cho vào bình phản ứng, khuấy trong 1 min và chuẩn độ bằng dung dịch KF (4.7.2.3.2) đến điểm tương đương. Thực hiện chuẩn độ với 3 lần lặp lại.

4.7.2.5.2.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn

Cân một lượng mẫu thử, chính xác đến 0,000 1 g, hòa tan (hoặc tách thành phần nước của mẫu) vào cốc thủy tinh (4.7.2.4.5) (đã biết trước khối lượng) bằng dung môi thích hợp, thu được dung dịch A. Cân cốc chứa dung dịch A, chính xác đến 0,000 1 g.

Dùng xyranh (4.7.2.4.2) để lấy một thể tích dung dịch A, cân chính xác đến 0,000 1 g cho vào bình phản ứng của thiết bị chuẩn độ Karl Fischer (4.7.2.4.3), khuấy trong 1 min và chuẩn độ bằng dung dịch KF (4.7.2.3.2) đến điểm tương đương. Thực hiện chuẩn độ với 3 lần lặp lại.

CHÚ THÍCH: Khối lượng mẫu thử để xác định hàm lượng nước bằng phương pháp chuẩn độ Karl Fischer, tham khảo Bảng 4.

Bảng 4 – Khối lượng mẫu thử được lấy để xác định hàm lượng nước

Hàm lượng nước dự kiến, % khối lượng	Lượng cân mẫu, g
0,0001 đến 0,001	10 đến 5
0,001 đến 0,01	5 đến 1
0,01 đến 0,1	1 đến 0,1

0,1 đến 1	0,1 đến 0,05
1 đến 10	0,05 đến 0,01
10 đến 50	0,01 đến 0,001

Bảng 4- kết thúc

4.7.2.6 Tính kết quả

4.7.2.6.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng

Hàm lượng nước trong mẫu thử dạng lỏng, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{V_1 \times E}{m} \times 100$$

Trong đó:

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

V_1 là thể tích dung dịch KF dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

E là đương lượng nước của thuốc thử Karl Fischer, tính bằng gam nước trên mililit dung dịch KF (g/ml), như sau:

$$E = \frac{m_0}{V_0}$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng nước cho vào bình phản ứng (xem 4.7.2.5.1), tính bằng gam (g);

V_0 là thể tích dung dịch KF đã dùng để chuẩn độ dung dịch metanol trong nước (xem 4.7.2.5.1), tính bằng mililit (ml).

4.7.2.6.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng rắn

Hàm lượng nước trong mẫu thử dạng rắn, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_2 \times (V_3 - V_0) \times E}{m \times m_3} \times 100$$

Trong đó:

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

m_2 là khối lượng dung dịch A, tính bằng gam (g);

TCVN 8050:2016

m_3 là khối lượng phần dung dịch A đưa vào bình phản ứng, tính bằng gam (g);

V_3 là thể tích dung dịch KF dùng để chuẩn độ phần dung dịch A trong bình phản ứng, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch KF dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

E là đương lượng nước của thuốc thử Karl Fischer, tính bằng gam nước trên mililit dung dịch KF (g/ml).

4.8 Xác định độ hòa tan và độ bền dung dịch

4.8.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này để xác định độ hòa tan và độ bền dung dịch của thuốc bảo vệ thực vật dạng SG, SP, ST

4.8.2 Nguyên tắc

Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt hòa tan trong nước được hòa tan bằng nước cứng chuẩn trong ống 250 ml sau 15 lần lắc và để đứng yên 5 min, lượng cặn còn lại trên rây 0.75 μm được xác định. Độ bền dung dịch xác định được sau khi kiểm tra dung dịch lọc sau 18 h và dung dịch lọc lại được chuyển qua rây 0.75 μm

4.8.3 Dụng cụ, thiết bị

4.8.3.1 Rây 75 μm , đường kính 76 mm

4.8.3.2 Ống đong thủy tinh 250 ml, có nhám, chia vạch

4.8.3.3 Cốc thủy tinh, 500 ml

4.8.4 Cách tiến hành

4.8.4.1 Chuẩn bị dung dịch

Cho nước cứng chuẩn vào hai phần ba ống đong 250 ml, thêm mẫu (theo liều lượng sử dụng) vào ống đong, làm đầy đến vạch bằng nước cứng chuẩn, đậy nắp lắc 15 lần lộn ngược 180°.

4.8.4.2 Xác định độ hòa tan

Sau 5 min, chuyển toàn bộ dung dịch trong ống 250 ml qua rây 75 μm (a, g), thu dung dịch vào cốc 500 ml, tráng rửa 5 lần, mỗi lần 20 ml nước cứng chuẩn, loại bỏ nước trên rây, kiểm tra các hạt cặn trên rây, nếu xuất hiện các hạt cặn thì sấy rây ở 60 °C đến khối lượng không đổi (b, g)

Độ hòa tan X_1 , %, được xác định sau 5 min theo công thức:

$$X_1(\%) = \frac{(b-a)x100}{w}$$

Trong đó:

b là khối lượng rây sau khi sấy, tính bằng g;

a là khối lượng rây ban đầu, tính bằng g;

w là khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

4.8.4.3 Xác định độ bền dung dịch

Sau khi để yên 18 h, kiểm tra sự lắng cặn của dung dịch lọc trong cốc 500 ml, nếu xuất hiện chất không tan, chuyển toàn bộ dung dịch trong cốc 500 ml từ 4.8.4.2 lên rây 75 μm (*a'*, g), tráng rửa bằng 100 ml nước cất, kiểm tra tinh thể trên bề mặt, nếu xuất hiện tinh thể thì sấy rây ở 60 °C đến khối lượng không đổi (*b'*, g)

Độ bền dung dịch X_2 , %, được xác định sau 18 h theo công thức:

$$X_2(\%) = \frac{(b'-a')x100}{w}$$

Trong đó:

b' là khối lượng rây sau khi sấy, tính bằng g;

a' là khối lượng rây ban đầu, tính bằng g;

w là khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

4.9 Xác định độ bền ở nhiệt độ cao

4.9.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho tất cả các loại thuốc bảo vệ thực vật thành phẩm.

4.9.2 Nguyên tắc

Mẫu được đựng trong lọ thủy tinh với nắp đậy bằng polyethylene được giữ trong tủ bảo ôn ở một nhiệt độ xác định trong khoảng thời gian yêu cầu

4.9.3 Dụng cụ, thiết bị

4.9.3.1 Lọ thủy tinh, 100 đến 125 ml có nắp đậy polyethylene

4.9.3.2 Lò điều nhiệt, độ chính xác ± 2 °C

4.9.4 Cách tiến hành

Lấy khoảng 50 ml mẫu lỏng hoặc 20 g mẫu rắn vào lọ thủy tinh, vận chuyển nắp đậy polyethylene cho kín. Giữ trong lò điều nhiệt ở nhiệt độ và thời gian như trong Bảng 5. Chuyển mẫu ra ngoài để ổn định ở nhiệt độ phòng. Giữ mẫu cẩn thận để kiểm tra các chỉ tiêu yêu cầu.

Bảng 5 – Nhiệt độ và thời gian xác định độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Nhiệt độ (°C)	Thời gian (ngày)
54 ± 2	14
50 ± 2	28
45 ± 2	42
40 ± 2	56
35 ± 2	84
30 ± 2	126

4.10 Xác định độ tự phân tán

4.10.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho thuốc bảo vệ thực vật dạng: SC và CS.

4.10.2 Nguyên tắc

Xác định độ tự phân tán của mẫu thử trong dung dịch huyền phù khi đưa mẫu vào ống đong 250 ml với một lần đảo ngược và thời gian để lắng là 5 min.

4.10.3 Thuốc thử

4.10.3.1 Nước cứng chuẩn C, xem 4.2.2.1.8

4.10.3.2 Chất kết bông (chỉ sử dụng khi tiến hành phương pháp trọng lượng hoặc chiết dung môi).

Dung dịch Magnafloc R140 0,1 % hoặc tương đương.

4.10.4 Dụng cụ

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

4.10.4.1 Bể ổn nhiệt, điều chỉnh được nhiệt độ trong khoảng 30 °C ± 1 °C.

4.10.4.2 Ống đong, có nút, dung tích 250 ml, chia độ đến 1 ml (Hình 1).

4.10.4.3 Cốc cân thủy tinh, dung tích 20 ml.

4.10.4.4 Ống hút thủy tinh, dài 40 cm, đường kính trong 5 mm, một đầu nhọn có đường kính trong từ 2 mm đến 3 mm có 1 đầu được nối với nguồn hút chân không.

4.10.4.5 Dụng cụ chiết (chỉ sử dụng khi tiến hành phương pháp trọng lượng hoặc chiết dung môi).

4.10.4.6 Máy ly tâm, có tốc độ 3000 r/min và ống chứa dung tích 50 ml.

4.10.4.7 Phễu lọc Bucher hoặc phễu lọc xốp, có kích thước lỗ 10 µm đến 16 µm.

4.10.5 Cách tiến hành

Rót 237,5 ml nước cứng (4.10.3.1) vào ống đong (4.10.4.2) đã được đặt cân bằng, chuyển lượng mẫu thử (đủ để pha 250 ml dung dịch huyền phù có nồng độ tương ứng với nồng độ sử dụng) từ 1 cốc cân (4.10.4.3) cách miệng ống đong (4.10.4.2) 1 cm trong thời gian 15 s. Sau đó, đẩy nút và đảo ngược ống đong 1 lần (dùng tay đảo ngược ống đong 180° rồi quay lại trong 2 s sao cho dung dịch không phụt ra ngoài). Đặt ống đong theo chiều thẳng đứng, tránh rung và nguồn nhiệt trực tiếp trong 5 min ± 10 s. Mở nút và dùng ống hút (4.10.4.4) hút 225 ml dung dịch huyền phù ra khỏi ống đong sao cho đầu nhọn của ống hút (4.10.4.4) luôn nằm trong dung dịch huyền phù 2 milimet, tránh động tới 25 ml thể tích dung dịch đáy.

Thể tích huyền phù còn lại là 25 ml ± 1 ml phải được phân tích bằng một trong những cách sau:

- *Phương pháp hóa học* là phương pháp dùng để xác định lượng hoạt chất. Trong trường hợp có 2 hoạt chất trở lên thì đây là phương pháp duy nhất được áp dụng.
- *Phương pháp trọng lượng* là phương pháp tách chất rắn (có thể dùng ly tâm hoặc lọc), sau đó làm khô và cân.
- *Phương pháp chiết dung môi* là phương pháp dùng để tách chất rắn trong trường hợp lượng chất rắn trong dung dịch huyền phù quá ít và cỡ hạt quá nhỏ, phải dùng dung môi phù hợp để chiết, sau đó cho bay hơi để làm khô và cân lượng cặn.

CHÚ THÍCH: Làm đồng thời với 2 lượng cân mẫu thử. Đồng nhất mẫu bằng cách khuấy nhẹ. Trước khi tiến hành phép thử nước cứng, ống đong và mẫu phải được đưa về nhiệt độ phòng.

4.10.6 Tính kết quả

Độ tự động phân tán, Z, biểu thị bằng phần trăm (%) được tính theo công thức:

$$Z = \frac{1,11 \times (C - Q)}{C} \times 100$$

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);

TCVN 8050:2016

Q là khối lượng mẫu trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g);

C là khối lượng hoạt chất trong toàn ống đong, tính bằng gam (g);

$$C = \frac{A \times B}{100}$$

A là hàm lượng của hoạt chất 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).

4.11 Xác định độ axit, độ kiềm

Thực hiện theo TCVN 2739:1986.

4.12 Xác định pH

Thực hiện theo TCVN 4543:1988.

4.13 Xác định kích thước hạt

Thực hiện theo TCVN 2743:1978.

4.14 Xác định độ chảy, độ bám dính

Thực hiện theo TCVN 10157:2013.

4.15 Xác định độ hao hụt khi làm khô

Thực hiện theo TCVN 10160:2013.

4.16 Xác định độ bền nhũ tương, độ bền bảo quản ở nhiệt độ thấp

Thực hiện theo TCVN 8382:2010.

4.17 Xác định độ bụi, độ bền phân tán

Thực hiện theo TCVN 8750:2014.

4.18 Xác định độ bền pha loãng

Thực hiện theo TCVN 9476:2012.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] CIPAC hand book, volumn F, 1995
 - [2] CIPAC hand book, volumn H, 1998
 - [3] CIPAC hand book, volumn J, 2000
 - [4] Manual on development and use of FAO and WHO specifications for pesticides, First Edition 20010
 - [5] The pesticide Manual, Sixteethi Edition, 2013
 - [6] Chemiscals Regulation Directorate, Data requirements handbook, version 2.2, June 2012.
-