

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8386 : 2010

Xuất bản



Add: 8 Hoang Quoc Viet, Cau Giay, HN

Tel: (84-4) 37564268 - Fax: (84-4) 38361556

Website: [www.tcvninfo.org.vn](http://www.tcvninfo.org.vn)

**This copy has been made by Information  
Center for Standards, Metrology and Quality**

**THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT  
CHỨA HOẠT CHẤT FLUSILAZOLE –  
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Pesticides containing flusilazole –  
Technical requirements and test methods*

HÀ NỘI – 2010

**Lời nói đầu**

TCVN 8386 : 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 flusilazole – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

*Pesticides containing flusilazole –  
Technical requirements and test methods*



Add: 8 Hoang Quoc Viet, Cau Glay, HN  
Tel: (84-4) 37564268 - Fax: (84-4) 38361556  
Website: [www.tcvninfo.org.vn](http://www.tcvninfo.org.vn)

**This copy has been made by Information  
Center for Standards, Metrology and Quality**

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với flusilazole kỹ thuật và các sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV) có chứa hoạt chất flusilazole (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 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*

### 3 Yêu cầu kỹ thuật

#### 3.1 Yêu cầu cảm quan

Yêu cầu về cảm quan của flusilazole 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
Flusilazole kỹ thuật	Sản phẩm không màu hoặc màu trắng	Sản phẩm có dạng bột kết tinh
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa flusilazole	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, không lắng cặn, tạo nhũ tương khi hoà vào nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa flusilazole	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi, khi hòa vào nước có thể phân tán đều trong nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng sữa dầu trong nước có chứa flusilazole	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm ở dạng lỏng không đồng nhất, gồm dung dịch TBVTV trong dung môi hữu cơ, được phân tán thành giọt nhỏ khi pha với nước.

### 3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

Hàm lượng flusilazole (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) 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 flusilazole trong flusilazole kỹ thuật và các dạng sản phẩm**

Hàm lượng hoạt chất công bố (ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ )		Mức sai lệch cho phép
%	g/kg	
Đến 2,5	Đến 25	$\pm 15\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (EC, SC, SL...) hoặc $\pm 25\%$ 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	$\pm 25\text{ g/kg}$

### 3.3 Yêu cầu về tính chất lý - hoá

#### 3.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa flusilazole

##### 3.3.1.1 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 3.

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

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ tự nhũ ban đầu (30 s)	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 0,5 h: – thể tích lớp kem, không lớn hơn – thể tích lớp dầu, không lớn hơn	5 ml 0 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	6 ml 0 ml
Độ tái nhũ sau khi pha mẫu 24 h <sup>a)</sup>	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương cuối cùng sau khi pha mẫu 24,5 h <sup>a)</sup> – thể tích lớp kem, không lớn hơn – thể tích lớp dầu, không lớn hơn	5 ml 0 ml

<sup>a)</sup> Chỉ xác định khi có nghi ngờ kết quả xác định độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h.

**3.3.1.2 Độ bền bảo quản****3.3.1.2.1 Độ bền ở 0 °C**

Thể tích chất rắn và/hoặc chất lỏng tách lớp sau khi bảo quản ở nhiệt độ 0 °C ± 1 °C trong 7 ngày: không lớn hơn 0,3 ml.

**3.3.1.2.2 Độ bền ở nhiệt độ cao**

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ 54 °C ± 2 °C trong 14 ngày không nhỏ hơn 97 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.1.1.

**3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa flusilazole****3.3.2.1 Tỷ suất lơ lửng**

Sau khi tạo huyền phù của sản phẩm trong nước cứng chuẩn ở 30 °C ± 2 °C trong 30 min, hàm lượng flusilazole trong dung dịch huyền phù: không nhỏ hơn 70 %.

**3.3.2.2 Độ mịn**

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

## TCVN 8386 : 2010

### 3.3.2.3 Độ thấm ướt

Sản phẩm phải thấm ướt hoàn toàn trong 10 s mà không cần khuấy trộn.

### 3.3.2.4 Độ tạo bọt

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

### 3.3.2.5 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 sau khi bảo quản phải phù hợp với yêu cầu trong 3.3.2.1; 3.3.2.2; 3.3.2.3.

## 3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng sữa dầu trong nước có chứa flusilazole

### 3.3.3.1 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 4.

**Bảng 4 – Độ bền nhũ tương của thuốc bảo vệ thực vật dạng sữa dầu trong nước có chứa flusilazole**

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ tự nhũ ban đầu (30 s)	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 0,5 h: – thể tích lớp kem, không lớn hơn	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	1 ml 0 ml
Độ tái nhũ sau khi pha mẫu 24 h <sup>a)</sup>	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương cuối cùng sau khi pha mẫu 24,5 h <sup>a)</sup> – thể tích lớp kem, không lớn hơn – thể tích lớp dầu, không lớn hơn	1 ml 0 ml

<sup>a)</sup> Chỉ xác định khi có nghi ngờ kết quả xác định độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h.

### 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 1 %.



### 3.3.3.3 Độ tạo bọt

Thể tích bọt tạo thành sau 1 min: không lớn hơn 3 ml.

### 3.3.3.4 Độ bền bảo quản

#### 3.3.3.4.1 Độ bền ở 0 °C

Thể tích chất rắn và/hoặc chất lỏng tách lớp sau khi bảo quản ở nhiệt độ  $0\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  trong 7 ngày: không lớn hơn 0,3 ml.

#### 3.3.3.4.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ  $54\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  trong 14 ngày không nhỏ hơn 97 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.3.1 và 3.3.3.2.

## 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 flusilazole được xác định bằng sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID). Dùng benzophenon (BZP) làm chất nội chuẩn.

#### 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 flusilazole, đã biết hàm lượng.

##### 4.2.2.2 Chất nội chuẩn BZP, 99 %.

##### 4.2.2.3 Axeton.

##### 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.

## TCVN 8386 : 2010

### 4.2.2.7 Dung dịch nội chuẩn, nồng độ 12,0 mg/ml

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân 1,20 g chất nội chuẩn BZP (4.2.2.2) chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà 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 0,012 g chất chuẩn flusilazole (4.2.2.1), 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), hoà 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 thông thường của phòng thử nghiệm và cụ thể như sau:

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

4.2.3.2 Pipet, dung tích 1; 5 ml.

4.2.3.3 Xyranh bơm mẫu, dung tích 10  $\mu$ l, chia vạch đến 1  $\mu$ l.

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

4.2.3.5 Màng lọc, có cỡ lỗ 0,45  $\mu$ m.

4.2.3.6 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 ZB-50, có chiều dài 30 m, đường kính 0,53 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25  $\mu$ m hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay;
- máy tích phân hoặc máy vi tính.

## 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 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 0,012 g hoạt chất flusilazole, 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), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton(4.2.2.3). Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45  $\mu\text{m}$  (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

**4.2.4.3 Điều kiện phân tích**

– chương trình nhiệt độ cột:

nhiệt độ đầu:	150 °C
nhiệt độ cuối:	265 °C
tốc độ tăng nhiệt độ:	15 °C/min
thời gian giữ nhiệt độ đầu:	0,5 min
thời gian giữ nhiệt độ cuối:	4 min

- nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250 °C
- nhiệt độ detector: 300 °C
- khí mang nitơ: 1,8 ml/min
- khí hydro: 40 ml/min
- khí nén: 300 ml/min
- khí nitơ bổ trợ cho detector 30 ml/min
- thể tích bơm mẫu: 1  $\mu\text{l}$
- tỷ lệ chia dòng: 20 : 1.

**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 (4.2.5.2), lặp lại 2 lần (tỷ 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 flusilazole 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 tỷ suất lơ lửng

Xác định tỷ suất lơ lửng theo TCVN 8050 : 2009, trong đó khối lượng hoạt chất flusilazole ( $q$ ) trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong được xác định theo (4.2) và bổ sung như sau:

#### 4.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Sau khi hút 225 ml dung dịch phía trên, chuyển định lượng toàn bộ dung dịch còn lại vào một đĩa bay hơi. Cho bay hơi ở nhiệt độ  $54 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  trong tủ sấy chân không đến khối lượng không đổi. Chuyển toàn bộ lượng mẫu cặn đã sấy khô vào một bình định mức có dung tích 10 ml, dùng pipet thêm 1 ml dung dịch chất nội chuẩn (4.2.2.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3). Lọc dung dịch bằng màng lọc 0,45  $\mu\text{m}$  (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

#### 4.3.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc

Tùy theo nồng độ hoạt chất sử dụng ghi trên nhãn của sản phẩm để chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ tương đương với nồng độ dung dịch mẫu thử.

#### 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 flusilazole trong toàn ống đong, tính bằng gam (g):

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

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

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

$q$  là khối lượng hoạt chất flusilazole trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g):

$$q = \frac{F_m \times N_c}{F_c} \times \frac{P}{100} \times 10$$

$F_m$  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;

$N_c$  là nồng độ của dung dịch chuẩn, tính bằng gam trên mililit (g/ml);

$P$  là độ tinh khiết của chất chuẩn, tính bằng phần trăm (%);

10 là thể tích pha loãng lượng mẫu cần thu được sau khi sấy khô, tính bằng mililit (ml).

#### 4.4 Xác định độ mịn

Xác định độ mịn theo TCVN 8050 : 2009.

#### 4.5 Xác định độ thấm ướt

Xác định độ thấm nước theo TCVN 8050 : 2009.

#### 4.6 Xác định độ tạo bọt

Xác định độ tạo bọt theo TCVN 8050 : 2009.

#### 4.7 Xác định độ bền nhũ tương

Xác định độ bền nhũ tương theo TCVN 8382 : 2010.

**TCVN 8386 : 2010**

#### **4.8 Xác định độ bền bảo quản**

##### **4.8.1 Độ bền ở 0 °C**

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

##### **4.8.2 Độ bền ở nhiệt độ cao**

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

### **5 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

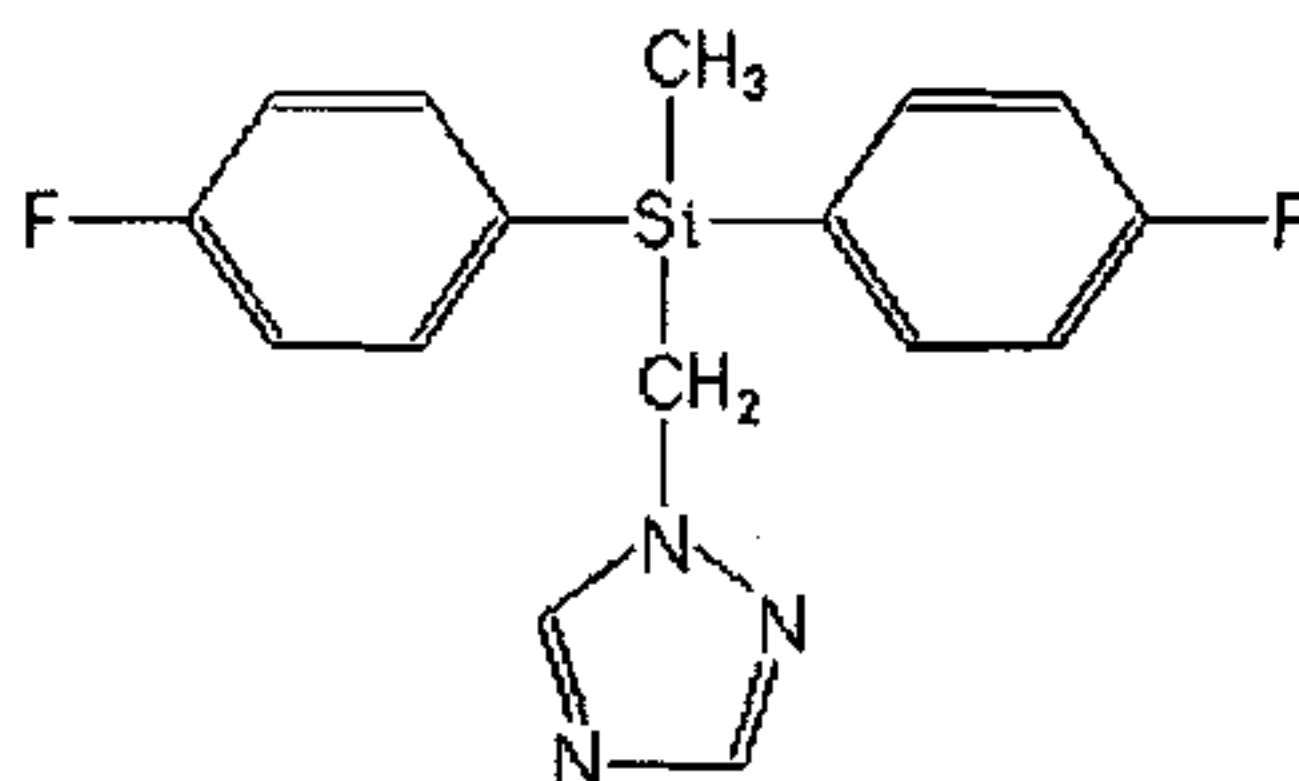
- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng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

**Phụ lục A**

(Tham khảo)

**Giới thiệu hoạt chất flusilazole**

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất:	flusilazole
Tên hoá học:IUPAC:	bis (4-fluorophenyl)(methyl)(1H-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)silane
Công thức phân tử:	$C_{16}H_{15}F_2N_3Si$
Khối lượng phân tử:	315,4 g/mol
Nhiệt độ nóng chảy:	từ 53 °C đến 55 °C
Áp suất hơi bão hoà ở 25 °C:	$3,9 \times 10^{-2}$ mPa
Độ hòa tan ở 20 °C:	
Trong nước (pH 6,25):	40,2 mg/l
Axeton, etyl axetat, diclometan, toluen, n-octanol, o-xylen:	> 250 g/l
n-heptan:	6,713 g/l
Dạng bên ngoài:	tinh thể màu trắng
Độ bền:	tương đối bền trong điều kiện ánh sáng và nhiệt độ lên đến 310 °C.