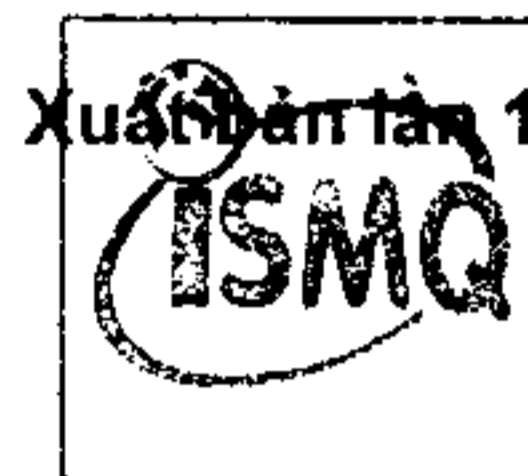


TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8383 : 2010

	Add: 8 Hoang Quoc Viet, Cau Giay, HN Tel: (84-4) 37564268 - Fax: (84-4) 36361511 Website: 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 AZADIRACHTIN –
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Pesticides containing azadirachtin –
Technical requirements and test methods*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 8383 : 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 azadirachtin –**Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử***Pesticides containing azadirachtin**Technical requirements and test methods*

Add: 8 Hoang Quoc Viet, Cau Giay, HN

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

Website: 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 azadirachtin kỹ thuật và các dạng sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV) có chứa hoạt chất azadirachtin (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 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*

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 azadirachtin kỹ thuật và các dạng thành phẩm được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

Dạng sản phẩm	Màu sắc	Trạng thái
Azadirachtin kỹ thuật	Màu nâu đến vàng	Sản phẩm dạng bột hoặc dạng lỏng, có mùi tỏi
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa azadirachtin	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột mịn đồng nhất
Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt có chứa azadirachtin	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột rắc có chứa azadirachtin	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột mịn, khô, rời không vón cục, không nhìn thấy tạp chất khác
Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa azadirachtin	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, không lắng cặn, tan hoàn toàn trong nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa azadirachtin	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 vi nhũ có chứa azadirachtin	Dung dịch trong suốt	Sản phẩm dạng lỏng, không vẩn đục, không lắng cặn

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

Hàm lượng hoạt chất azadirachtin trong azadirachtin kỹ thuật và các dạng sản phẩm (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở 20 °C ± 2 °C) phải phù hợp với quy định trong Bảng 2.

Bảng 2 – Hàm lượng azadirachtin trong azadirachtin kỹ thuật và các dạng sản phẩm

Hàm lượng hoạt chất công bố (ở 20 °C ± 2 °C)		Mức sai lệch cho phép
%	g/kg	
Đến 2,5	Đến 25	± 15 % của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (EC, SC, SL...) hoặc ± 25 % đối với dạng không đồng nhất (GR, WG...)
Từ trên 2,5 đến 10	Từ trên 25 đến 100	± 10 % của hàm lượng công bố
Từ trên 10 đến 25	Từ trên 100 đến 250	± 6 % của hàm lượng công bố
Từ trên 25 đến 50	Từ trên 250 đến 500	± 5 % của hàm lượng công bố
Lớn hơn 50	–	± 2,5 %
–	Lớn hơn 500	± 25 g/kg

3.3 Yêu cầu về tính chất lý-hoá

3.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa azadirachtin

3.3.1.1 Tỷ suất lơ lửng

Sản phẩm sau khi tạo huyền phù với nước cứng chuẩn ở 30 °C ± 2 °C trong 30 min, hàm lượng azadirachtin trong dung dịch huyền phù: không nhỏ hơn 60 %.

3.3.1.2 Độ mịn

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

3.3.1.3 Độ bọt

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

3.3.1.4 Độ thấm ướt

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

TCVN 8383 : 2010

3.3.1.5 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 $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.1.1; 3.3.1.2 và 3.3.1.4.

3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt có chứa azadirachtin

3.3.2.1 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 nhỏ nhất đăng ký: không lớn hơn 4 :1;
- Lượng hạt nằm trong khoảng kích thước đăng ký: không nhỏ hơn 85 %.

3.3.2.2 Độ bột

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

3.3.2.3 Độ bền bảo quản

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.2.1.

3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột rắc có chứa azadirachtin

3.3.3.1 Độ mịn

Lượng mẫu còn lại trên rây có đường kính lỗ $75\ \mu\text{m}$ sau khi thử rây khô: không lớn hơn 5 %.

3.3.3.2 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 $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.3.1.

3.3.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa azadirachtin

3.3.4.1 Độ bột

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

3.3.4.2 Độ bền bảo quản

3.3.4.2.1 Độ bền ở 0°C

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

3.3.4.2.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản.

3.3.5 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu và dạng vi nhũ có chứa azadirachtin**3.3.5.1 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 3.

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

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ tự nhũ ban đầu	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 0,5 h, tính theo thể tích lớp kem, không lớn hơn	2 ml
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h, tính theo 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)} , tính theo 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 2 h.

3.3.5.2 Độ bọt

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

3.3.5.3 Độ bền bảo quản**3.3.5.3.1 Độ bền ở 0 °C**

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.

3.3.5.3.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.5.1.

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

4.2.1 Nguyên tắc

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

4.2.2 Thuốc thử

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

4.2.2.1 Chất chuẩn azadirachtin, đã biết hàm lượng.

4.2.2.2 Metanol, dùng cho HPLC

4.2.2.3 Axetonitril, dùng cho HPLC.

4.2.2.4 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.6) cân 0,01 g chất chuẩn azadirachtin (4.2.2.1), chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2) thu được dung dịch A. Dùng pipet (4.2.3.2) lấy chính xác 1 ml dung dịch A vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), pha loãng đến vạch bằng metanol (4.2.2.2). Dùng máy lắc siêu âm để khử bọt trước khi bơm vào máy.

CHÚ THÍCH: Trước khi cân, cân đưa chất chuẩn bảo quản lạnh về nhiệt độ phòng 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; 20 ml.

4.2.3.2 Pipet, dung tích 1; 10 ml.

4.2.3.3 Xyranh bơm mẫu, dung tích 50 µl, chia vạch đến 1 µl.

4.2.3.4 Màng lọc, cỡ lỗ 0,45 µm.

4.2.3.5 Máy lắc siêu âm.

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

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

- Máy sắc ký lỏng hiệu năng cao với detector từ ngoại (UV).
- Máy tích phân hoặc máy vi tính
- Cột RP 18, chiều dài 250 mm, đường kính 4,6 mm, cỡ hạt pha tĩnh 5 µm hoặc loại tương đương.
- Bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay.

4.2.4 Cách tiến hành

4.2.4.1 Chuẩn bị mẫu

Mẫu cần được làm đồng nhất trước khi cân: đối với mẫu dạng lỏng phải lắc đều, nếu bị đông đặc do nhiệt độ thấp cần được làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp.

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.6) cân mẫu thử chứa khoảng 0,01 g hoạt chất azadirachtin, chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2), thu được dung dịch B. Dùng pipet (4.2.2.2) lấy chính xác 1 ml dung dịch B vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), pha loãng đến vạch bằng metanol (4.2.2.2). Lọc dung dịch bằng màng lọc 0,45 µm (4.2.3.4), lắc siêu âm để loại bọt khí trước khi bơm vào máy.

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

Chương trình dung môi của pha động:

Thời gian, min	ACN	MeOH	H ₂ O	Tốc độ dòng, ml/min
0	30	0	70	1
36	30	0	70	1
37	50	50	0	1
45	50	50	0	1
46	30	0	70	1
50	30	0	70	1

TCVN 8383 : 2010

Bước sóng: 215 nm

Thể tích vòng bơm mẫu : 20 μ l

Nhiệt độ cột: 25 °C

4.2.4.4 Xác định

Dùng xyranh (4.2.3.3) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc và dung dịch mẫu thử, lặp lại hai lần (số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

4.2.4.5 Tính kết quả

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

$$X = \frac{S_m \times m_c}{S_c \times m_m} \times P$$

Trong đó:

S_m là số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là số đo diện tích của pic mẫu chuẩn;

m_c là khối lượng mẫu chuẩn, tính bằng gam (g);

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

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

4.3 Xác định tỷ suất lơ lửng

Xác định tỷ suất lơ lửng theo TCVN 8050 : 2009, trong đó khối lượng hoạt chất azadirachtin trong 25 ml dung dịch 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 của cột chất lỏng, lắc đều và chuyển định lượng toàn bộ 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong vào bình định mức 50 ml, định mức đến vạch metanol (4.2.2.2), đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.5) để hoà tan mẫu. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μ m (4.2.3.4) trước khi bơm vào máy.

4.3.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc

Tuỳ theo nồng độ hoạt chất sử dụng ghi trên nhãn của từng sản phẩm để chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ tương đương với nồng độ dung dịch mẫu thử (4.3.1).

4.3.3 Tính kết quả

Tỷ suất lơ lửng, Y , biểu thị bằng phần trăm (%) được tính theo công thức:

$$Y = \frac{1,11 \times (c - q)}{c} \times 100$$

Trong đó

1,11 là 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 azadirachtin trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

a là hàm lượng của azadirachtin 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 azadirachtin trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g)

$$q = \frac{S_m \times N_c}{S_c} \times \frac{P}{100} \times 50$$

S_m là số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là số đo diện tích của pic mẫu chuẩn;

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

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

50 là thể tích pha loãng 25 ml dung dịch dưới đáy ống đong, tính bằng mililit (ml).

4.4 Xác định độ mịn

Xác định độ mịn theo TCVN 8050 : 2009.

4.5 Xác định độ bọt

Xác định độ bọt theo TCVN 8050 : 2009.



TCVN 8383 : 2010

4.6 Xác định độ thấm ướt

Xác định độ thấm ướt theo TCVN 8050 : 2009.

4.7 Xác định độ bền nhũ tương

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

4.8 Xác định kích thước hạt

Xác định kích thước hạt theo TCVN 2743.

4.9 Xác định độ bền bảo quản

4.9.1 Xác định độ bền ở 0 °C

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

4.9.2 Xác định 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:

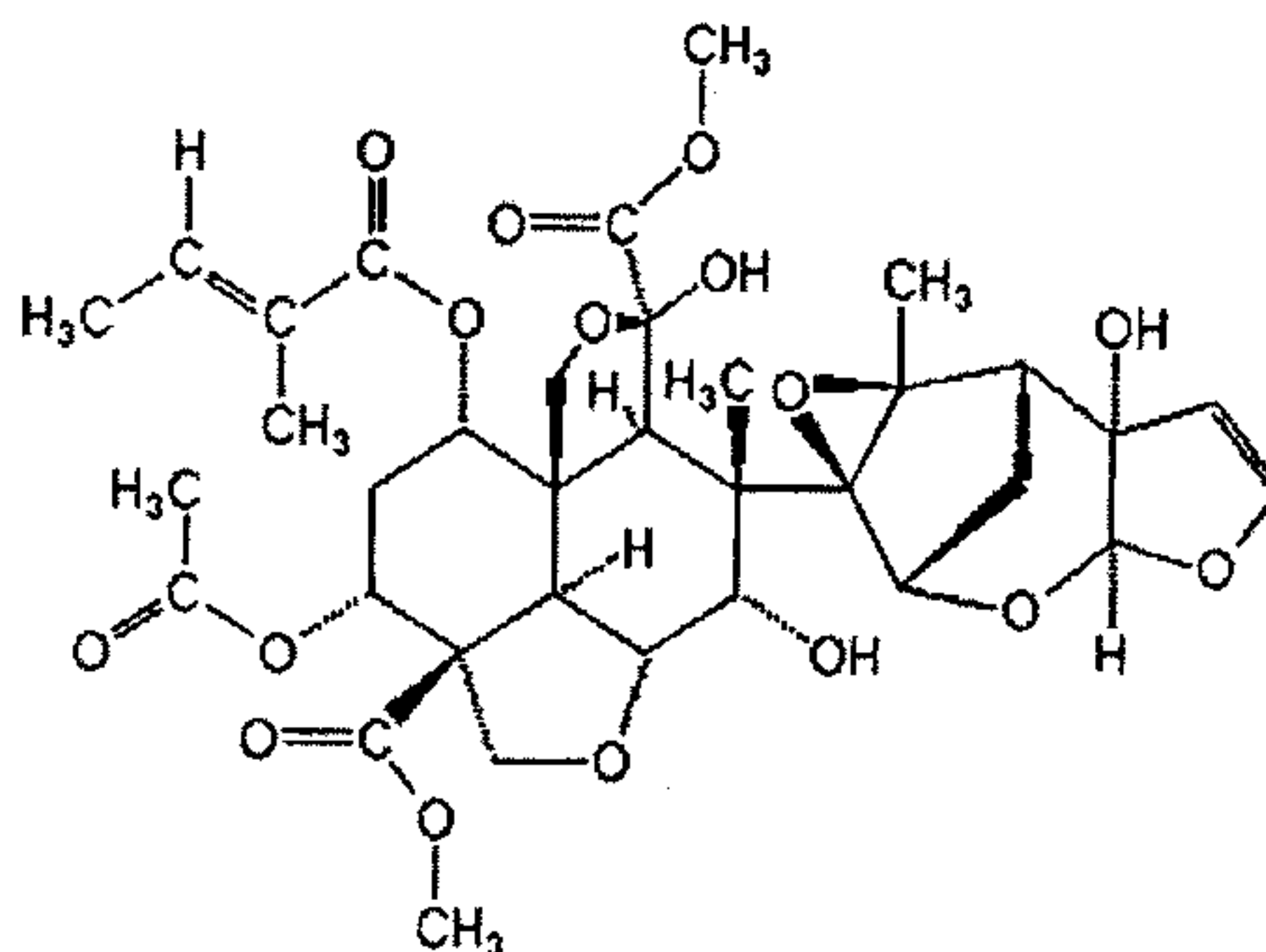
- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng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

Phụ lục A

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất azadirachtin

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất: Azadirachtin

Tên hoá học (IUPAC): dimethyl (2a*R*,3*S*,4*S*,4a*R*,5*S*,7a*S*,8*S*,10*R*,10a*S*,10b*R*)-10-acetoxy-3,5-dihydroxy-4-[(1a*R*,2*S*,3a*S*,6a*S*,7*S*,7a*S*)-6a-hydroxy-7a-methyl-3a,6a,7,7a-tetrahydro-2,7-methanofuro[2,3-*b*]oxireno[*e*]oxepin-1a(2*H*)-yl]-4-methyl-8-[[*(2E)*-2-methylbut-2-enoyl]oxy]octahydro-1*H*-naphtho[1,8a-*c*:4,5-*b'**c*]difuran-5,10a(8*H*)-dicarboxylate.

Công thức phân tử: C₃₅H₄₄O₁₆

Khối lượng phân tử: 720,7

Độ hòa tan : Trong nước: 0,26 g/l; tan rất nhanh trong etanol, dietyl ete, axeton và cloroform; không tan trong n-hexan.

Dạng bên ngoài: Bột màu vàng xanh, có mùi tỏi.

Độ bền: Bền trong bóng tối ở nhiệt độ thường, dễ bị phân huỷ ở nhiệt độ cao, môi trường kiềm và axit mạnh.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003
 - [2] FAO Specifications and Evaluations for Agricultural pesticides, azadirachtin
 - [3] Manual on the development and use of FAO and WHO specification for pesticides, First Edition, 2006
 - [4] PTN 107 – CL Phương pháp xác định hàm lượng hoạt chất azadirachtin bằng phương pháp sắc ký lỏng cao áp, 2005
-