

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**



**TCVN 8388 : 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 METHOMYL –  
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Pesticides containing methomyl –  
Technical requirements and test methods*

**HÀ NỘI – 2010**

**Lời nói đầu**

TCVN 8388 : 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 methomyl – ĐƯỢC TUYÊN  
Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử**

*Pesticides containing methomyl –  
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 methomyl kỹ thuật và các sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV) có chứa hoạt chất methomyl (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 methomyl kỹ thuật và các dạng sản phẩm có chứa methomyl được nêu trong Bảng 1.

11/2/11  
V:  
V

**Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan**

Dạng sản phẩm	Màu sắc	Trạng thái
Methomyl kỹ thuật	Sản phẩm không màu hoặc màu trắng	Sản phẩm có dạng bột kết tinh
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột hòa tan trong nước có chứa methomyl	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột mịn đồng nhất, hoà tan hoàn toàn trong nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa methomyl	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, không lắng cặn.

### 3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

Hàm lượng methomyl (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở 20 °C ± 2 °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 methomyl trong methomyl kỹ thuật và các dạng thành 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 hòa tan trong nước có chứa methomyl

##### 3.3.1.1 Độ thấm ướt

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

### 3.3.1.2 Độ tạo bọt

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

### 3.3.1.3 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 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm sau khi bảo quản phải phù hợp với 3.3.1.1.

## 3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa methomyl

### 3.3.2.1 Độ tạo bọt

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

### 3.3.2.2 Độ bền bảo quản

#### 3.3.2.2.1 Độ bền ở $0\text{ }^{\circ}\text{C}$

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

#### 3.3.2.2.2 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.

## 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 methomyl được xác định bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao, với detector tử ngoại (UV). Dùng benzamide (BZM) làm chất nội chuẩn.

#### 4.2.2 Thuốc thử

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

## **TCVN 8388 : 2010**

**4.2.2.1 Chất chuẩn methomyl, đã biết hàm lượng.**

**4.2.2.2 Chất nội chuẩn BZM, độ tinh khiết 99 %.**

**4.2.2.3 Metanol, dùng cho HPLC.**

**4.2.2.4 Axetonitril, dùng cho HPLC.**

**4.2.2.5 Dung dịch nội chuẩn, nồng độ 1,2 mg/ml**

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân 1,2 g chất nội chuẩn BZM (4.2.2.2) chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 1000 ml (4.2.3.1), thêm 100 ml axetonitril (4.2.2.4), hoà tan và định mức tới vạch bằng nước.

**4.2.2.6 Dung dịch chuẩn làm việc**

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân 0,012 g chất chuẩn methomyl (4.2.2.1), chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 25 ml (4.2.3.1). Dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 10 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.5), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.3).

CHÚ THÍCH: Chất chuẩn chuẩn bảo quản trong tủ lạnh phải được đưa về nhiệt độ phòng trước khi cân.

**4.2.3 Dụng cụ, thiết bị**

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

**4.2.3.1 Bình định mức, dung tích 25; 50; 100; 1000 ml.**

**4.2.3.2 Pipet, dung tích 5; 25 ml.**

**4.2.3.3 Xyranh bơm mẫu, dung tích 20  $\mu$ 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 lỏng, được trang bị như sau:**

- detector tử ngoại (UV);
- cột Zorbax ODS C18, có chiều dài 150 mm, đường kính 4,6 mm 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 khoảng mẫu thử có chứa khoảng 0,012 g hoạt chất methomyl, chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 25 ml (4.2.3.1). Dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 10 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.5), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.3). Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

##### 4.2.4.3 Điều kiện phân tích

- pha động: axetonitril : nước = 8 : 92 (theo thể tích)
- bước sóng: 254 nm
- tốc độ dòng: 1 ml/min
- lượng mẫu bơm: 10 µl
- nhiệt độ cột: 45 °C

##### 4.2.4.4 Xác định hàm lượng hoạt chất

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 (4.2.2.6) và dung dịch mẫu thử (4.2.4.2), 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 methomyl trong mẫu, X, biểu thị bằng phần trăm (%) 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;



## **TCVN 8388 : 2010**

$F_c$  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 thấm ướt**

Xác định độ thấm ướt theo TCVN 8050 : 2009.

### **4.4 Xác định độ bọt**

Xác định độ bọt theo TCVN 8050 : 2009.

### **4.5 Xác định độ bền bảo quản**

#### **4.5.1 Độ bền ở 0 °C**

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

#### **4.5.2 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:

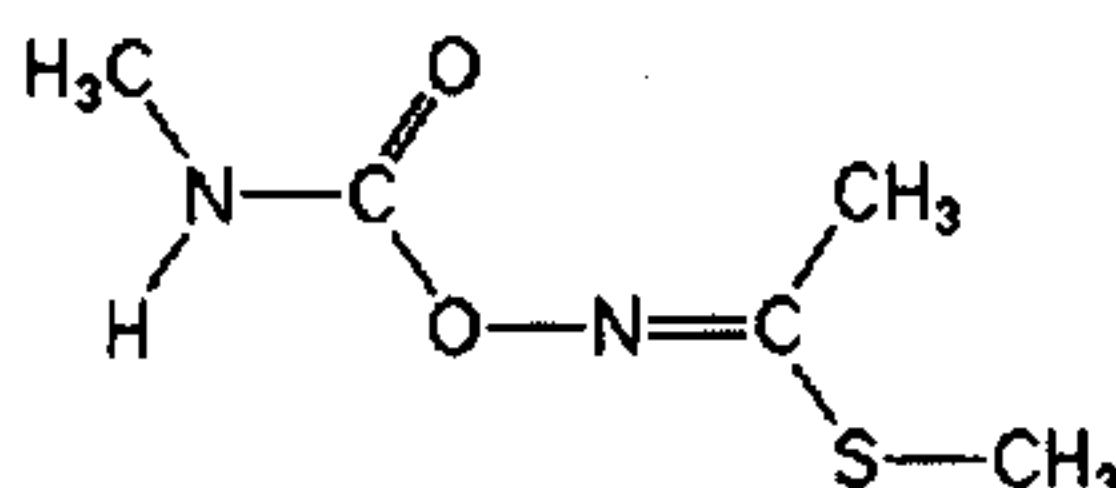
- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng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

**Phụ lục A**

(Tham khảo)

**Giới thiệu hoạt chất methomyl**

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất:	methomyl
Tên hoá học:IUPAC:	S-methyl N-[(methylcarbamoyl)oxy]thioacetimidate
Công thức phân tử:	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S
Khối lượng phân tử:	162,20
Nhiệt độ nóng chảy:	79,6 °C (theo tài liệu FAO)
Áp suất hơi bão hoà ở 25 °C:	0,72 mPa

Độ hòa tan ở 25 °C trong:

Nước:	54,7 g/l
Axeton:	730 g/l
Etanol:	420 g/l
Isopropanol:	220 g/l
Toluen:	30 g/l
Metanol:	1000 g/l

Dạng bên ngoài:	trắng, tinh thể không màu
Độ bền:	tương đối bền ở môi trường trung tính và axit yếu

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] CIPAC Handbook (Volume H) – Printed in Great by W. Heffer and Sons LTD, Cambridge, England , 1998.
  - [2] FAO Specifications and Evaluations For Plant Protection Products, 2002.
  - [3] The Pesticide Manual (12<sup>th</sup> Editon) – British Crop Protection Council, 2000.
-