

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8145:2009

Xuất bản 	Add: 8 Hoang Quoc Viet, Cau Giay, HN Tel: (84-4) 37564268 - Fax: (84-4) 38361566 Website: www.tcvninfo.org.vn
This copy has been made by Information Center for Standards, Metrology and Quality	

**THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG HOẠT CHẤT CHLOROTHALONIL**

Pesticides – Determination of chlorothalonil content

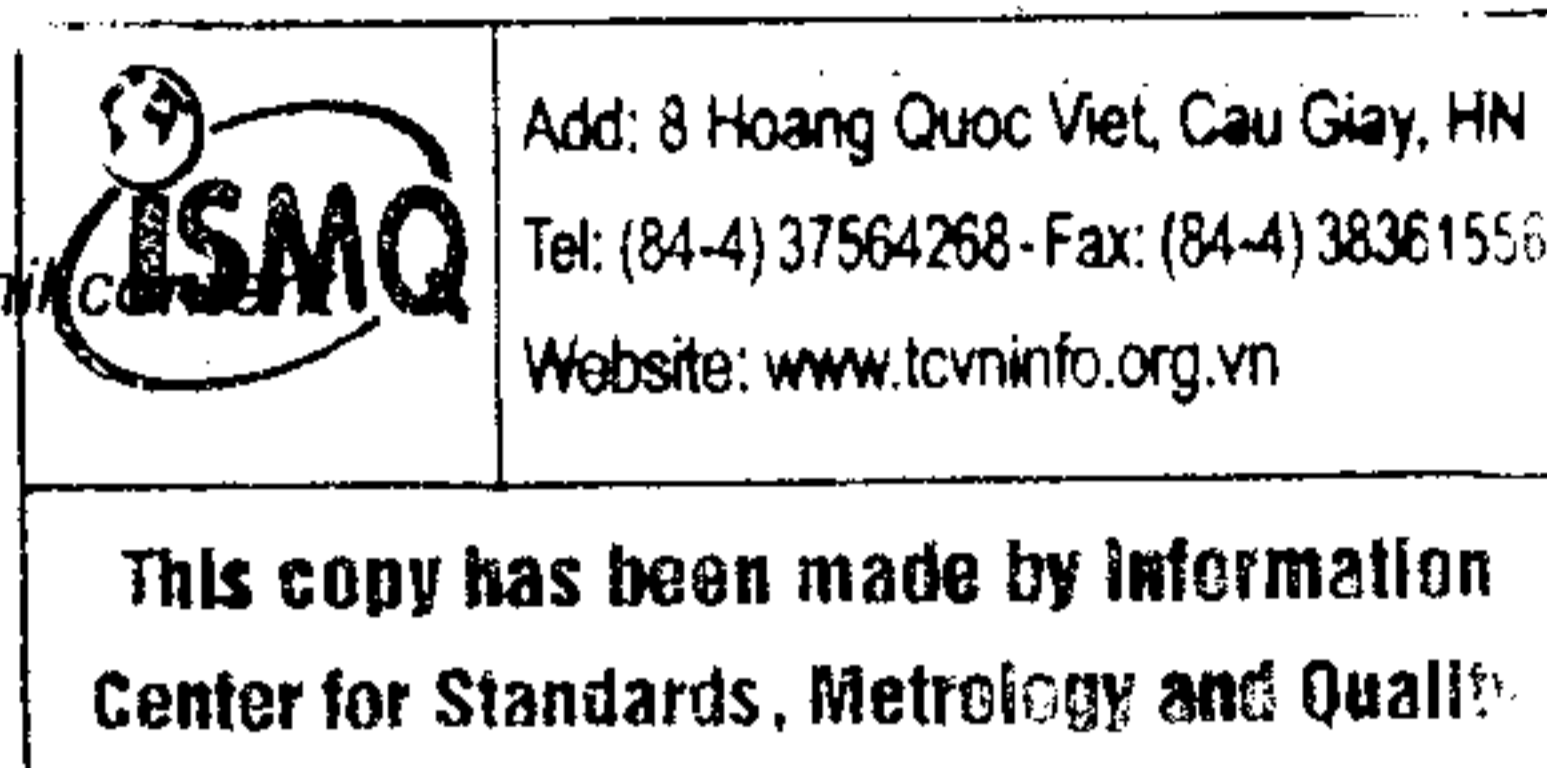
HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8145:2009 do Cục Bảo vệ thực vật biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thuốc bảo vệ thực vật – Xác định hàm lượng hoạt chất chlorothalonil

Pesticides – Determination of chlorothalonil



1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng hoạt chất chlorothalonil trong nguyên liệu và thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

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

TCVN 8143:2009, Thuốc bảo vệ thực vật – Xác định hàm lượng hoạt chất cypermethrin.

3 Phương pháp sắc ký khí

3.1 Nguyên tắc

Hàm lượng chlorothalonil được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID). Dùng dibutyl phthalat (DBP) làm chất nội chuẩn. Kết quả tính toán dựa trên sự so sánh giữa tỉ số số đo diện tích của pic mẫu thử với pic nội chuẩn và tỉ số số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội chuẩn.

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.

TCVN 8145:2009

3.2.1 Chất chuẩn chlorothalonil, đã biết hàm lượng.

3.2.2 Chất nội chuẩn DBP, có độ tinh khiết 99 %.

3.2.3 Axeton.

3.2.4 Khi nitơ, có độ tinh khiết $\geq 99,9$ %.

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

3.2.6 Không khí nén, dùng cho máy sắc ký khí.

3.2.7 Dung dịch nội chuẩn: nồng độ 8,8 mg/ml

Dùng cân phân tích (3.3.4) cân 0,88 g chất nội chuẩn DBP (3.2.2) chính xác tới 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (3.3.1), hoà tan và định mức tới vạch bằng axeton. (3.2.3)

3.2.8 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (3.3.4) cân 0,01 g chất chuẩn chlorothalonil (3.2.1), chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (3.3.1), dùng pipet (3.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (3.2.7). Hoà tan và thêm axeton (3.2.3) đến vạch.

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

3.3 Thiết bị, dụng cụ

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

3.3.1 Bình định mức, dung tích 10 ml và 100 ml.

3.3.2 Pipet, dung tích 1 ml.

3.3.3 Xyranh, dung tích 10 μ l, chia vạch đến 1 μ l.

3.3.4 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,00001 g.

3.3.5 Thiết bị sắc ký khí được trang bị như sau:

- detector ion hoá ngọn lửa (FID);
- bộ bơm chia dòng và không chia dòng,
- cột mao dẫn HP-5, dài 30 m, đường kính 0,32 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25 μ m hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay.

3.4 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo Phụ lục A của TCVN 8143:2009.

3.5 Cách tiến hành

3.5.1 Chuẩn bị mẫu thử

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

3.5.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (3.3.4) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,01 g hoạt chất chlorothalonil, chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 10ml (3.3.1), dùng pipet (3.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn, hoà tan và thêm axeton đến vạch. Lọc dung dịch trước khi bơm vào máy, nếu cần.

3.5.3 Điều kiện phân tích

- nhiệt độ cột : 190 °C
- nhiệt độ buồng bơm mẫu : 220 °C
- nhiệt độ detector : 240 °C
- khí mang nitơ : 2 ml/min
- khí hydro : 35 ml/min
- khí nén : 280 ml/min
- khí hỗ trợ cho detector 40 ml/min
- thể tích bơm mẫu : 1 µl, có chia dòng
- tỷ lệ chia dòng: 50 : 1

3.5.4 Xác định

Dùng xyranh (3.3.3) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỉ số giữa diện tích pic của mẫu chuẩn và pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch mẫu chuẩn và mẫu thử, lặp lại 2 lần (tỷ số giữa diện tích pic của mẫu chuẩn với pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu). Dùng đường chuẩn để xác định nồng độ của mẫu thử khi bơm vào máy.

3.6 Tính kết quả

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

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

trong đó:

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

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

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

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

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

4 Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao

4.1 Nguyên tắc

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

4.2 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích.

4.2.1 **Chất chuẩn chlorothalonil, đã biết hàm lượng.**

4.2.2 **Axetonitril, dùng cho sắc ký lỏng hiệu năng cao.**

4.2.3 **Nước cất, dùng cho sắc ký lỏng hiệu năng cao.**

4.2.4 **Dung môi pha động, chứa axetonitril và nước, với tỷ lệ axetonitril : nước là 55 : 45 (thể tích).**

4.2.5 **Dung dịch chuẩn làm việc:**

Dùng cân phân tích (4.3.7) cân 0,01 g chất chuẩn chlorothalonil (4.2.1), chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (4.3.1), hoà tan và thêm axetonitril (4.2.2) đến vạch (dung dịch A).

Dùng pipet (4.3.8) lấy chính xác 1 ml dung dịch A cho vào bình định mức 10 ml (4.3.1), thêm dung môi pha động (4.2.4) cho đến vạch. Dùng máy lắc siêu âm (4.3.5) để khử bọt khí trước khi bơm vào máy.

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

4.3 Thiết bị, dụng cụ

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

4.3.1 **Bình định mức**, dung tích 10 ml và 20 ml.

4.3.2 **Màng lọc**, có cỡ lỗ 0,45 μm .

4.3.3 **Cốc thủy tinh**, dung tích 1 l.

4.3.4 **Xyranh**, dung tích 50 μl , có chia vạch đến 1 μl (dùng cho bơm mẫu bằng tay).

4.3.5 **Máy lắc siêu âm**.

4.3.6 **Thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao được trang bị như sau:**

- detector tử ngoại (UV);
- máy tích phân hoặc máy vi tính;
- cột sắc ký lỏng, loại pha đảo (RP-18), dài 250 mm, đường kính trong 4,6 mm, kích thước hạt 5 μm , hoặc loại tương đương;
- bơm mẫu tự động hoặc bằng tay;
- vòng bơm mẫu, dung tích 20 μl (dùng cho bơm mẫu bằng tay).

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

4.3.8 **Pipet**, dung tích 1 ml.

4.4 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo quy định trong Phụ lục A của TCVN 8143:2009.

4.5 Cách tiến hành

4.5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Theo 3.5.1.

4.5.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.3.7) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,01 g hoạt chất chlorothalonil, chính xác tới 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (4.3.1), hoà tan và thêm axetonitril đến vạch (dung dịch A).

TCVN 8145:2009

Dùng pipet (4.3.8) lấy chính xác 1 ml dung dịch A vào bình định mức 10 ml (4.3.1), thêm dung môi pha động (4.2.4) cho đến vạch. Lọc dung dịch qua màng lọc (4.3.2). Dùng máy lắc siêu âm (4.3.5) để khử bọt khí trước khi bơm vào máy.

4.5.3 Điều kiện phân tích

- pha động: axetonitril : nước, tỷ lệ 55 : 45 (thể tích)
- bước sóng: 254 nm
- tốc độ dòng: 1 ml/min
- thể tích vòng bơm mẫu: 20 μ l (dùng cho bơm mẫu bằng tay)
- nhiệt độ cột : 35 °C

4.5.4 Xác định

Dùng xyranh (4.3.4) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi số đo diện tích hoặc chiều cao của pic chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch mẫu chuẩn và mẫu thử, lặp lại 2 lần (số đo diện tích hoặc chiều cao của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu). Dùng đường chuẩn để xác định nồng độ của mẫu thử khi bơm vào máy.

4.6 Tính kết quả

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

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

trong đó:

S_m là trung bình số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là trung bình số đo diện tích của pic 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 (%).

5 Báo cáo thử nghiệm

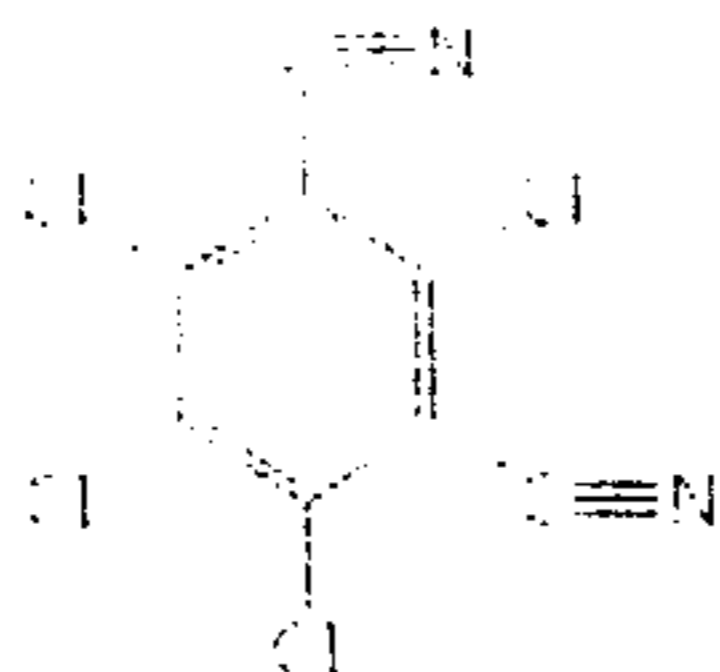
Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- 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 chlorothalonil

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất: Chlorothalonil

Tên hoá học:

IUPAC: Tetrachloroisophthalonitrile

CA: 2,4,5,6-tetrachloro-1,3-benzenedicarbonitrile

Công thức phân tử: $C_8Cl_4N_2$

Khối lượng phân tử: 265,9

Nhiệt độ nóng chảy: 252,1 °C

Áp suất hơi bão hoà ở 25 °C: 0,076 mPa

Độ hòa tan ở 25 °C trong:

Nước	0,9 mg/l
Xylen:	80 g/kg
Cyclohexanon, dimethylformamid:	30 g/kg
Axeton:	20 g/kg

Dạng bên ngoài: tinh thể không màu, có mùi cay nhẹ.

Độ bền: bền ở nhiệt độ thường và trong dung dịch nước có tính axit hoặc kiềm nhẹ. Thủy phân chậm trong môi trường pH > 9.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Nichimen Corporation, SDS Tsukuba Technology Centre, 1998, Daconil 75WP and 500SC
 - [2] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003
-