

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8381 : 2010

	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	

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

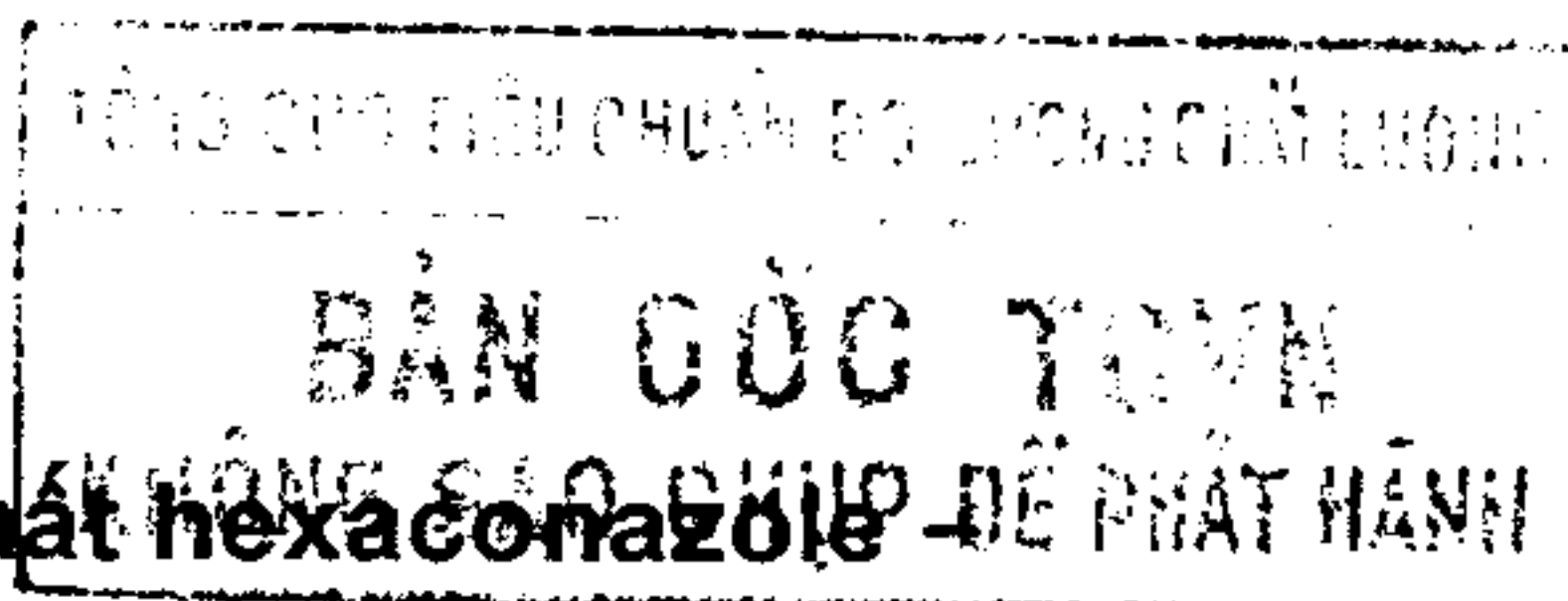
*Pesticides containing hexaconazole –
Technical requirements and test methods*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 8381 : 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.

TCVN
8381
: 2010



Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất hexaconazole

Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing hexaconazole

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 hexaconazole kỹ thuật và các sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật (BVTV) có chứa hoạt chất hexaconazole (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 hexaconazole 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
Hexaconazole kỹ thuật	Sản phẩm có màu nâu sáng	Dạng bột
Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa hexaconazole	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng dung dịch treo của các hạt mịn phân tán trong nước. Sau khi khuấy nhẹ, sản phẩm phải đồng nhất và dễ dàng hoà loãng với nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa hexaconazole	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột mịn đồng nhất
Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa hexaconazole	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa hexaconazole	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 hexaconazole	Trong suốt	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, không vẩn đục, không lắng cặn
Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa hexaconazole	Trong suốt hoặc trắng	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, không lắng cặn, tan hoàn toàn trong nước

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

Hàm lượng hexaconazole (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 hexaconazole trong hexaconazole 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 huyền phù có chứa hexaconazole

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 hexaconazole 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 bền bảo quản

3.3.1.4.1 Độ bền ở 0 °C

Sau khi bảo quản ở nhiệt độ 0 °C ± 2 °C trong 7 ngày, thể tích chất rắn hoặc lỏng tách lớp không lớn hơn 0,3 ml.

TCVN 8381 : 2010

3.3.1.4.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với quy định trong 3.3.1.1 và 3.3.1.2 .

3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước và hạt phân tán trong nước có chứa hexaconazole

3.3.2.1 Tỷ suất 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 hexaconazole trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %.

3.3.2.2 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 %.

3.3.2.3 Độ bọt

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

3.3.2.4 Độ thấm ướt

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

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 $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.2.1; 3.3.2.2 và 3.3.2.4.

3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu và vi nhũ có chứa hexaconazole

3.3.3.1 Độ bền nhũ tương

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 - Độ bền nhũ tương của thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu và vi nhũ có chứa hexaconazole

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

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h: – 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 2 h.	

3.3.3.2 Độ bọt

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

3.3.3.3 Độ bền bảo quản

3.3.3.3.1 Độ bền ở 0 °C

Sau khi bảo quản ở nhiệt độ 0 °C ± 2 °C trong 7 ngày, thể tích chất rắn hoặc lỏng tách lớp không lớn hơn 0,3 ml.

3.3.3.3.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ 54 °C ± 2 °C trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với quy định trong 3.3.3.1.

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

3.3.4.1 Độ bọt

Thể tích bọt 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 °C ± 2 °C trong 7 ngày, thể tích chất rắn hoặc lỏng tách lớp không lớn hơn 0,3 ml.

TCVN 8381 : 2010

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 $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 hexaconazole 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 tiêu 3 của TCVN 4851 (ISO 3696) trừ khi có quy định khác.

4.2.2.1 Chất chuẩn hexaconazole, 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 đệm potassium dihydrophosphate (KH_2PO_4): Hoà tan 1 g KH_2PO_4 (4.2.2.4) vào 1 lít nước cất.

4.2.2.5 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.7) cân 0,01 g chất chuẩn hexaconazole (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) (dung dịch A).

Dùng pipet (5.3.2) hút chính xác 1 ml dung dịch A vào bình định mức 10 ml (4.2.3.2), định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2). Đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.6) để đuổi bọt khí trước khi bơm vào máy.

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 Cốc thủy tinh, dung tích 1000 ml.

4.2.3.2 Bình định mức, dung tích 10 ; 20 ; 50 ml.

4.2.3.3 Pipet, dung tích 1 ; 10 ml.

4.2.3.4 Xyranh bơm mẫu, dung tích 50 μ l, chia vạch đến 1 μ l.

4.2.3.5 Màng lọc, có kích thước lỗ 0,45 μ m.

4.2.3.6 Máy lắc siêu âm.

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

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

- Máy sắc ký lỏng hiệu năng cao với detector tử ngoại (UV)
- Máy tích phân hoặc máy vi tính
- Cột RP 18, dài 250 mm, đường kính 4,6 mm, cỡ hạt pha tĩnh 5 μ m 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 lạnh cần được làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp.

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.7) cân mẫu thử chứa khoảng 0,01 g hoạt chất hexaconazole, chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (4.2.3.2), hoà tan và định mức đến vạch bằng metanol (4.2.2.2) (Dung dịch B).

Dùng pipet (4.2.3.3) hút chính xác 1 ml dung dịch B vào bình định mức 10 ml (4.2.3.2), pha loãng đến vạch bằng metanol (4.2.2.2). Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μ m (4.2.3.5) (nếu cần). Đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.6) để đuổi bọt khí trước khi bơm vào máy

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

Pha động: dung dịch đệm : axetonitril (4.2.2.3) : metanol (4.2.2.2) = 45 : 15 : 40 (theo thể tích)

Bước sóng: 230 nm

TCVN 8381 : 2010

Tốc độ dòng: 1 ml/min

Thể tích vòng bơm: 20 μ l

4.2.4.4 Xác định

Dùng xyranh (4.2.3.4) bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.2.2.5) 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 2 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 hexaconazole 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 hexaconazole 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 bằng metanol (4.2.2.2), đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.6) trong 10 min để hoà tan mẫu. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μ m (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy.

4.3.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc

Tùy 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 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 hexaconazole trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

a là hàm lượng của hexaconazole 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 hexaconazole 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.

TCVN 8381 : 2010

4.5 Xác định độ bọt

Xác định độ bọt theo TCVN 8050 : 2009.

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 độ bền bảo quản

4.8.1 Xác định độ bền ở 0 °C

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

4.8.2 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:

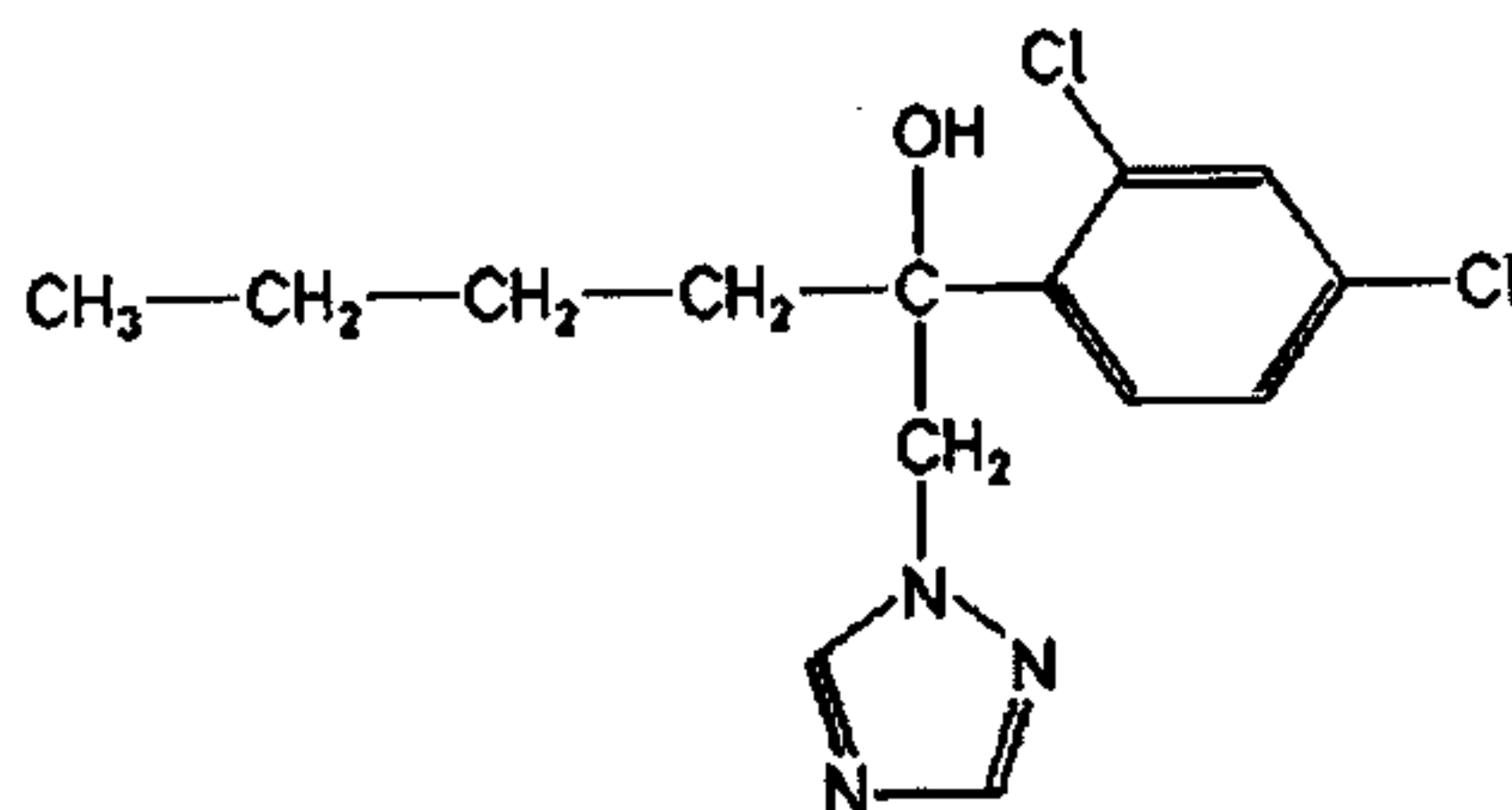
- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng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

Phụ lục A

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất hexaconazole

Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất:	hexaconazole
Tên hoá học (IUPAC):	(<i>RS</i>)-2-(2,4-dichlorophenyl)-1-(1 <i>H</i> -1,2,4-triazol-1-yl)hexan-2-ol
Công thức phân tử:	C ₁₄ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O
Khối lượng phân tử:	314,2
Nhiệt độ nóng chảy:	50,0 °C đến 51,5 °C
Độ hòa tan (g/l, ở 20 °C) trong:	

Nước:	0,017
Diclometan:	336
Metanol:	246
Axeton:	164
Etyl axetat:	120
Toluen:	59
Hexan:	0,8

Dạng bên ngoài:	trắng, tinh thể màu trắng.
Độ bền:	tương đối bền ở điều kiện thường, dễ bị phân huỷ trong môi trường nước và ánh sáng.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] CDS Tomlin, *The Pesticide Manual*, Thirteenth Edition, 2003
 - [2] Tài liệu đăng ký thuốc trừ bệnh hexaconazole của Imoerial Chemical Industries, 1987
 - [3] 10 TCN 326-97 Thuốc trừ bệnh chứa hoạt chất Hexaconazole- Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử, 1998
-