

**TCVN 12476 : 2018**

Xuất bản lần 1

**THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH  
HÀM LƯỢNG HOẠT CHẤT CHLORANTRANILIPROLE  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG HIỆU NĂNG CAO**

*Pesticides – Determination of chlorantraniliprole content*

*by high performance liquid chromatography*

**HÀ NỘI – 2018**

## **Lời nói đầu**

TCVN 12476 : 2018 được xây dựng theo CIPAC MT 5008

TCVN 12476 : 2018 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 chlorantraniliprole bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao**

*Pesticides - Determination of chlorantraniliprole content by high performance liquid chromatography*

## **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) với detector tử ngoại (UV) để xác định hàm lượng hoạt chất chlorantraniliprole trong thuốc bảo vệ thực vật có chứa chlorantraniliprole.

## **2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

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

*TCVN 12017:2017 Thuốc bảo vệ thực vật – Lấy mẫu*

## **3 Nguyên tắc**

Hàm lượng chlorantraniliprole được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) với detector tử ngoại (UV). Kết quả được tính dựa trên sự so sánh giữa số đo diện tích pic mẫu thử và số đo diện tích pic chất chuẩn.

## **4 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích, nước dùng trong quá trình phân tích đạt loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc có độ tinh khiết tương đương.

**4.1 Chất chuẩn chlorantraniliprole** ( $C_{18}H_{14}BrCl_2N_5O_2$ ), đã biết hàm lượng

**4.2 Acetonitrile** ( $C_2H_3N$ ), dùng cho sắc ký lỏng

**4.3 Axit Acetic băng ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), dùng cho sắc ký lỏng**

**4.4 Dung dịch chuẩn làm việc**

Dùng cân phân tích (5.5) cân khoảng 0,01 g chất chuẩn chlorantraniliprole (4.1), chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 20 ml (5.1), định mức đến vạch bằng acetonitrile (4.2). Siêu âm trong 5 min, làm lạnh đến nhiệt độ phòng, lọc qua màng lọc 0,45  $\mu\text{m}$  (5.3) trước khi bơm vào máy.

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

- Nếu sử dụng cân có cấp chính xác 0.0001 g thì lượng mẫu và chuẩn tăng lên 10 lần

**5 Dụng cụ, thiết bị**

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

**5.1 Bình định mức, dung tích 20 ml.**

**5.2 Bơm tiêm mẫu, dung tích 50  $\mu\text{l}$ , chia vạch đến 1  $\mu\text{l}$ . hoặc bơm mẫu tự động**

**5.3 Màng lọc PTFE, có kích thước lỗ 0,45  $\mu\text{m}$ .**

**5.4 Máy siêu âm.**

**5.5 Cân phân tích, có độ đọc chính xác đến 0,00001 g.**

**5.6 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)
- Hệ thống bơm cao áp
- Máy tích phân hoặc máy vi tính
- Cột RP C18, 250 mm, đường kính 4,6 mm, cỡ hạt pha tĩnh 5  $\mu\text{m}$  hoặc loại tương đương
- Bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay.

**6 Cách tiến hành**

**6.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

**6.1.1 Lấy mẫu**

Lấy mẫu theo tiêu chuẩn TCVN 12017:2017.

### 6.1.2 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  $(30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C})$ ; đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều.

### 6.1.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (5.5) cân mẫu thử chứa khoảng 0,01 g hoạt chất chlorantraniliprole, chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 20 ml (5.1), định mức đến vạch bằng acetonitrile (4.2). Siêu âm trong 5 min, để ổn định ở nhiệt độ phòng, lọc qua màng lọc 0,45  $\mu\text{m}$  (5.3) trước khi bơm vào máy.

## 6.2 Xác định hàm lượng hoạt chất

### 6.2.1 Điều kiện phân tích

Pha động: Acetonitril : Nước : Axit acetic = 53 : 45 : 2 (theo thể tích)

Bước sóng: 230 nm

Tốc độ dòng: 1 ml/min

Thể tích bơm mẫu: 5  $\mu\text{l}$

Nhiệt độ buồng cột: 45 $^{\circ}\text{C}$

### 6.2.2 Xác định

Bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.4) cho đến khi số đo diện tích của pic chất chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc (4.4) và dung dịch mẫu thử (6.1.3), lặp lại 2 lần (số đo diện tích của pic chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

## 7 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất chlorantraniliprole trong mẫu,  $X$ , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) được tính theo công thức (1):

$$X = \frac{S_m \times m_c}{S_c \times m_m} \times P(\%) \quad (1)$$

Trong đó:

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

$S_c$  là giá trị trung bình số đo diện tích của pic chuẩn;

$m_c$  là khối lượng chất 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 (%).

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,5 %, tại mức 5%.

## **8 Báo cáo thử nghiệm**

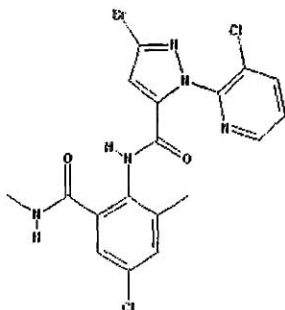
Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng;
- 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 chlorantraniliprole**

**A1.** Công thức cấu tạo:



- |            |                           |                                                                                                        |
|------------|---------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>A2.</b> | Tên hoạt chất:            | Chlorantraniliprole                                                                                    |
| <b>A3.</b> | Tên hoá học IUPAC:        | 5-bromo-N-[4-chloro-2-methyl-6-(methylcarbamoyl)phenyl]-2-(3-chloropyridin-2-yl)pyrazole-3-carboxamide |
| <b>A4.</b> | Công thức phân tử:        | C <sub>18</sub> H <sub>14</sub> BrCl <sub>2</sub> N <sub>5</sub> O <sub>2</sub>                        |
| <b>A5.</b> | Khối lượng phân tử:       | 483,187                                                                                                |
| <b>A6.</b> | Nhiệt độ nóng chảy:       | 208 – 210°C                                                                                            |
| <b>A7.</b> | Độ hòa tan ở 20 °C trong: |                                                                                                        |

**TCVN 12476 : 2018**

|                  |           |
|------------------|-----------|
| Acetonitrile:    | 710 mg/l  |
| Aceton:          | 3400 mg/l |
| Dichloromethane: | 2480 mg/l |
| Ethyl acetate :  | 1140 mg/l |
| Methanol :       | 1710 mg/l |
| Nước:            | 1.0 mg/l  |

**A8.**    Dạng bên ngoài:            Dạng bột màu trắng đến trắng ngà

**A9.**    Độ bền:                        Bền trong môi trường pH 4-7

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 12017:2017 Thuốc bảo vệ thực vật – Lấy mẫu
  - [2] Tiêu chuẩn TCCS 10:2010/BVTV Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất chlorantraniliprole yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử
  - [3] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003
  - [4] E.I. DUPONT DE NEMOURS & COMPANY. 794. Chlorantraniliprole. CIPAC Assay Method. 5008/m. Mary Ellen P. McNally, Ph.D. 6/5/2015
  - [5] <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Chlorantraniliprole#section=Related-Compounds>
-