

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13262-8:2022

Xuất bản lần 1

**THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT –
PHẦN 8: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG HOẠT CHẤT
CHLOROBROMO ISOCYANURIC ACID
BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG HIỆU NĂNG CAO**

Pesticides – Part 8: Determination of chlorobromo isocyanuric acid content by high-performance liquid chromatography method

HÀ NỘI – 2022

Lời nói đầu

TCVN 13262-8:2022 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.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 13262 Thuốc bảo vệ thực vật gồm các phần sau đây:

- TCVN 13262-1:2020 Thuốc bảo vệ thực vật – *Phần 1: Xác định hàm lượng hoạt chất thiram bằng phương pháp chuẩn độ*
- TCVN 13262-2:2020 Thuốc bảo vệ thực vật – *Phần 2: Xác định hàm lượng hoạt chất indanofan bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*
- TCVN 13262-3:2020 Thuốc bảo vệ thực vật – *Phần 3: Xác định hàm lượng hoạt chất nhóm auxins bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*
- TCVN 13262-4:2020 Thuốc bảo vệ thực vật – *Phần 4: Xác định hàm lượng hoạt chất nhóm cytokinins bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*
- TCVN 13262-5:2021 Thuốc bảo vệ thực vật – *Phần 5: Xác định hàm lượng hoạt chất fenthion bằng phương pháp sắc ký khí*
- TCVN 13262-6:2021 Thuốc bảo vệ thực vật – *Phần 6: Xác định hàm lượng hoạt chất fenitrothion bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao và phương pháp sắc ký khí*

TCVN 13262-8:2022

- TCVN 13262-7:2022 Thuốc bảo vệ thực vật – Phần 7: Xác định hàm lượng hoạt chất pentoxazone bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao
- TCVN 13262-8:2022 Thuốc bảo vệ thực vật – Phần 8: Xác định hàm lượng hoạt chất chlorobromo isocyanuric acid bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao
- TCVN 13262-9:2022 Thuốc bảo vệ thực vật – Phần 9: Xác định hàm lượng hoạt chất kẽm sunfat bằng phương pháp chuẩn độ complexon
- TCVN 13262-10:2022 Thuốc bảo vệ thực vật – Phần 10: Xác định hàm lượng hoạt chất axit Humic và axit Fulvic bằng phương pháp chuẩn độ
- TCVN 13262-11:2022 Thuốc bảo vệ thực vật - Phần 11: Xác định hàm lượng hoạt chất đồng (II) oxit bằng phương pháp chuẩn độ iot-thiosunfat

Thuốc bảo vệ thực vật – Phần 8: Xác định hàm lượng hoạt chất chlorobromo isocyanuric acid bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao

Pesticides – Part 8: Determination of chlorobromo isocyanuric acid content by high-performance liquid chromatography method

Determination of chlorobromo isocyanuric acid content by high-performance liquid chromatography method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao để xác định hàm lượng hoạt chất chlorobromo isocyanuric acid trong thuốc bảo vệ thực vật.

Thông tin giới thiệu hoạt chất chlorobromo isocyanuric acid 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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

3 Nguyên tắc

Chlorobromo isocyanuric acid trong thuốc bảo vệ thực vật được hoà tan bằng dung dịch đệm phosphat 0,1M NaH₂PO₄-Na₂HPO₄ (pH 7,3), sau đó được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao cột pha đảo với detector UV (RP-HPLC/UV), ở bước sóng 214 nm và dùng phương pháp một điểm chuẩn. Kết quả định danh được xác định dựa trên sự so sánh giữa thời gian lưu của pic mẫu thử và pic chuẩn. Kết quả định lượng được xác định dựa trên sự so sánh giữa số đo diện tích của pic mẫu thử và pic chuẩn.

4 Thuốc thử

TCVN 13262-8:2022

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 Chlorobromo isocyanuric acid, đã biết độ tinh khiết, có giấy chứng nhận chất lượng.

4.2 Metanol (CH_3OH), dùng cho sắc ký lỏng.

4.3 Natri dihydrophosphat (NaH_2PO_4), loại tinh khiết phân tích.

4.4 Natri hydrophosphat (Na_2HPO_4), loại tinh khiết phân tích.

4.5 Axit phosphoric (H_3PO_4 , $\geq 85\%$), loại tinh khiết phân tích.

4.6 Natri hydroxide (NaOH), loại tinh khiết phân tích.

4.7 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (5.3) cân khoảng 0,01 g chất chuẩn chlorobromo isocyanuric acid (4.1), chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức dung tích 20 ml (5.1), hòa tan và định mức đến vạch bằng dung dịch đệm (4.8)–metanol (4.2) (75:25, theo thể tích) được nồng độ khoảng 0,5 mg/ml. Đặt vào bể siêu âm (5.7) trong 5 min, lọc qua màng lọc (5.5) bằng xy ranh lọc mẫu (5.6) (nếu cần), đuổi khí trước khi bơm vào thiết bị.

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 0,0001g thì lượng mẫu và chuẩn tăng lên 10 lần.

Dung dịch chuẩn nên bảo quản ở 2 °C đến 4 °C; dung dịch chuẩn phải kiểm tra chất lượng trước khi sử dụng.

4.8 Dung dịch đệm phosphat 0.1M NaH_2PO_4 - Na_2HPO_4 (pH 7,3)

Dùng cân phân tích (5.3) cân khoảng 3,17 g NaH_2PO_4 (4.3) và 10,93 g Na_2HPO_4 (4.4) cho vào cốc 1 lít (5.2), hoà tan bằng 1000 ml nước, được dung dịch đệm pH 7,3. Kiểm tra độ pH bằng cách sử dụng máy đo pH (5.9), điều chỉnh độ pH (nếu cần) bằng axit phosphoric (4.5) hoặc natri hydroxide (4.6). Trộn đều hỗn hợp và đặt vào bể siêu âm (5.7), siêu âm 5 min để loại bỏ bọt khí trước khi sử dụng.

5 Thiết bị, dụng cụ

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, thủy tinh loại A.

5.2 Cốc, dung tích 1 lít.

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

5.4 Xy ranh bơm mẫu, dung tích 50 μ l, chia vạch đến 1 μ l hoặc bơm tiêm mẫu tự động.

5.5 Màng lọc xy ranh PTFE, có kích thước lỗ 0,45 μ m, đường kính 25 mm.

5.6 Xy ranh lọc mẫu, dung tích 5 ml, dùng cho màng lọc PTFE (5.5).

5.7 Bể siêu âm, tần số siêu âm từ 40 kHz đến 100 kHz.

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

- Hệ thống bơm cao áp;
- Detector tử ngoại (UV, DAD, PAD);
- Buồng điều nhiệt cột tách có mức điều nhiệt tại 35 °C;
- Cột sắc ký lỏng Lichrospher RP18, có chiều dài 250 mm, đường kính 4,6 mm, kích thước hạt 5 μ m hoặc loại tương đương;
- Bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay;
- Bộ xử lý số liệu.

5.9 Máy đo pH.

5.10 Rây, đường kính lỗ 0,2 mm.

5.11 Máy nghiền mẫu.

6 Lấy mẫu

6.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Tiêu chuẩn này không qui định việc lấy mẫu.

Nên lấy mẫu theo TCVN 12017 : 2017.

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc biến đổi trong suốt quá trình vận chuyển và bảo quản.

6.2 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 nhiệt độ phòng; đối với mẫu dạng bột thì phải trộn đều, mẫu dạng hạt phải được trộn đều và nghiền bằng máy nghiền mẫu (5.11) rồi rây qua rây cỡ lỗ 0,2 mm (5.10).

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (5.3) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,01 g hoạt chất chlorobromo isocyanuric acid, chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức dung tích 20 ml (5.1) hòa tan và định mức tới vạch bằng dung dịch đệm (4.8)–metanol (4.2) (75:25, theo thể tích). Đặt vào bể siêu âm (5.7) siêu âm 5 min, để nguội đến nhiệt độ phòng. Dùng xy ranh lọc mẫu (5.6) lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 µm (5.5) trước khi bơm vào thiết bị.

7.2 Xác định hàm lượng hoạt chất

7.2.1 Điều kiện phân tích

- pha động: Dung dịch đệm (4.8) : Metanol = 75 : 25 (theo thể tích)(*)
- bước sóng: 214 nm
- tốc độ dòng: 0,5 ml/min
- thể tích mẫu bơm: 20 µl
- nhiệt độ cột: 35 °C

(*) tỉ lệ thành phần pha động có thể thay đổi tùy theo nền mẫu và phải được đánh giá sự thay đổi này trước khi áp dụng

7.2.2 Xác định

Dùng xy ranh (5.4) bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.7) cho đến khi số đo diện tích của pic chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % giữa hai lần bơm liên tiếp. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc (4.7) và dung dịch mẫu thử (7.1), lặp lại 2 lần (số đo diện tích của pic chuẩn và pic mẫu thử thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu). Tỷ lệ diện tích pic của mẫu thử so với diện tích pic của chuẩn nằm trong khoảng từ 70 % đến 130 %.

8 Tính kết quả

8.1 Tính hàm lượng chlorobromo isocyanuric acid

Hàm lượng chlorobromo isocyanuric acid trong mẫu, X, biểu thị bằng phần trăm (%) được tính theo công thức:

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

Trong đó:

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

S_c là giá trị trung bình của 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 (%);

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song.

8.2 Cách quy đổi hàm lượng chlorobromo isocyanuric acid

- Quy đổi hàm lượng hoạt chất:

+ Đơn vị g/kg: $Y \text{ (g/kg)} = X \text{ (%) } \times 10$

Trong đó: 10 là hệ số quy đổi

X (%): kết quả tính theo công thức (1)

Y là hàm lượng chlorobromo isocyanuric acid trong mẫu (g/kg)

+ Đơn vị g/L: $Z \text{ (g/L)} = X \text{ (%) } \times 10 \times d$

Trong đó: 10 là hệ số quy đổi

X (%) là kết quả tính theo công thức (1)

Z là hàm lượng chlorobromo isocyanuric acid trong mẫu (g/l)

d là khối lượng riêng của mẫu (g/ml), được xác định theo TCVN 8050 : 2016.

+ Đơn vị %(w/v): $W \text{ %(w/v)} = X \text{ (%) } \times d$

Trong đó: X (%): kết quả tính theo công thức (1)

W: là hàm lượng chlorobromo isocyanuric acid trong mẫu (%w/v)

d: là khối lượng riêng của mẫu, được xác định theo TCVN 8050 : 2016.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

TCVN 13262-8:2022

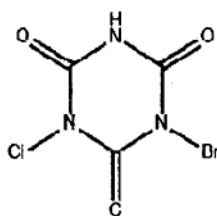
- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết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

Phụ lục A

(Tham khảo)

Thông tin về hoạt chất Chlorobromo isocyanuric acid

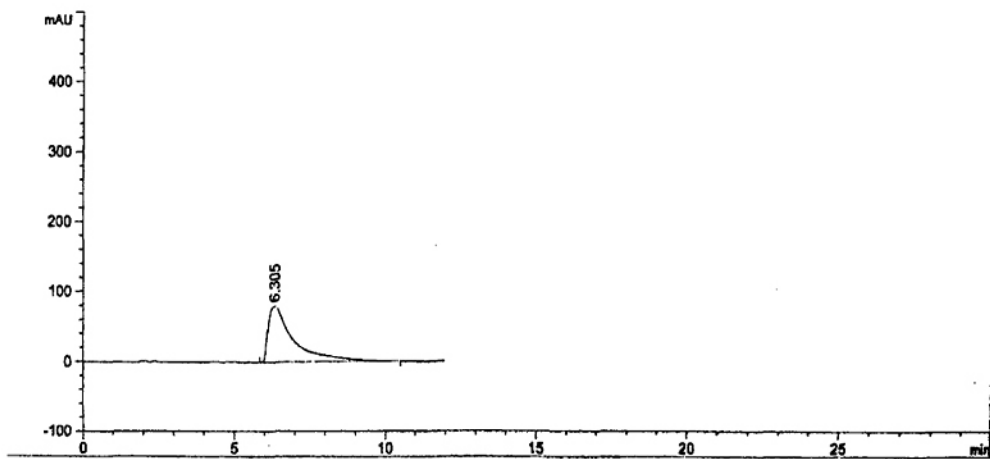
Công thức cấu tạo:



Tên hoạt chất:	Chlorobromo isocyanuric acid
Tên hoá học (IUPAC):	1-bromo-3-chloro-1,3,5-triazinane-2,4,6-trione
Công thức phân tử:	$C_3HBrClN_3O_3$
Khối lượng phân tử:	242,42 g/mol

Phụ lục B:
(Tham khảo)

Thông tin về sắc ký đồ điển hình của chlorobromo isocyanuric acid



Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] *Manual on the development and use of FAO and WHO specification for pesticides*, (2016).
 - [2] *Danh mục thuốc bảo vệ thực vật được phép sử dụng ở Việt Nam*, (2020).
 - [3] Hanwen Sun, Xiaolan Qin, Xusheng Ge & Lixin Wang (2011), *Effective separation and sensitive determination of cyanuric acid, melamine and cyromazine in environmental water by reversed phase high-performance liquid chromatography*, Environmental Technology, 32(3): 317-323.
 - [4] Ding Xiaping, Tang Huimin, *Determination of Trichloroisocyanuric Acid by HPLC*, Jiangsu Agro-product Quality Test Center, Nanjing210036.
 - [5] Henan Yintian Fine Chemical Co., Ltd. (2015), *Patent Application-CN201510228646.XA- A kind of production method of chlorobromoisocyanuric acid*.
 - [6] Appendix F: *Guidelines for Standard Method Performance Requirements*, Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (2016) 20th Ed., AOAC INTERNATIONAL, Rockville, MD, USA.
 - [7] *TCVN12017: 2017 Thuốc bảo vệ thực vật - Lấy mẫu*, (2017).
-