

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9478 : 2012

Xuất bản lần 1

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

Pesticides containing zineb - Technical requirements and test methods

HÀ NỘI - 2012

Lời nói đầu

TCVN 9478: 2012 do Cục Bảo vệ thực vật - Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn 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 zineb - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing zineb –

Technical requirements and test methods

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với zineb kỹ thuật và dạng thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất zineb (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*

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Yêu cầu cảm quan

Yêu cầu về cảm quan của zineb 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
Zineb kỹ thuật (Technical material - TC)	Sản phẩm có màu trắng ngà	Dạng bột không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa zineb (Wettable powder - WP)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột mịn đồng nhất, phân tán được trong nước, tạo một huyền phù khi sử dụng

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Zineb kỹ thuật

Hàm lượng zineb (tính theo %, g/kg) phải được công bố và khi xác định, hàm lượng trung bình không nhỏ hơn mức hàm lượng tối thiểu đã công bố.

3.2.2 Zineb thành phẩm

Hàm lượng zineb (tính theo %, g/kg) 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 zineb trong 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	± 25 % đối với dạng không đồng nhất (WP...)
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 của thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa zineb

3.3.1. Tỷ suất lơ lửng

Sản phẩm sau khi tạo huyền phù với nước cứng chuẩn ở $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 30 min, hàm lượng zineb trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %.

3.3.2 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ $75\text{ }\mu\text{m}$ sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.3.3 Độ bột

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

3.3.4 Độ thấm ướt

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

3.3.5 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày có hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.3.1; 3.3.2 và 3.3.4

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

Zineb khi bị phân hủy bằng axit sulfuric nóng giải phóng carbon disulphide. Carbon disulphide được hấp thụ bởi dung dịch kali hydroxit trong methanol. Kali methyl xanthate tạo thành được chuẩn độ bằng dung dịch iot chuẩn với chỉ thị hồ tinh bột.

4.2.2 Thuốc thử

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

4.2.2.1 Dung dịch chỉ axetat 10 %: Cân 10 g chỉ axetat 98 % hòa tan vào 100 ml nước cất.

4.2.2.2 Dung dịch kali hydroxit 2 N trong methanol: Cân 56 g kali hydroxit hòa tan vào 500 ml methanol khan.

4.2.2.3 Dung dịch axit acetic 20%

4.2.2.4 Axit sulphuric đặc 98 %

4.2.2.5 Hồ tinh bột, dung dịch 1%

Hòa 1 g hồ tinh bột với 5 ml nước, khuấy đều, vừa thêm nước sôi vừa khuấy đến 100 ml, đun sôi vài phút cho đến khi dung dịch trong suốt, để nguội dung dịch.

4.2.2.6 Dung dịch chỉ thị: phenolphthalein 1% trong ethanol

4.2.2.7 Dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$: 0,06 M (ống chuẩn)

Xác định nồng độ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn:

Dùng cân phân tích (4.2.3.10) cân chính xác khoảng 0,15 g kali iodat (đã được sấy khô ở nhiệt độ 105 °C, trong 2 h) vào bình tam giác, hòa tan bằng 40 ml nước cất, thêm 2 g kali iodua và 6 ml axit clorhydric 2 N, lắc đều. Chuẩn độ bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn 0,05 M cho đến khi dung dịch có màu vàng tái, thêm 200 ml nước cất và 1 ml hồ tinh bột, tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch mất màu.

Nồng độ dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn, C_1 , tính bằng mol/l theo công thức sau:

$$C_1 = \frac{1000 \times w}{35,67 \times V_1} = \frac{28,04 \times w}{V_1}$$

Trong đó:

C_1 là nồng độ dung dịch natri thiosulphat chuẩn (mol/l);

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulphat chuẩn dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

w là khối lượng kali iodat dùng để chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, tính bằng gam (g);

CHÚ Ý : Dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn cần được chuẩn lại trước mỗi lần làm thử nghiệm.

4.2.2.8 Dung dịch chuẩn iot: 0,05 M

Hòa tan 12,7 g iot và 60 g KI trong 75 ml nước, chuyển vào bình định mức 1 lít, định mức đến vạch bằng nước cất, lắc kỹ, bảo quản dung dịch trong lọ thủy tinh màu nâu.

Xác định nồng độ dung dịch iot chuẩn :

Dùng pipet lấy chính xác V_1 ml dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm 20 ml nước cất, thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột và chuẩn độ bằng dung dịch iot cho đến khi xuất hiện màu xanh tím.

Nồng độ dung dịch iot chuẩn, C , tính bằng mol/l theo công thức sau:

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V}$$

Trong đó:

C_1 là nồng độ dung dịch natri thiosulphat chuẩn (mol/l);

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulphat chuẩn dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

V là thể tích dung dịch iot chuẩn đã chuẩn độ hết, tính bằng mililit (ml).

CHÚ Ý: Dung dịch iot và chuẩn cần được chuẩn lại trước mỗi lần làm thử nghiệm.

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 Bình cầu 3 cổ, dung tích 250 ml

4.2.3.2 Ống dẫn khí

4.2.3.3 Phễu nhỏ giọt

4.2.3.4 Bình sục khí,

4.2.3.5 Bình hấp phụ

4.2.3.6 Cốc thủy tinh, dung tích 500 ml

4.2.3.7 Buret 50 ml

4.2.3.8 Sinh hàn thẳng

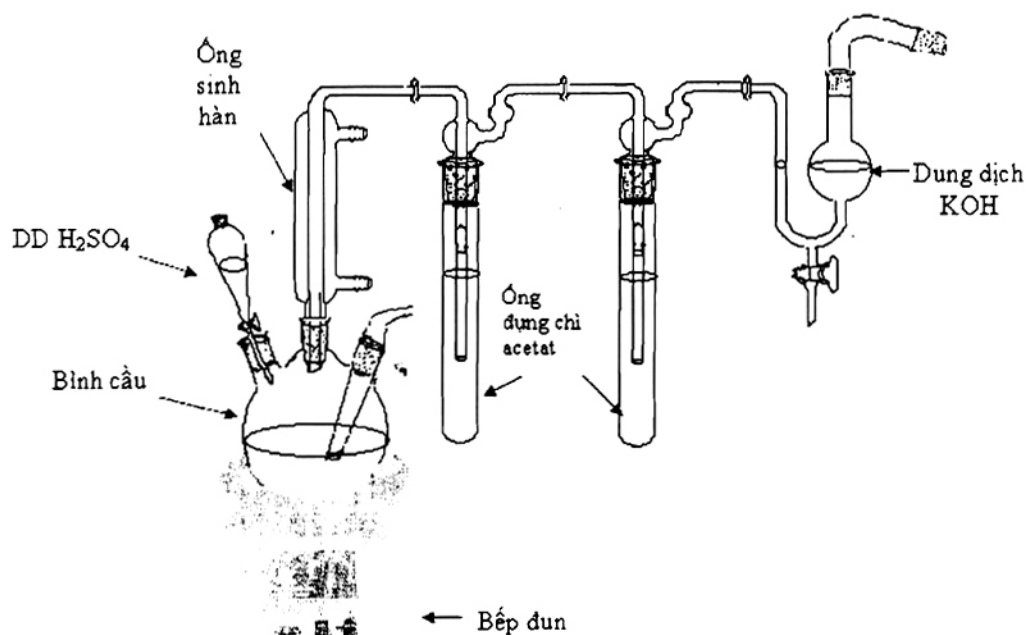
4.2.3.9 Bếp điện amiang

4.2.3.10 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,0001 g

4.2.3.11 Máy hút chân không.

4.2.4 Cách tiến hành

Lắp dụng cụ như hình



Cho dung dịch chì axetat (2.2.2.1) tới nửa hai bình sục khí (4.2.3.4), cho 50 ml dung dịch kali hydroxit 2 N (2.2.2.2) vào bình hấp phụ (4.2.3.5). Nối đầu ra của bình hấp phụ với máy hút chân không (4.2.3.11).

Dùng cân phân tích (4.2.3.10) cân mẫu thử chứa khoảng 0.35 g hoạt chất zineb, chính xác đến 0,0001 g vào bình cầu 3 cổ (4.2.3.1), thêm 80 ml nước, lắp sinh hàn (4.2.3.8), bật máy hút (4.2.3.11) để tạo chân không, điều chỉnh sao cho dòng khí vào bình hấp phụ (4.2.3.5) có tốc độ 5-10 bong bóng 1 giây, thêm từ từ 20 ml axit sulphuric đặc (4.2.2.4) qua phễu nhỏ giọt (4.2.3.3) cho đến hết, khóa van của phễu nhỏ giọt để khí tạo thành không bay ra ngoài. Chú ý chân ống dẫn khí (4.2.3.2) phải ngập trong dung dịch mẫu thử.

Đun sôi nhẹ dung dịch mẫu 1h. Để nguội, tắt máy hút (4.2.3.11) và chuyển toàn bộ dung dịch ở bình hấp phụ (4.2.3.5) vào cốc thủy tinh 500 ml (4.2.3.6), tráng 4 lần, mỗi lần 50 ml nước. Trung hòa bằng axit acetic (4.2.2.3), dùng phenolphthalein làm chỉ thị. Thêm 1 ml hồ tinh bột làm chỉ thị, chuẩn độ ngay lập tức bằng dung dịch iot 0,05 M (4.2.2.8) cho đến khi xuất hiện màu xanh tím.

Làm thí nghiệm tương tự với mẫu trắng.

4.2.5 Tính kết quả

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

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \times 2,758 \times C}{m}$$

Trong đó:

0,02758 : là khối lượng zineb tương đương với 1 ml dung dịch iốt 0,05 M

V_1 : là thể tích dung dịch iốt dùng để chuẩn độ với mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V_2 : là thể tích dung dịch iốt dùng để chuẩn độ với mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

C : là nồng độ dung dịch iốt chuẩn (mol/l);

m : là khối lượng mẫu tính bằng gam (g)

4.3 Xác định tỷ suất lơ lửng

4.3.1 Cách tiến hành

Cân lượng mẫu thử đủ để pha 250 ml dung dịch huyền phù có nồng độ tương ứng với nồng độ sử dụng.

Xác định tỷ suất lơ lửng theo TCVN 8050 : 2009, trong đó khối lượng hoạt chất (q) trong 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong được lắc đều, chuyển định lượng vào bình cầu 250 ml (4.2.3.1) và xác định theo mục 4.2

4.3.2 Tính kết quả

Tỷ suất lơ lửng, Y , biểu thị bằng phần trăm (%) được tính theo công thức:

$$Y = \frac{1,11 \times (c - q)}{c}$$

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 zineb trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

a là hàm lượng của zineb trong sản phẩm đã xác định được, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

b là khối lượng mẫu chuyển vào ống đong 250 ml, tính bằng gam (g);

q là khối lượng hoạt chất zineb trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g);

$$q = \frac{275,8 \times V_3 \times C}{1000} = 0,2758 \times V_3 \times C$$

V_3 là thể tích dung dịch iốt dùng để chuẩn độ với mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

C là nồng độ của dung dịch iot chuẩn, (mol/l)

4.4 Xác định độ mịn

Xác định độ mịn theo TCVN 8050 : 2009.

4.5 Xác định độ bọt

Xác định độ bọt theo TCVN 8050 : 2009.

4.6 Xác định độ thấm ướt

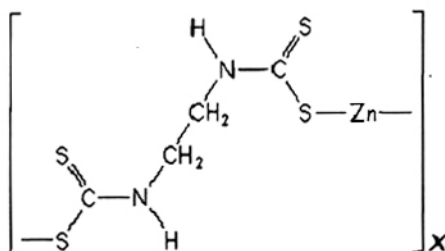
Xác định độ thấm ướt theo TCVN 8050 : 2009.

4.7 Xác định độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Xác định độ bền ở nhiệt độ cao theo TCVN 2741.

Phụ lục A
(Tham khảo)
Giới thiệu hoạt chất zineb

A1 Công thức cấu tạo:



- A2** Tên hoạt chất: Zineb
- A3** Tên hoá học (Theo IUPAC): zinc ethylenebis(dithiocarbamate) polymeric
- A4** Công thức phân tử: $C_4H_6N_2S_4Zn$
- A5** Khối lượng phân tử: 275,8
- A6** Độ hòa tan: Ở nhiệt độ thường, trong nước: 0,01g/l
Ít tan trong dung môi hữu cơ
- A7** Dạng bên ngoài: Chất rắn dạng bột màu vàng tái
- A8** Độ bền: Không bền ở nơi có ánh sáng.
Phân huỷ trong môi trường nóng, ẩm kéo dài.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] 10TCN 231-95 Thuốc trừ nấm bệnh zineb 80 % dạng bột thấm nước -Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử, 1995
 - [2] Manual on the development and use of FAO and WHO specification for pesticides, First Edition, 2006
 - [3] The Pesticide Manual, Thirteenth edition, 2003
-