

TCVN 10159:2013

Xuất bản lần 1

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

*Pesticides containing copper sulfate –
Technical requirements and test methods*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10159:2013 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 chứa hoạt chất đồng sunfat- Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing copper sulfate –

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 đồng sunfat kỹ thuật và các dạng thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất đồng sunfat (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*

TCVN 8984:2011, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất sulfur - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 10160:2013, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất đồng (I) oxit - 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 đồng sunfat 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
Đồng sunfat kỹ thuật (Technical material-TC)	Sản phẩm có màu xanh da trời	Sản phẩm dạng tinh thể, không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa đồng sunfat (Wettable powder-WP)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột mịn, phân tán được trong nước, tạo một huyền phù khi sử dụng
Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù đậm đặc (hay thuốc đậm đặc có thể lưu biến) có chứa đồng sunfat (Aqueous suspension concentrate-SC)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng huyền phù ổn định của một hay nhiều hoạt chất trong nước thành một chất lỏng. Hòa loãng với nước trước khi sử dụng
Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa đồng sunfat (Soluble concentrates-SL)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm ở dạng lỏng (trong suốt hay đục) được hòa với nước thành dung dịch phun. Trong thành phần có thể chứa phụ gia không tan trong nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bã bánh có chứa đồng sunfat (Briquette - BR)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Dạng viên rắn, hoạt chất được giải phóng dần dần khi ngâm vào nước

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Tổng lượng đồng trong đồng sunfat kỹ thuật

Hàm lượng đồng tổng số phải được công bố, không nhỏ hơn 250 g/kg và khi xác định, hàm lượng trung bình không nhỏ hơn mức hàm lượng tối thiểu đã công bố.

3.2.2 Tổng lượng đồng trong đồng sunfat thành phẩm

Hàm lượng đồng tổng số (tính theo %, g/l hoặc 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 đồng sunfat trong các dạng thành phẩm

Hàm lượng hoạt chất công bố ($ở 20 \pm 2^{\circ}\text{C}$)		Mức sai lệch cho phép
%	g/kg (g/l)	
Đến 2,5	Đến 25	$\pm 15\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (SC, SL,...) hoặc $\pm 25\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng không đồng nhất (WP, WG, BR...)
Từ trên 2,5 đến 10	Từ trên 25 đến 100	$\pm 10\%$ của hàm lượng công bố
Từ trên 10 đến 25	Từ trên 100 đến 250	$\pm 6\%$ của hàm lượng công bố
Từ trên 25 đến 50	Từ trên 250 đến 500	$\pm 5\%$ của hàm lượng công bố
Lớn hơn 50		$\pm 2,5\%$
	Lớn hơn 500	$\pm 25\text{ g/kg}$ hoặc g/l

3.3 Giới hạn hàm lượng tạp chất trong đồng sunfat kỹ thuật

3.3.1 Asen

Không lớn hơn $0,1 \times X$ mg/kg, trong đó X là hàm lượng đồng (g/kg) xác định được theo (4.2)

3.3.2 Chì

Không lớn hơn $0,5 \times X$ mg/kg, trong đó X là hàm lượng đồng (g/kg) xác định được theo (4.2)

3.3.3 Cadimi

Không lớn hơn $0,1 \times X$ mg/kg, trong đó X là hàm lượng đồng (g/kg) xác định được theo (4.2)

3.4 Yêu cầu về tính chất lý - hoá

3.4.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa đồng sunfat

3.4.1.1 Tỷ suất lơ lửng

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

TCVN 10159:2013

3.4.1.2 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 μm sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.4.1.3 Độ thấm ướt

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

3.3.1.4 Độ bột

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

3.4.1.5 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 $54 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.4.1.2; 3.4.1.3

3.4.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù đậm đặc có chứa đồng sunfat

3.4.2.1 Tỷ suất lơ lửng

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

3.4.2.2 Độ mịn

Lượng cặn còn lại trên rây có đường kính lỗ 75 μm sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.4.2.3 Độ bột

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

3.4.2.4 Độ bền bảo quản

3.4.2.4.1 Độ bền ở 0°C

Sau khi bảo quản ở nhiệt độ $0 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 7 ngày, sản phẩm phải phù hợp với quy định trong 3.4.2.1 và 3.4.2.2

3.4.2.4.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.4.2.1; 3.4.2.2

3.4.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng dung dịch có chứa đồng sunfat

3.4.3.1 Độ bọt

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

3.4.3.2 Độ bền bảo quản**3.4.3.2.1 Độ bền ở 0 °C**

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

3.4.3.2.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất xác định được theo 4.2 sau khi bảo quản ở nhiệt độ 54 ± 2 °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 đồng sunfat được xác định bằng phương pháp chuẩn độ iode với dung dịch chuẩn Natri thiosulfate, 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 Axit axetic băng**4.2.2.2 Dung dịch KI 30 % trong nước****4.2.2.3 Dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N (ống chuẩn)**

Trước khi làm thử nghiệm cần xác định nồng độ dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ theo TCVN 8984:2011

4.2.2.4 Dung dịch NH_4HF_2 (ammonium bifluoride) 5 %**4.2.2.5 Hồ tinh bột, dung dịch 1%**

TCVN 10159:2013

Hòa 1 g 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.

4.2.3 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 tam giác, dung tích 250 ml

4.2.3.2 Ống đong, dung tích 100 ml, có chia độ đến 1 ml.

4.2.3.3 Buret, dung tích 50 ml

4.2.3.4 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,0001 g

4.2.4 Cách tiến hành

4.2.4.1 Xác định hàm lượng đồng

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân mẫu thử chứa khoảng 0,2 g tổng lượng đồng, chính xác đến 0,0001 g vào bình tam giác 250 ml, thêm 25 ml nước cất và 5-10 ml axit acetic băng (4.2.2.1). Lắc cho tan mẫu, thêm 1 ml ammonium bifluoride (4.2.2.4) và 5 ml dung dịch KI (4.2.2.2), chuẩn độ ngay lập tức với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (4.2.2.3) cho đến màu vàng tái. Thêm 2ml dung dịch hồ tinh bột làm chỉ thị, tiếp tục chuẩn độ cho đến khi màu xanh đen biến mất.

4.2.4.2 Tính kết quả

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

$$X = \frac{63,5 \times V \times N}{1000} \times \frac{100}{m} = \frac{6,35 \times V \times N}{m}$$

Hàm lượng đồng sunfat trong mẫu, X1, biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) được tính theo công thức:

$$X1 = \frac{X \times 249,7}{63,5}$$

Trong đó:

249,7 : là khối lượng phân tử của đồng sunfat

63,5 : là khối lượng nguyên tử của đồng (1 ml dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 M tương đương với 0,0635 g đồng)

V : là thể tích dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

N : là nồng độ dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 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 và bổ sung như sau: Sau khi hút 225 ml dung dịch phía trên của cột chất lỏng, lắc đều, chuyển định lượng toàn bộ 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong vào bình tam giác 250 ml và xác định khối lượng hoạt chất theo (4.2) của tiêu chuẩn này.

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

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

a là hàm lượng của đồng 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 đồng trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đong, tính bằng gam (g);

$$q = 0,0635 \times V_3 \times N$$

V_3 là thể tích dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn dùng để chuẩn độ với mẫu thử, tính bằng mililit (ml),

N là nồng độ của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ chuẩn, (mol/l)

Tỷ suất lơ lửng đồng sunfat là tỷ suất lơ lửng của đồng trong mẫu thử.

TCVN 10159:2013

4.4 Xác định hàm lượng asen, chì, cadimi

Xác định theo TCVN 10160:2013, Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất đồng (I) oxit- Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

4.5 Xác định độ mịn, độ thấm ướt, độ bột

Xác định theo TCVN 8050 : 2009.

4.6 Xác định độ bền bảo quản

4.6.1 Xác định độ bền ở 0°C

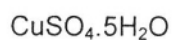
Xác định độ bền ở 0°C theo TCVN 8382:2010

4.6.2 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 đồng sunfat**A1** Công thức cấu tạo:**A2** Tên hoạt chất: Đồng sunfat**A3** Tên hoá học (Theo IUPAC): Copper sulfate**A4** Công thức phân tử: $\text{CuH}_{10}\text{O}_9\text{S}$ **A5** Khối lượng phân tử: 249,7**A6** Độ hòa tan trong:

Nước (g/kg, ở 25 °C) 230,5

Metanol (g/l, ở 18 °C) 156

Không tan trong hầu hết các dung môi hữu cơ khác

A7 Dạng bên ngoài: Tinh thể màu xanh**A8** Độ bền: Hút ẩm chậm trong không khí. Khi bị nung ở nhiệt độ 250 °C thì mất nước trở thành đồng sunfat khan.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Danh mục thuốc bảo vệ thực vật được phép sử dụng tại Việt nam, 2012
- [2] CIPAC HANDBOOK, volume 1, 44/.0/1/M2/1.
- [3] FAO specifications for plant protection products, AGP:CP/251, 1991
- [4] Manual on the development and use of FAO and WHO specification for pesticides, First Edition, 2006
- [5] The Pesticide Manual, Thirteenth edition, 2003