

**TCVN 10161:2013**

Xuất bản lần 1

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

*Pesticides containing atrazine*

*Technical requirements and test methods*

HÀ NỘI – 2013

## **Lời nói đầu**

TCVN 10161:2013 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 atrazine

## Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

*Pesticides containing atrazine*

*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 atrazine kỹ thuật và các dạng sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất atrazine.(xem giới thiệu hoạt chất-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.

TCVN 2741-86, *Thuốc trừ sâu – Basudin 10 % dạng hạt*;

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*;

TCVN 8050 : 2009, *Thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật – Phương pháp xác định 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 atrazine 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                                                                                                                        |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Atrazine kỹ thuật</b> (Technical material - TC)                                                 | Sản phẩm không màu hoặc màu trắng | Sản phẩm có dạng bột kết tinh                                                                                                     |
| <b>Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa atrazine</b> (Wettable powder - WP)            | Đặc trưng của từng sản phẩm       | Sản phẩm dạng bột mịn đồng nhất                                                                                                   |
| <b>Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa atrazine</b> (Aqueous suspension concentrate - SC) | Đặc trưng của từng 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 |

#### 3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

##### 3.2.1 Atrazine kỹ thuật

Hàm lượng atrazine (tính theo %, g/kg) phải được công bố không nhỏ hơn 92% và khi xác định, hàm lượng trung bình không được nhỏ hơn mức hàm lượng tối thiểu đã công bố

##### 3.2.2 Atrazine thành phẩm

Hàm lượng atrazine (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) phải được công bố và khi xác định phải phù hợp với mức sai lệch cho phép của hàm lượng hoạt chất được quy định trong bảng 2.

**Bảng 2 – Hàm lượng atrazine trong các dạng sản phẩm**

| Hàm lượng hoạt chất công bố (ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) |               | Mức sai lệch cho phép                                      |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|------------------------------------------------------------|
| %                                                                                           | g/kg hoặc g/l |                                                            |
| Đến 2,5                                                                                     | Đến 25        | $\pm 15\%$ của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất SC |

|                    |                     |                                        |
|--------------------|---------------------|----------------------------------------|
|                    |                     | ± 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 hoặc g/l                     |

### 3.3 Yêu cầu về hàm lượng tạp chất

#### 3.3.1 Hàm lượng tạp chất trong atrazine kỹ thuật

##### 3.3.1.1 Natri clorua

Không lớn hơn 2,0%

##### 3.3.1.2 Hao hụt khối lượng ở 105°C

Không lớn hơn 3,0%

### 3.4 Yêu cầu về tính chất lý - hoá

#### 3.4.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa atrazine

##### 3.4.1.1 Tỷ suất lơ lửng

Sau khi tạo huyền phù của sản phẩm trong nước cứng chuẩn ở  $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong 30 min, hàm lượng atrazine trong dung dịch huyền phù: Không nhỏ hơn 60 %

##### 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

Không khuấy trộn, sản phẩm phải thấm ướt hoàn toàn trong 1,5 min

##### 3.4.1.4 Độ tạo bọt

Lượng bọt tạo thành sau 1 min: Không lớn hơn 25 ml

## **TCVN 10161:2013**

### **3.4.1.5 Độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao**

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ  $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  trong 14 ngày có hàm lượng hoạt chất chính xác định được theo 4.2 không nhỏ hơn 95% so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong mục 3.4.1.1; 3.4.1.2; 3.4.1.3; 3.4.1.4

### **3.4.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa atrazine**

#### **3.4.2.1 Tỷ suất lơ lửng**

Sau khi tạo huyền phù của sản phẩm trong nước cứng chuẩn ở  $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  trong 30 min, hàm lượng atrazine 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  $75\text{ }\mu\text{m}$  sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %

#### **3.4.2.3 Độ bền bảo quản**

##### **3.4.2.3.1 Độ bền ở $0^{\circ}\text{C}$**

Sản phẩm sau khi bảo quản ở nhiệt độ  $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  trong 7 ngày, sản phẩm phải phù hợp với tính chất vật lý quy định trong mục 3.4.3.1; 3.4.3.2.

##### **3.4.2.3.2 Độ bền ở nhiệt độ cao**

Sau khi bảo quản ở nhiệt độ  $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  trong 14 ngày, hàm lượng hoạt chất xác định được không thấp hơn 95 % so với kết quả hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao, sản phẩm phải phù hợp với tính chất vật lý quy định trong mục 3.4.2.1 và 3.4.2.2

## **4 Phương pháp thử**

### **4.1 Lấy mẫu**

Lấy mẫu theo phụ lục A của tiêu chuẩn TCVN 8143:2009

### **4.2 Xác định hàm lượng hoạt chất**

#### **4.2.1 Nguyên tắc**

Hàm lượng atrazine được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID). Dùng dioctylphthalate (DOP) làm chất nội chuẩn

**4.2.2 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng các thuốc thử 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 Chất chuẩn atrazine**, đã biết hàm lượng.

**4.2.2.2 Chất nội chuẩn dioctylphthalate (DOP)**, 99 %.

**4.2.2.3 Axeton**, dùng cho sắc ký khí.

**4.2.2.4 Khí nitơ**, có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99,9 %.

**4.2.2.5 Khí hydro**, có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99,9 %.

**4.2.2.6 Không khí nén**, dùng cho máy sắc ký khí.

**4.2.2.7 Dung dịch nội chuẩn**, nồng độ 12,0 mg/ml.

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân khoảng 1,20 g chất nội chuẩn DOP (4.2.2.2) chính xác tới 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức tới vạch bằng axeton (4.2.2.3).

**4.2.2.8 Dung dịch chuẩn làm việc**

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân khoảng 0,012 g chất chuẩn atrazine (4.2.2.1) vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3).

CHÚ THÍCH: Chất chuẩn 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 Bình định mức**, dung tích 10 ml.

**4.2.3.2 Pipet**, dung tích 1 ml.

**4.2.3.3 Xylanh bơm mẫu**, dung tích 10 µl, chia vạch đến 1 µl.

**4.2.3.4 Cân phân tích (\*)**, có độ chính xác đến 0,0001 g.

**4.2.3.5 Màng lọc**, có cỡ lỗ 0,45 µm.

**4.2.3.6 Đĩa bay hơi**.

## TCVN 10161:2013

### 4.2.3.7 Tủ sấy chân không.

### 4.2.3.8 Thiết bị sắc ký khí, được trang bị như sau:

- detector ion hoá ngọn lửa (FID);
- injector chia dòng và không chia dòng;
- cột mao quản ZB-50 (50% phenyl 50% methylpolysiloxane), có chiều dài 30 m, đường kính trong 0,32 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25  $\mu$ m hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay;
- Máy tích phân kế hoặc máy vi tính.

### 4.2.3.9 Máy lắc siêu âm

(\*) **Ghi chú** : Nếu sử dụng cân có độ chính xác đến 0,00001g thì có thể cân các mẫu chuẩn và mẫu thử đến 0,01g.

## 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 thấp cần được làm tan chảy ở nhiệt độ thích hợp; đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều.

### 4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,012 g hoạt chất atrazine vào bình định mức 10 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3), đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.9) trong 10 min để hòa tan mẫu. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45  $\mu$ m (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy (nếu cần).

### 4.2.4.3 Điều kiện phân tích

- chương trình nhiệt độ cột:

|                              |          |
|------------------------------|----------|
| Nhiệt độ đầu:                | 170°C    |
| Nhiệt độ cuối:               | 300°C    |
| Tốc độ tăng nhiệt độ:        | 30°C/min |
| Thời gian giữ nhiệt độ đầu:  | 0,5 min  |
| Thời gian giữ nhiệt độ cuối: | 5 min    |

- nhiệt độ buồng bơm mẫu : 250 °C
- nhiệt độ detector : 300 °C

- khí mang nitơ : 1,8 ml/min
- khí hydro : 25 ml/min
- khí nén : 200 ml/min
- khí nitơ bổ trợ cho detector 30 ml/min
- thể tích bơm mẫu : 1  $\mu$ l
- tỷ lệ chia dòng: 30 : 1.

#### 4.2.4.4 Xác định hàm lượng hoạt chất

Dùng xylanh (4.2.3.3) bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi tỉ số của số đo diện tích của pic mẫu chuẩn và pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc (4.2.2.8) và dung dịch mẫu thử (4.2.4.2), lặp lại 2 lần (tỷ số của số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

#### 4.2.4.5 Tính kết quả

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

$$X = \frac{F_m \times m_c}{F_c \times m_m} \times P$$

trong đó:

$F_m$  là giá trị trung bình của tỉ số số đo diện tích của pic mẫu thử với pic nội chuẩn;

$F_c$  là giá trị trung bình của tỉ số số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội 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: cân lượng mẫu thử đủ để pha 250 ml dung dịch huyền phù có nồng độ tương ứng nồng độ sử dụng, trong đó khối lượng hoạt chất atrazine trong 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong được xác định theo (4.2.1) và bổ sung như sau:

#### 4.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

## TCVN 10161:2013

Sau khi hút 225 ml dung dịch phía trên, chuyển định lượng toàn bộ dung dịch còn lại vào một đĩa bay hơi(4.2.3.6). Cho bay hơi ở nhiệt độ  $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong tủ sấy chân không(4.2.3.7) đến trọng lượng không đổi. Chuyển toàn bộ lượng mẫu đã sấy vào một bình định mức có dung tích 10 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3), đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.9) trong 10 min để hòa tan mẫu. Lọc dung dịch qua màng lọc  $0,45\text{ }\mu\text{m}$  (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: Khối lượng hoạt chất atrazine trong toàn ống đóng, tính bằng gam (g)

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

a: Hàm lượng của atrazine trong sản phẩm đã xác định được, tính bằng phần trăm (%)

b: Khối lượng mẫu chuyển vào ống đóng 250 ml, tính bằng gam (g);

q: Khối lượng hoạt chất atrazine trong 25 ml còn lại dưới đáy ống đóng, tính bằng gam (g)

$$q = \frac{F_m \times N_c}{F_c} \times \frac{P}{100} \times 10$$

$F_m$  là giá trị trung bình của tỷ số số đo diện tích của pic mẫu thử với pic nội chuẩn;

$F_c$  là giá trị trung bình của tỷ số số đo diện tích của pic mẫu chuẩn với pic nội 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 (%);

10 là thể tích hoà tan lượng mẫu sau khi sấy khô, tính bằng mililit (ml).

#### **4.4 Xác định độ mịn**

Xác định độ mịn theo TCVN 8050:2009.

#### **4.5 Xác định độ thấm ướt**

Xác định độ thấm nước theo TCVN 8050:2009.

#### **4.6 Xác định độ tạo bọt**

Xác định độ tạo bọt theo TCVN 8050:2009.

#### **4.7 Xác định độ bền bảo quản**

##### **4.7.1 Độ bền ở 0 °C**

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

##### **4.7.2 Độ bền ở nhiệt độ cao**

Xác định độ bền ở nhiệt độ cao theo TCVN 2741-86

#### **4.8 Xác định Natri clorua**

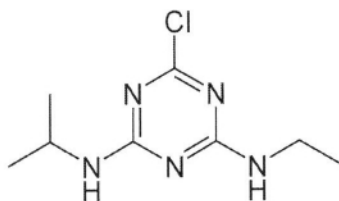
Xác định natri clorua theo TCVN 3973-84

## Phụ lục A

(Tham khảo)

### Giới thiệu hoạt chất atrazine

A1. Công thức cấu tạo:



A2. Tên hoạt chất: Atrazine

A3. Tên hoá học:IUPAC: 2-Chloro-4-ethylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazine

A4. Công thức phân tử:  $C_8H_{14}ClN_5$

A5. Khối lượng phân tử: 215,7

A6. Nhiệt độ nóng chảy: 175 - 177 °C

A7. Độ hòa tan ở 20 °C trong:

Nước: 28 mg/l

Metanol 18 g/l

Chloroform 52 g/l

A8. Dạng bên ngoài: Tinh thể không màu

A9. Độ bền: Bền ở nhiệt độ thường, phân huỷ trong môi trường axit và bazơ mạnh

### Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] CIPAC Handbook ( Volume H ) – Printed in Great by W. Heffer and Sons LTD, Cambridge, England , 1998
  - [2] FAO Specifications for Plant Protection Products, atrazine, 1975
  - [3] Manual on the development and use of FAO and WHO specification for pesticides (First Edition, 2006)
-