

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10979:2016

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

Pesticides containing bensulfuron - Technical requirements and test methods

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 10979:2016 được xây dựng theo tài liệu của FAO specification 502-2002, 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 Bensulfuron methyl - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing bensulfuron methyl -

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

TCVN 8050 : 2016, *Nguyên liệu và thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 8143 : 2009, *Thuốc bảo vệ thực vật – Xác định hàm lượng hoạt chất cypermethrin*

TCVN 8750:2014, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất deltamethrin – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 10157:2013, *Thuốc bảo vệ thực vật chứa hoạt chất đồng hydroxit – 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 bensulfuron methyl kỹ thuật và các dạng thành phẩm được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

Dạng thành phẩm	Màu sắc	Trạng thái
Bensulfuron methyl kỹ thuật (Technical material - TC)	Sản phẩm có màu trắng nhạt đến vàng nhạt	Dạng bột, không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường
Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước có chứa bensulfuron methyl (Water dispersible granule - WG)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng hạt, khô, rời, không bụi, được làm rã và phân tán vào nước trước khi sử dụng
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa bensulfuron methyl (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

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Thuốc kỹ thuật

Hàm lượng bensulfuron methyl (tính theo g/kg) phải được công bố không nhỏ hơn 960 g/kg và khi xác định, hàm lượng trung bình không nhỏ hơn mức hàm lượng tối thiểu đã công bố.

3.2.2 Thuốc thành phẩm

Hàm lượng bensulfuron methyl (tính theo %, g/kg hoặc g/l ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) 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 bensulfuron methyl trong các dạng thành phẩm

Hàm lượng hoạt chất công bố		Mức sai lệch cho phép
% (khối lượng/khối lượng hoặc khối lượng/thể tích)	g/kg (g/l ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$)	

Bảng 2- kết thúc

Đến 2,5	Đến 25	$\pm 25 \%$ của hàm lượng công bố đối với dạng không đồng nhất (WP, WG)
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 Yêu cầu về tính chất lý - hoá

3.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước (WP) có chứa bensulfuron methyl

3.3.1.1 Tỷ suất lơ lửng

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

3.3.1.2 Độ mịn

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

3.3.1.3 Độ bọt

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

3.3.1.4 Độ thấm ướt

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

3.3.1.5 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 xác định được theo 4.2 không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và phù hợp với quy định trong 3.3.1.1; 3.3.1.2 và 3.3.1.4.

3.3.2 Thuốc bảo vệ thực vật dạng hạt phân tán trong nước (WG) có chứa bensulfuron methyl

3.3.2.1 Tỷ suất lơ lửng

TCVN 10979: 2016

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 bensulfuron methyl trong dung dịch huyền phù: không nhỏ hơn 60 %

3.3.2.2 Độ mịn

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

3.3.2.3 Độ bột

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

3.3.2.4 Độ thấm ướt

Sản phẩm được thấm ướt hoàn toàn trong 10 s, không cần khuấy trộn.

3.3.2.5 Độ bụi

Sản phẩm không bụi

3.3.2.6 Độ chảy

Sản phẩm qua rây có đường kính lỗ 5 mm, sau 20 lần lắc rây, không nhỏ hơn 99 %

3.3.2.7 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, 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 3.3.2.1; 3.3.2.2; 3.3.2.4; 3.3.2.5.

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 bensulfuron methyl 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 mẫu chuẩn.

4.2.2 Thuốc thử

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

4.2.2.1 Chất chuẩn bensulfuron methyl, đã biết hàm lượng.

4.2.2.2 Acetonitrile, dùng cho HPLC

4.2.2.3 Axit phosphoric, 85%

4.2.2.4 Dung dịch đệm pH 2.6: Dùng axit phosphoric 85% (4.2.2.3) để điều chỉnh nước cất đến pH= 2,6

4.2.2.5 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (4.2.3.7) cân 0,1 g chất chuẩn bensulfuron methyl (4.2.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.2), thêm 90 ml acetonitrile (4.2.2.2), lắc siêu âm trong 15 min, làm lạnh đến nhiệt độ phòng và định mức đến vạch bằng acetonitrile (4.2.2.2)-dung dịch A.

Dùng pipet (4.2.3.3) lấy chính xác 1 ml dung dịch A vào bình định mức 20 ml (4.2.3.2), thêm 9 ml acetonitrile (4.2.2.2) và định mức đến vạch bằng nước cất. Đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.6) để đuổi bọt khí, lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μm (4.2.3.5) trước khi bơm vào máy.

CHÚ THÍCH: Chất 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 Cốc thủy tinh, dung tích 1000 ml.

4.2.3.2 Bình định mức, dung tích 10 ml; 20 ml; 100 ml.

4.2.3.3 Pipet, dung tích 1 ml; 10 ml.

4.2.3.4 Xyranh bơm mẫu, dung tích 50 μl , chia vạch đến 1 μl . hoặc bơm mẫu tự động

4.2.3.5 Màng lọc RC-PP, có kích thước lỗ 0,45 μm .

4.2.3.6 Máy lắc siêu âm.

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

4.2.3.8 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)
- Bơm cao áp có chương trình dung môi
- Máy tích phân hoặc máy vi tính
- Cột RP 18, 250 mm, đường kính 4,6 mm, kích thước hạt 5 μm hoặc loại tương đương

TCVN 10979: 2016

- Bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay.

4.2.4 Cách tiến hành

4.2.4.1 Chuẩn bị mẫu thử nghiệm

Mẫu cần được làm đồng nhất trước khi cân: đối với mẫu dạng lỏng phải lắc đều, nếu bị đông đặc do nhiệt độ tan chảy thấp cần được làm ở nhiệt độ phòng; đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều.

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.7) cân mẫu thử chứa khoảng 0,1 g hoạt chất bensulfuron methyl, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.2), thêm 90 ml acetonitrile (4.2.2.2), lắc siêu âm trong 15 min, làm lạnh đến nhiệt độ phòng và định mức đến vạch bằng acetonitrile (4.2.2.2)- Dung dịch B.

Dùng pipet (4.2.3.3) hút chính xác 1 ml dung dịch B vào bình định mức 20 ml (4.2.3.2), thêm 9 ml acetonitrile (4.2.2.2) định mức đến vạch bằng nước cất. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μm (4.2.3.5) (nếu cần). Đặt vào máy lắc siêu âm (4.2.3.6) để đuổi bọt khí trước khi bơm vào máy

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

Pha động:

Thời gian	acetonitrile (4.2.2.2)	Dung dịch đệm. (4.2.2.4)	Tốc độ dòng (ml/min)
0	45	55	1
13	70	30	1
14	45	55	1
25	45	55	1

Bước sóng: 254 nm

Thể tích vòng bơm: 20 μl

4.2.4.4 Xác định

Bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.2.2.5) cho đến khi số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc và dung dịch mẫu thử, lặp lại 2 lần (số đo diện tích của pic mẫu chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

4.2.4.5 Tính kết quả

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

$$X = \frac{S_m \times m_c}{S_c \times m_m} \times P$$

Trong đó:

S_m là số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là số đo diện tích của pic mẫu 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

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 : 2015, trong đó khối lượng hoạt chất bensulfuron methyl trong 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong được xác định theo (4.2) và bổ sung như sau:

4.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Sau khi hút 225 ml dung dịch phía trên của cột chất lỏng, lắc đều và chuyển định lượng toàn bộ 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong vào bình định mức 100 ml, thêm 50 ml acetonitrile (4.2.2.2), lắc siêu âm trong 15 min, làm lạnh đến nhiệt độ phòng, định mức tới vạch bằng acetonitrile (4.2.2.2). Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μ 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:

$$Y = \frac{111 \times (c - q)}{c} \times 100$$

Trong đó

TCVN 10979: 2016

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 bensulfuron methyl trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

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

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

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

$$q = \frac{S_m \times N_c}{S_c} \times \frac{P}{100} \times 100$$

S_m là số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là số đo diện tích của pic mẫu 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 (%);

100 là thể tích pha loãng 25 ml dung dịch dưới đáy ống đong, tính bằng mililit (ml).

4.4 Xác định độ mịn, độ bọt, độ thấm ướt, độ bền bảo quản ở nhiệt độ cao

Xác định theo TCVN 8050 : 2016.

4.5 Xác định độ bụi

Xác định theo TCVN 8750 :2014

4.6 Xác định độ chảy

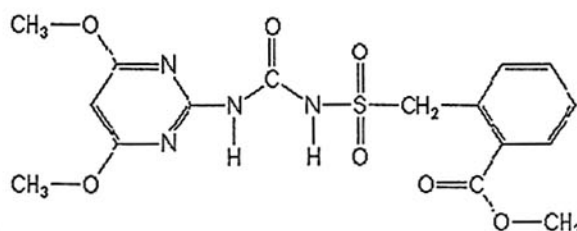
Xác định theo TCVN 10157 :2013.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất bensulfuron methyl

A.1 Công thức cấu tạo:



A.2 Tên hoạt chất: bensulfuron methyl

A.3 Tên hoá học (IUPAC): methyl α -[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-ylcarbonyl)sulfamoyl]-o-toluateA.4 Công thức phân tử: $C_{16}H_{18}N_4O_7S$

A.5 Khối lượng phân tử: 410,4

A.6 Nhiệt độ nóng chảy: 185 °C đến 188 °C

A.7 Độ hòa tan :

Trong nước (mg/l, ở 25 °C) 2,1 (pH 5); 67 (pH 5); 3100 (pH 5)

Trong dung môi hữu cơ (g/l, ở 20 °C):

Acetone	5,1
Acetonitrile	3,75
Dichloromethane	18,4
Ethyl acetate	1,75
n-heptane	3,62
Xylene	0,229

A.8 Dạng bên ngoài: Dạng rắn màu trắng, không mùi

A.9 Độ bền: Bền trong dung dịch kiềm yếu, phân hủy chậm trong dung dịch axit loãng.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Danh mục thuốc bảo vệ thực vật được phép sử dụng ở Việt Nam, 2014
- [2] TCCS 135:2014/BVTV thuốc bảo vệ thực vật- Yêu cầu kỹ thuật
- [3] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, Thirteenth Edition, 2003
- [4] FAO Specifications and Evaluations for plant protection products, Bensulfuron methyl, 2002
- [5] Manual on the development and use of FAO and WHO specification for pesticides, First Edition, 2006