

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8752:2014

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

Pesticides containing alpha-cypermethrin - Technical requirements and test methods

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 8752:2014 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 alpha-cypermethrin - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Pesticides containing alpha-cypermethrin - 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 alpha-cypermethrin kỹ thuật và các thành phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa hoạt chất alpha-cypermethrin (xem Phụ lục A).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau 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 các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

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

TCVN 4543, *Thuốc trừ nấm bệnh – Kitazin 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*

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Yêu cầu cảm quan

Yêu cầu về cảm quan của alpha-cypermethrin 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
Alpha-cypermethrin kỹ thuật (TC)	Màu trắng hoặc màu kem	Sản phẩm dạng bột kết tinh không chứa tạp chất có thể nhìn thấy bằng mắt thường
Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa alpha-cypermethrin (SC)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng huyền phù ổn định của các hạt mịn phân tán trong nước. Sau khi khuấy nhẹ, sản phẩm phải đồng nhất và dễ dàng hoà loãng với nước
Thuốc bảo vệ thực vật dạng bột thấm nước có chứa alpha-cypermethrin (WP)	Đặc trưng của từng sản phẩm	Sản phẩm dạng bột, phân tán được trong nước, tạo một huyền phù khi sử dụng
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa alpha-cypermethrin (EC)	Trong suốt, không vẩn đục, không lắng cặn	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất, bền vững, tạo nhũ tương khi hòa vào nước.
Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ tương, dầu trong nước có chứa alpha-cypermethrin (EW)	Trong suốt, không vẩn đục, không lắng cặn	Sản phẩm dạng lỏng không đồng nhất, khi hòa vào nước phân tán thành giọt nhỏ, đồng nhất.
Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng thể tích rất thấp có chứa alpha-cypermethrin (UL, ULV)	Trong suốt, không vẩn đục, không lắng cặn	Sản phẩm dạng lỏng đồng nhất để phun trực tiếp bằng máy bơm

3.2 Yêu cầu về hàm lượng hoạt chất

3.2.1 Thuốc kỹ thuật

Hàm lượng alpha-cypermethrin trong thuốc kỹ thuật được công bố, không nhỏ hơn 930 g/kg.

3.2.2 Thuốc thành phẩm

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

Hàm lượng hoạt chất công bố (ở 20 °C ± 2 °C)		Mức sai lệch cho phép
%	g/kg (g/l)	
Đến 2,5	Đến 25	± 15 % của hàm lượng công bố đối với dạng đồng nhất (EC, SC, UL...) ± 25 % đối với dạng không đồng nhất (EW, WP...)
Từ 2,5 đến 10	Từ 25 đến 100	± 10 % của hàm lượng công bố
Từ 10 đến 25	Từ 100 đến 250	± 6 % của hàm lượng công bố
Từ 25 đến 50	Từ 250 đến 500	± 5 % của hàm lượng công bố
Lớn hơn 50	-	± 2,5 %
-	Lớn hơn 500	± 25 g/kg (g/l)

3.3 Yêu cầu về tạp chất và chỉ tiêu lý-hoá

3.3.1 Thuốc bảo vệ thực vật dạng huyền phù có chứa alpha-cypermethrin

3.3.1.1 Tỷ suất lơ lửng

Sản phẩm sau khi tạo huyền phù với nước cứng chuẩn ở 30 °C ± 2 °C trong 30 min, hàm lượng alpha-cypermethrin 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 µm 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 pH (dung dịch 1% phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 5 đến 8.

3.3.1.5 Độ bền bảo quản

3.3.1.5.1 Độ bền ở 0 °C

Sau khi bảo quản ở nhiệt độ 0 °C ± 2 °C trong 7 ngày, sản phẩm phải phù hợp với quy định trong 3.3.1.1 và 3.3.1.2.

3.3.1.5.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

TCVN 8752:2014

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

3.3.2.1 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 alpha-cypermethrin 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 $75\text{ }\mu\text{m}$ sau khi thử rây ướt: Không lớn hơn 2 %.

3.3.2.3 Độ thấm ướt

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

3.3.2.4 Độ bọt

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

3.3.2.5 Độ pH (dung dịch 1% phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4 đến 8.

3.3.2.6 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 $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày không nhỏ hơn 95 % so với trước khi bảo quản và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.2.1; 3.3.2.2; 3.3.2.3 và 3.3.3.5.

3.3.3 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu có chứa alpha-cypermethrin

3.3.3.1 Độ bọt

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

3.3.3.2 Độ bền nhũ tương

Sản phẩm sau khi pha loãng với nước cứng chuẩn ở $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, phải phù hợp với quy định trong Bảng 3.

**Bảng 3 – Độ bền nhũ tương của thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ dầu
có chứa alpha-cypermethrin**

Chỉ tiêu	Yêu cầu
Độ tự nhũ ban đầu (30 s)	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 0,5 h, tính theo thể tích lớp kem, không lớn	2 ml
Độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h:	
– thể tích lớp kem, không lớn hơn	5 ml
– thể tích lớp dầu, không lớn hơn	1 ml
Độ tái nhũ sau khi pha mẫu 24 h ^{a)}	Hoàn toàn
Độ bền nhũ tương cuối cùng sau khi pha mẫu 24,5 h ^{a)}	
– thể tích lớp kem, không lớn hơn	5 ml
– thể tích lớp dầu, không lớn hơn	1 ml
^{a)} Chỉ xác định khi có nghi ngờ kết quả xác định độ bền nhũ tương sau khi pha mẫu 2 h.	

3.3.3.3 Độ pH (dung dịch 1% phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 5 đến 8.

3.3.3.4 Độ bền bảo quản

3.3.3.4.1 Độ bền ở 0 °C

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

3.3.3.4.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất sau khi bảo quản ở nhiệt độ 54 °C ± 2 °C trong 14 ngày, không nhỏ hơn 95 % so với hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.3.2 và 3.3.3.3.

3.3.4 Thuốc bảo vệ thực vật dạng nhũ tương, dầu trong nước có chứa alpha-cypermethrin

3.3.4.1 Độ bọt

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

3.3.4.2 Độ bền bảo quản

3.3.4.2.1 Độ bền ở 0 °C

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

TCVN 8752:2014

3.3.4.2.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, không nhỏ hơn 95 % so với hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao .

3.3.5 Thuốc bảo vệ thực vật dạng lỏng thể tích cực thấp có chứa alpha-cypermethrin

3.3.5.1 Độ pH (dung dịch 1% phân tán trong nước)

Trong khoảng từ 4 đến 8.

3.3.5.2 Độ bền bảo quản

3.3.5.2.1 Độ bền ở 0°C

Thể tích chất rắn và/hoặc chất lỏng tách lớp sau khi bảo quản ở nhiệt độ $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 7 ngày, không lớn hơn 0,3 ml.

3.3.5.2.2 Độ bền ở nhiệt độ cao

Hàm lượng hoạt chất sau khi bảo quản ở nhiệt độ $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 14 ngày, không nhỏ hơn 95 % so với hàm lượng hoạt chất xác định được trước khi bảo quản ở nhiệt độ cao và sản phẩm phải phù hợp với 3.3.5.1.

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 alpha-cypermethrin bằng phương pháp sắc ký khí

4.2.1 Nguyên tắc

Hàm lượng alpha-cypermethrin được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID). Dùng dioctyl phthalat (DOP) làm chất nội 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 alpha-cypermethrin, đã biết hàm lượng.

4.2.2.2 Chất nội chuẩn 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 8,8 mg/ml.

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân 0,88 g chất nội chuẩn DOP (4.2.2.2), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), hoà tan và định mức đến 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 0,1 g chất chuẩn alpha-cypermethrin (4.2.2.1), chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 10 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 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 của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

4.2.3.1 Bình định mức, dung tích 10 ml; 100 ml.

4.2.3.2 Pipet, dung tích 10 ml.

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

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

4.2.3.5 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 HP-5, có chiều dài 30 m, đường kính 0,32 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25 µm hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay;
- máy vi tính hoặc máy tích phân.

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

TCVN 8752:2014

4.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (4.2.3.4) cân mẫu thử có chứa khoảng 0,1 g hoạt chất alpha-cypermethrin, chính xác đến 0,0001 g vào bình định mức 100 ml (4.2.3.1), dùng pipet (4.2.3.2) thêm chính xác 10 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton. Lọc dung dịch trước khi bơm vào máy, nếu cần.

4.2.4.3 Điều kiện phân tích

- nhiệt độ cột: 265 °C
- nhiệt độ buồng bơm mẫu: 290 °C
- nhiệt độ detector: 320 °C
- khí mang nitơ: 2 ml/min
- khí hydro: 35 ml/min
- khí nén: 280 ml/min
- khí hỗ trợ cho detector: 40 ml/min
- thể tích bơm mẫu: 1 µl
- tỷ lệ chia dòng: 80 : 1.

4.2.4.4 Xác định

Dùng xyranh (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 alpha-cypermethrin trong mẫu, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) 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, khối lượng hoạt chất (q) trong 25 ml dung dịch còn lại dưới đáy ống đong được xác định theo (4.2) của tiêu chuẩn này và bổ sung như sau:

4.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Sau khi hút 225 ml dung dịch phía trên, chuyển định lượng toàn bộ dung dịch còn lại vào một đĩa bay hơi. Cho bay hơi ở nhiệt độ $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong tủ sấy chân không đến trọng lượng không đổi. Chuyển toàn bộ lượng mẫu đã sấy vào một bình định mức có dung tích 10 ml, dùng pipet thêm 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.2.2.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.2.2.3). 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

Tuỳ theo nồng độ hoạt chất sử dụng ghi trên nhãn của sản phẩm để chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ tương đương với nồng độ dung dịch mẫu thử.

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 là khối lượng hoạt chất alpha-cypermethrin trong toàn ống đong, tính bằng gam (g)

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

a là hàm lượng của alpha-cypermethrin 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 alpha-cypermethrin trong 25 ml còn lại trên đáy ống đong, 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;

TCVN 8752:2014

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 mililít (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 mililít (ml).

4.4 Xác định độ mịn

Xác định độ mịn theo TCVN 8050:2009.

4.5 Xác định độ bột

Xác định độ bột 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 nhũ tương

Xác định độ bền nhũ tương theo TCVN 8382:2010.

4.8 Xác định độ pH

Xác định độ pH theo TCVN 4543.

4.9 Xác định độ bền bảo quản

4.9.1 Xác định độ bền ở 0 °C

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

4.9.2 Xác định độ bền ở nhiệt độ cao

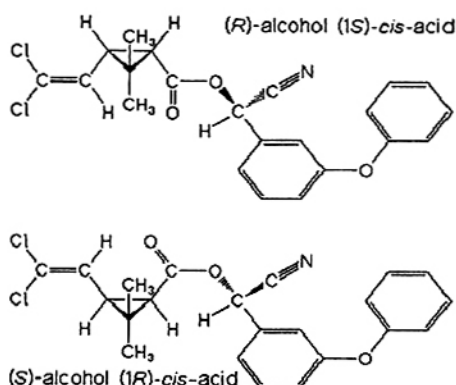
Xác định độ bền ở nhiệt độ cao theo TCVN 2741.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất alpha-cypermethrin

A.1 Công thức cấu tạo:



A.2 Tên hoạt chất: alpha-cypermethrin

Tên hoá học (IUPAC): là hỗn hợp racemic của (*S*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl-(1*R*,3*R*)-3-(2,2-dichlorovinyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate và (*R*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl-(1*S*,3*S*)-3-(2,2-dichlorovinyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate.

A.3 Công thức phân tử: $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

A.4 Khối lượng phân tử: 416,3

A.5 Nhiệt độ nóng chảy: 81,5 °C

A.6 Độ hòa tan: trong nước ở 20 °C, $\mu\text{g/l}$: = 0,67 (ở pH 4); = 3,97 (ở pH 7) và = 4,54 (ở pH 9).

Ở 21 °C, $\mu\text{g/l}$, trong:	n-hexan :	6,5
	toluen :	596
	metanol :	21,3
	isopropanol :	9,6
	etyl axetat:	584

A.7 Dạng bên ngoài: tinh thể không màu.

A.8 Độ bền: rất bền ở môi trường trung tính và axit trung bình, thủy phân trong môi trường kiềm.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] 10 TCN 388-99 Thuốc trừ sâu chứa hoạt chất Alpha-cypermethrin – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử
- [2] Collaborative International Pesticide analytical Council Limited, Analysis of Technical and Formulated Pesticides , CIPAC HANDBOOK, Volume H, 1998
- [3] FAO Specifications and Evaluations for Agricultural Pesticides, Alpha-cypermethrin, 2009
- [4] The Pesticide Manual, Thirteenth edition, 2003