

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9547:2025
ISO 22608:2021**

Xuất bản lần 2

**QUẦN ÁO BẢO VỆ – BẢO VỆ CHỐNG HÓA CHẤT LỎNG –
PHÉP ĐO ĐỘ ĐẦY, ĐỘ LƯU LẠI VÀ ĐỘ THẤM CỦA CÁC
CHÉ PHẨM THUỐC TRỪ SÂU LỎNG QUA
VẬT LIỆU LÀM QUẦN ÁO BẢO VỆ**

*Protective clothing – Protection against liquid chemicals –
Measurement of repellency, retention, and penetration of
liquid pesticide formulations through protective clothing materials*

HÀ NỘI – 2025

Lời nói đầu

TCVN 9547:2025 thay thế TCVN 9547:2013.

TCVN 9547:2025 hoàn toàn tương đương với ISO 22608:2021.

TCVN 9547:2025 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 94 *Phương tiện bảo vệ cá nhân* biên soạn, Viện Tiêu chuẩn Chất lượng Việt Nam đề nghị, Ủy ban Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng Quốc gia thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Trong quá trình pha trộn, bốc dỡ và sử dụng thuốc trừ sâu lỏng, sức khỏe và an toàn của người lao động có thể bị ảnh hưởng do da tiếp xúc với các chế phẩm thuốc trừ sâu lỏng. Sử dụng quần áo bảo vệ có thể giúp giảm thiểu nguy cơ tiếp xúc với các thuốc trừ sâu có nguy hiểm tiềm ẩn.

Thuốc trừ sâu lỏng di chuyển qua các vật liệu này chủ yếu là do thâm qua khoảng trống giữa các xơ và khe hở giữa các sợi. Khi vật liệu này tạo được sự bảo vệ bằng cách đắp hoặc lưu lại thuốc trừ sâu lỏng thì phép đo các tính chất này cũng quan trọng. Phương pháp thử trong tiêu chuẩn này được sử dụng để đo độ đắp, độ lưu lại và độ thâm của các thuốc trừ sâu lỏng qua vật liệu làm quần áo bảo vệ.

Đối với độ lặp lại và độ tin cậy, xem Phụ lục A.

Quần áo bảo vệ – Bảo vệ chống hóa chất lỏng – Phép đo độ dày, độ lưu lại và độ thấm của các chế phẩm thuốc trừ sâu lỏng qua vật liệu làm quần áo bảo vệ

Protective clothing – Protection against liquid chemicals – Measurement of repellency, retention, and penetration of liquid pesticide formulations through protective clothing materials

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thử để đo độ dày, độ lưu lại và độ thấm của một thể tích thuốc trừ sâu lỏng đã biết khi tác dụng lên vật liệu làm quần áo bảo vệ. Không có áp suất cơ học hay áp suất thủy tĩnh từ bên ngoài tác dụng lên mẫu thử trong hoặc sau khi cho tiếp xúc với thuốc trừ sâu lỏng.

Mức độ nhiễm phụ thuộc vào nhiều yếu tố như loại tiếp xúc, kỹ thuật áp dụng, và chế phẩm thuốc trừ sâu. Do mức độ tiếp xúc có thể thay đổi đáng kể, phương pháp thử này được dùng để đánh giá tính năng có liên quan của vật liệu làm phương tiện bảo vệ cá nhân (PTBVCN) tại hai mức độ nhiễm. Mức độ nhiễm thấp đạt được bằng cách cho tác dụng với 0,1 ml chế phẩm lỏng và mức độ nhiễm cao đạt được bằng cách cho tác dụng với 0,2 ml.

Phương pháp thử này không dùng để đo độ bền đối với thấm thấu hoặc suy giảm.

Phương pháp thử này phù hợp đối với các chế phẩm thuốc trừ sâu có nồng độ sử dụng và các chế phẩm thuốc trừ sâu đậm đặc. Phương pháp thử này có thể không phù hợp để thử vật liệu làm quần áo bảo vệ chống các chế phẩm thuốc trừ sâu dễ bay hơi.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng để đánh giá vật liệu vẫn còn mới hoặc vật liệu đã qua xử lý như giặt là, hoặc mài mòn mô phỏng. Chi tiết của việc xử lý phải được ghi lại. Phương pháp thử này cũng có thể sử dụng để xác định độ bền chống thấm của vật liệu làm quần áo bảo vệ đối với các chế phẩm thuốc trừ sâu mới.

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).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Kỹ thuật phân tích (analytical technique)

Quy trình xác định định lượng nồng độ của hóa chất thử trong môi trường thu gom.

CHÚ THÍCH Quy trình được lựa chọn dựa trên chất lỏng thử cần phân tích. Các kỹ thuật có thể áp dụng bao gồm, nhưng không giới hạn, sắc ký khí, sắc ký lỏng hiệu năng cao, phương pháp phân tích trọng lượng, và phương pháp đếm gần thè/phát hiện nuclit phóng xạ.

3.2

Chất lỏng thử (test liquid)

Hỗn hợp các vật liệu khô, bao gồm nhưng không giới hạn, các hoạt chất, chất trơ và dung môi được sử dụng trong chế phẩm thuốc trừ sâu (3.5).

CHÚ THÍCH Các thành phần thêm vào có thể bao gồm các chất nhũ hóa và các chất hoạt động bề mặt. Các dung môi được sử dụng trong chế phẩm có thể là nước, rượu isopropyl, hoặc phân đoạn dầu mỏ. Vật liệu rắn (các dạng bột, hạt nhỏ, v.v...) có thể được hòa tan hoặc nhũ hóa để tạo thành một chất lỏng hoặc chất huyền phù. Các chế phẩm có thể sử dụng luôn hoặc ở dạng đậm đặc cần pha loãng đến nồng độ sử dụng.

3.3

Độ thấm (penetration)

Lượng hóa chất thấm qua các chõ kín, vật liệu xốp, đường may, và lỗ hoặc chõ không hoàn thiện khác trên vật liệu làm quần áo bảo vệ (3.6) không ở mức phân tử.

3.4

Độ thấm thấu (permeation)

Quá trình một hóa chất đi qua vật liệu làm quần áo bảo vệ (3.6) ở mức phân tử.

CHÚ THÍCH thấm thấu bao gồm

- a) Hấp thụ các phân tử hóa học vào bề mặt tiếp xúc (mặt ngoài) của vật liệu,
- b) Khuếch tán các phân tử đã hấp thụ vào trong vật liệu, và
- c) Giải hấp các phân tử khỏi bề mặt đối diện (mặt trong) của vật liệu.

3.5

Thuốc trừ sâu (pesticide)

Chất hoặc hỗn hợp các chất dùng để ngăn chặn, tiêu diệt, đẩy lùi hoặc giảm thiểu bất kỳ loài gây hại hoặc cỏ dại nào.

CHÚ THÍCH Thuốc trừ sâu (sản phẩm bảo vệ thực vật) được cấp phép sử dụng ở một quốc gia có thể không được cấp phép sử dụng ở một quốc gia khác.

3.6

Vật liệu làm quần áo bảo vệ (protective clothing material)

Vật liệu bất kỳ hoặc sự kết hợp các vật liệu được sử dụng trong một hạng mục của quần áo với mục đích cách ly các phần của cơ thể với mối nguy hiểm tiềm ẩn.

CHÚ THÍCH Với mục đích của tiêu chuẩn này, vật liệu làm quần áo bảo vệ bao gồm các vật liệu được sử dụng trong cấu tạo của bộ đồ hoặc quần áo để tạo ra lớp bảo vệ đầu tiên cho người mặc. Vật liệu làm quần áo bảo vệ không bao gồm các vật liệu được sử dụng trong cấu tạo của tấm che toàn bộ mặt, găng tay, và giày ủng.

3.7

Độ đẩy (repellency)

Đặc tính chống ướt và thấm chất lỏng (3.3).

3.8

Độ lưu lại (retention)

Chất lỏng được giữ lại trong vật liệu làm quần áo bảo vệ (3.6) dưới các điều kiện của phép thử trong tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Sử dụng một micro pipet tự động (pipettor) để nhỏ chất lỏng thử lên bề mặt tò hợp thử, tò hợp này gồm vật liệu làm quần áo bảo vệ một hoặc nhiều lớp (mẫu thử) và một tờ giấy thấm có màng polyetylen lót ở phía sau (lớp thu gom).

Sau một khoảng thời gian quy định, dùng tờ giấy thấm khác có màng polyetylen lót ở phía sau (lớp trên cùng) đặt trên bề mặt mẫu thử để lấy chất lỏng còn lại.

Lớp trên cùng, mẫu thử đã nhiễm thuốc trừ sâu và lớp thu gom phải để tách rời nhau.

Lượng chất lỏng thử trên mỗi lớp được đo hoặc bằng cách phân tích trọng lượng (cân) hoặc bằng các kỹ thuật phân tích phù hợp khác.

Phương pháp A là phương pháp trọng lượng để đo khối lượng của chất lỏng thử ở từng lớp, trong khi đó phương pháp B là phương pháp phân tích, yêu cầu chiết chất lỏng thử và đo khối lượng của hoạt chất.

Các dữ liệu thu được dùng để tính toán phần trăm độ đẩy, phần trăm độ lưu lại thuốc trừ sâu, và phần trăm độ thấm.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu dùng để xác định mức độ nhiễm của mẫu thử

5.1.1 Chất lỏng thử, để làm nhiễm bẩn mẫu thử.

Sử dụng máy khuấy từ hoặc máy khuấy khác để khuấy các chất lỏng có thể lắng trong quá trình thực hiện.

CHÚ THÍCH Chất thay thế thuốc trừ sâu và thuốc trừ sâu có bán trên thị trường là những ví dụ về hóa chất thử. Các chất có đặc tính đặc biệt cao có thể khó sử dụng bằng pipet khi áp dụng phương pháp này.

5.1.2 Micro pipet tự động, có đầu pipet dùng một lần, được gắn vào khung đỡ, để nhỏ giọt ($0,100 \pm 0,002$) ml chất lỏng đối với mức độ nhiễm thấp và ($0,200 \pm 0,004$) ml đối với mức độ nhiễm cao (xem Hình 1)

Micro pipet tự động dùng nhiều lần không được sử dụng cho các chất lỏng thử vì có thể lắng trong quá trình thực hiện.

CHÚ THÍCH Độ nhót của chất lỏng, kinh nghiệm của người sử dụng và nhiệt độ có thể ảnh hưởng đến độ chính xác và độ chụm. Nên thao tác pipet ở chế độ đảo ngược để tránh thoát chất lỏng thử trong đầu hút. Giọt cuối cùng trong pipet ngược không được định lượng. Với micro pipet tự động thông thường, phải cẩn thận để giọt cuối cùng không ảnh hưởng đến thể tích định lượng. Thông tin bổ sung về việc lựa chọn micro pipet tự động có thể được nhà sản xuất pipet cung cấp.

5.1.3 Dụng cụ giữ mẫu thử, gồm một tấm đế 100 mm x 100 mm (xem Hình 2) và một tấm đậy 100 mm x 100 mm có một lỗ mở 60 mm x 60 mm ở tâm (xem Hình 3).

Dụng cụ giữ mẫu thử làm bằng polymetyl metacrylat hoặc bằng vật liệu phù hợp khác có độ dày ≥ 6 mm. Khối lượng của tấm đậy phải từ 40 g đến 45 g.

CHÚ THÍCH Dụng cụ giữ mẫu thử có thể được làm bằng vật liệu cứng phù hợp khác (ví dụ: nhựa cứng) và có thể dễ dàng làm sạch, đáp ứng các yêu cầu về độ dày và khối lượng.

5.1.4 Lớp phủ bằng nhựa mỏng, trong suốt có kích thước 100 mm x 100 mm

CHÚ THÍCH Lớp phủ được đặt phía trên tấm đậy có lỗ mở 60 mm x 60 mm để tránh thoát do bay hơi. Màng phủ PVC trong suốt là một ví dụ về vật liệu nhựa có thể dùng làm lớp phủ.

5.1.5 Đồng hồ đo, có độ chính xác đến 1 s

5.1.6 Giấy thấm, hai tờ Benchkote® Plus¹⁾ hình vuông 80 mm x 80 mm, một tờ được dùng để đo độ thấm, và tờ còn lại để đo độ dày.

5.1.7 Dụng cụ chứa, để loại bỏ các vật liệu bị nhiễm.

5.2 Thiết bị, dụng cụ để phân tích dùng trong Phương pháp A

¹⁾ Benchkote® Plus là xenlulo có mặt sau là polyetylen. Dữ liệu cụ thể được nhà sản xuất cung cấp: định lượng: 161 g/m²; độ dày: 590 µm ở 53 kPa; Giá trị hấp thụ nước: 75 mg/cm². Không khuyến nghị sản phẩm thay thế do sự khác nhau về đặc tính thấm; sử dụng giấy thấm không phải giấy được qui định có thể ảnh hưởng đến kết quả thử. Benchkote® Plus là một ví dụ về sản phẩm thương mại phù hợp. Thông tin đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của ISO về sản phẩm.

5.2.1 Cân, có độ chính xác đến 0,001 g.

5.2.2 Kẹp gấp

5.3 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu để phân tích dùng trong Phương pháp B

5.3.1 Dung môi, phù hợp để chiết hóa chất cần phân tích

CHÚ THÍCH Việc lựa chọn dung môi tùy thuộc vào chất lỏng thử và phương pháp phân tích sử dụng. Yêu cầu hiệu suất chiết tối thiểu là 90 %. Quy trình để tính toán hiệu suất chiết được nêu trong 10.2. Dung môi có tính bay hơi cao có thể không phù hợp, bởi vì có thể thoát do bay hơi trong khi thực hiện các thao tác bằng tay.

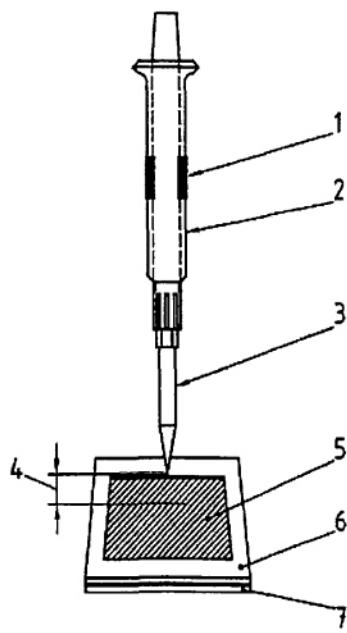
5.3.2 Chai, bình hoặc chai bền với hóa chất, kín khí, phù hợp để chiết. Chai bền với hóa chất, kín khí cũng được dùng để lưu giữ.

5.3.3 Kẹp gấp

5.3.4 Đồng hồ đo, có độ chính xác đến 1 s.

5.3.5 Ống đồng có vạch chia, dung tích $(50,0 \pm 0,2)$ ml, bơm định lượng gắn cổ chai hoặc dụng cụ khác dùng để đo chính xác dung môi.

5.3.6 Máy lắc tròn, có khả năng lắc (200 ± 20) vòng/min.

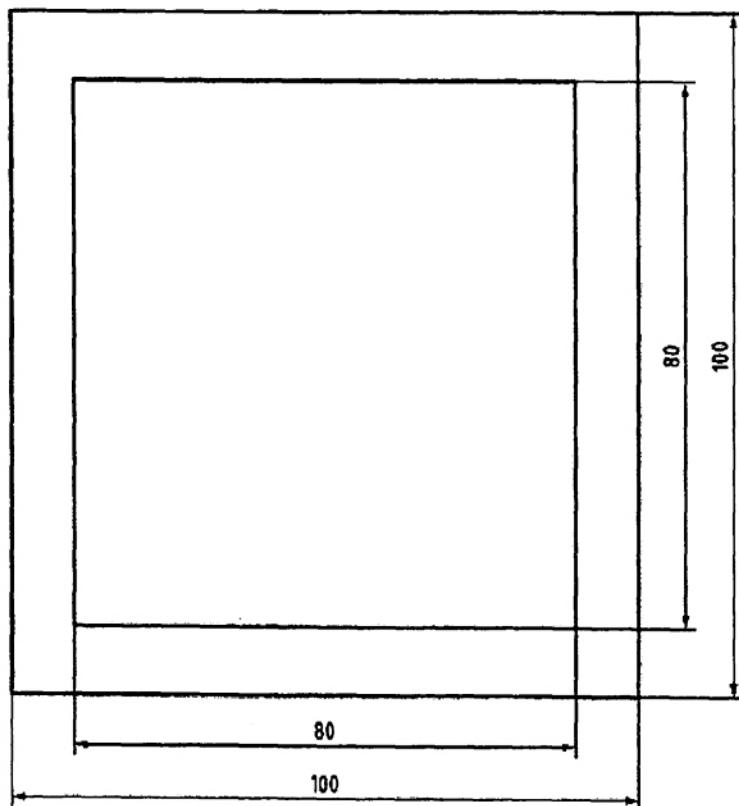


CHÚ DẶN

- 1 Kẹp vào giá đỡ
- 2 Micro pipet tự động
- 3 Đầu pipet dùng một lần
- 4 Khoảng cách giữa đầu pipet và tâm của mẫu thử
- 5 Mẫu thử
- 6 Tấm đaye 100 mm x 100 mm có lỗ mở 60 mm x 60 mm
- 7 Tấm đế 100 mm x 100 mm

Hình 1 – Hình vẽ mô phỏng cách bố trí micro pipet tự động và tổ hợp thử

Kích thước tính bằng milimét



CHÚ ĐÃN

Các đặc tính

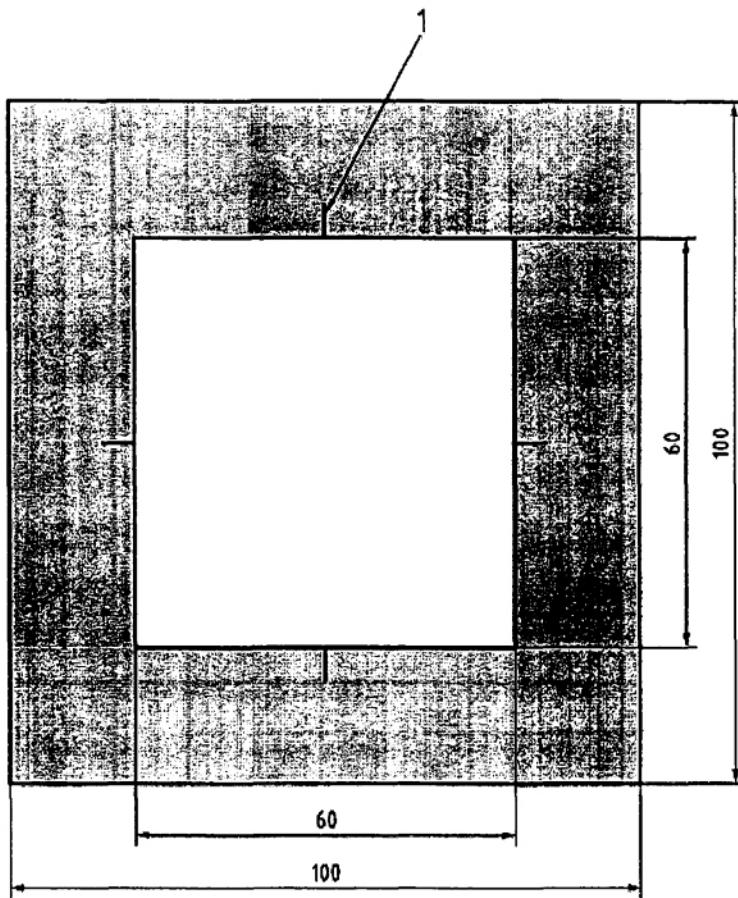
Tấm 100 mm x 100 mm

Đường đánh dấu 80 mm x 80 mm khắc trên tấm

Độ dày ≥ 6 mm

Hình 2 – Tấm đé

Kích thước tính bằng milimét



CHÚ DẶN

1 Dấu định tâm

CHÚ THÍCH

Các đặc tính

100 mm x 100 mm có một lỗ mờ 60 mm x 60 mm ở tâm

Độ dày \geq 6 mm

Khối lượng từ 40 g đến 45 g

Các dấu định tâm tại lỗ mờ 60 mm x 60 mm

Hình 3 – Tấm đệm

6 Mẫu thử

Các mẫu thử lấy từ vật liệu làm quần áo bảo vệ có thể gồm một lớp đơn hoặc sự kết hợp của nhiều lớp đại diện cho trang phục làm quần áo bảo vệ trên thực tế. Các mẫu thử cũng có thể bao gồm đường

may, những chỗ đóng kín, hoặc những liên kết khác sử dụng trong cấu tạo của trang phục. Trong mỗi phép thử, mặt ngoài phải tiếp xúc với chế phẩm thuốc trừ sâu.

Mỗi mẫu thử lấy từ vật liệu làm quần áo bảo vệ phải có kích thước 80 mm x 80 mm. Đối với Phương pháp A, kiểm tra cẩn thận mẫu và loại bỏ bất kỳ các sợi hoặc xơ rời nào có thể nhô ra khỏi mép hoặc bám dính vào bề mặt vải.

Thử tối thiểu ba mẫu thử cho mỗi vật liệu thử. Phải sử dụng quy trình lấy mẫu ngẫu nhiên được mô tả trong TCVN 7790-1 (ISO 2859-1) để lựa chọn các mẫu thử.

7 Lựa chọn kỹ thuật phân tích

Quy trình sử dụng để định lượng khói lượng hóa chất/chất lỏng thử trên các mẫu thử và giấy thám phải được xác định trước khi thực hiện phép thử. Việc lựa chọn quy trình phân tích dựa trên chất lỏng thử đã chọn.

Có thể sử dụng kỹ thuật phân tích trọng lượng nếu chất lỏng thử có

- a) Tỉ lệ bay hơi thấp, và
- b) Không lọc hoặc lưu lại một cách có chọn lọc các thành phần.

Điển hình, chế phẩm thuốc trừ sâu dưới dạng nhũ tương đậm đặc (kích cỡ phần tử tương đối nhỏ) và phần cô đặc lỏng (dung dịch nền là nước không có thành phần khác) đáp ứng tiêu chuẩn.

Các kỹ thuật phân tích như sắc ký khí hoặc sắc ký lỏng hiệu năng cao có thể sử dụng đối với các chế phẩm có hoạt chất hoặc chất thay thế bằng thuốc nhuộm. Kỹ thuật này yêu cầu chiết (trong hầu hết các trường hợp) và phân tích hoạt chất hoặc thuốc nhuộm thay thế hoạt chất trong hóa chất thử thay thế.

Sử dụng Phương pháp A nếu dùng phương pháp trọng lượng để phân tích. Sử dụng Phương pháp B nếu quy trình yêu cầu chiết và phân tích hoạt chất hoặc thuốc nhuộm thay thế hoạt chất trong hóa chất thử thay thế.

8 Chuẩn bị thiết bị, dụng cụ và vật liệu thử

8.1 Hiệu chuẩn micro pipet tự động

8.1.1 Hiệu chuẩn bằng nước cất

Hiệu chuẩn micro pipet tự động bằng cách cân 0,1 ml nước cất (0,2 ml đối với mức độ nhiễm cao hơn). Thực hiện mươi lần đọc. Các giá trị đọc phải nằm trong phạm vi 2 % giới hạn dung sai.

8.1.2 Hiệu chuẩn bằng chất lỏng thử

Người thực hiện phải hiệu chuẩn micro pipet tự động trước khi thực hiện phép thử. Sử dụng cùng một đầu pipet để pha chế phần thử (0,1 ml hoặc 0,2 ml) và ghi lại khói lượng chính xác đến 0,001 g. Thực hiện mươi lần đọc. Mỗi giá trị đọc phải nằm trong phạm vi 2 % giới hạn dung sai. Tính giá trị trung bình

của mười giá trị đọc. Giá trị trung bình được sử dụng là giá trị biểu thị tổng lượng chất lỏng thử, m_t , tính bằng miligam, áp dụng Phương pháp A trong 9.2.

Kinh nghiệm của người thực hiện việc nhỏ giọt chất lỏng thử theo quy trình do nhà sản xuất cung cấp mang tính quyết định. Không có kinh nghiệm trong việc hút và pha chế chất lỏng thử có thể dẫn đến kết quả sai. Micro pipet tự động điện tử có thể giảm được sai số do kinh nghiệm của người thực hiện.

Độ nhót của các chất lỏng thử có thể ảnh hưởng đến lượng pha chế. Chất lỏng nhót có thể tích tụ ở đầu pipet. Trong trường hợp tích tụ chất lỏng, sử dụng một đầu pipet mới cho mỗi lần thực hiện hoặc thay đầu pipet khi có yêu cầu, dựa trên kết quả của 10 giá trị đọc liên tiếp đã thực hiện ở trên.

8.2 Chuẩn bị tổ hợp thử

Chuẩn bị tổ hợp thử như sau:

- a) Gắn micro pipet tự động vào giá đỡ. Đặt vào trong tủ hút, nếu chất lỏng thử là nguy hiểm. Nếu chiều cao của dụng cụ chứa chất lỏng thử lớn hơn 2,5 cm, đặt dụng cụ giữ mẫu thử trên một giá đỡ hoặc bệ nâng sao cho chất lỏng thử có thể được hút dễ dàng.
- b) Chuẩn bị tổ hợp thử bằng cách đặt lớp thu gom lên trên tấm đế của dụng cụ giữ mẫu sao cho mặt thấm của lớp thu gom quay lên phía trên. Sau đó đặt mẫu thử có mặt ngoài quay lên trên, cuối cùng là tấm đaye.
- c) Đặt tổ hợp thử phía dưới micro pipet tự động. Trọng tâm của tổ hợp này ở phía dưới đầu pipet và điều chỉnh chiều cao của pipet đến khoảng cách (30 ± 5) mm phía trên mẫu thử (xem Hình 1).
- d) Đánh dấu vị trí của dụng cụ giữ mẫu thử trên giá đỡ hoặc bệ nâng.

8.3 Điều hòa mẫu thử

Nếu không có quy định khác, điều hòa mẫu thử ở (25 ± 5) °C và độ ẩm tương đối (65 ± 10) % trong 24 h trước khi thử. Phép thử phải bắt đầu trong vòng 10 min từ khi lấy mẫu thử ra khỏi môi trường điều hòa.

8.4 Nhiệt độ thử

Nếu không có quy định khác, tất cả các phép thử phải được thực hiện ở các điều kiện tương tự như môi trường điều hòa, (25 ± 5) °C và độ ẩm tương đối (65 ± 10) %.

9 Phương pháp A

9.1 Làm nhiễm hóa chất vào mẫu thử

Làm nhiễm hóa chất vào mẫu thử như sau:

- a) Cân mẫu thử và hai tờ giấy thấm và ghi lại các giá trị đọc, chính xác đến 0,001 g. Để ngăn ngừa sự nhiễm hóa chất, đặt mẫu thử đã cân và giấy thấm tương ứng lên lá nhôm.

- b) Chuẩn bị tổ hợp thử như trong Điều 8. Các góc của các mẫu thử có xu hướng quăn phải được dính vào tấm đế. Sử dụng các miếng băng dính nhỏ sao cho sự tiếp xúc giữa mẫu thử và lớp thu gom ở phía dưới mẫu thử không thay đổi.
- c) Đặt tổ hợp thử và lớp thấm trên cùng đã cân từ trước tương ứng cạnh micro pipet tự động. Nếu thử nhiều hơn một mẫu thử tại cùng một lần, để cho hiệu quả, bố trí các tổ hợp thử và lớp thấm trên cùng tương ứng cạnh micro pipet tự động.
- d) Lắc chất lỏng thử và hút cẩn thận một phần chất lỏng thử. Nên sử dụng que khuấy có từ tính để khuấy chất lỏng thử do có thể bị lắng trong khi thực hiện.
- e) Định vị bệ nâng có tổ hợp thử phía dưới micro pipet tự động như đã đánh dấu theo 8.2 d). Nhỏ giọt cẩn thận chất lỏng thử xuống tâm của mẫu thử và đồng thời bắt đầu tính thời gian. Thời gian nhỏ chất lỏng thử phải trong vòng 5 s. Sử dụng $(0,100 \pm 0,002)$ ml chất lỏng thử đối với mức độ nhiễm thấp và $(0,200 \pm 0,004)$ ml đối với mức độ nhiễm cao. Phải sử dụng một màng trong suốt (100 mm x 100 mm) đậy lên lỗ mở để giảm sự thất thoát do bay hơi.
- f) Sau 10 min, lấy tấm đậy ra khỏi dụng cụ giữ mẫu thử. Dùng kẹp gấp để đặt giấy thấm 80 mm x 80 mm có mặt sau sau là polyetylen lên bề mặt của mẫu thử với mặt thấm tiếp xúc với mẫu thử. Đặt lại tấm đậy lên tổ hợp thử.
- g) Sau hơn 2 min, dùng kẹp gấp để tách rời ba lớp. Lấy các mẫu thử và giấy thấm từ các mép.
- h) Cân từng lớp và ghi lại các giá trị đọc, chính xác đến 0,001 g.

9.2 Tính toán

9.2.1 Xác định khối lượng chất lỏng thử trong từng lớp

Lấy khối lượng tương ứng ghi được trong 9.1 h) trừ đi khối lượng của từng lớp ghi được trong 9.1 a) để tính khối lượng chất lỏng thử trong từng lớp, m_{ap} , m_{pc} , m_{cl} ,

Trong đó:

m_{ap} là khối lượng của chất lỏng thử trong giấy thấm 80 mm x 80 mm được dùng để lấy thuốc trừ sâu lỏng dư ra sau 10 min, tính bằng miligam.

m_{pc} là khối lượng của chất lỏng thử trong mẫu thử lấy từ vật liệu làm quần áo bảo vệ, tính bằng miligam.

m_{cl} là khối lượng của chất lỏng thử trên lớp thu gom, tính bằng miligam.

9.2.2 Cân bằng khối lượng

Tính cân bằng khối lượng cho từng phép thử bằng cách cộng thêm m_{ap} , m_{pc} , m_{cl} tương ứng. Đối với mỗi mẫu được thử, giá trị cân bằng khối lượng phải trong khoảng từ 90 % đến 110 % của m_t , trong đó m_t là tổng lượng chất lỏng thử sử dụng được xác định theo 8.1.2. Lặp lại phép thử nếu cân bằng khối lượng không nằm trong khoảng nêu trên.

9.2.3 Tính độ dầy, độ lưu lại, và độ thấm

Đối với từng mẫu thử, tính phần trăm độ dầy (PR), phần trăm độ lưu lại (PLR) và phần trăm độ thấm (PP) của chất lỏng thử bằng cách sử dụng các công thức từ (1) đến (3) tương ứng:

$$PR = m_{ap} / m_t \times 100 \quad (1)$$

$$PLR = m_{pc} / m_t \times 100 \quad (2)$$

$$PP = m_{cl} / m_t \times 100 \quad (3)$$

Tính độ thắt thoát do bay hơi (EL) cho từng mẫu thử bằng cách sử dụng công thức (4):

$$EL = 100 - (PR + PLR + PP) \quad (4)$$

10 Phương pháp B

10.1 Kiểm tra lượng hoạt chất trong chất lỏng thử sử dụng

Để kiểm tra lượng hoạt chất trong chất lỏng thử, dùng pipet lấy phần chất lỏng thử (ba lần lấy mỗi lần 0,1 ml hoặc 0,2 ml) cho vào 100 ml dung môi. Lắc đều và phân tích hỗn hợp (chất lỏng thử + dung môi) bằng cách sử dụng kỹ thuật phân tích được lựa chọn trong Điều 7. Giá trị trung bình sẽ được sử dụng như tổng lượng hoạt chất, m_t , áp dụng trong 10.6.

10.2 Xác định hiệu suất chiết

Tính hiệu suất chiết bằng cách sử dụng dung môi đã lựa chọn trước khi thử mẫu thử. Để đo hiệu suất chiết, làm nhiễm và chiết ba mẫu thử bằng cách sử dụng các quy trình trong 10.4 và 10.5. Phân tích các phần chiết bằng cách sử dụng kỹ thuật phân tích được lựa chọn trong Điều 7. Tính hiệu suất chiết bằng cách sử dụng công thức cho trong 10.6.2. Hiệu suất chiết yêu cầu từ 90 % đến 110 %. Lặp lại quy trình này để xác định hiệu suất chiết với dung môi khác hoặc thay đổi phương pháp chiết nếu hiệu suất chiết không nằm trong khoảng được chấp nhận.

10.3 Thủ mẫu trắng

Để đảm bảo không có trở ngại nào do các hóa chất có thể xuất hiện trong vật liệu thử và giấy thấm. Chiết và phân tích một mẫu thử giống hệt 80 mm x 80 mm chưa bị nhiễm (mẫu trắng). Chiết và phân tích ba giấy thấm giống hệt 80 mm x 80 mm từ từng lô của giấy thấm chưa bị nhiễm. Chiết các mẫu trắng bằng cách sử dụng các quy trình trong 10.5. Phân tích các phần chiết bằng cách sử dụng kỹ thuật phân tích được lựa chọn trong Điều 7. Phải thử các mẫu trắng trước khi thử các mẫu đã nhiễm.

10.4 Làm nhiễm hóa chất vào mẫu thử

Làm nhiễm hóa chất vào mẫu thử như sau:

- Lắc chất lỏng thử và hút cản thận một phần chất lỏng thử. Nên sử dụng que khuấy có từ tính để khuấy chất lỏng thử do có thể bị lắng trong khi thực hiện.

- b) Định vị bệ nâng có tỗ hợp thử phía dưới micro pipet tự động như đã đánh dấu theo 8.2 d). Cẩn thận nhỏ giọt chất lỏng thử xuống tâm của mẫu thử và đồng thời bắt đầu tính thời gian. Thời gian nhỏ chất lỏng thử phải trong vòng 5 s. Sử dụng $(0,100 \pm 0,002)$ ml chất lỏng thử đối với mức độ nhiễm thấp và $(0,200 \pm 0,004)$ ml đối với mức độ nhiễm cao.
- c) Sau 10 min, lấy tấm đậy ra khỏi dụng cụ giữ mẫu thử. Sử dụng kẹp gấp để đặt giấy thấm 80 mm x 80 mm có mặt sau là polyetylen lên bề mặt của mẫu thử với mặt thấm tiếp xúc với mẫu thử. Đặt lại tấm đậy lên tỗ hợp thử.
- d) Sau hơn 2 min, dùng kẹp gấp để tách rời ba lớp. Lấy các mẫu thử và giấy thấm từ các mép. Để ba lớp vào các bình/chai riêng rẽ.

10.5 Chiết chất lỏng thử

Sử dụng phương pháp lắc tròn hoặc qui trình phù hợp khác để chiết chất lỏng thử khỏi mẫu thử và các giấy thấm tương ứng. Quy trình chiết được chấp nhận phải có hiệu suất chiết theo qui định trong 10.2.

- a) Thêm $(50,0 \pm 0,2)$ ml dung môi đã chọn vào bình/chai bằng cách sử dụng một ống đồng có vạch chia, bơm định lượng gắn cổ chai, hoặc dụng cụ phù hợp khác. Bảo đảm mẫu thử tiếp xúc với dung môi và bình/chai được đầy chặt.
- b) Đặt vận tốc của máy lắc tròn ở (200 ± 20) vòng/min.
- c) Để chai/bình lên máy lắc tròn và đặt đồng hồ trong (30 ± 1) min.
- d) Bắt đầu chạy máy lắc, tính thời gian và chiết trong (30 ± 1) min.
- e) Sau 30 min, chuyển phần chiết từ bình/chai vào các chai lưu giữ. Đậy chặt nắp chai lưu giữ.
- f) Chiết vật liệu đã nhiễm hóa chất trong 50 ml dung môi nữa theo các bước từ a) đến e).
- g) Kết hợp hai phần chiết.
- h) Phân tích các phần chiết bằng cách sử dụng quy trình phân tích được lựa chọn trong Điều 7. Nếu thực hiện phép phân tích sau đó, cắt giữ các phần chiết trong buồng lạnh để phân tích.

Thể tích tổng trong chai lưu giữ sẽ không chính xác là 100 ml, do dung môi lưu lại trên vật liệu. Sử dụng cách thực hành phòng thí nghiệm tốt để loại bỏ các chất độc và làm sạch thiết bị/dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh.

10.6 Tính toán

10.6.1 Xác định khối lượng hoạt chất trong từng lớp

Nhân lượng hoạt chất (tính bằng mg/ml) với 100 (tổng thể tích của dung môi trong từng phép phân tích) để xác định m_{ap} , m_{pc} , m_{cl} ,

Trong đó

m_{ap} là khối lượng hoạt chất trong giấy thấm 80 mm x 80 mm được dùng để lấy thuốc trừ sâu lỏng đưa sau 10 min, tính bằng miligam;

m_{pc} là khối lượng hoạt chất trong mẫu thử lấy từ vật liệu làm quần áo bảo vệ, tính bằng miligam.

m_{cl} là khối lượng hoạt chất trên lớp thu gom, tính bằng miligam.

10.6.2 Tính hiệu suất chiết

Xác định phần trăm hiệu suất chiết, EE, bằng cách sử dụng công thức (5):

$$EE = \left[\left(m_{ap} + m_{pc} + m_{cl} \right) / m_t \right] \times 100 \quad (5)$$

Trong đó m_t là tổng lượng hoạt chất sử dụng được xác định trong 10.1.

10.6.3 Tính độ dày, độ lưu lại, và độ thấm

Đối với từng mẫu thử, tính phần trăm độ dày, PR, phần trăm độ lưu lại, PLR, và phần trăm độ thấm, PP, của chất lỏng thử bằng cách sử dụng công thức từ (6) đến (8) tương ứng:

$$PR = m_{ap} / m_t \times 100 \quad (6)$$

$$PLR = m_{pc} / m_t \times 100 \quad (7)$$

$$PP = m_{cl} / m_t \times 100 \quad (8)$$

11 Độ lặp lại và độ tin cậy

Độ lặp lại và độ tin cậy của các phương pháp thử này đã được thiết lập. Thông tin được nêu trong Phụ lục A.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau cho từng phép thử:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Cách nhận biết vật liệu thử, bao gồm nhà cung cấp, tên thương mại và thành phần cấu tạo;
- c) Tất cả các chi tiết về cách xử lý (như giặt là và sự mài mòn mô phỏng) của mẫu thử (chỉ yêu cầu nếu mẫu thử đã qua xử lý trước khi thử);
- d) Thông tin mô tả chất lỏng thử và dung môi (nếu sử dụng quy trình chiết trước khi phân tích), và nếu sử dụng sản phẩm thương mại, bao gồm tên thương mại, hoạt chất, và phân cô đặc được sử dụng để thử;
- e) Mức độ nhiễm được sử dụng trong thử nghiệm (0,1 ml hoặc 0,2 ml);
- f) Phương pháp thử (A hoặc B) được sử dụng [bao gồm lượng thắt thoát trung bình do bay hơi, EL, nếu sử dụng Phương pháp A];
- g) Chi tiết về kỹ thuật phân tích nếu sử dụng Phương pháp B;

- h) Giá trị trung bình và **sai lệch chuẩn** về phần trăm độ dày, PR, phần trăm độ lưu lại, PLR, và phần trăm độ thâm, PP;

Phụ lục A

(tham khảo)

Dữ liệu thử nghiệm liên phòng

Dữ liệu sau đây thu được trong thử nghiệm đối chiếu liên phòng do ISO/TC 94/SC 13/WG 3 thực hiện. Dữ liệu cho Phương pháp A và B được phân tích và ghi lại riêng.

Thuốc nhuộm thay thế EC-DY được sử dụng làm hóa chất thử nghiệm. Ba phòng thí nghiệm đã tiến hành các phép thử với chất thay thế thuốc nhuộm EC-DY, được pha loãng đến 2,5 % theo yêu cầu đối với phép thử liên phòng. Tuy nhiên, Phòng thí nghiệm 2 (đối với Vải A và B) và Phòng thí nghiệm 4 đã báo cáo việc áp dụng nồng độ cao hơn lượng yêu cầu. Các thử nghiệm không được lặp lại vì kết quả tương đương với các phòng thí nghiệm khác mặc dù ở nồng độ cao hơn.

Dưới đây là thông tin về ba loại vải được sử dụng cho thử nghiệm. Tất cả các loại vải được giặt 30 lần theo ISO 6330 và không được là trước khi thử nghiệm.

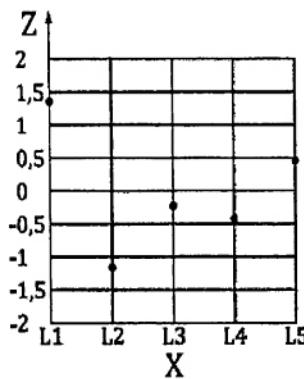
Vải A - Testfabric #419 bông, dệt trơn; không đáp ứng yêu cầu ISO 27065.

Vải B - Testfabric #423 bông, dệt chéo; đáp ứng yêu cầu ISO 27065, Cấp độ C1.

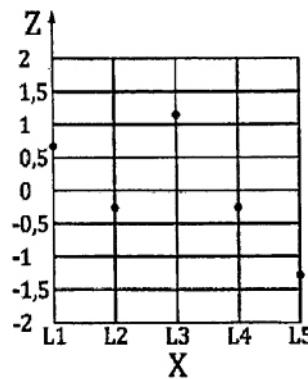
Vải C - Vải polyeste/bông có khả năng đẩy; đáp ứng yêu cầu ISO 27065, Cấp độ C2.

Bảng A.1 - Kết quả của thử nghiệm so sánh đối với Phương pháp A

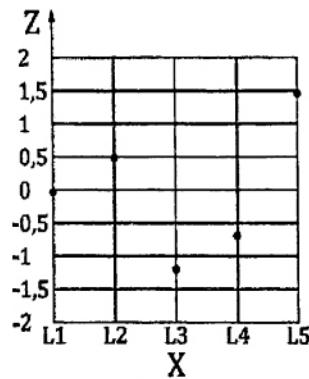
Vật liệu đã thử	Vải A	Vải B	Vải C
Số phòng thí nghiệm tham gia	5	5	5
% Giá trị trung bình	50,3	18,8	3,1
Độ lệch chuẩn	4,11	4,78	1,35



a) Vải A



b) Vải B



c) Vải C

CHÚ DÃN

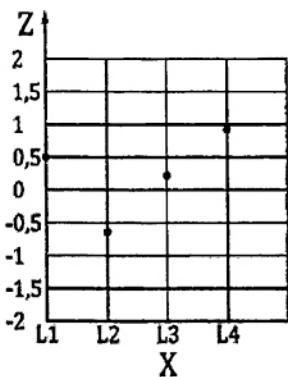
X Mã phòng thí nghiệm

Z Điểm Z

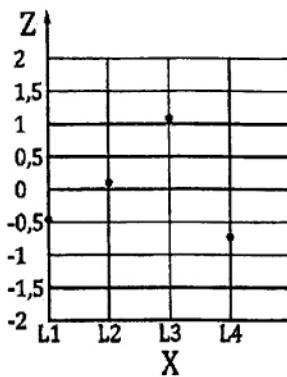
Hình A.1-Điểm Z cho Phương pháp A

Bảng A.2 - Kết quả thử nghiệm so sánh đối với Phương pháp B

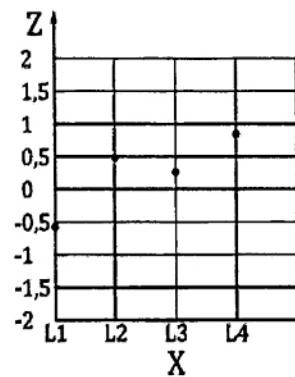
Vật liệu đã thử	Vải A	Vải B	Vải C
Số phòng thí nghiệm tham gia	4	4	4
% Giá trị trung bình	41,6	11,2	0,5
Độ lệch chuẩn	2,33	5,31	0,80



a) Vải A



b) Vải B



c) Vải C

CHÚ DẶN

X Mã phòng thí nghiệm

Z Điểm Z

Hình A.2 - Điểm Z cho Phương pháp B

CHÚ THÍCH Điểm Z có trong Phụ lục A được tính cho từng bên tham gia dựa trên giá trị trung bình mà năm phòng thí nghiệm thu được và được cung cấp chỉ để thông tin.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 6330, *Textiles — Domestic washing and drying procedures for textile testing*
 - [2] ISO 27065, *Protective clothing — Performance requirements for protective clothing worn by operators applying pesticides and for re-entry workers*
-