

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12565 : 2018

Xuất bản lần 1

**THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG HOẠT CHẤT EPOXICONAZOLE**

Pesticides – Determination of epoxiconazole content

HÀ NỘI – 2018

Lời nói đầu

TCVN 12565 : 2018 được xây dựng theo CIPAC K, MT 609 và TC 05/CL:2006.

TCVN 12565 : 2018 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 – Xác định hàm lượng hoạt chất epoxiconazole

Pesticides - Determination of epoxiconazole content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sắc ký khí với detector ion hóa ngọn lửa (FID) để xác định hàm lượng hoạt chất epoxiconazole trong sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa epoxiconazole.

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 12017:2017 Thuốc bảo vệ thực vật – Lấy mẫu

3 Nguyên tắc

Hàm lượng epoxiconazole được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, với detector ion hoá ngọn lửa (FID). Dùng triphenylphosphate (TPP) làm chất nội chuẩn. Kết quả được tính dựa trên sự so sánh giữa tỷ số số đo diện tích, thời gian lưu pic mẫu thử với pic nội chuẩn và tỷ số số đo diện tích, thời gian lưu pic chuẩn với pic nội chuẩn.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích, nước dùng trong quá trình phân tích đạt loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc có độ tinh khiết tương đương.

4.1 **Chất chuẩn epoxiconazole**, đã biết hàm lượng, có giấy chứng nhận.

TCVN 12565 : 2018

4.2 Chất nội chuẩn triphenylphosphate (TPP), có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99%.

4.3 Axeton, tinh khiết phân tích.

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

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

4.6 Không khí nén, dùng cho máy sắc ký khí.

4.7 Dung dịch nội chuẩn, nồng độ 8,8 mg/ml.

Dùng cân phân tích (5.7) cân khoảng 0,88 g chất nội chuẩn TPP (4.2) chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 100 ml (5.2), hoà tan và định mức tới vạch bằng axeton (4.3). Đặt vào máy siêu âm (5.6), siêu âm trong 5 min, để nguội đến nhiệt độ phòng.

4.8 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (5.7) cân khoảng 0,01 g chất chuẩn epoxiconazole (4.1) chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (5.2), dùng pipet (5.3) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.3). Đặt vào máy siêu âm (5.6), siêu âm trong 5 min, để nguội đến nhiệt độ phòng.

CHÚ THÍCH: - Chất chuẩn bảo quản trong tủ mát ở $20^{\circ}\text{C} \pm 4^{\circ}\text{C}$.

- Nếu sử dụng cân có cấp chính xác 0,0001 g thì lượng mẫu và chuẩn tăng lên 10 lần
- Dung dịch chuẩn nên bảo quản ở $2^{\circ}\text{C} - 4^{\circ}\text{C}$; dung dịch chuẩn phải đánh giá trước khi sử dụng.

5 Dụng cụ, thiết bị

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm cụ thể như sau:

5.1 Cốc thuỷ tinh, dung tích 1000 ml.

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

5.3 Pipet, dung tích 1 ml

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

5.5 Màng lọc PTFE, có kích thước lỗ rỗng 0,45 μm .

5.6 Máy siêu âm.

5.7 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,00001 g.

5.8 Sàng rây, đường kính lỗ 2 mm.

5.9 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 HP5-MS, có chiều dài 30 m, đường kính trong 0,32 mm, chiều dày pha tĩnh 0,25 μ m hoặc loại tương đương;
- bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay;
- Máy tích phân kế hoặc máy vi tính.

6 Cách tiến hành**6.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu****6.1.1 Lấy mẫu**

Lấy mẫu theo TCVN 12017:2017

6.1.2 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 $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$; đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều; đối với mẫu dạng bã rắn thì phải nghiền mịn và rây qua rây có đường kính lỗ 2 mm, trộn đều làm mẫu phân tích.

6.1.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (5.7) cân mẫu thử chứa khoảng khoảng 0,01 g hoạt chất epoxiconazole chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 10 ml (5.2), dùng pipet (5.3) thêm chính xác 1 ml dung dịch nội chuẩn (4.7), hoà tan và định mức đến vạch bằng axeton (4.3). Đặt vào máy siêu âm (5.6), siêu âm trong 5 min, để nguội đến nhiệt độ phòng. Lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μ m (5.5) trước khi bơm vào máy.

6.2 Xác định hàm lượng hoạt chất**6.2.1 Điều kiện phân tích**

- nhiệt độ cột: 240 $^{\circ}\text{C}$
- nhiệt độ buồng bơm mẫu : 260 $^{\circ}\text{C}$
- nhiệt độ detector : 280 $^{\circ}\text{C}$

TCVN 12565 : 2018

- khí mang nitơ : 2,0 ml/min
- khí hydro : 35 ml/min
- khí nén : 280 ml/min
- khí nitơ bổ trợ cho detector 35 ml/min
- thể tích bơm mẫu : 1 μ l
- tỷ lệ chia dòng: 50 : 1.

6.2.2 Xác định

Dùng xyranh bơm mẫu (5.4) bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.8) cho đến khi tỉ số của số đo diện tích, thời gian lưu của pic chuẩn và pic nội chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc (4.8) và dung dịch mẫu thử (6.1.3), lặp lại 2 lần (tỷ số của số đo diện tích, thời gian lưu của pic chuẩn với pic nội chuẩn thay đổi dao động 1 % so với giá trị ban đầu).

7 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất epoxiconazole 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 chuẩn với pic nội chuẩn;

m_c là khối lượng 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 (%).

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song.

Sai khác giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,17 %, tại mức 7%.

8 Báo cáo thử nghiệm

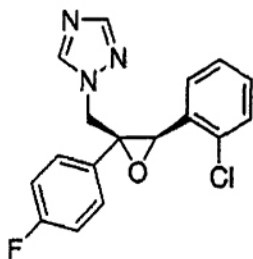
Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Giới thiệu hoạt chất epoxiconazole

A1 Công thức cấu tạo: epoxiconazole



A2 Tên IUPAC: (2RS,3SR)-1-[3-(2-chlorophenyl)-2,3-epoxy-2-(4-fluorophenyl)propyl]-1H-1,2,4-triazole

A3 Công thức phân tử: $C_{17}H_{13}ClFN_3O$

A4 Khối lượng phân tử: 329.8

A5 Độ hòa tan ở 20°C trong

Nước:	$6,63 \times 10^{-4}$ g/100ml
Aceton:	14,4 g/100ml
Dichloromethan:	29,1 g/100ml
Heptan:	0,04/kg

A6 Nhiệt độ nóng chảy: 136,2 °C

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] CIPAC HANDBOOK K, MT 609 page 38-46
 - [2] TC 05/CL:2006 thuốc trừ sâu chứa hoạt chất epoxiconazole- Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử
 - [3] CDS Tomlin, The Pesticide Manual, 17th Edition, 2015.
-