

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12569 : 2018

Xuất bản lần 1

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

Pesticides – Determination of dimethomorph content

HÀ NỘI – 2018

Lời nói đầu

TCVN 12569 : 2018 được xây dựng trên cơ sở tham khảo theo CIPAC MT 483

TCVN 12569 : 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 dimethomorph

Pesticides - Determination of dimethomorph content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) detector UV hoặc DAD để xác định hàm lượng hoạt chất dimethomorph trong sản phẩm thuốc bảo vệ thực vật có chứa dimethomorph.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với 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 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 dimethomorph được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC), sử dụng cột pha đảo với detector tử ngoại (UV) ở bước sóng 243 nm và dùng phương pháp ngoại chuẩn. Kết quả được tính dựa trên sự so sánh giữa tổng số đo diện tích pic mẫu thử và tổng số đo diện tích pic chất 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 dimethomorph ($C_{21}H_{22}ClNO_4$), đã biết hàm lượng, có giấy chứng nhận chất lượng.

4.2 Acetonitrile ($(CH_3)_2CO$), dùng cho HPLC.

TCVN 12569 : 2018

4.3 Nước (H₂O), dùng cho HPLC.

4.4 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng cân phân tích (5.6) cân khoảng 0,01 g chất chuẩn dimethomorph (4.1), chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 20 ml (5.1), thêm 15 ml acetonitrile (4.2), siêu âm trong 10 min, làm nguội đến nhiệt độ phòng và định mức đến vạch bằng acetonitrile (4.2), tiếp tục siêu âm thêm 5 min.

CHÚ THÍCH: - Chất chuẩn bảo quản trong tủ lạnh phải được đưa về nhiệt độ phòng trước khi cân.

- Nếu sử dụng cân có cấp chính xác 0,0001 g thì lượng mẫu và chuẩn tăng lên 10 lần

5 Dụng cụ, thiết bị

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

5.1 Bình định mức, dung tích 20 ml.

5.2 Bơm tiêm mẫu, dung tích 50 µl, chia vạch đến 1 µl, hoặc bơm mẫu tự động.

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

5.4 Bơm tiêm lọc mẫu, dung tích 5ml, dùng cho màng lọc PTFE (5.3).

5.5 Máy siêu âm.

5.6 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,0001 g hoặc 0,00001 g.

5.7 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 hoặc DAD);
- Hệ thống bơm cao áp;
- Buồng điều nhiệt cột tách;
- Máy tích phân hoặc máy vi tính;
- Cột RP C18, 250 mm, đường kính 4,6 mm, cỡ hạt pha tĩnh 5 µm hoặc loại tương đương;
- Bộ bơm mẫu tự động hoặc bơm mẫu bằng tay.

6 Cách tiến hành

6.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1.1 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu thực hiện theo tiêu chuẩn 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 $(30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C})$; đối với mẫu dạng bột, hạt phải được trộn đều.

6.1.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân phân tích (5.6) cân mẫu thử chứa khoảng 0,01 g hoạt chất dimethomorph, chính xác đến 0,00001 g vào bình định mức 20 ml (5.1), định mức đến vạch bằng acetonitrile (4.2). Siêu âm trong 5 min, để ổn định ở nhiệt độ phòng, lọc qua màng lọc 0,45 μm (5.3) trước khi bơm vào máy.

6.2 Xác định hàm lượng hoạt chất

6.2.1 Điều kiện phân tích

Pha động: Acetonitril : Nước = 45 : 55 (theo thể tích)

Bước sóng: 243 nm

Tốc độ dòng: 1 ml/min

Thể tích bơm mẫu: 5 μl

Nhiệt độ buồng cột: 45°C.

6.2.2 Xác định

Bơm dung dịch chuẩn làm việc (4.4) cho đến khi số đo diện tích của pic chất chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 %. Sau đó, bơm lần lượt dung dịch chuẩn làm việc (4.4) và dung dịch mẫu thử (6.1.3), lặp lại 2 lần (số đo diện tích của pic chuẩn thay đổi không lớn hơn 1 % so với giá trị ban đầu).

7 Tính kết quả

Hàm lượng hoạt chất dimethomorph trong mẫu, X, biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) được tính theo công thức (1):

$$X = \frac{S_m \times m_c}{S_c \times m_m} \times P(\%) \quad (1)$$

Trong đó:

TCVN 12569 : 2018

S_m là giá trị trung bình số đo diện tích của pic mẫu thử;

S_c là giá trị trung bình số đo diện tích của pic chuẩn;

m_c là khối lượng chất 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 (%).

8 Báo cáo thử nghiệm

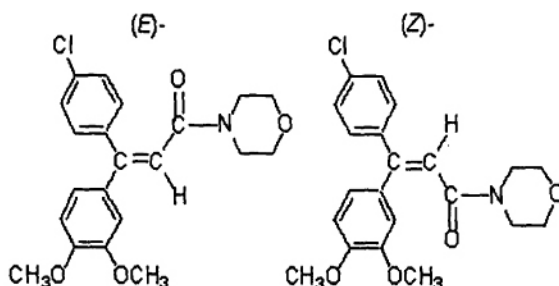
Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- 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 dimethomorph

A.1. Công thức cấu tạo:



- A.2. Tên hoạt chất: Dimethomorph
- A.3. Tên hoá học: IUPAC: (E + Z) 4-[3-(4-Chlorophenyl)-3-(3,4-dimethoxyphenyl)acryloyl]morpholine;
- A.4. Công thức phân tử: $C_{21}H_{22}ClNO_4$
- A.5. Khối lượng phân tử: 387.9
- A.6. Nhiệt độ nóng chảy: 127-148 °C
- A.7. Độ hòa tan ở 20 °C trong:
- | | |
|---------------------|--------------------------|
| Aceton: | 15,0 g/l (Z), 88 g/l (E) |
| Dimethylformamide : | 272 g/l (E) |
| Dichloro-methane : | 315 g/l (Z) |
| Methanol : | 7 g/l (Z) |
| Nước : | 50 mg/l |
- A.8. Dạng bên ngoài: Tinh thể không màu.
- A.9. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,5 %, tại mức 10%.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 12017:2017 Thuốc bảo vệ thực vật – Lấy mẫu
 - [2] Tiêu chuẩn TC 11/CL : 2006 Thuốc trừ bệnh chứa hoạt chất dimethomorph yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử
 - [3] Dimethomorph- Cipac Handbook, Volume G, 1995, p 39-46, 483/TC/M-
-