

TIÊU CHUẨN NGÀNH

10 TCN 431:2001

THUỐC TRỪ BỆNH CHỨA HOẠT CHẤT PENCYCURON

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ

Fungicide containing pencycuron

Technical requirements and test methods

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho:

- Pencycuron kỹ thuật;
- Thuốc bảo vệ thực vật (BTVT) có chứa hoạt chất pencycuron dạng bột thấm nước dùng làm thuốc trừ bệnh hại cây trồng;
- Thuốc BTVT có chứa hoạt chất pencycuron dạng huyền phù, dùng làm thuốc trừ bệnh hại cây trồng.

2. Qui định chung

2.1. Lấy mẫu

Theo tiêu chuẩn ngành số 10TCN 386-99

2.2. Hoá chất, thuốc thử, dung môi

Loại tinh khiết phân tích

2.3. Mức sai lệch cho phép của hàm lượng hoạt chất

Hàm lượng hoạt chất đăng ký		Mức sai lệch cho phép
%	g/l ; g/kg ở 20° C	
Từ 2,5 trở xuống	Từ 25 trở xuống	15% hàm lượng đăng ký
Từ trên 2,5 tới 10	Từ trên 25 tới 100	10% hàm lượng đăng ký
Từ trên 10 tới 25	Từ trên 100 tới 250	6% hàm lượng đăng ký
Từ trên 25 tới 50 hoặc	Từ trên 250 tới 500	5% hàm lượng đăng ký
Từ trên 50 trở lên	Từ trên 500 trở lên	2,5% hàm lượng đăng ký
		25g/kg hoặc g/l

2.4. Cân phân tích

Độ chính xác: 0,00001g

2.5. Kết quả thử nghiệm

Các phép thử tiến hành ít nhất trên hai lượng cân mẫu thử.

3. Yêu cầu kỹ thuật

3.1. Pencycuron kỹ thuật

Sản phẩm có dạng tinh thể không màu, với thành phần chính là pencycuron và tạp chất sinh ra trong quá trình sản xuất.

Hoạt chất: Hàm lượng pencycuron khi xác định phải phù hợp với qui định trong mục 2.3.

3.2. Thuốc trừ bệnh có chứa hoạt chất pencycuron dạng bột thấm nước.

Sản phẩm là hỗn hợp bột mịn, đồng nhất của pencycuron kỹ thuật cùng với các chất phụ gia thích hợp.

3.2.1. Hoạt chất

Hàm lượng pencycuron khi xác định phải phù hợp với qui định trong mục 2.3.

3.2.2. Tính chất vật lý

3.2.2.1. Thử rây ướt

Lượng chất còn lại trên rây 75 μ m không lớn hơn 2%.

3.2.2.2. Tỷ suất lơ lửng

Sau khi tạo huyền phù của sản phẩm trong nước chuẩn D ở $30 \pm 1^\circ\text{C}$ trong 30 phút, hàm lượng pencycuron trong dung dịch huyền phù không nhỏ hơn 60%.

3.2.3. Độ bền bảo quản ở 54°C

Sau khi bảo quản ở $54 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 14 ngày, sản phẩm phải phù hợp với qui định trong mục 3.2.

3.3. Thuốc trừ bệnh có chứa hoạt chất pencycuron dạng huyền phù

Sản phẩm có dạng huyền phù của hạt mịn pencycuron kỹ thuật trong nước cùng với các chất phụ gia thích hợp. Sau khi khuấy nhẹ, sản phẩm phải đồng nhất và dễ dàng pha loãng với nước.

3.3.1. Hoạt chất

Hàm lượng pencycuron khi xác định phải phù hợp với qui định trong mục 2.3.

3.3.2. Tính chất vật lý

3.3.2.1. Thử rây ướt

Lượng chất còn lại trên rây 75 μ m không lớn hơn 2%.

3.3.2.2. Tỷ suất lơ lửng

Sau khi tạo huyền phù của sản phẩm trong nước chuẩn D ở $30 \pm 1^\circ\text{C}$ trong 30 phút, hàm lượng pencycuron trong dung dịch huyền phù không nhỏ hơn 60%.

3.3.3. Độ bền bảo quản

3.3.3.1. Ở nhiệt độ 0°C

Sau khi bảo quản ở $0 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 7 ngày, sản phẩm phải phù hợp với qui định trong mục 3.2.

3.3.3.2. Ở nhiệt độ 54°C

Sau khi bảo quản ở $54 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 14 ngày, sản phẩm phải phù hợp với qui định trong mục 3.2.

4. Phương pháp thử

4.1. Xác định hàm lượng hoạt chất pencycuron

4.1.1. Nguyên tắc

Hàm lượng pencycuron được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng cao áp với cột pha đảo, detector tử ngoại. Kết quả được tính toán dựa trên sự so sánh giữa số đo diện tích hoặc chiều cao của pic mẫu thử với số đo diện tích hoặc chiều cao của pic mẫu chuẩn.

4.1.2. Hoá chất, dụng cụ, thiết bị

Chất chuẩn pencycuron đã biết trước hàm lượng

Methanol

Bình định mức dung tích 10 ml

Màng lọc 0,45µm

Máy sắc lỏng cao áp, detector tử ngoại

Máy lắc siêu âm

Máy tích phân kế hoặc máy vi tính

Cột pha đảo (125mm x 4mm) Lichrospher 100RP 18, 5µm hoặc tương đương

Microxylanh bơm mẫu 50µl chia vạch đến 1µl

Cân phân tích có độ chính xác 0,00001g

4.1.3. Chuẩn bị dung dịch

4.1.3.1. Dung dịch mẫu chuẩn

Cân khoảng 0,01g chất chuẩn pencycuron chính xác tới 0,00001g vào bình định mức 20ml, thêm 10 ml methanol, lắc siêu âm trong 10 phút, để nguội và định mức tới vạch bằng methanol.

4.1.3.2. Dung dịch mẫu thử

a) Thuốc kỹ thuật

Cân lượng mẫu thử có chứa khoảng 0,01g pencycuron chính xác đến 0,00001g vào bình định mức 20ml, thêm 10 ml methanol, lắc siêu âm trong 10 phút, để nguội và định mức tới vạch bằng methanol.

b) Thuốc trừ bệnh chứa pencycuron dạng bột thấm nước và huyền phù

Cân lượng mẫu thử có chứa khoảng 0,01g pencycuron chính xác đến 0,00001g vào bình định mức 20ml, thêm 10 ml methanol, lắc siêu âm trong 10 phút, để nguội và định mức tới vạch bằng methanol, lọc qua màng lọc 0,45µm trước khi bơm vào máy.

4.1.4. Thông số máy

Bước sóng:	226 nm
Tốc độ dòng:	1,0ml/phút
Pha động:	Methanol + Nước: 70 + 30 (theo thể tích)
Thể tích mẫu bơm:	10µl

4.1.5. Tiến hành phân tích trên máy

Bơm dung dịch mẫu chuẩn cho đến khi số đo diện tích hoặc chiều cao của pic thay đổi không lớn hơn 1%. Bơm lần lượt dung dịch mẫu chuẩn và dung dịch mẫu thử, lặp lại 2 lần (số đo diện tích hoặc chiều cao của pic thay đổi không lớn hơn 1%).

4.1.6. Tính toán kết quả

Hàm lượng hoạt chất pencycuron (X) trong mẫu được tính bằng phần trăm theo công thức:

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

Trong đó:

S_m : Số đo trung bình diện tích hoặc chiều cao của pic mẫu thử.

S_c : Số đo trung bình diện tích hoặc chiều cao của pic mẫu chuẩn.

m_c : Khối lượng mẫu chuẩn, g

m_m : Khối lượng mẫu thử, g

P : Độ tinh khiết của chất chuẩn, %

4.2. Xác định lượng chất còn lại sau khi thử rây ướt

Theo tiêu chuẩn ngành số 10TCN 103-88.

4.3. Xác định tỷ suất lơ lửng

Theo tiêu chuẩn ngành số 10TCN 102-88. Hàm lượng pencycuron trong 25ml còn lại dưới đáy ống đong theo mục 4.1 của tiêu chuẩn này và bổ sung như sau:

4.3.1. Tiến hành

4.3.1.1 Dụng cụ

Bình định mức dung tích 100ml.

4.3.1.2. Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Sau khi hút 225 ml phía trên, chuyển định lượng dung dịch còn lại dưới đáy ống đong vào bình định mức 100ml. Rửa ống đong 3 lần, mỗi lần với 15 ml methanol. Định mức tới vạch bằng methanol, lọc qua màng lọc 0,45 µm trước khi bơm vào máy.

4.3.1.3. Tính toán kết quả

Tỷ suất lơ lửng y tính bằng % theo công thức:

$$y = \frac{111 \times (c - q)}{c}$$
$$q = \frac{10 \times S_m \times m_c}{S_c} \times P$$

Trong đó:

q: Khối lượng hoạt chất pencycuron trong 25ml còn lại dưới đáy ống đong, g

c: Khối lượng hoạt chất pencycuron trong lượng mẫu dùng để xác định tỷ suất lơ lửng, g

S_m: Số đo diện tích hoặc chiều cao của pic mẫu thử

S_c: Số đo diện tích hoặc chiều cao của pic mẫu chuẩn

m_c: Nồng độ của dung dịch mẫu chuẩn, mg/ml

P : Độ tinh khiết của chất chuẩn, %

4.4. Xác định độ bền bảo quản

4.4.1. ở nhiệt độ 0°C

4.4.1.1. Dụng cụ

Pipét 100ml

Tủ lạnh có khả năng duy trì ở nhiệt độ 0 ± 1°C

Máy ly tâm

ống ly tâm dung tích 100ml có kích thước (mm) như sau:

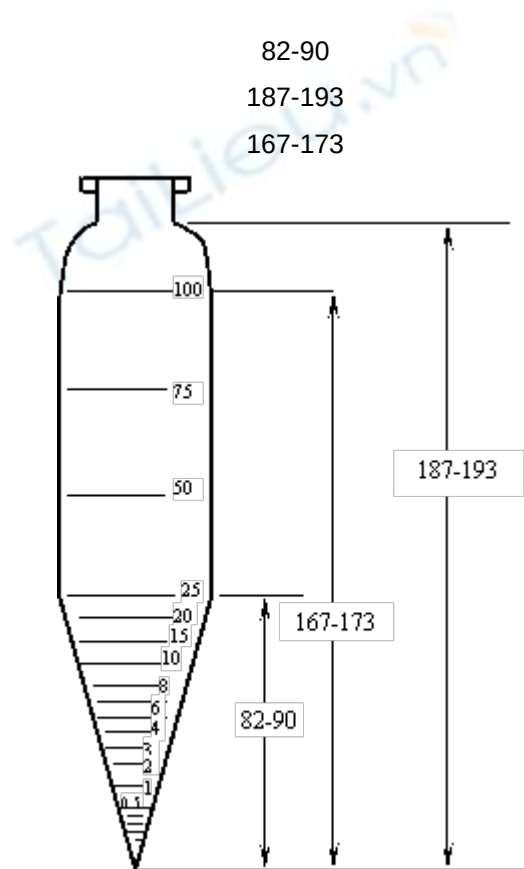
100

75

50

25

20
15
10
8
6
4
3
2
1
0.5



4.4.1.2. Tiến hành:

Dùng pipét lấy $100 \pm 1,0$ ml mẫu thử vào ống ly tâm, đặt vào tủ lạnh ở nhiệt độ $0 \pm 1^\circ\text{C}$ trong 1 giờ. Trong thời gian đó, 15 phút khuấy mẫu một lần (mỗi lần khuấy 30 giây). Tiếp tục bảo quản mẫu ở nhiệt độ $0 \pm 1^\circ\text{C}$ liên tục trong 7 ngày. Sau đó, lấy mẫu ra, để ở nhiệt độ 20°C trong 3 giờ, quay ngược ống ly tâm một lần, ly tâm 15 phút và ghi lại thể tích chất rắn hoặc chất lỏng tách lớp ở đáy ống ly tâm.

Chú ý: Tốc độ ly tâm phải đạt được sao cho lực ly tâm tương đối

$$F = 550 \times G$$

$$F = \frac{v^2 \times d}{179000}$$

$$G = 981 \text{ cm/s}^2$$

Trong đó:

v: Tốc độ ly tâm, vòng/phút

d: Khoảng cách giữa hai ống ly tâm đối diện, cm

4.4.2. ở nhiệt độ 54 °C

Theo tiêu chuẩn ngành số 10TCN 105-88.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. 10TCN 102-88
2. 10TCN 103-88
3. 10TCN 105-88
4. 10TCN 386-99
5. Bayer AG, Analytical method 2201-0240802-93E, 1998
6. The British Crop Protection Council & The Royal Society of Chemistry, UK, the pesticide Manual, tenth edition, 1994.
7. Collaborative International Pesticide Analytical Council Limited, CIPAC Handbook, vol.F, 1995.