

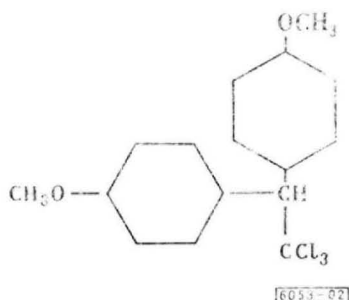
PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Zoocydy	6053-02
	Metoksychlor techniczny	Zamiast BN-64/6053-02
Grupa katalogowa X 16 ¹⁾		

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoksychlor techniczny – substancja czynna stosowana do produkcji preparatów owadobójczych.

1.2. Określenia. Metoksychlor techniczny jest to substancja, której podstawowym składnikiem jest 1,1,1-trójkloro-2,2-bis (4'-metoksyfenylo) etan czyli izomer p,p'-metoksychlor, który ma:

- wzór sumaryczny: $C_{16}H_{15}O_2Cl_3$,
- wzór budowy:



- masę cząsteczkową: 345,66
- inne nazwy podstawowego składnika: 4,4'-dwumetoksydwufenylotrójchloroetan, dwu-p-metoksyfenylo-trójchloroetan, DMDT.

1.3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-67/C-04656 Pestycydy. Oznaczanie zawartości wody metodą K. Fischera
- PN-68/C-06501 Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych
- PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy

do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

- PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
- PN-63/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
- PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe
- BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie bez fałd bocznych, zgrzewane

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od postaci rozróżnia się dwa rodzaje metoksychloru technicznego: krystaliczny i lany.

2.2. Gatunki. Rozróżnia się dwa gatunki metoksychloru lanego oznaczone kolejnymi cyframi rzymskimi: I, II.

2.3. Przykład oznaczenia metoksychloru technicznego lanego gatunku I:

METOKSYCHLOR TECHNICZNY LANY I BN-71/6053-02
SWW 1246-121

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Metoksychlor krystaliczny powinien być barwy białej do kremowej, a metoksychlor lany barwy różowej lub jasnobrązowej.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1246-121.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego
„Organika” dnia 7 listopada 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 czerwca 1972 r.
(Mon. Pol. nr 12/1972 poz. 86)

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne – wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Krystaliczny	Lany	
		I	II
a) Izomeru <i>p,p'</i> -metoksychloru, %, nie mniej niż	85,0	82,0	75,0
b) Kwasowości w przeliczeniu na H ₂ SO ₄ , %, nie więcej niż	0,2	0,2	0,3
c) Substancji stałych nierozpuszczalnych w acetonie, %, nie więcej niż	1	1	nie normalizuje się
d) Wody, %, nie więcej niż	1	2	4
e) Wodzianu chloralu, %, nie więcej niż	0,025	nie normalizuje się	

4. PAKOWANIE. PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Metoksychlor techniczny przeznaczony do obrotu krajowego należy pakować po 50 kg w otwarte klejone worki papierowe cztero-warstwowe 1000×600×220 mm wg PN-68/O-79027 i wg PN-70/P-79005, z włożonym do środka workiem polietylenowym wg BN-70/6414-06.

Za zgodą odbiorcy można stosować inne opakowania o ile zabezpieczają one produkt co najmniej w takim stopniu jak wymienione opakowania i mają wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-64/O-79021.

Na opakowaniu należy podać oznakowanie wg PN-67/O-79252 i umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę i znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.3,
- procentową zawartość składnika czynnego oraz jego nazwę chemiczną,
- znak KJ, numer partii i datę produkcji,
- masę netto,
- ostrzeżenia: „Ostrożnie – środek szkodliwy”, „Klasa III”, „Przechowywać z dala od produktów żywnościowych, pasz i naczyn na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci”.

Opakowanie i znakowanie opakowania eksportowego powinno być uzgodnione każdorazowo z odbiorcą.

Metoksychlor techniczny przeznaczony do przerobu w zakładzie produkującym może być transportowany na oddziały produkcyjne luzem lub w bębnach stalowych.

4.2. Przechowywanie. Metoksychlor techniczny należy przechowywać w suchych i przewiewnych magazynach, z dala od środków spożywczych, pasz i naczyn na żywność.

4.3. Transport. Metoksychlor techniczny należy przewozić krytymi środkami transportu w opakowaniach transportowych wg 4.1.

Przy przewozie koleją należy ładować do granic wykorzystania wagonu, zabezpieczając opakowanie zbiorcze przed przemieszczaniem się w czasie transportu wg obowiązujących przepisów kolejowych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Wielkość partii powinna wynosić co najmniej 600 kg.

5.2. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN-67/O-04500. Z każdej partii podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy, w zależności od liczby opakowań w partii liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
powyżej 250	16

Próbki metoksychloru pobierać zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010, wprowadzając go co najmniej do $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania. Próbki metoksychloru technicznego pobierać wg PN-67/C-04500.

Średnią próbkę laboratoryjną o masie 2 kg metoksychloru technicznego przygotować wg PN-67/C-04500.

Próbkę rozjemczą przechowywać 3 miesiące, a w przypadku eksportu 6 miesięcy od daty wysyłki z zakładu produkcyjnego.

W przypadku odbioru partii przeznaczonej do zużycia wewnętrznego w zakładzie produkującym próbki metoksychloru należy pobierać podczas opróżniania kondensatora bezpośrednio po napełnieniu tac. Każda taka taca stanowi opakowanie jednostkowe.

5.3. Rodzaje badań.

- oznaczanie zawartości izomeru *p,p'*-metoksychloru (3.2a),
- oznaczanie kwasowości (3.2b),

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p.3.

- c) oznaczanie substancji stałych nierozpuszczalnych w acetonie (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości wody (3.2d),
- e) oznaczanie wodzianu chloralu (3.2e).

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości izomeru *p,p'*-metoksychloru

5.4.1.1. Zakres stosowania i zasada metody.

Metodę stosuje się do analizy produktów technicznych metoksychloru zawierających 70 ÷ 100% izomeru *p,p'*-metoksychloru i do 20% izomeru *o,p'*-metoksychloru. Polega ona na ustaleniu wartości absorpcji roztworów wzorców izomerów o stężeniu 0,3000 g/10 cm³ CCl₄ przy analitycznych liczbach falowych 557 i 612 cm⁻¹, pomiaru wartości absorpcji roztworów próbki o takim samym stężeniu i obliczeniu procentowej zawartości oznaczanego izomeru w próbce z układu dwu równań opartych na prawie addytywności absorpcji.

5.4.1.2. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrofotometr na podczerwień firmy Zeiss typu UR-20 lub inny spektrofotometr IR umożliwiający pracę od 530 cm⁻¹.
- b) Kuwety o grubości warstwy absorpcyjnej 0,4 mm z okienkami z KBr – 2 sztuki.
- c) Kolby pomiarowe pojemności 10 cm³.
- d) Strzykawki lekarskie pojemności 2 cm³ – 2 sztuki.

5.4.1.3. Odczynniki i wzorce

- a) Czterochlorek węgla cz.d.a.
- b) *p,p'*-metoksychlor – wzorec chromatograficznie czysty.
- c) *o,p'*-metoksychlor – wzorec chromatograficznie czysty.

5.4.1.4. Nastawienie aparatu. Pomiary absorpcji wykonywać przy następujących wartościach parametrów spektrofotometru UR-20 firmy Zeiss.

- | | |
|--------------------------|----------------------------|
| a) Program szczeliny | 4 |
| b) Linia zerowa 98% przy | 530 cm ⁻¹ |
| c) Szybkość rejestracji | 25 cm ⁻¹ /min |
| d) Szybkość pisaka | 64 sek/100% |
| e) Skala wykresu | 20 mm/100 cm ⁻¹ |
| f) Wzmocnienie | ~ 8,8 |
| g) Stała czasowa | 2 |

5.4.1.5. Wykonanie oznaczania. Dwie kuwety napęłnić czterochlorkiem węgla, wykonać trzykrotnie rejestrację widma w zakresie liczb falowych 530 ÷ 630 cm⁻¹ przy parametrach aparatu, podanych w 5.4.1.4. Z otrzymanych wykresów obliczyć średnią wartość tła kuwet z rozpuszczalnikiem dla liczb falowych 557 i 612 cm⁻¹.

Do dwóch kolb pomiarowych pojemności 10 cm³ wprowadzić dwie odważki wzorca izomeru *p,p'*-metoksychloru w ilościach po 0,3000 g, rozpuścić

w czterochlorku węgla uzupełniając nim kolby do kreski i zarejestrować 3-krotnie widma wzorca z każdej odważki w zakresie liczb falowych 530 ÷ 630 cm⁻¹. Z każdego wykresu odczytać wartość transmisji przy analitycznych liczbach falowych 557 cm⁻¹ oraz 612 cm⁻¹.

Wartość absorpcji (*A*) dla każdego wykresu wzorca obliczyć na podstawie odczytanych wartości transmisji oraz obliczonej wg wymienionego poprzednio sposobu średniej wartości tła kuwety z rozpuszczalnikiem dla analitycznej liczby falowej 557 cm⁻¹ wg wzoru

$$A = \lg \frac{T_r}{T_w} \quad (1)$$

w którym:

T_r – średnia wartość tła kuwety z rozpuszczalnikiem dla analitycznej liczby falowej 557 cm⁻¹,

T_w – wartość transmisji roztworu wzorca, odczytanej z danego wykresu dla analitycznej liczby falowej 557 cm⁻¹.

Z otrzymanych wartości absorpcji dla każdego wykresu wzorca dla analitycznej liczby falowej 557 cm⁻¹ obliczyć wartość średnią absorpcji wzorca jako średnią arytmetyczną.

Średnią wartość absorpcji dla wzorca dla analitycznej liczby falowej 612 cm⁻¹ obliczyć w ten sam sposób jak dla liczby falowej 557 cm⁻¹ na podstawie odczytanych z wykresów wartości transmisji oraz obliczonej średniej wartości tła kuwety z rozpuszczalnikiem dla analitycznej liczby falowej 612 cm⁻¹.

Średnią wartość absorpcji dla wzorca izomeru *o,p'*-metoksychloru osobno dla każdej z analitycznych liczb falowych 557 i 612 cm⁻¹ obliczyć w analogiczny sposób jak średnie wartości absorpcji dla wzorca izomeru *p,p'*-metoksychloru.

Wartości absorpcji badanego metoksychloru technicznego osobno dla każdej z analitycznych liczb falowych 557 i 612 cm⁻¹ obliczyć dla każdego wykresu widma w podobny sposób jak dla poszczególnych wzorców. W tym celu do dwóch kolb pomiarowych pojemności 10 cm³ odważyć po 0,3000 g próbki i rozpuścić w 10 cm³ czterochlorku węgla. Jeżeli roztwory są mętne, to do napełniania kuwet pobierać je strzykawką z końcem igły owiniętym watą. Następnie zarejestrować trzykrotnie widmo w tych samych warunkach pomiarowych jak widma wzorców. Z otrzymanych wykresów odczytać poszczególne wartości transmisji osobno dla każdej analitycznej liczby falowej 557 i 612 cm⁻¹ i obliczyć na ich podstawie wg wzoru (1) poszczególne wartości absorpcji, podając w nim uprzednio wyliczoną średnią wartość tła kuwet z rozpuszczalnikiem dla odpowiedniej analitycznej liczby falowej 557 cm⁻¹ lub 612 cm⁻¹.

Z obliczonych poszczególnych wartości absorpcji dla odpowiedniej analitycznej liczby falowej obliczyć wartości średnie osobno dla każdej odważki próbki.

Zawartość izomeru *p,p'*-metoksychloru (*X*) w metoksychlorze technicznym obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(A_5 \cdot A_4 - A_6 \cdot A_3) \cdot m_1}{(A_4 \cdot A_1 - A_3 \cdot A_2) \cdot m_2} \quad (2)$$

w którym:

- A_1 – średnia wartość absorpcji obliczona dla obu odważek wzorca izomeru *p,p'*-metoksychloru dla analitycznej liczby falowej 557 cm⁻¹,
- A_2 – średnia wartość absorpcji obliczona dla obu odważek wzorca izomeru *p,p'*-metoksychloru dla analitycznej liczby falowej 612 cm⁻¹,
- A_3 – średnia wartość absorpcji obliczona dla obu odważek wzorca izomeru *o,p'*-metoksychloru dla analitycznej liczby falowej 557 cm⁻¹,
- A_4 – średnia wartość absorpcji obliczona dla obu odważek wzorca izomeru *o,p'*-metoksychloru dla analitycznej liczby falowej 612 cm⁻¹,
- A_5 – średnia wartość absorpcji obliczona z trzech wykresów widma danej odważki próbki badanego metoksychloru technicznego dla liczby falowej 557 cm⁻¹,
- A_6 – średnia wartość absorpcji obliczona z trzech wykresów widma danej odważki próbki badanego metoksychloru technicznego dla liczby falowej 612 cm⁻¹,
- m_1 – odważka wzorca izomeru *p,p'*-metoksychloru, g,
- m_2 – odważka próbki badanego metoksychloru technicznego, g.

5.4.1.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników równoległych oznaczeń, które nie mogą się różnić więcej niż o 20% wyniku wyższego.

5.4.2. Oznaczanie kwasowości

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Aceton cz.d.a.
- b) Czerwień metylowa cz.d.a. roztwór 0,1-procentowy.
- c) wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,02n.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanego metoksychloru odważyć z dokładnością do 0,1 g i umieścić w suchej kolbie stożkowej pojemności 250 cm³, dodać 25 cm³ acetonu i ogrzać na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia. Dodać 75 cm³ wody i natychmiast miareczkować 0,02n roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni

metylowej. Jednocześnie przeprowadzić w ten sam sposób miareczkowanie kontrolne mieszaniny 25 cm³ acetonu i 75 cm³ wody destylowanej.

Kwasowość (X_1) w przeliczeniu na kwas siarkowy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,00098 (V - V_1)}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- V – objętość 0,02n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,
- V_1 – objętość 0,02n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próbki kontrolnej, cm³,
- m – odważka badanej próbki, g,
- 0,00098 – ilość kwasu siarkowego, odpowiadająca 1 cm³ 0,02n wodorotlenku sodowego, g.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku mniejszego.

5.4.3. Oznaczanie substancji stałych nierozpuszczalnych w acetonie

5.4.3.1. Odczynniki

- a) Aceton cz.d.a.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g badanego metoksychloru z dokładnością do 0,1 g. Odważkę umieścić w czystej, suchej kolbie stożkowej pojemności 250 cm³, dodać 150 cm³ acetonu, kolbę połączyć z chłodnicą zwrotną i ogrzewać na łaźni wodnej o temperaturze 60°C przez 20 min.

Po tym czasie zawartość kolby przesączyć przez wysuszony i zważony z dokładnością do 0,0002 g tygiel z sączkiem ze szkła spiekane G3, osad na tyglu przemyć czterokrotnie acetonem, każdorazowo po 10 cm³. Tygiel z zawartością suszyć w temperaturze 110°C, w ciągu 30 min, a następnie zważyć.

Zawartość substancji stałych nierozpuszczalnych w acetonie (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

- m_1 – masa pozostałości nierozpuszczalnej w acetonie, g,
- m – odważka badanej próbki, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku mniejszego.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody wykonać metodą miareczkową wg PN-67/C-04656.

5.4.5. Oznaczanie wodzianu chloralu

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory.

a) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 40-procentowy.

b) Wodzien chloralu, roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 5 mg wodzianu chloralu cz.d.a. rozpuścić w 100 cm³ wody nie zawierającej dwutlenku węgla. Roztwór przechowywać w naczyniu szklanym z doszlifowanym korkiem.

c) Pirydyna cz.d.a.

d) Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06501.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Około 20 g badanego metoksychloru odważonego z dokładnością do 0,1 g wsypać do kolby pojemności 500 cm³ zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne z zamknięciem rtęciowym i dodać 200 cm³ wody. Kolbę umieścić w łaźni olejowej, połączyć z chłodnicą Liebiga i ogrzewać przy energicznym mieszaniu do

temperatury $140 \div 160^{\circ}\text{C}$. Temperaturę tak regulować, aby otrzymać w ciągu $30 \div 60$ min 100 cm³ destylatu. Zebrać w odbieralniku 100 cm³ destylatu i przesączyć do czystej zlewki. Do probówki wlać 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, dodać 1 cm³ pirydyny i 4 cm³ przesączonego destylatu. W drugiej probówce w ten sam sposób do 4 cm³ wzorcowego roztworu wodzianu chloralu dodać 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego oraz 1 cm³ pirydyny, obie probówki wstrząsać, a następnie ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej w czasie 1 min.

Zawartość wodzianu chloralu jest zgodna z wymaganiami normy, jeżeli czerwone zabarwienie warstwy pirydyny powstałe w probówce z badanym roztworem nie jest ciemniejsze od zabarwienia warstwy pirydyny w probówce zawierającej roztwór wzorcowy.

5.4.5.3. Liczba oznaczeń. Wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia, których wyniki powinny być zgodne.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6053-02

1. Zalecenia międzynarodowe i odpowiedniki w normach zagranicznych

RWPG PC Метоксихлор технический – norma zgodna w zakresie rodzaju krystalicznego i w zakresie metod badań.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6053-02

- a) wprowadzono rodzaje metoksychloru z rozróżnieniem krystalicznego i lanego w miejsce mielonego i brył,
- b) wprowadzono oznaczanie substancji czynnej metodą

spektrofotometrii w podczerwieni, a nie poprzez chlor hydrolicujący,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości wody metodą K. Fischera w miejsce metody destylacyjnej.

d) rozszerzono rozdz. Pakowanie i przechowywanie o transport.

3. Istniejące przepisy transportowe. Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27 ust. 4 pkt. 4 DKP).