

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Środki do higieny sanitarnej	6053-29
	Karbosep zawieszinowy 75	Grupa katalogowa X 16 18

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest Karbosep zawieszinowy 75, preparat owadobójczy, w postaci proszku, zawierający jako substancję czynną N-metylokarbaminian-1-naftyli o nazwie zwyczajowej karbaryl, nośnik mineralny oraz środki powierzchniowo czynne, stosowany w postaci zawiesziny wodnej do zwalczania owadów w higienie sanitarnej.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. OZNACZENIE

KARBOSEP ZAWIESINOWY 75 BN-75/6053-29

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Karbosep zawieszinowy 75 powinien być proszkiem jednorodnym, barwy od beżowej do jasnobrązowej, łatwo tworzącym po wymieszaniu z wodą jednolitą pastę. Nie powinien zawierać twardych zbryleń.

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

Tablica 1

Wymagania	
a) Karbaryl, %	75,0 ± 1,25
b) Trwałość 2,5-procentowej zawiesziny wodnej po 30 min, %, nie mniej niż	65
c) Pozostałość na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,075 mm, %, nie więcej niż	2
d) Czas zwilżania, min, nie więcej niż	2
e) pH zawiesziny wodnej, w granicach	4,5 ÷ 6,5

3.3. Trwałość. Karbosep zawieszinowy 75 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 w ciągu 2 lat, licząc od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Karbosep zawieszinowy 75 należy pakować w ilościach po: 0,15, 0,2, 0,4, 0,5, 0,8 i 1 kg do toreb formowanych z folii polietylenowej wg BN-70/6365-01 o grubości co najmniej 0,06 mm lub z folii opakowaniowej wg BN-74/6365-03

o grubości 0,04 mm, umieszczonych w pudełkach kartonowych o symbolu SWW 1822-132/S-K-T2-R2-07 wg PN-73/0-79401 o wymiarach niezgodnych z p. 3.2 normy: 91×53×123 mm dla ilości po 0,15 i 0,2 kg, o wymiarach 122×65×185 mm dla ilości po 0,4 i 0,5 kg, o wymiarach 122×87×248 mm dla ilości po 0,8 i 1 kg.

Każdą torbę z produktem należy szczelnie zamknąć przez zgrzewanie.

Opakowania jednostkowe należy wkładać w pudła transportowe tekturowe o symbolu SWW 1822-133 lub 1822-131 (S-K-T1) lub T2/-R2-1 (lub 3) wg PN-73/0-79402 o wymiarach 380×285×253 mm na zawartość 0,15 i 0,2 kg po 40 sztuk, 0,4 i 0,5 kg po 16 sztuk, 0,8 i 1 kg po 9 sztuk.

Zamknięcie pudeł należy wykonać przez oklejenie klap taśmą papierową powleczoną klejem wg PN-62/P-50551.

Do pakowania Karbosepu zawieszinowego 75 po 5 i 10 kg należy stosować torby papierowe krzyżowe trzywarstwowe wg PN-72/P-79004 wielkości odpowiednio 9 lub 11, odmiana 0 lub 2, wykonanych niezgodnie z p. 2.3 wyżej wymienionej normy z papieru workowego symbol Z-76/2 oraz AP-1000 wg BN-68/7326-10 z naklejką denną z papieru workowego symbol Z-76 z wkładką z folii polietylenowej wg BN-70/6365-01 o grubości folii 0,06 ÷ 0,10 mm lub z folii opakowaniowej wg BN-74/6365-03 o grubości 0,04 mm.

Torby należy zamykać sposobem szycia.

Do pakowania Karbosepu zawieszinowego 75 po 25 kg należy stosować worki papierowe OK4 wg PN-70/P-79005, wielkości 2 wg PN-68/0-79027 z wkładką w kształcie worka z folii polietylenowej wg BN-70/6365-01 o grubości folii 0,06 ÷ 0,10 mm.

Worki należy zamykać sposobem szycia.

Na każdym opakowaniu jednostkowym umieścić oznakowanie wg PN-67/0-79251 zawierające co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- ostrzeżenie "Ostrożnie, środek szkodliwy - klasa IV", "Przechowywać z dala od produktów spożywczych, pasz i naczyń na żywność w miejscach niedostępnych dla dzieci",
- oznaczenie wg 2,

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 18 marca 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1975 poz. 52)

- d) numer rejestracyjny nadany przez Ministerstwo Zdrowia i Opieki Społecznej,
- e) procentową zawartość składnika czynnego oraz jego nazwę zwyczajową i chemiczną,
- f) krótką charakterystykę preparatu,
- g) zastosowanie i sposób użycia,
- h) okres ważności,
- i) okres karencji,
- j) opis sposobu magazynowania,
- k) środki ostrożności (w tym sposób postępowania z opróżnionym opakowaniem),
- l) znak KJ, numer partii i datę produkcji,
- z) masę netto,
- m) cenę detaliczną.

Na opakowaniach jednostkowych pakowanych sposobem maszynowym dopuszcza się nie umieszczanie znaku KJ.

Opakowania transportowe oznakować zgodnie z PN-67/0-79252, umieszczając na każdym opakowaniu etykietę z danymi jak na opakowaniach jednostkowych oraz masę brutto.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach wg PN-68/M-78216. Ładunek na paletcie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Karbosep zawiesinowy 75 w opakowaniu wg 4.1 należy przechowywać w suchych i przewiewnych magazynach, z dala od produktów żywnościowych, pasz i naczyń na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci.

4.4. Transport. Karbosep zawiesinowy 75 należy przewozić w opakowaniach transportowych wg 4.1 dowolnymi krytymi środkami transportu zabezpieczającymi produkt przed wpływami atmosferycznymi oraz czynnikami mechanicznymi mogącymi spowodować uszkodzenie opakowań.

Przy przewozie kolejną należy zachowywać przepisy kolejowe przewidziane dla przewozu materiałów niebezpiecznych¹⁾.

Przy przewozie innymi środkami transportu należy zachowywać przepisy przewidziane dla przewozu materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości karbarylu (3.2a),
- c) oznaczanie trwałości 2,5-procentowej zawiesiny wodnej metodą cylindrową (3.2b),
- d) oznaczanie pozostałości na sicie (3.2c),
- e) oznaczanie czasu zwilżania (3.2d),
- f) oznaczanie pH zawiesiny wodnej (3.2e).

5.2. Wielkość partii powinna wynosić najwyżej 2000 kg.

5.3. Pobieranie próbek. Próbki do badań należy pobierać zgodnie z zasadami podanymi w PN-67/C-04500.

Z każdej partii podlegającej odbiorowi wybrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, następujące liczby opakowań jednostkowych podane w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
powyżej 250	16

Przy pobieraniu do prób opakowań jednostkowych należy pobrać pudełka co najmniej z 3 opakowań transportowych, a przy mniejszej liczbie niż 3 opakowań transportowych należy pobrać z każdego opakowania transportowego.

Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego należy pobrać próbkę pierwotną o masie: 50 g w przypadku produktu w opakowaniach drobnych, 100 g w przypadku produktu w workach.

Próbki pierwotne z worków należy pobierać próbnikiem 14 wg PN-74/C-60008 wprowadzając go do co najmniej $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania, a w przypadku pobierania próbki z toreb przez odsypywanie.

Pobrane próbki pierwotne zyspać razem i dokładnie wymieszać, tworząc próbkę ogólną.

Z próbki ogólnej wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g.

Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać 3 miesiące, a w przypadku eksportu 6 miesięcy od daty wysyłki danej partii produktu z Zakładu.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości Karbarylu

5.4.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na alkalicznej hydrolizie Karbosepu zawiesinowego 75, ilościowym odpędzeniu w strumieniu azotu metyloaminy powstałej w wyniku hydrolizy karbarylu i alkalimetrycznym jej oznaczaniu. Przy obliczaniu wyniku uwzględnia się zawartość zanieczyszczeń chlorowodoru i siarczanu metyloaminy.

5.4.2.2. Aparatura i przyrządy

a) Elektrody: szklana i kalomelowa - zmodyfikowana wypełniona nasycionym roztworem chlorku potasowego w bezwodnym alkoholu metylowym.

b) Pehametr z urządzeniem do miareczkowania potencjometrycznego.

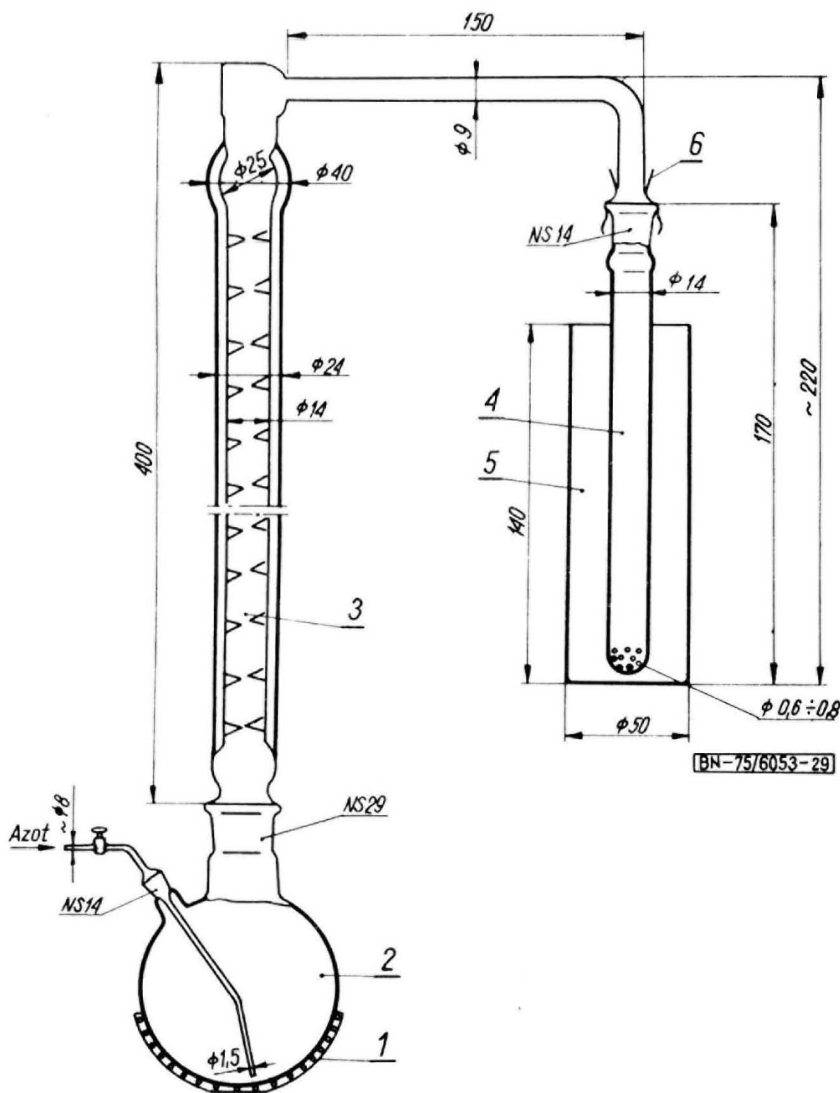
¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 4.

c) Przyrząd do mierzenia przepływu gazu (fleo-
metr).

d) Zestaw aparatu do hydrolizy wg rysunku.

bezwodnika kwasu octowego cz.d.a., i po zmieszaniu roztwór dopełnić do 1000 cm³ kwasem octowym.

d) Kwas octowy lodowaty, cz.d.a.



Zestaw do hydrolizy:

1 - czapa grzejna z regulacją 400W/220 V, 2 - kolba destylacyjna poj. 100 cm³, 3 - deflegmator Vigreux, 4 - bełkotka, 5 - odbieralnik, 6 - haczyki podtrzymujące płukzkę

5.4.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Azot techniczny sprężony.

b) Kwas borowy, cz.d.a., 2-procentowy roztwór wodny przygotowany w następujący sposób: rozpuścić 20 g kwasu borowego w 980 cm³ wody, ogrzać słabo do całkowitego rozpuszczenia kwasu, ochłodzić do temperatury pokojowej, dodać 10 cm³ roztworu zieleni bromokrezolowej, a następnie kropkami 0,1n roztworu kwasu solnego (gdy roztwór jest zielony) lub 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego (gdy roztwór jest żółtozielony), do momentu powstania zgniozdelonego zabarwienia roztworu.

c) Kwas nadchlorowy, cz.d.a., 0,1n roztwór w kwasie octowym, przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³ odmierzyć 900 cm³ kwasu octowego, dodać 16,3 g (9,8 cm³) 60-procentowego kwasu nadchlorowego oraz 30,7 cm³

e) Kwas solny, cz.d.a., roztwór 0,1n (mianowany).

f) Kwaśny ftalan potasowy, cz.d.a., wysuszony w 135°C do stałej masy.

g) Octan rtęciowy, cz., roztwór 6-procentowy w kwasie octowym.

h) Wodorotlenek potasowy, cz.d.a., 1n roztwór w glikolu dwuetylenowym przygotowany w następujący sposób: 56 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w 40 cm³ wody i rozcieńczyć glikolem dwuetylenowym do objętości 1000 cm³.

i) Zielen bromokrezolowa wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy przygotowany w następujący sposób: rozpuścić 0,1 g wskaźnika w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w 20 cm³ alkoholu etylowego i dopełnić roztwór do kreski wodą.

5.4.2.4. Mianowanie roztworu kwasu nadchlorowego. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 0,2 g kwaśnego ftalanu potasowego i umieścić w zlewce pojemności 100 cm³. Dodać 50 cm³ kwasu octowego i roztwór lekko podgrzać w celu szybszego rozpuszczenia ftalanu potasowego. Po ochłodzeniu roztworu do temperatury pokojowej zlewkę umieścić na mieszadle elektromagnetycznym, zanurzyć w roztworze elektrody, włączyć potencjometr i miareczkować kwasem nadchlorowym przygotowanym wg 5.4.2.3 c). Za punkt końcowy miareczkowania przyjąć objętość, przy której stosunek $\frac{\Delta m V}{\Delta V}$ osiąga wartość maksymalną.

Równolegle wykonać próbę kontrolną z samymi odczynnikami bez ftalanu potasowego, prowadząc oznaczanie wg wyżej podanego sposobu postępowania.

Normalność kwasu nadchlorowego (N) obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{m}{0,20422 (V - V_1)}$$

w którym:

m - odważka kwaśnego ftalanu potasowego, g,

V - objętość kwasu nadchlorowego zużyta do miareczkowania kwaśnego ftalanu potasowego, cm³,

V₁ - objętość kwasu nadchlorowego zużyta do miareczkowania próby kontrolnej, cm³,

0,20422 - ilość kwaśnego ftalanu potasowego odpowiadająca 1 cm³ 1n kwasu nadchlorowego, g.

5.4.2.5. Oznaczanie chlorowodoru i siarczynu metyloaminy w przeliczeniu na metyloaminę. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 2,5 g Karbosepu zawiesinowego 75 i umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, dodać 50 cm³ kwasu octowego i 15 cm³ octanu rtęciowego. Zlewkę umieścić na mieszadle elektromagnetycznym, zanurzyć elektrody w roztworze, włączyć potencjometr i miareczkować roztwór kwasem nadchlorowym.

Za punkt końcowy miareczkowania przyjąć objętość, przy której stosunek $\frac{\Delta m V}{\Delta V}$ osiąga wartość maksymalną.

Równolegle wykonać próbę kontrolną z symyimi odczynnikami bez Karbosepu prowadząc oznaczanie wg wyżej podanego sposobu postępowania. Zawartość metyloaminy zawartej w zanieczyszczeniach (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) N \cdot 31,06}{m \cdot 10}$$

w którym:

V₁ - objętość 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego zużyta do miareczkowania próby właściwej, cm³,

V₂ - objętość 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego zużyta do miareczkowania próby kontrolnej, cm³,

N - normalność roztworu kwasu nadchlorowego, ściśle oznaczona wg 5.4.2.4,

m - odważka badanej substancji, g,

31,06 - masa cząsteczkowa metyloaminy.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń równoległych nie różniących się między sobą więcej niż o:

- 35% wartości średniej dla zawartości metyloaminy rzędu 0,05 0,2%,

- 10% wartości średniej dla zawartości metyloaminy rzędu 0,2 0,5%.

5.4.2.6. Wykonanie oznaczania zawartości karbarylu. Odważone z dokładnością do 0,0002 g około 0,25 g Karbosepu zawiesinowego 75 umieścić w kolbie aparatu do hydrolizy, dodać 50 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego przygotowanego wg 5.4.2.3h) i kilka kawałków porcelanki.

W odbieralniku umieścić 150 cm³ roztworu kwasu borowego przygotowanego wg 5.4.2.3b).

Zmontować zestaw aparatury wg rysunku, wstawiając rurkę doprowadzającą azot do kolby, oraz bełkotkę 4 do odbieralnika 5. Szybkość przepływu azotu należy uprzednio uregulować fleometrem tak, aby wynosiła od 80 ÷ 90 cm³/min. Włączyć ogrzewanie i w ciągu 6 ÷ 8 min doprowadzić zawartość kolby do słabego wrzenia.

Hydrolizę prowadzić w powyższych warunkach w ciągu 1 godz. Wydzielona metyloamina pochłaniana w roztworze kwasu borowego zmienia zabarwienie zieleni bromokrezolowej ze zgnięzielonego na niebieskie. Po zakończeniu hydrolizy usunąć odbieralnik i przerwać dopływ azotu i wyłączyć ogrzewanie. Bełkotkę opłukać roztworem kwasu borowego w ilości 50 cm³. Całość miareczkować 0,1n roztworem kwasu solnego do zmiany barwy roztworu z niebieskiej na zgnięzieloną, odpowiadającą zabarwieniu roztworu wyjściowego.

Równolegle wykonać próbę kontrolną bez substancji oznaczanej, prowadząc oznaczanie wg wyżej podanego sposobu postępowania.

Zawartość karbarylu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) N \cdot 201,21}{m \cdot 10} - 6,48 \cdot X_1$$

w którym:

V₁ - objętość 0,1n roztworu kwasu solnego zużyta do miareczkowania badanej próby, cm³,

V₂ - objętość 0,1n roztworu kwasu solnego zużyta do miareczkowania próby kontrolnej, cm³,

N - normalność kwasu solnego,

m - odważka badanej substancji, g,

201,21 - masa cząsteczkowa karbarylu,

X_1 - zawartość metyloaminy związanej w chłorowodoru i siarczanie metyloaminy wg 5.4.2.5.

6,48 - mnożnik przeliczeniowy metyloaminy na karbaryl.

5.4.2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń równoległych, nie różniących się między sobą więcej niż 0,05%.

5.4.3. Oznaczanie trwałości 2,5-procentowej zawiesiny wodnej wykonać wg PN-70/C-04654, biorąc 3,3 g Karbosepu odważonego z dokładnością do 0,0002 g.

5.4.4. Oznaczanie pozostałości na sicie przeprowadzić metodą moką wg PN-71/C-04501 p. 4.4, biorąc do oznaczania 10 g Karbosepu zawiesinowego 75. Sito z pozostałością suszyć w temperaturze 100°C do stałej masy.

Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,1%.

5.4.5. Oznaczanie czasu zwilżania. Odważyć 5 g badanego preparatu z dokładnością do 0,1 g i rozsytać równomiernie na powierzchnię 100 cm² wody

twardej o temperaturze pokojowej, przygotowanej wg PN-70/C-04654 p. 2.3 znajdującej się w zlewce pojemności 250 cm³. Średnica zlewki powinna wynosić 55 mm.

Preparat należy uznać za odpowiadający normie, jeżeli w czasie nie przekraczającym 2 min nastąpi całkowite zwilżenie preparatu.

5.4.6. Oznaczanie pH zawiesiny wodnej. 1 g preparatu badanego odważyć w zlewce pojemności 50 cm³ z dokładnością do 0,01 g, zalać 20 cm³ świeżo przygotowanej wody, dokładnie rozpuścić łopatką do uzyskania jednorodnej zawiesiny i oznaczyć jej pH za pomocą pehametru.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2 należy dokonywać wg zasad PN-70/N-02120.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność z wymaganiami normy dołączyć do każdej wysyłki produktu.

5.7. Ocena wyników badań. Partia produktu jest uznana za dobrą, jeżeli wyniki badań średniej próbki laboratoryjnej reprezentujących tę partię są zgodne z wymaganiami podanymi w rozdz. 3.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne AZOT w Jaworznie.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-69/MPCh/0-3357

- a) wprowadzono zmiany w sposobie oznaczania zawartości Karbarylu,
 - b) zmieniono opakowania,
- Dotychczas obowiązująca ZN-69/MPCh/0-3357 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1976 r.

3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-71/C-04501 Analiza sitowa. Wytyczne wykonywania
- PN-70/C-04654 Pestycydy. Metoda cylindrowa oznaczania trwałości zawiesin wodnych preparatów zawiesinowych
- PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowieściowe bez skrzydeł 800 x 1200
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-68/0-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
- PN-67/0-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-67/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

- PN-73/0-79401 Opakowania jednostkowe kartonowe i tekturowe. Rudełka
- PN-73/0-79402 Opakowania transportowe tekturowe. Rudła
- PN-62/P-50551 Taśmy papierowe powleczone klejem
- PN-72/P-79004 Torby papierowe do pakowania towarów
- PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe
- BN-70/6365-01 Folia z polietylem
- BN-74/6365-03 Folia papieropochodna. Ergopak WM
- BN-68/7326-10 Papiery workowe

4. Przepisy transportowe

- Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T i Z.K. z 1968 r. Nr 20 poz. 84).
- Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r., w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U.PRL Nr 35, poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)
- Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej stanowiące załącznik nr 4 do umowy SMGS (Dz.T i Z.K. z 1966 r. Nr 17, poz. 35).
- Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik Nr 10 (do art. 27, ust. 4 pkt. 4 DKP).

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID) stanowiący załącznik I do Konwencji CIM (Dz.U.PRL, Nr 21, poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.).

Instrukcja o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komu-

nikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol nr 24 poz. 123 z 1963 r.).

5. Autorzy projektu normy: mgr Elżbieta Matuszewska, inż. Alicja Pierzchała - Zakłady Chemiczne "AZOT" w Jaworznie