

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Zoocydy	6053-18
	Roztoczol extra zawieszinowy 30	Grupa katalogowa X 16 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest Roztoczol extra zawieszinowy 30, który jest proszkiem zawierającym około 30% 2,4,5,4'-czterochlorodwufenylosulfonu (tetradifonu), nośnik mineralny i mieszaninę środków powierzchniowo czynnych.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Roztoczol extra zawieszinowy 30 jest używany do niszczenia letnich jaj i form młodocianych przedziorków.

1.3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-56/C-04501 Analiza sitowa

PN-70/C-04654 Pestycydy. Metoda cylindrowa oznaczania trwałości zawiesin wodnych preparatów zawieszinowych

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-70/O-79401 Opakowania kartonowe i tekturowe. Pudełka. Wspólne wymagania i badania

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

2. OZNACZENIE

ROZTOCZOL EXTRA ZAWIESINOWY 30 BN-71/6053-18

SWW 1246-312

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Roztoczol extra zawieszinowy 30 powinien być proszkiem o barwie kremowo-szarej, łatwo dającym po wymieszaniu z wodą jednolitą pastę.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Zawartość tetradifonu, %	30 ± 1,5
b) Trwałość 0,5-procentowej zawiesiny wodnej po 30 min, %, nie mniej niż	50
c) Pozostałość na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,075 mm, %, nie więcej niż	2
d) pH 0,5-procentowej zawiesiny wodnej	6÷7

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Roztoczol extra zawieszinowy 30 należy pakować w woreczki polietylenowe umieszczone w pudełkach kartonowych wg PN-70/O-79401 lub w puszkach blaszано-tekturowych (bez wkładki polietylenowej) w ilości po: 0,2; 0,5 i 1 kg.

Ilości po 5 i 10 kg należy pakować w trójwarstwowe worki papierowe z wkładką polietylenową wg PN-70/P-79005.

Ilości po 25 kg należy pakować w pięciowarstwowe worki z wkładką polietylenową wg PN-70/P-79005.

Na opakowaniu powinna być umieszczona w sposób trwały etykieta zawierająca:

- nazwę i znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer rejestru Ministerstwa Rolnictwa,
- masę netto,
- znak kontrolny, numer partii i datę produkcji,
- cenę detaliczną,
- procentową zawartość składnika czynnego oraz jego nazwę chemiczną,
- zastosowanie preparatu,
- przepis użycia i przechowywania,
- objawy zatrucia i pierwszą pomoc,
- sposób postępowania z opróżnionym opakowaniem,
- ostrzeżenia: "Ostrożnie - środek szkodliwy - klasa IV" oraz "Przechowywać z dala od produktów

¹⁾ Symbol wg SWW: 1246-312.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika” dnia 3 września 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 czerwca 1972 r.

(Mon. Pol. nr 58/1971 poz.389)

żywnościowych, pasz i naczyń na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci",

- okres karencji.

Roztoczol extra zawieszinowy 30 w opakowaniach drobnych w przypadku transportu należy pakować dodatkowo w opakowania zbiorcze - pudła kartonowe. Na opakowaniu wysyłkowym zbiorczym powinna być umieszczona etykieta z napisem jak na opakowaniu jednostkowym, podająca dodatkowo liczbę opakowań jednostkowych i numer pakowaczki.

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

4.2. Przechowywanie. Roztoczol extra zawieszinowy 30 należy przechowywać w suchych i przewiewnych magazynach w temperaturze nie wyższej niż 30°C, z dala od środków spożywczych, pasz i naczyń na żywność.

4.3. Transport. Roztoczol extra zawieszinowy 30 należy przewozić krytymi środkami transportowymi w opakowaniach wg 4.1. Przy przewożeniu koleją należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonów, z zachowaniem obowiązujących przepisów kolejowych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie i przygotowanie próbek należy przeprowadzić zgodnie z PN-67/C-04500. Z każdej partii podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, następujące liczby opakowań jednostkowych.

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

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbkę jednostkową o masie:

50 g - w przypadku opakowania Roztoczolu w pudełkach,

100 g - w przypadku opakowania Roztoczolu w workach.

Próbki jednostkowe z worków pobrać zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010, wprowadzając go co najmniej do $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania, a w przypadku pudełek - przez odsypywanie. Pudełka z Roztoczolem należy wybrać co najmniej z 3 opakowań zbiorczych. W przypadku mniejszej ich liczby niż 3, próbki należy pobierać z każdego opakowania zbiorczego.

Pobrane próbki jednostkowe zsypać razem i dokładnie wymieszać, tworząc próbkę ogólną. Z próbki ogólnej wydzielić średnią próbkę laboratoryjną wg PN-67/C-04500, w ilości około 500 g. Próbkę

rozjemczą przechowywać w ciągu 3 miesięcy, a w przypadku eksportu przez 6 miesięcy od daty wysyłki z zakładu produkującego.

5.2. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości tetradifonu metodą wagową, po wyodrębnieniu go metodą chromatografii kolumnowej,
- oznaczanie trwałości 0,5-procentowej zawiesiny wodnej,
- oznaczanie pozostałości na sicie,
- oznaczanie pH 0,5-procentowej zawiesiny wodnej.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości tetradifonu metodą wagową, po wyodrębnieniu go metodą chromatografii kolumnowej

5.3.1.1. Aparatura i przyrządy

- Kolumna chromatograficzna o średnicy wewnętrznej 13 mm i długości 50 cm.
- Parownica szklana o średnicy 5 ÷ 6 cm.
- Wkraplacz pojemności 250 cm³ z kurkiem z otworem o średnicy 4 mm.
- Aparat Soxhleta pojemności 100 cm³.
- Zestaw do destylacji łączony szlifami: kolba kulista pojemności 500 cm³ i chłodnica Liebiga długości 40 cm.
- Aparat do oznaczania temperatury topnienia, umożliwiający jednoczesny pomiar w dwu kapilarach.
- Termometr o zakresie pomiarowym do 150°C z działką elementarną 0,1°C.

5.3.1.2. Odczynniki

- Czterochlorek węgla cz.d.a.
- Benzen cz.d.a.
- Etanol - rektyfikat 96-procentowy.
- Żel krzemionkowy do chromatografii - frakcja o wielkości ziarna 0,08 ÷ 0,15 mm i zawartości wody 5 ÷ 10%.
- Tetradifon - wzorzec o temperaturze topnienia nie niższej niż 148,5°C, otrzymany w następujący sposób: 50 g 2,4,5,4'-czterochlorodwufenylosulfonu technicznego rozpuścić w około 700 cm³ czterochloru węgla, stosując słabe ogrzewanie w celu przyspieszenia rozpuszczania. Roztwór przesączyć przez karbowany sączek i przesączyć zagęścić do objętości 100 cm³, oddestylowując nadmiar rozpuszczalnika. Zagęszczony roztwór przelać do zlewki i pozostawić do krystalizacji. Osad odsączyć na lejku sitowym (Büchnera), rozpuścić na gorąco w niezbędnej ilości czterochloru węgla i pozostawić do krystalizacji. W podobny sposób przeprowadzić trzecią krystalizację z czterochlorkiem węgla. Krystaliczny osad rozpuścić w około 70 cm³ benzenu, zagęścić roztwór do objętości około 35 cm³, pozostawić do krystalizacji i odsączyć. Osad rozpuścić na gorąco w około 800 cm³ etanolu, wykrystalizować i pobrać niewielką ilość osadu do oznaczania temperatury topnienia, znów rozpuścić w

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

etanolu, drugi raz przekrystalizować i odsączyć osad wysuszyć w temperaturze 80°C . Końcowa temperatura topnienia preparatu, odczytana z dokładnością do $0,1^{\circ}\text{C}$ po pierwszej i drugiej krystalizacji z etanolu, powinna być taka sama - w granicach $0,5^{\circ}\text{C}$.

Wydajność - około 15 g preparatu czystego.

5.3.1.3. Przygotowanie próbek do chromatografii. Próbkę Roztopczolu extra zawiesinowego 30 o masie 2 g utrzeć w moździerzu agatowym, odważyć około 0,35 g z dokładnością do 0,0002 g w gilzie ekstrakcyjnej i poddać ekstrakcji czterochlorkiem węgla w aparacie Soxhleta. Ekstrakcję prowadzić przez 5 godz z szybkością 10 przelewów na godzinę. Następnie ekstrakt przenieść ilościowo do zlewki pojemności 100 cm^3 i odparować do 5 cm^3 .

5.3.1.4. Przygotowanie kolumny chromatograficznej. Do zlewki pojemności 250 cm^3 odważyć 30 g żelu krzemionkowego i zalać go 100 cm^3 czterochlorku węgla zmieszanego z benzenem w stosunku 4:1. Do dolnej części kolumny wprowadzić trochę waty i kilka krążków bibuły do sączenia o średnicy równej średnicy wewnętrznej kolumny. Kolumnę ustawić pionowo i przez lejek napełnić zawiesiną krzemionki, mieszając zawiesinę w zlewce szklanym przecikiem. Kolumna powinna być wypełniona osadem krzemionki do wysokości $33 \div 35\text{ cm}$ tak, aby nie zawierała pęcherzyków powietrza. Bezpowietrzne napełnianie kolumny ułatwia lekkie stukanie w nią korkiem gumowym osadzonym na szklanym przeciku. Szybkość swobodnego wypływu rozpuszczalnika z kolumny powinna wynosić około $1,5\text{ cm}^3$ na 1 min. Przygotowaną w ten sposób kolumnę można używać 6 razy, jeżeli nie ulegnie zapowietrzeniu. Przy wielokrotnym użytkowaniu kolumny należy po każdej próbie zdjąć za pomocą pipety górną warstwę ($1 \div 2\text{ cm}$) żelu krzemionkowego zanieczyszczonego brunatnym osadem i uzupełnić ubytek świeżym żelem.

5.3.1.5. Rozdział chromatograficzny. Ekstrakt przygotowany wg 5.3.1.3 wprowadzić ilościowo do kolumny, spłukując zlewkę i ścianki kolumny kilkoma cm^3 mieszaniny czterochlorku węgla i benzenu (4:1). Gdy poziom cieczy w kolumnie zrówna się z poziomem krzemionki, wprowadzać z wkraplacza mieszaninę czterochlorku węgla z benzenem (4:1) w sposób ciągły, pod ciśnieniem stałego słupa cieczy. Korek górny wkraplacza jest wtedy zamknięty, kurek przelotowy całkowicie otwarty, a rurka wypływowa umieszczona w kolumnie 5 cm nad poziomem żelu krzemionkowego.

Przy pierwszym rozdziale chromatograficznym na przeznaczonym do tego celu adsorbencie należy ustalić, kiedy przechodzi główna frakcja zawierająca tetradifon, zbierając eluat porcjami po 5 cm^3 w ponumerowanych probówkach. Po odparowaniu rozpuszczalnika z probówek określić na podstawie występowania suchej pozostałości początek i koniec frakcji głównej.

W następnych próbach chromatograficznego rozdziału eluat należy zbierać, zaczynając od objętości odpowiadającej trzeciej próbce przed początkiem występowania suchej pozostałości, a kończąc na płaciej po ostatniej, w której jeszcze nie występowała sucha pozostałość. W przypadku użycia adsorbentu Silicagel 100 $\div$ 200 mesh f.d. Chromatographie firmy T. Schuchardt-München, po podaniu próbki na kolumnę odrzucić pierwsze 70 cm^3 eluatu, a następnie zebrać 180 cm^3 eluatu stanowiącego frakcję główną. Szybkość wypływu powinna wynosić $1,5 \div 2\text{ cm}^3/\text{min}$. Jeśli szybkość spadnie poniżej $1,5\text{ cm}^3/\text{min}$, poruszyć przecikiem górną warstwę złoża adsorbentu. Zebrany eluat przenieść ilościowo do kolby destylacyjnej i oddestylować rozpuszczalnik do objętości około 30 cm^3 roztworu. Zagęszczony roztwór przenieść ilościowo przy użyciu 10 cm^3 czterochlorku węgla do parownicy szklanej, uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze 85°C i odparować do sucha, a następnie wysuszyć do stałej masy w tej samej temperaturze. Oddestylowany rozpuszczalnik można użyć przy następnych rozdzielach chromatograficznych.

5.3.1.6. Oznaczanie różnicy temperatur topnienia. Suchą pozostałość w parownicy starannie wymieszać, rozetrzeć i wprowadzić do rurki kapilarnej odpowiednią ilość substancji (warstwa $1 \div 2\text{ mm}$).

Do drugiej kapilary wprowadzić taką samą ilość wzorca tetradifonu i obie kapilary umieścić w aparacie do oznaczania temperatury topnienia, nagrzanym do 120°C . Podnosząc temperaturę z szybkością $1 \div 2^{\circ}\text{C}$ na 1 min odczytać temperatury całkowitego stopnienia próbki (t_p) i wzorca (t_w) z dokładnością do $0,1^{\circ}\text{C}$ i obliczyć różnicę wg wzoru

$$\Delta t = t_w - t_p$$

5.3.1.7. Obliczanie procentowej zawartości tetradifonu w próbce. Procentową zawartość tetradifonu w próbce (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{m_1 (100 - \Delta t \cdot 1,4)}{m_2}$$

w którym:

- m_1 - masa suchej pozostałości frakcji głównej, g,
- Δt - różnica temperatur topnienia wzorca i próbki, $^{\circ}\text{C}$,
- 1,4 - procentowa zawartość tetradifonu odpowiadająca różnicy temperatur topnienia równej 1°C ,
- m_2 - masa próbki wziętej do oznaczania, g.

5.3.1.8. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwu równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,4%.

5.3.2. Oznaczanie trwałości 0,5-procentowej zawiesiny wodnej należy wykonać wg PN-70/C-04654 z pominięciem składowania w specjalnych warunkach. Do oznaczania odważyć 1,25 g Roztopczolu extra zawiesinowego 30 z dokładnością do 0,0002 g.

Oznaczanie tetradifonu w 0,1 objętości zawiesiny, po uprzednim odparowaniu do sucha, należy wykonać wg 5.3.1.

5.3.3. Oznaczanie pozostałości na sicie przeprowadzić metodą mokrą wg PN/C-04501, biorąc do oznaczania 10 g badanego Roztworu extra zawiesinowego 30. Podczas przemywania na sicie badany materiał mieszać strumieniem wody, a nie pędzelkiem bobrowym nr 3, jak to przewiduje ww. norma. Nie

należy również zanurzonego materiału rozprowadzać pędzelkiem bobrowym nr 3.

5.3.4. Oznaczanie pH 0,5-procentowej zawiesiny wodnej. Sporządzić zawiesinę wodną jak w 5.3.2 i oznaczyć jej pH za pomocą pehametru. Sposób pomiaru zależy od typu używanego przyrządu. W przypadku braku pehametru pH zawiesiny oznaczyć za pomocą uniwersalnego papierka wskaźnikowego, dostosowanego do oznaczania pH.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6053-18

1. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-65/MPCh/OE-3316.

КНН - norma zgodna w zakresie oznaczania zawartości tetradifonu.

2. Zalecenia międzynarodowe
RWPG PC 2350-70 Пестициды. Тетрадифон техничес-

3. Przepisy kolejowe obowiązujące w komunikacji wewnętrznej. Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 p. 4 DKP.