

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Zoocydy	6053-17
	Roztoczol extra płynny 8	Grupa katalogowa X 16 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest Roztoczol extra płynny 8 — roztwór zawierający około 8% 2,4,5,4' -czterochlorodwufenylosulfonu (tetradifonu) w rozpuszczalniku organicznym z dodatkiem środków powierzchniowo czynnych.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Roztoczol extra płynny 8 jest stosowany do niszczenia letnich jaj i form młodocianych przędziorków.

1.3. Normy związane

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

PN-70/C-04652 Pestycydy. Metoda oznaczania trwałości emulsji

PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

PN-66/O-79031 Opakowania transportowe. Bębny i bańki metalowe. Szereg wymiarowy

PN-67/O-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-66/O-79562 Opakowania jednostkowe szklane. Butelki do pestycydów

BN-69/5045-02 Opakowania jednostkowe blaszane. Kanistry

2. OZNACZENIE

ROZTOCZOL EXTRA PŁYNNY 8 BN-71/6053-17
SWW 1246-311

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Roztoczol extra płynny 8 jest łatwopalną cieczą o barwie jasno - do ciemnobrazowej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Zawartość tetradifonu, %	$8 \pm 0,4$
b) Trwałość 0,2-procentowej emulsji wodnej, godz, nie mniej niż	3
c) pH 0,2-procentowej emulsji wodnej	$5 \div 7$

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Roztoczol extra płynny 8 należy rozlewać do bębnow stalowych typu lekkiego wg PN-66/O-79031 pojemności 200 l, kanistrów wg BN-69/5045-02 pojemności nominalnej 5 l oraz do butelek wg PN-66/O-79562 pojemności nominalnej 0,25, 0,5 i 1 l.

Do transportu butelki pakować do skrzynek drewnianych z przegrodami. Można stosować inne opakowania za zgodą odbiorcy, jeżeli zabezpieczają one produkt co najmniej w takim stopniu jak ww. opakowania i mają wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Bębny, kanistry oraz butelki powinny być oznakowane wg PN-67/O-79251, a opakowania transportowe wg PN-67/O-79252 oraz mieć w sposób trwały umieszczoną etykietę zawierającą co najmniej:

- nazwę i znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- masę netto,
- znak kontrolny, numer partii i datę produkcji,
- numer rejestru Ministerstwa Rolnictwa,
- cenę detaliczną,
- przepis użycia i przechowywania,
- okres karencji,
- procentową zawartość składnika czynnego oraz jego nazwę chemiczną,
- zastosowanie preparatu,
- sposób postępowania z opróżnionym opakowaniem,

¹⁾ Symbol wg SWW: 1246-221.

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. 379)

l) ostrzeżenia: „Ostrożnie — środek szkodliwy — klasy IV”, „Uwaga, łatwo zapalny”, „Przechowywać z dala od produktów żywnościowych, pasz i naczyń na żywność”,

m) objawy zatrucia i pierwszą pomoc.

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

4.2. Przechowywanie. Roztaczol extra płynny 8 należy przechowywać w szczelnych opakowaniach, w przewiewnych magazynach, z dala od produktów żywnościowych, pasz i naczyń na żywność, w temperaturze nie niższej niż 5°C. Instalację elektryczną należy zabezpieczyć przed iskrzeniem.

Do magazynu nie wolno wchodzić z otwartym ogniem.

4.3. Transport. Roztaczol extra płynny 8 można przewozić dowolnymi krytymi środkami transportowymi w opakowaniach wg 4.1. Przy przewozie koleją należy ładować do granic wykorzystania wagonów, z zachowaniem obowiązujących przepisów kolejowych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie i przygotowanie próbek — wg PN-67/C-04500 pobierając z każdej partii podlegającej odbiorowi w sposób losowy, w zależności od liczności partii, następujące liczby opakowań jednostkowych.

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

Zawartość opakowań jednostkowych przed pobraniem próbki należy dobrze wymieszać. Próbkę z bębnow i kanistrów należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60008, z butelek pipetą lub rurką szklaną.

Średnią próbkę laboratoryjną przygotować wg PN-67/C-04500, w ilości 1 kg. Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać w ciągu 3 miesięcy, a w przypadku eksportu w ciągu 6 miesięcy od daty wysyłki z zakładu produkcyjnego.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

5.2. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości tetradifonu metodą wagową po wyodrębnieniu metodą chromatografii kolumnowej,

b) oznaczanie trwałości 0,2-procentowej emulsji wodnej,

c) oznaczanie pH 0,2-procentowej emulsji wodnej.

5.3. Opis badań

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

5.3.1.1. Aparatura i przyrządy

a) Kolumna chromatograficzna o średnicy wewnętrznej 13 mm i długości 50 cm.

b) Parownice szklane o średnicy 5 ÷ 6 cm.

c) Wkrapłacz pojemności 250 cm³ z kurkiem z otworem o średnicy 4 mm.

d) Zestaw do destylacji łączony szlifami: kolba kulista pojemności 500 cm³ i chłodnica Liebiga długości 40 cm.

e) Naczynie z kroplomierzem do odważania cieczy.

f) Aparat do oznaczania temperatury topnienia, umożliwiający jednoczesny pomiar w dwu kapiarach.

g) Termometr o zakresie pomiarowym do 150°C, z działką elementarną 0,1°C.

5.3.1.2. Odczynniki

a) Benzen cz.d.a.

b) Czterochlorek węgla cz.d.a.

c) Alkohol etylowy rektyfikat 96-procentowy.

d) Żel krzemionkowy do chromatografii — frakcja o wielkości ziarna 0,08 ÷ 0,15 mm i zawartości wody 5 ÷ 10%.

e) Tetradifon — wzorzec o temperaturze topnienia nie niższej od 148,5°C, otrzymany w następujący sposób: 50 g 2,4,5,4'-czterochlorodwufenylosufonu technicznego rozpuścić w około 700 cm³ czterochloru węgla, stosując słabe ogrzewanie w celu przyspieszenia rozpuszczenia. Roztwór przesączyć przez karbowany sączek i przesączyć zagęścić do objętości 100 cm³, oddestylowując nadmiar rozpuszczalnika. Zagęszczony roztwór przełożyć 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 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 etanolu, drugi raz przekrystalizować i odsączony osad wysuszyć w temperaturze 80°C. Końcowa temperatura topnienia preparatu odczytana z dokładnością do 0,1°C po pierwszej i drugiej krystalizacji z etanolu powinna być taka sama w granicach 0,5°C. Wydajność — około 15 g preparatu czystego.

5.3.1.3. Przygotowanie kolumny chromatograficznej. Do zlewki pojemności 250 cm³ odważyć 30 g żelu krzemionkowego i zalać 100 cm³ 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 pręcikiem. Kolumna powinna być wypełniona osadem krzemionki do wysokości 33 ÷ 35 cm tak, aby nie zawierała pęcherzyków powietrza. Bezpowietrzne napełnienie kolumny ułatwia lekkie stukanie w nią korkiem gumowym osadzonym na szklanym pręciku. Szybkość swobodnego wypływu rozpuszczalnika z kolumny powinna wynosić około 1,5 cm³ 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 ÷ 2 cm) żelu krzemionkowego zanieczyszczonego brunatnym osadem i uzupełnić ubytek świeżym żelem.

5.3.1.4. Rozdział chromatograficzny. Z naczynka do odważania cieczy wdroplić do kolumny około 1,3 g próbki Roztoczolu extra płynnego 8, odważonej z dokładnością do 0,0002 g. Ścianny kolumny spłukać kilkoma cm³ mieszaniny czterochlorku węgla z benzenem (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. Kurek 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 frakcja główna zawierająca tetradifon, zbierając eluat porcjami po 5 cm³ 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 po-

czątkiem występowania suchej pozostałości, a kończąc na piątej po ostatniej, w której jeszcze występowała sucha pozostałość. W przypadku użycia adsorbentu Silicagel 100 ÷ 200 mesh f.d. Chromatographie firmy T. Schuchardt-München, po podaniu próbki na kolumnę odrzucić pierwsze 70 cm³ elunatu, a następnie zebrać 180 cm³ elunatu stanowiącego główną frakcję. Szybkość wypływu powinna wynosić 1,5 ÷ 2 cm³/min. Jeśli szybkość spadnie poniżej 1,5 cm³/min, poruszyć pręcikiem górną warstwę złoża adsorbentu. Zebrany eluat przenieść ilościowo do kolby destylacyjnej i oddestylować rozpuszczalnik do objętości około 30 cm³ roztworu. Zagęszczony roztwór przenieść ilościowo przy pomocy 10 cm³ 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 rozdziałach chromatograficznych.

5.3.1.5 Oznaczanie różnicy temperatur topnienia. Suchą pozostałość w parownicy starannie wymieszać, rozetrzeć i wprowadzić do rurki kapilarnej odpowiednią ilość substancji (warstwa 1 ÷ 2 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 ÷ 2°C na minutę odczytać temperatury całkowitego stopnienia próbki (t_p) i wzorca (t_w) z dokładnością do 0,1°C i obliczyć różnicę wzoru

$$\Delta t = t_w - t_p$$

5.3.1.6. 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,

m_2 — masa próbki wziętej do oznaczania, g,

Δt — różnica temperatur topnienia wzorca i próbki, °C,

1,4 — procentowa zawartość tetradifonu — odpowiadająca różnicy temperatur topnienia równej 1°C.

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

5.3.2. Oznaczanie trwałości 0,2-procentowej emulsji wodnej należy przeprowadzić wg PN-70/C-04652 stosując metodę 1 oraz dodając 0,2 cm³

badanego preparatu do 100 cm³ wody o twardości 7,0 mval i temperaturze $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$. W czasie wprowadzania próbki do zlewki z odmierzoną wodą koniec pipety powinien się znajdować 2 cm nad powierzchnią wody. Po 3 godz pozostawania w spokoju w tej samej temperaturze emulsja powinna być jednolita.

5.3.3. Oznaczanie pH 0,2-procentowej emulsji wodnej. Sporządzić emulsję wodną jak w 5.3.2 i oznaczyć jej pH pehametrem. Sposób pomiaru zależny jest od typu używanego przyrządu. W przypadku braku pehametru pH emulsji oznaczyć za pomocą uniwersalnego papierka wskaźnikowego, dostosowanego do oznaczeń pH.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6053-17

1. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-64/MPCH/OE-3310.

2. Przepisy obowiązujące w komunikacji wewnętrznej
Przepisy o ładowaniu i wyladowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 pkt 4 DKP

3. Zalecenia międzynarodowe
RWPG PC 2350-70 Пестициды. Тетрадифон технический.
— norma zgodna w zakresie oznaczania zawartości tetradifonu