

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Zoocydy Owadofos pylisty	6053-25
		Grupa katalogowa X 16

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest Owadofos pylisty 5, środek owadobójczy w postaci proszku zawierającego jako substancję czynną około 5% tionofosforanu O-(3-metylo-4-nitrofenylo)0,0-dwumetylowego o nazwie zwyczajowej fenitroton oraz nośnik mineralny.

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

2. OZNACZENIE

OWADOFOS PYLISTY 5 BN-75/6053-25

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Owadofos pylisty 5 powinien być sypkim białym proszkiem o odcieniu beżowym.

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

Tablica 1

Wymagania	
a) Fenitrotonu, %	5,0÷5,5
b) Pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,075 mm przy przesiewie na mokro, %, nie więcej niż	2
c) Wody, %, nie więcej niż	1

3.3. Trwałość. Owadofos pylisty 5 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 w ciągu 1,5 roku od daty wyprodukowania.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 6 lutego 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

4. PAKOWANIE, PRZECIWOŻYWIENIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Owadofos pylisty 5 należy pakować w porcjach po 0,5 i 1 kg do pudełek blaszanych z wieczkiem wciskany w PN-67/0-79552 lub do toreb polietylenowych z folii wg BN-74/6365-01 o grubości co najmniej 0,06 mm umieszczonych w pudełkach kartonowych składanych klapkowych wg PN-73/0-79401 o niezgodnych z p. 3.2 podanej normy wymiarach: 122×65×185 mm dla ilości po 0,5 kg, 122×87×248 mm dla ilości po 1,0 kg.

Torby polietylenowe napełnione produktem należy zamykać przez zgrzewanie.

Opakowanie jednostkowe z produktem należy wkładać w pudła transportowe z tektury falistej trzywarstwowe, składane, klapowe, zszywane lub sklepane z nadrukiem wg PN-73/0-79402 o wymiarach 380×285×253 mm na zawartość po 0,5 kg w liczbie 16 sztuk, a po 1 kg w liczbie 9 sztuk lub w pudła prostopadłościowe wg PN-73/0-79402 o symbolu 1822-133/S-K-T1/ lub R2/R2-3, z klapami stykowymi, zszywane lub sklepane z tektury litej brązowej ręcznej, grubości 1,8 mm wg BN-70/7326-12 o wymiarach 570×380×253 mm na zawartość po 0,5 kg w liczbie 32 sztuk, a po 1 kg w liczbie 18 sztuk.

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

Owadofos pylisty 5 w ilości po 5 i 10 kg należy pakować w: torby papierowe krzyżowe trzywarstwowe wg PN-72/P-79004 o wymiarach 450×290 lub 600×340 mm z wkładką w formie torby z folii polietylenowej wg BN-74/6365-01 o grubości folii 0,06 ÷ 0,1 mm lub z folii opakowaniowej papieropodobnej wg BN-74/6365-03 o grubości 0,04 mm.

Torby należy zamykać sposobem szycia.

Owadofos pylisty 5 w ilości po 25 kg należy pakować w:

- worki papierowe OSF czterowarstwowe wg PN-70/P-79005, w tym jedna warstwa z papieru powleczonego polietylenem o wymiarach zgodnych z PN-68/0-79027 wielkości 2a;

- worki papierowe OK czterowarstwowe wg PN-70/P-79005 o wymiarach zgodnych z PN-68/0-79027 wielkości 2 z wkładką z folii polietylenowej w kształcie worka wg BN-74/6365-01 o grubości 0,06 ÷ 0,1 mm;

- worki polietylenowe transportowe wg BN-70/6414-06 o wymiarach 760×530 mm zgodnych z PN-71/0-79035.

Worki należy zamykać sposobem szycia.

Można stosować inne opakowania za zgodą odbiorcy, jeżeli zabezpieczają one produkt co najmniej w takim stopniu, jak poprzednio podane opakowania i mają wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-64/0-79021.

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

- a) nazwę i znak wytwórni,
- b) ostrzeżenia: "Ostrożnie, środek szkodliwy - klasa III", "Przechowywać z dala od produktów spożywczych, pasz i naczyń na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci",
- c) oznaczenie wg 2,
- d) numer rejestracyjny nadany przez Ministerstwo Rolnictwa,
- e) procentową zawartość składnika czynnego oraz jego nazwę zwyczajową i chemiczną,
- f) krótką charakterystykę preparatu,
- g) okres karencji,
- h) opis sposobu magazynowania,
- i) okres ważności,
- j) zastosowanie i sposób użycia oraz sposób postępowania z opróżnionym opakowaniem,
- k) znak KJ, numer partii i datę produkcji,
- l) masę netto,
- m) cenę dataliczną,

Na opakowaniu jednostkowym pakowanym sposobem maszynowym dopuszcza się nieumieszczanie znaku KJ.

Na opakowaniach transportowych umieścić oznakowanie jak na opakowaniu jednostkowym zawierające dodatkowo masę brutto zgodnie z PN-67/0-79252.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach wg PN-68/M-78216.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Owadofos pylisty 5 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. Owadofos pylisty 5 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 koleją należy zachowywać przepisy kolejowe przewidziane dla przewozu materiałów niebezpiecznych ¹⁾.

¹⁾Patrz Informacje dodatkowe.

Przy przewozie innymi środkami transportu należy zachowywać przepisy przewidziane dla przewozu materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych ¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości fenitrotonu (3.2a),
- oznaczanie pozostałości na sicie (3.2b),
- oznaczanie zawartości wody (3.2c).

5.2. Wielkość partii wynosi najwyżej 2 tony.

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

Z każdej partii podlegającej odbiorowi wybrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, 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 wybieraniu do prób opakowań jednostkowych należy pobrać pudełka co najmniej z 3 opakowań transportowych, a przy mniejszej liczbie niż 3 opakowania transportowe należy pobrać pudełka 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 15 wg PN-74/C-60008 wprowadzając go do $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania, a w przypadku pobierania próbki z pudełek przez odsypywanie.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Pobrane próbki pierwotne zsypać razem, dokładnie wymieszać i utworzyć 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 przez 6 miesięcy od daty wysyłki danej partii produktu z zakładu.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości fenitrotonu metodą chromatografii cienkowarstwowej i polarografii

5.4.2.1. Zasada oznaczania polega na rozdziale badanej próbki techniką chromatografii cienkowarstwowej i polarograficznym oznaczaniu fenitrotonu.

5.4.2.2. Aparatura i przyrządy

- Komora szklana do chromatografii.
- Lampa kwarcowa z filtrem kobaltowym.
- Pipeta pojemności $0,10\text{ m}^3$ z podziałką co $0,01\text{ m}^3$.
- Płytką szklaną o wymiarach $170 \times 200\text{ mm}$.
- Ultratermostat.
- Polarograf z nasyconą elektrodą kalomelową.

5.4.2.3. Odczynniki i roztwory

- Aceton cz.d.a.
- Azot techniczny z butli oczyszczony kolejno w płuczkach zawierających:

płuczka I - alkaliczny roztwór pirogalolu sporządzony w następujący sposób: 5 g pirogalolu i 25 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w 100 cm^3 wody,

płuczka II - roztwór o składzie roztworu podstawowego.

- Faza ruchoma przygotowane przez zmieszanie 18 części n-heksanu (temperatura wrzenia $67,9 + 69^\circ\text{C}$) 3 części benzenu cz.d.a. i 1 część acetonu cz.d.a.

d) Metanol cz.d.a.

e) Rodamina B, roztwór etanolowy 0,1-procentowy.

f) Roztwór podstawowy do polarografii przygotowany przez zmieszanie 400 cm^3 0,1 N roztworu chlorku litowego cz.d.a., 400 cm^3 1 N roztworu trójetanoloaminy cz.d.a. i 28 cm^3 kwasu octowego lodowatego.

g) Roztwór wzorcowy fenitrotionu przygotowany w następujący sposób: odważyć 0,3 g wzorcowego fenitrotionu z dokładnością do 0,0002 g w kolbie pomiarowej pojemności 10 cm³, rozpuścić w acetonie i dopełnić acetonem do kreski.

h) Żelatyna spożywcza, roztwór 0,5-procentowy.

i) Żel krzemionkowy G firmy Merck lub inny do chromatografii cienkowarstwowej o podobnych własnościach.

5.4.2.4. Przygotowanie płytki chromatograficznej. Powierzchnię płytki szklanej powlec równomiernie zawiesiną 5 g żelu krzemionkowego w 10 cm³ wody tak, aby otrzymać warstwę grubości około 0,2 mm. Płytkę wysuszyć w temperaturze pokojowej i aktywować w ciągu 30 min w temperaturze 105°C. Przechowywać w eksykatorze.

5.4.2.5. Przygotowanie roztworu badanej próbki. Odważyć 6 g $\pm 0,0002$ g próbki i przeprowadzić ekstrakcję w aparacie Soxhleta acetonem przez 3 godz. Ekstrakt przenieść ilościowo do kolby pojemności 25 cm³ i uzupełnić do kreski acetonem.

5.4.2.6. Rozdział chromatograficzny. Na płytkę chromatograficzną nanieść kolejno ilościowo w 2 punktach po 0,1 cm³ roztworu wzorcowego i w 2 punktach po 0,25 cm³ roztworu próbki badanej za pomocą fazy ruchowej. Rozwijać chromatogram w komorze do wysokości 13 cm. Płytkę wysuszyć na powietrzu pod wyciągiem i spryskać roztworem rodaminy B. W świetle lampy kwarcowej zaznaczyć 3-milimetrowym marginesem kontury plamek z wzorców i plamek z badanej próbki leżących na tej samej wysokości.

5.4.2.7. Wykonanie oznaczania. Ostrą metalową łopatką zeskrobać plamki badanej próbki z płytki chromatograficznej i przenieść je ilościowo do naczynek polarograficznych. Dodać po 4 cm³ metanolu, 5,5 cm³ roztworu podstawowego oraz 0,5 cm³ roztworu żelatyny. Wstawić naczynie do termostatu o stałej temperaturze 20 $\pm$ 0,2°C.

Przepuścić przez roztwór azot w ciągu 10 min. Wykonać pomiar polarograficzny w granicach potencjału -0,1 do -1,1 V przy czułości galvanometru 15 μ A/25 cm.

W ten sposób postępować z plamką wzorcową fenitrotionu.

Mierzyć wysokość fal normalnie przyjętym sposobem.

5.4.2.8. Obliczanie wyników. Zawartość fenitrotionu (X) w badanej próbce obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{h_1 \cdot m}{h \cdot m_1} \cdot 100$$

w którym:

- h - wysokość fali polarograficznej roztworu z plamki substancji wzorcowej, mm,
- h_1 - wysokość fali polarograficznej roztworu z plamki substancji badanej, mm,
- m - masa substancji wzorcowej naniesiona na płytkę chromatograficzną, g,
- m_1 - masa substancji badanej naniesiona na płytkę chromatograficzną, g.

5.4.2.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się od siebie więcej niż o 1%.

5.4.3. Oznaczanie fenitrotonu metodą chromatografii gazowej

5.4.3.1. Zasada oznaczania oparta jest na rozdziale składników analizowanej próbki w układzie gaz-ciecz w kolumnie chromatograficznej. Do ilościowej oceny chromatogramów stosuje się metodę kolibracji bezwzględnej, czyli metodą wzorca zewnętrznego.

5.4.3.2. Aparatura i przyrządy

- a) Chromatograf gazowy z dedektorem płomieniowo-jonizacyjnym i towarzyszącym mu wyposażeniem.
- b) Kolumna chromatograficzna długości 2 m i średnicy 4 mm wypełniona 10% SE-30 na diatomicie.
- c) Mikrostrzykawka pojemności 10 μ l.
- d) Linijka kreślarska z pleiglasu z podziałką co 1 mm.

5.4.3.3. Substancje wzorcowe i odczynniki

- a) Fenitroton czysty chromatograficznie - wzorzec.
- b) Chloroform cz.d.a.

5.4.3.4. Przygotowanie roztworów wzorcowych i roztworów próbki badanej

a) Roztwór wzorcowy fenitrotonu. Odważyć 0,15 g fenitrotonu wzorcowego z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 10 cm^3 , rozpuścić w chloroformie i uzupełnić do kreski chloroformem.

b) Roztwór próbki badanej. Odważyć 7,5 g próbki z dokładnością do 0,0002 g i przeprowadzić ekstrakcję w aparacie Soxhleta chloroformem przez 3 godz. Ekstrakt przenieść do kolby pojemności 25 cm^3 i uzupełnić do kreski chloroformem.

5.4.3.5. Warunki chromatografowania

temperatura kolumny 170°C,
 temperatura komory wtryskowej 200°C,
 szybkość przesuwu papieru 200 mm/godz,
 przepływ gazu nośnego - argonu wyrażony wskazaniem manometru
 iglicowego 2 kg/cm².

5.4.3.6. Wykonanie oznaczania. W warunkach chromatografowania po-
 danych w 5.4.3.5 i po uzyskaniu stabilnej linii zerowej (czułość 10)
 wprowadzić przy użyciu strzykawki 5 cm³ roztworu wzorcowego fenitro-
 tionu (5.4.3.4a) oraz 5 cm³ roztworu próbki badanej (5.4.3.4b).

Wykonać po 5 chromatogramów na przemian roztworu wzorca i próbki
 badanej.

5.4.3.7. Obliczanie wyników. Zawartość fenitrotionu (X) obliczyć w
 procentach wg wzoru

$$X = \frac{h_p \cdot s_p \cdot m_w \cdot 2,5}{h_w \cdot s_w \cdot m_p} \cdot 100$$

w którym:

- h_p - wysokość pików fenitrotionu w próbce badanej, mm,
- s_p - szerokość pików w połowie wysokości pików fenitrotionu w prób-
 ce badanej, mm,
- m_w - odważka wzorcowa, g,
- h_w - wysokość pików wzorca fenitrotionu, mm
- s_w - szerokość pików w połowie wysokości pików, wzorca fenitrotio-
 nu, mm,
- m_p - odważka próbki, g.

5.4.3.8. Wynik końcowy oznaczania. Po odrzuceniu 2 skrajnych wy-
 ników za wynik przyjąć średnią arytmetyczną z 3 oznaczeń, których
 maksymalna różnica nie przekracza 10% średniej arytmetycznej.

5.4.4. Oznaczanie pozostałości na sicie przeprowadzić metodą mo-
 krą wg PN-71/C-04501 p. 4.4, biorąc do oznaczania 10 g preparatu.

Sito z pozostałością suszyć w temperaturze 50°C do stałej masy.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z co najmniej dwóch
 oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,02 g.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wody przeprowadzić zgodnie z PN-67/
 C-04656.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyni-
 ków oznaczeń parametrów wg 3.2 należy wykonać wg zasad PN-70/N-02120
 p. 3.3.2.

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

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-69/MPCh/O-3355 Owadofos pylisty 5.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
PN-71/C-04501 Analiza sitowa. Wytyczne wykonywania
PN-67/C-04656 Pestycydy. Oznaczanie zawartości wody metodą K. Fischera
PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe drewniane czterowiejsio-
we bez skrzydeł 800X1200
PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
PN-71/O-79035 Opakowania transportowe. Worki z włókien lękowych i z folii z
tworzyw sztucznych. Szeregi wymiarowe
PN-67/O-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych. Znaki i znakowanie. Wy-
magania podstawowe
PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wy-
magania podstawowe
PN-73/O-79401 Opakowania jednostkowe kartonowe i tekturowe. Pudełka
PN-73/O-79402 Opakowania transportowe tekturowe. Pudła
PN-67/O-79552 Opakowania jednostkowe blaszane i tekturowo-blaszane oraz zam-
knięcia do artykułów spożywczych niekonserwowanych i przemysłowych. Wyma-
gania i badania
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-74/6365-01 Folia opakowaniowa z polietylenu o małej gęstości
BN-74/6365-03 Folia z polietylenu niskociśnieniowego. Folia opakowaniowa pa-
pieropodobna
BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietyle-
nowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane

BN-70/7326-12 Kartony i tektury pudełkowe oraz introligatorskie

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 20 z 1968 r. 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 ZK z 1966 r. nr 7 poz. 35)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID), stanowiący załącznik I do Konwencji CIM

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

4. Autorzy projektu normy - mgr Elżbieta Matuszewska, inż. Alicja Pierzchała
- Zakłady Chemiczne AZOT Jaworzno.