

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Zoocydy	6053-12
	Akaritox koncentrat	Grupa katalogowa X 16 ¹⁾

1. WSTĘP

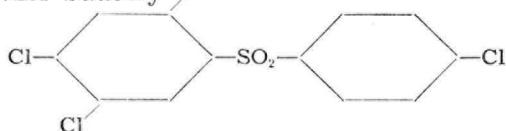
1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest Akaritox koncentrat, używany jako substancja biologicznie czynna do produkcji preparatów rozcieńczonych o nazwie Roztoczol extra.

1.2. Określenia. Akaritox koncentrat jest technicznym 2,4,5,4'-czterochlorodwufenylosulfonem, produktem otrzymywanym w wyniku reakcji zachodzącej pomiędzy 2,4,5-trójchlorobenzenosulfonochlorkiem i chlorobenzenem, w obecności bezwodnego chlorku glinowego.

Akaritox ma:

a) wzór sumaryczny — $C_{12}H_6O_2Cl_4S$,

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową — 356,07,

d) nazwę zwyczajową — tetradifon,

e) inne nazwy — tedion.

1.3. Normy i dokumenty związane

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

PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

PN-67/C-04656 Pestycydy. Oznaczanie zawartości wody metodą K. Fischera

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

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. Rozróżnia się dwa gatunki Akaritoxu koncentratu oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1246-161.

2.2. Przykład oznaczenia Akaritoxu koncentratu gatunku I:

AKARITOX KONCENTRAT I BN-71/6053-12
SWW 1246-161

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Akaritox koncentrat powinien być drobnokrystalicznym proszkiem o barwie od jasnokremowej do jasnobrązowej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Tetradifonu, %, nie mniej niż	95	90
b) Temperatura topnienia, °C	141÷150	130÷140
c) Wody, %, nie więcej niż	1	2
d) Substancji stałych nierozpuszczalnych w acetonie, %, nie więcej niż	4	5

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Akaritox koncentrat należy pakować w worki z folii PCW, które powinny być umieszczone w bębnych blaszanych. Masa netto jednego opakowania powinna wynosić 40÷50 kg. Dopuszcza się inne pojemności opakowania w zależności od życzeń odbiorcy.

Na opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę i znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę netto,
- znak kontrolny zawierający numer partii i datę produkcji,
- napisy ostrzegawcze „Ostrożnie — środek szkodliwy. Klasa IV”, „Przechowywać z dala od produktów żywnościowych, pasz i naczyń na żywność”.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego dnia 4 czerwca 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1972 r.

(Mon. Pol. nr 44/1971 poz. 285)

4.2. Przechowywanie. Akaritox koncentrat należy przechowywać w suchych i przewiewnych magazynach, z dala od produktów spożywczych, pasz i naczyń na żywność.

4.3. Transport. Akaritox koncentrat należy przewozić dowolnymi krytymi środkami transportu z zachowaniem warunków podanych w 4.2. Przy przewozie koleją należy go ładować do granic wykorzystania wagonów. Bębny zawierające Akaritox koncentrat mogą być spiętrzane w pozycji stojącej do wysokości 3 warstw. Bębny powinny być zabezpieczone przed przesuwaniem się w czasie transportu w sposób określony w § 2 i 76 załącznika nr 10 do DKP.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Należy stosować zasady podane w 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, które należy wybrać do pobrania próbek
do 15	6
16 ÷ 25	9
25 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
powyżej 160	15

Próbki Akaritoxu koncentratu pobierać zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010, wprowadzając go co najmniej do $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania. Średnią próbkę laboratoryjną o masie 2 kg przygotować wg PN-67/C-04500. Próbkę rozjemczą przechowywać w ciągu 3 miesięcy, a w przypadku eksportu — w ciągu 6 miesięcy od daty wysyłki z zakładu produkującego.

5.2. Rodzaje i wykonanie badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości tetradifonu metodą spektrofotometrii w podczerwieni (metoda rozjemcza)

5.2.1.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na pomiarze absorpcji roztworu próbki w czterochlorku węgla w pasmie analitycznym przy liczbie falowej 880 cm^{-1} metodą linii podstawowej.

5.2.1.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr na podczerwień firmy Zeiss typ UR-20 lub UR-10 albo inne typy o podobnym zakresie pomiarowym (dwuwiązkowy).

b) Dwa naczynka z NaCl o grubości warstwy absorpcyjnej 1,00 mm.

c) Kolby pomiarowe pojemności 25 cm^3 .

d) Dwie strzykawkki lekarskie pojemności 1 cm^3 z igłami.

5.2.1.3. Odczynniki

a) Czterochlorek węgla cz.d.a.

b) Tetradifon wzorcowy o temperaturze topnienia $148,5 \div 149^\circ\text{C}$.

5.2.1.4. Przygotowanie wzorca tetradifonu. 50 g Akaritoxu rozpuścić w 700 cm^3 czterochlorku węgla, stosując słabe ogrzewanie w celu przyspieszenia rozpuszczania. Roztwór przesączyć przez karbowany sącdek i przesączać zagęścić do objętości 100 cm^3 , oddestylowując nadmiar rozpuszczalnika. Zagęszczony roztwór przelać do zlewki i pozostawić do krystalizacji. Osad odsączyć na lejku sitowym, następnie rozpuścić na gorąco w niezbędnej ilości czterochlorku węgla i pozostawić do krystalizacji. W podany sposób przeprowadzić trzecią krystalizację z czterochlorkiem węgla. Krystaliczny osad rozpuścić w około 70 cm^3 benzenu, zagęścić roztwór do objętości około 35 cm^3 , pozostawić do krystalizacji i odsączyć. Osad rozpuścić na gorąco w około 800 cm^3 alkoholu etylowego, wykrystalizować i pobrać niewielką ilość osadu do oznaczania temperatury topnienia, znów rozpuścić w etanolu, drugi raz przekrystalizować. Odsączony 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 nie powinna się różnić więcej niż o $0,5^\circ\text{C}$.

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

program szczeliny	4
szybkość rejestracji	$25\text{ cm}^{-1}/\text{min}$
czas zapisu	$64\text{ sek}/100\%$
skala rejestracji	$20/100\text{ cm}^{-1}$
wzmocnienie	8,8
stała czasowa	2

Przy użyciu spektrofotometru innego typu zastosować ustawienie aparatu możliwie bliskie podanym wartościom szybkości rejestracji, pisaka i skali.

5.2.1.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć $0,1100\text{ g}$ wzorca tetradifonu z dokładnością do $0,0002\text{ g}$ w kolbie pomiarowej pojemności 25 cm^3 , rozpuścić w czterochlorku węgla i dopełnić do kreski czterochlorkiem węgla. Odważyć z dokładnością do $0,0002\text{ g}$ w kolbie pomiarowej pojemności 25 cm^3 około $0,1200\text{ g}$ Akaritoxu rozartego uprzednio w moździerzu agatowym. Rozpuścić w czterochlorku węgla, a następnie uzupełnić do kreski czterochlorkiem węgla. Jeżeli próbka wymaga osuszenia (jest mętna), wsypać do kolby bezwodny węglan sodowy, węglan potasowy lub bezwodny siarczan sodowy.

Roztwór z kolby pobierać strzykawką poprzez filtr z waty. Jedno z naczynek spektrofotometrycznych napełnić za pomocą strzykawki czterochlorkiem węgla, drugie przygotowanym roztworem wzorcowym. Wstawić naczynka do spektrofotometru i wykonać pomiar absorpcji (A_w) przy ustalonych parametrach aparatu w zakresie liczb falowych od 800 do 900 cm^{-1} . Pomiar ten powtórzyć trzykrotnie, nie wyjmując naczynek z aparatu.

Wartość absorpcji obliczyć metodą linii podstawowej. Linia podstawową prowadzić między 860 i 895 cm^{-1} . W ten sam sposób wykonać pomiar (A_p) dla roztworu badanego.

Zawartość tetradifonu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{A_p \cdot m_w}{A_w \cdot m_p} \cdot 100$$

w którym:

A_w — wartość absorpcji wzorca,

A_p — wartość absorpcji próbki,

m_w — odważka wzorca, g,

m_p — odważka próbki, g.

5.2.1.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwu oznaczeń różniących się najwyżej o 2%.

5.2.2. Oznaczanie zawartości tetradifonu w produkcie technicznym metodą wagową po rozdiale chromatograficznym

5.2.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na ilościowym wyodrębnieniu tetradifonu metodą chromatografii kolumnowej na krzemionce, wagowym określeniu jego ilości po odparowaniu rozpuszczalników i określeniu procentowej zawartości tetradifonu na podstawie różnicy temperatur topnienia wzorca i otrzymanego osadu.

5.2.2.2. Aparatura i przyrządy

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

b) Parownice szklane o średnicy 5÷8 cm.

c) Wkrapłacz pojemności 250 cm^3 z kurkiem z otworem o średnicy 4 mm.

d) Zestaw do destylacji łączony szlifami: kolba kulista pojemności 500 cm^3 i chłodnica Liebiga długości 40 cm.

e) Naczynie z kroplonierzem do odważania cieczy.

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

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

5.2.2.3. Odczynniki

a) Czterochlorek węgla cz.d.a.

b) Benzen cz.d.a.

c) Alkohol etylowy rektyfikat 96-procentowy.

d) Żel krzemionkowy do chromatografii — frakcja o grubości ziarna 0,08÷0,16 mm i zawartości wilgoci 5÷10%.

e) Tetradifon — wzorzec o temperaturze topnienia nie niższej niż 148,5°C otrzymany wg 5.2.1.4.

5.2.2.4. Przygotowanie próbek do chromatografii. Próbkę Akaritoxu w ilości około 1 g utrzeć dokładnie w moździerzu agatowym.

5.2.2.5. Przygotowanie kolumny chromatograficznej. Do zlewki pojemności 250 cm^3 odważyć 30 g żelu krzemionkowego i zalać 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 nad zlewką 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 słabe stukanie w nią korkiem gumowym, osadzonym na szklanym pręciku.

Szybkość swobodnego wypływu rozpuszczalnika z kolumny powinna wynosić około 1,5 cm^3/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.

5.2.2.6. Rozdział chromatograficzny. Próbkę Akaritoxu w ilości około 0,11 g, odważoną z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 5÷10 cm^3 mieszaniny czterochlorku węgla (4:1) i roztwór wprowadzić ilościowo na kolumnę, spłukując naczynie z roztworem próbki i ścianki kilku cm^3 rozpuszczalnika.

Gdy poziom cieczy w kolumnie zrówna się z poziomem krzemionki, wprowadzić z wkraplacza mieszaninę czterochlorku węgla z benzenem (4:1) w sposób ciągły, pod ciśnieniem stałego słupa cieczy.

Korek górny wkraplacza jest wtedy zamknięty, lurek przełotowy całkowicie otwarty, a rurka wypływowa umieszczona w kolumnie 5 cm nad poziomem żelu krzemionkowego. Przy pierwszym rozdiale chromatograficznym na przeznaczonym do tego celu adsorbencie należy ustalić, kiedy przechodzi frakcja główna zawierająca tetradifon, zbierając eluat porcjami po 5 cm^3 w ponumerowanych probówkach.

Po odparowaniu rozpuszczalnika z próbek określić na podstawie występowania suchej pozostałości początek i koniec frakcji głównej.

W następnych próbach chromatograficznego rozdzielu eluat należy zbierać zaczynając od objętości odpowiadającej trzeciej próbce przed początkiem występowania suchej pozostałości, a kończąc na piątej próbce po ostatniej, w której jeszcze występowała sucha pozostałość.

W przypadku użycia adsorbentu Silicagel 100÷200 mesh f.d. Chromatographie firmy T. Schuchardt — München, po wprowadzeniu próbki na kolumnę odrzucić pierwsze 70 cm³ eluatu, a następnie zebrać 180 cm³ eluatu stanowiącego główną frakcję. Szybkość wypływu powinna wynosić od 1,5÷2,0 cm³/min. Jeżeli szybkość spadnie poniżej 1,5 cm³/min, poruszyć przecikiem górną warstwę złoża adsorbentu. Zebrany eluat przenieść ilościowo do kolby destylacyjnej i oddestylować rozpuszczalnik do objętości około 30 cm³. Zagęszczony roztwór przenieść ilościowo 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.

5.2.2.7. 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 izomeru 2,4,5,4' i obie kapilary umieścić w aparacie do oznaczania temperatury topnienia, nagrzanym do temperatury 120°C.

Podnosząc temperaturę z szybkością 1÷2°C na minutę zaobserwować temperatury całkowitego stopnienia próbki (t_p) i wzorca (t_w) z dokładnością do 0,1°C i obliczyć różnicę wg wzoru

$$\Delta t = t_w - t_p$$

5.2.2.8. Obliczanie procentowej zawartości tetradifonu w próbce. Zawartość tetradifonu w próbce (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1(1 - \Delta t \cdot 0,014)}{m_2} \cdot 100$$

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,

0,014 — współczynnik zależności temperatury topnienia od zawartości tetradifonu.

5.2.2.9. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwu równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 1%.

5.2.3. Oznaczanie temperatury topnienia należy wykonać wg PN/C-04513, wstawiając termometr z kapilarą do aparatu do oznaczania temperatury topnienia, ogrzanego do temperatury o 15°C niższej od granicy temperatur topnienia.

5.2.4. Oznaczanie zawartości wody — wg PN-67/C-04656.

5.2.5. Oznaczanie pozostałości substancji stałych nierozpuszczalnych w acetonie

5.2.5.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g badanego Akaritoxu z dokładnością do 0,1 g. Odważkę umieścić w suchej kolbie stożkowej pojemności 250 cm³, dodać 150 cm³ bezwodnego acetonu, kolbę połączyć z chłodnicą zwrotną i ogrzewać na łaźni wodnej o temperaturze 60°C w ciągu 20 min. Po tym czasie zawartość kolby przesączyć przez wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g lejek z filtrem ze szkła spiekane G3. Osad na lejku przemyć czterokrotnie acetonem, porcjami po 10 cm³. Lejek z zawartością suszyć w temperaturze 110°C w ciągu 30 min, a następnie zważyć.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w acetonie (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

m_1 — masa pozostałości nierozpuszczalnych w acetonie, g,

m_2 — odważka badanej próbki, g.

5.2.5.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwu oznaczeń różniących się najwyżej o 0,1%.

6. POSTANOWIENIA PRZEJSCIOWE

Do dnia 31 grudnia 1972 r. dopuszcza się produkcję Akaritoxu koncentratu:

a) w gatunku I — o temperaturze topnienia 140÷150°C,

b) w gatunku II — o zawartości składnika czynnego nie mniejszej niż 85% i części nierozpuszczalnych w acetonie — nie większej niż 8%.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6053-12

1. Dotychczasowe normy. Niniejsza zastępuje normę zakładową ZN-69/MPCh/O-3306.

2. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 2350-70 Пестициды. Тетрадифон технический — norma zgodna w zakresie wymagań i metod badań dla gatunku I, a dla gatunku II tylko w zakresie metod badań.