

242344

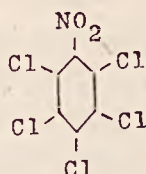
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Pestycydy Pięciochloronitrobenzen techniczny	6055-01
		Zamiast ZN-62/MPCh/OE-2217
		Grupa katalogowa X 16

66/6055-01 - Traci moc w zakresie metod badań - zastąpiona przez BN-70/6055-06. Biuletyn PKN nr 10/71, poz. 130

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pięciochloronitrobenzen techniczny, substancja czynna, stosowana do produkcji preparatów grzybobójczych. Pięciochloronitrobenzen ma:

- a) wzór ogólny $C_6Cl_5NO_2$.
- b) wzór budowy



- c) ciężar cząsteczkowy 295,5 (1956 r.).
- d) inne nazwy - PCNB, Quintazene (common name).

1.2. Oznaczenie

PIĘCIOCHLORONITROBENZEN TECHNICZNY BN-66/6055-01

1.3. Normy związane

- PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich
- PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne
- PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych
- PN-55/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
- PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Pięciochloronitrobenzen techniczny powinien być drobnokryształicznym proszkiem, barwy kremowożółtej, o charakterystycznym zapachu, bez widocznych zanieczyszczeń mechanicznych.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a) Pięciochloronitrobenzenu, %, co najmniej	91
b) Temperatura początku topnienia, °C, co najmniej	132
c) Woda, %, najwyżej	0,5
d) Odczyn (pH) w granicach	4 ÷ 7

17933

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
dnia 15 stycznia 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1966 r.
(Mon. Pol. nr 21/1966 poz. 116)

3. OPAKOWANIE, ZNAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Pięciochloronitrobenzen techniczny pakuje się w worki papierowe pięciowarstwowe z wkładką bitumiczną po 25 i 50 kg.

3.2. Znakowanie. Na każdym opakowaniu jednostkowym należy umieścić trwały napis zawierający:

- a) nazwę i znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 1.2,
- c) wagę netto,
- d) znak kontrolny zawierający nr partii i datę produkcji,
- e) napis ostrzegawczy "Ostrożnie-środek szkodliwy", wykonany czerwonymi literami na białym tle.

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

3.3. Przechowywanie. Pięciochloronitrobenzen techniczny przechowuje się w suchych i przewiewnych pomieszczeniach z daleka od środków spożywczych, pasz i naczyń na żywność. Worki należy układać warstwami do wysokości 1,5 m. Magazynować nie dłużej niż 2 lata, ponieważ dalsze przechowywanie może spowodować spadek czynności biologicznej.

3.4. Transport. Opakowania z produktem przewozi się luzem krytymi środkami lokomocji z zachowaniem warunków podanych w 3.3.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek należy wykonać wg PN/C-04507. Z każdej partii podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy w zależności od liczebności partii, następujące liczby opakowań jednostkowych:

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

Próbki należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60010, wprowadzając go co najmniej do $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania.

Średnią próbkę laboratoryjną o masie 1 kg należy przygotować wg PN/C-04506. Analizę należy przeprowadzić natychmiast po pobraniu próbki.

Próbkę rozjemczą przechowuje się w ciągu 3 miesięcy, a w przypadku eksportu - 6 miesięcy od daty wysyłki z zakładu produkującego.

4.2. Opis badań

4.2.1. Oznaczanie zawartości pięciochloronitrobenzenu

4.2.1.1. Aparatura

- a) Polarograf z nasyconą elektrodą kalomelową.
- b) Ultratermostat.
- c) Butla z azotem zaopatrzona w reduktor ciśnienia.

4.2.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór podstawowy: 5 g jodku potasowego cz. odważyć z dokładnością $\pm 0,1$ g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, rozpuścić w 250 ml etanolu rektyfikowanego 96% i dopełnić wodą do kreski.

b) Żelatyna spożywcza, roztwór 0,25-procentowy: 0,25 g żelatyny spożywczej odważyć z dokładnością $\pm 0,01$ g i rozpuścić w 100 ml przegotowanej, gorącej wody. Trwałość roztworu wynosi 3 dni.

c) Etanol rektyfikowany 96%.

d) Azot techniczny oczyszczony kolejno w dwóch płuczkach zawierających:
płuczka pierwsza - roztwór pirogalolu sporządzony przez zmieszanie bezpośrednio przed napełnieniem płuczki 33-procentowym roztworem pirogalolu z 60-procentowym roztworem wodorotlenku potasowego cz. w stosunku objętościowym 1:5,
płuczka druga - 50-procentowy roztwór etanolu.

4.2.1.3. Wykonanie oznaczania

4.2.1.4. Przygotowanie roztworu pięciochloronitrobenzenu do polarografowania. Badaną próbkę odważyć z dokładnością $\pm 0,0002$ g w suchej kolbie pomiarowej pojemności 50 ml. Wielkość odważki powinna być tak dobrana, aby zawierała $0,02 \div 0,03$ g PCNB. Zważoną próbkę należy rozpuścić w acetonie, po czym zawartość kolby uzupełnić etanolem do kreski. Do naczynka polarograficznego odmierzyć 2 ml roztworu próbki, 8 ml roztworu podstawowego i 3 krople roztworu żelatyny. W przypadku naczynka polarograficznego o mniejszej pojemności należy odmierzając proporcjonalnie zmniejszone ilości roztworów.

Naczynko z roztworem próbki umieścić w termostacie o temperaturze $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$ i przepuszczać przez 10 min azot.

W taki sam sposób przygotować do polarografowania roztwór wzorcowy odważki $0,02 \div 0,03$ g PCNB.

4.2.1.5. Wykonanie polarogramu. Należy wykonać polarogram roztworu próbki przygotowanego wg 4.2.1.4. Rejestrować krzywą w zakresie $0,1 \div 1,0$ V. Przez punkty otrzymanej krzywej, odpowiadające potencjałom $0,2 \div 0,8$ V wykreślić prostą, którą należy przedłużyć do przecięcia z odciętą odpowiadającą potencjałowi $1,0$ V. Zmierzyć z dokładnością do $0,5$ mm odległość h_1 między punktami przecięcia odciętej ($1,0$ V) z krzywą a wykreśloną prostą. Odległość ta jest wysokością fali dla roztworu badanej próbki. W taki sam sposób należy wykonać polarogram i określić wysokość fali dla roztworu wzorcowego przygotowanego wg 4.2.1.4.

Przy rejestracji krzywych roztworu wzorcowego i próbki zachować takie same parametry ustawienia polarografu.

4.2.1.6. Obliczenie wyników. Zawartość PCNB w badanej próbce (X) należy obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

h - wysokość fali polarograficznej roztworu badanej próbki, mm,

h_1 - wysokość fali polarograficznej roztworu wzorcowego, mm,

m - odważka wzorcowa, g,

m_1 - odważka badanej próbki, g.

Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z co najmniej 2 oznaczeń nie różniących się więcej niż o 5% względem wyniku mniejszego.

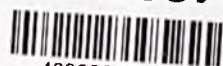
4.2.2. Oznaczanie temperatury topnienia należy wykonać wg PN/C-04513.

4.2.3. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-55/C-04523.

4.2.4. Oznaczanie pH. Do kolby stożkowej należy odważyć 10 g PCNB z dokładnością $\pm 0,1$ g i wytrząsać w ciągu 10 min ze 100 ml destylowanej wody. Odczyn wyciągu wodnego oznacza się przy pomocy pehametru.

BG PW

BN. 003792



40000000342147