



L.B.I.

1425 - i

6 OKT. 1983

Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft

Merkblatt Nr. 49

2. Auflage

August 1983

Prüfung des Applikationsverhaltens von Getreidebeizmitteln in Beizgeräten

bearbeitet von

Eckard Beer

Pflanzenschutzamt der Landwirtschaftskammer
Weser-Ems, Oldenburg

Fritz Brendler

Landwirtschaftskammer Rheinland,
Pflanzenschutzamt, Bonn

Helmut Ehle

Biologische Bundesanstalt, Fachgruppe für botanische
Mittelprüfung, Braunschweig

Hans Elmsheuser

Ciba-Geigy GmbH, Frankfurt/M.

Lothar Knott

Institut für Pflanzenschutz, Saatgutuntersuchung
und Bienenkunde der Landwirtschaftskammer
Westfalen-Lippe, Münster/Westf.

Heinrich Kohsiek

Biologische Bundesanstalt, Fachgruppe für
Anwendungstechnik, Braunschweig

Günter Menschel

Biologische Bundesanstalt, Fachgruppe für
chemische Mittelprüfung, Braunschweig

Siegfried Rietz

Biologische Bundesanstalt, Fachgruppe für
Anwendungstechnik, Braunschweig

Friedrich-Otto Ripke

Landwirtschaftskammer Hannover,
Pflanzenschutzamt, Hannover



Die Prüfung erfolgt – nach Wahl des Antragstellers – in einem kontinuierlich arbeitenden anerkannten Beizgerät, das für ein oder mehrere Verfahren (Kombinationsgerät) geeignet ist. Das Gerät ist vorher auf einwandfreie Funktionsfähigkeit zu prüfen.

Die Prüfung sollte an jeweils einer Sorte derjenigen Getreidearten erfolgen, für die der Antragsteller die Anwendung des Prüfmittels vorgesehen hat.

Für die Versuche ist Zertifiziertes Saatgut oder entsprechend aufbereitetes, gereinigtes und sortiertes Saatgut zu verwenden.

Das Saatgut ist dem Beizgerät so zuzuführen, daß möglichst wenig Abrieb am Saatgut entsteht. Vor dem Beizgerät soll sich eine Entstaubungseinrichtung befinden. Um Entmischungen vorzubeugen, sollte das Saatgut nach dem Beizvorgang möglichst erschütterungsfrei behandelt werden.

1 Art der Prüfungen

1.1 Dosierbarkeit vor und nach dem Beizvorgang

Die Versuche sind bei mittlerem Getreidedurchsatz des Beizgerätes durchzuführen.

Der Beizmittelbehälter ist so zu befüllen, daß eine gleichmäßige Dosierung gewährleistet ist.

Die Dosiereinrichtung für die Beizmittelzuteilung ist vor Beginn der Prüfung auf den vorgesehenen Sollaufwand des Beizmittels (z. B. 200 g/dt) einzustellen. Bei Geräten mit ständig laufendem Beizmittelrührwerk ist nach Befüllung des Beizmittelbehälters eine Vorlaufzeit von mindestens 10 Minuten erforderlich, und zwar soweit vom Gerät her möglich ohne Getreide- und ohne Beizmitteldurchsatz. Andernfalls ist dies unter 1.3 zu berichten.

Das Saatgut und das dafür dosierte Beizmittel sind getrennt aufzufangen. Vor und nach dem Beizvorgang sind jeweils hintereinander acht Proben Beizmittel und Saatgut zu ziehen, wovon die ersten drei zu verwerfen sind. Von den restlichen fünf Proben ist die Abweichung vom Sollwert zu ermitteln. Die Probengröße sollte nach den Gegebenheiten des Beizgerätes gewählt werden. Die Probenahmezeit sollte mindestens 30 Sekunden betragen. Bei geringen Getreidedurchsatz-Einstellungen sollten längere Zeiten gewählt werden, so daß die dabei aufzufangende Getreidemasse mindestens 50 kg beträgt.

Die Probenahmezeit ist anzugeben.

Für die fünf Proben ist der Mittelwert zu errechnen. Außerdem ist für jede Saatgutprobe der Durchsatz in t/h zu bestimmen.

1.2 Applizierbarkeit

Die Ziehung der gebeizten Saatgutproben am Auslaß des Beizgerätes sollte erst nach unmittelbar vorangegangener Beizung von mindestens 1000 kg erfolgen. Es sind fünf Proben von je 500 g hintereinander zu ziehen. Die Proben sind in für Saatgut geeignete Behältnisse schüttelfest abzufüllen und möglichst schüttelfrei zu transportieren.

Zusätzlich zu den Proben gebeizten Saatgutes müssen eine Probe (ca. 2 kg) ungebeizten Saatgutes sowie eine entsprechend große Beizmittelprobe zur Erstellung der Eichwerte gezogen werden. Dabei ist darauf zu achten, daß die Proben jeweils der Saatgutpartie und der Beizmittelcharge entstammen, die auch für die Beizung herangezogen wurden.

1.2.1 Beizgrad

1.2.1.1 Voraussetzungen

Zur Bestimmung des Beizgrades ist der Farbstoff aus der gebeizten Saatgutprobe und aus laborgebeizten Standards mit einem Lösungsmittel zu lösen. Danach sind die Extinktionen mit einem Fotometer (z. B. Spektralfotometer), welches ein paralleles und monochromatisches Lichtbündel erzeugt, zu messen.

Um die Meßfehler möglichst gering zu halten, sind die Regeln der guten Laborpraxis einzuhalten¹⁾. Insbesondere ist auf folgendes zu achten:

1. Das Fotometer ist vor der Messung zu überprüfen und gegebenenfalls neu zu justieren.
2. Die leeren Küvetten müssen gleiche Extinktionswerte haben.
3. Die Lösung muß durch Filtration oder ein entsprechend geeignetes Verfahren in einen optisch homogenen Zustand gebracht werden.
4. Die Extinktionsmessungen sollten möglichst im Extinktionsmaximum erfolgen.
5. Im Meßbereich muß lineare Abhängigkeit zwischen Extinktion und Farbstoffkonzentration vorliegen. Die Extinktion soll nicht über 1,5 betragen. Der Extinktionskoeffizient ist im dekadischen Logarithmus anzugeben²⁾.

Aufgrund unterschiedlicher Farbstoffe in den verschiedenen Beizmitteln sind zur Durchführung dieses Meßverfahrens von den Beizmittelherstellern folgende Angaben zu den Farbstoffen zu liefern:

- ¹⁾ Die Bekanntmachung der OECD-Grundsätze der guten Laborpraxis (GLP) vom 4. Februar 1983 erfolgte durch Veröffentlichung im Bundesanzeiger Jahrgang 35, ausgegeben am 2. März 1983, Nr. 42a.
- ²⁾ Der Extinktionswert 1 entspricht einer Lichtdurchlässigkeit von 10 %, der von $2 \cong 1\%$.

- Lösungsmittel, z. B. Äthanol
- Beständigkeit im Beizmittel
- Beständigkeit im Lösungsmittel
(mindestens 24 Stunden erwünscht)
- erforderliches Lösungsmittelvolumen je g gebeiztes Getreide
- notwendige Extraktionszeit (Min., Max.)
- Extinktionsmaximum
- höchstzulässige Zeit zwischen Probenahme und -untersuchung
- spezielle Hinweise zur Durchführung des Verfahrens
(z. B. empfohlene Küvetten-Schichtdicke).

1.2.1.2 Probenvorbereitung und -aufbereitung

In der für die Untersuchung vorgesehenen gebeizten Saatgutprobe soll keine Entmischung stattgefunden haben. Es sind 50 g Saatgut aus der Mitte des Behältnisses zu entnehmen, in einen Erlenmeyerkolben zu geben und das erforderliche Lösungsmittelvolumen zuzusetzen.

Hierfür sind einheitliche Erlenmeyerkolben mit Schliff geeigneter Größe zu verwenden. Während der Extraktion des Farbstoffes ist der Kolbeninhalt gelegentlich durchzuschütteln, was z. B. durch eine Schüttelmaschine erfolgen kann. Anschließend ist das Lösungsmittel zu filtrieren, wobei Verdampfungsverluste unbedingt zu vermeiden sind.

Zahl der Wiederholungen: mindestens zwei Proben.

1.2.1.3 Erstellen der Eichgerade

Für das Erstellen der Eichgerade ist wie folgt vorzugehen:

Es sind mindestens drei Standards mit z. B. 75 %, 100 % und 125 % des Sollwertes des Beizmittels (= Beizgrad) sowie eine Blindprobe anzusetzen, und zwar jeweils mit 50 g ungebeiztem Saatgut. Für die Laborbeizung der Standards ist das Beizmittel an das Saatgut im Erlenmeyerkolben anzulagern³⁾. Danach kann den mit Trockenbeizmitteln angesetzten Standards und der Blindprobe gleich das Lösungsmittel zugesetzt werden. Bei den mit Feucht- und Schlämmeizmitteln angesetzten Standards ist vor dem Zusetzen des Lösungsmittels auf eine ausreichende Antrocknung des Beizmittels am Saatgut zu achten. Ansonsten sind die Standards und die Blindprobe wie die am Beizgerät gezogenen Saatgutproben weiter zu behandeln.

Zur Erstellung der Eichgerade siehe Beispiele 1.2.1.5 auf Seite 10 und 11.

³⁾ Empfehlung: Fünf Minuten beizen durch Überkopfdrehen der verschlossenen Erlenmeyerkolben in einem Drehgestell mit einer Drehzahl von 30 Umdrehungen pro Minute.

1.2.1.4 Messung

Die Extinktionen sind unmittelbar nach der Filtration in dem Fotometer im Extinktionsmaximum gegen die Blindprobe zu messen.

1.2.1.5 Auswertung

Die Standards müssen einen linearen Zusammenhang zwischen Extinktion und Beizgrad ergeben (Eichgerade). Aus der Steigung der Eichgerade und aus der Extinktion der Saatgutprobe kann der Beizgrad nach folgender Formel berechnet

$$\text{Beizgrad} = \frac{\text{Extinktion der Saatgutprobe}}{\text{Steigung der Eichgerade}}$$

oder nach graphischer Darstellung ermittelt werden. Siehe auch Beispiele auf Seite 10 und 11.

1.2.2 Haftfestigkeit

100 g Körner der im Gerät gebeizten Saatgutprobe werden mit Hilfe eines Trichters durch einen 41 cm hohen Glaszylinder mit einer lichten Weite von 85 mm geschüttet. Unter dem Glaszylinder ist ein Glastrichter mit einer Auslauföffnung von 15 mm Durchmesser und einer Länge von 30 mm angebracht (Näheres hierzu vgl. CIPAC-Methode Seed/m/13 – Februar 1975⁴⁾).

Zum Auffangen dienen Siebe mit abnehmbarem Bodendeckel, z. B. ein Getreidehandsieb oder ein Prüfsieb nach DIN 4188 (Maschenweite: 1 mm).

Der Glaszylinder ist über dem Sieb so zu befestigen, daß der Abstand zwischen Sieboberfläche und Auslauföffnung des Trichters 100 mm beträgt.

Das Saatgut ist dreimal durchzuschütten. Das freiwerdende Beizmittel fällt durch das Sieb in den Bodendeckel und ist von weiteren Durchläufen auszuschließen.

Die Extinktionen sind wie unter 1.2.1 zu bestimmen. Die Steigung der Eichgerade wurde bereits unter 1.2.1.3 ermittelt.

Berechnung der Haftfestigkeit:

$$\text{Haftfestigkeit} = \frac{\text{Extinktion der gesiebten Saatgutprobe}}{\text{Steigung der Eichgerade}}$$

Zahl der Wiederholungen: mindestens zwei Proben.

⁴⁾ CIPAC-Methode kann auf Anforderung von der Biologischen Bundesanstalt zur Verfügung gestellt werden.

1.2.1.4 Messung

Die Extinktionen sind unmittelbar nach der Filtration in dem Fotometer im Extinktionsmaximum gegen die Blindprobe zu messen.

1.2.1.5 Auswertung

Die Standards müssen einen linearen Zusammenhang zwischen Extinktion und Beizgrad ergeben (Eichgerade). Aus der Steigung der Eichgerade und aus der Extinktion der Saatgutprobe kann der Beizgrad nach folgender Formel berechnet

$$\text{Beizgrad} = \frac{\text{Extinktion der Saatgutprobe}}{\text{Steigung der Eichgerade}}$$

oder nach graphischer Darstellung ermittelt werden. Siehe auch Beispiele auf Seite 10 und 11.

1.2.2 Haftfestigkeit

100 g Körner der im Gerät gebeizten Saatgutprobe werden mit Hilfe eines Trichters durch einen 41 cm hohen Glaszylinder mit einer lichten Weite von 85 mm geschüttet. Unter dem Glaszylinder ist ein Glastrichter mit einer Auslauföffnung von 15 mm Durchmesser und einer Länge von 30 mm angebracht (Näheres hierzu vgl. CIPAC-Methode Seed/m/13 – Februar 1975)⁴⁾.

Zum Auffangen dienen Siebe mit abnehmbarem Bodendeckel, z. B. ein Getreidehandsieb oder ein Prüfsieb nach DIN 4188 (Maschenweite: 1 mm).

Der Glaszylinder ist über dem Sieb so zu befestigen, daß der Abstand zwischen Sieboberfläche und Auslauföffnung des Trichters 100 mm beträgt.

Das Saatgut ist dreimal durchzuschütten. Das freiwerdende Beizmittel fällt durch das Sieb in den Bodendeckel und ist von weiteren Durchläufen auszuschließen.

Die Extinktionen sind wie unter 1.2.1 zu bestimmen. Die Steigung der Eichgerade wurde bereits unter 1.2.1.3 ermittelt.

Berechnung der Haftfestigkeit:

$$\text{Haftfestigkeit} = \frac{\text{Extinktion der gesiebten Saatgutprobe}}{\text{Steigung der Eichgerade}}$$

Zahl der Wiederholungen: mindestens zwei Proben.

⁴⁾ CIPAC-Methode kann auf Anforderung von der Biologischen Bundesanstalt zur Verfügung gestellt werden.

1.3 Beobachtungen

Auffällige negative Beobachtungen während des Beizvorganges in bezug auf folgende Punkte sind zu berichten:

Verteilung

Vermischung

Fließeigenschaft

bei der Dosierung

beim Mischvorgang

am Auslaß

Verklebung

der Körner

im Beizmittelbehälter

im Beizgerät

Ablagerung von Getreideabrieb

Staub- und/oder Geruchsbelästigung

2 Berichterstattung

Über das Prüfergebnis ist für jede Getreideart gesondert in der im folgenden dargestellten Form zu berichten. Sind Abweichungen von diesem Merkblatt bei der Versuchsanstellung unumgänglich gewesen, so sind sie anzugeben und zu begründen.

**Bericht über die Prüfung des Applikationsverhaltens eines Getreidebeizmittels
in einem Beizgerät**

Handelsbezeichnung:

Versuchsbezeichnung:

Wirkstoff(e):

Aufwand (g oder ml/dt Saatgut) = Sollwert:

Farbe (z. B. rot):

Farbe löslich in (vom Antragsteller anzugeben):

Anwendungsgebiet(e):

Schüttdichte⁵⁾ in g/l:

Beizstelle:

Ort:

Beizgerät (Hersteller, Typ und Baujahr):

Getreideart:

Sorte:

TKG in g:

⁵⁾ Bestimmung mit Hilfe des Gerätes von BÖHME, vgl. J. Fuchs: Die Schüttungskenngrößen in der Praxis. Chem. Ztg. **82**, S. 108–111, 1958.

∞ Dosierbarkeit

Probenziehung vor dem Beizvorgang

nach dem Beizvorgang

Nr.	Ist-Wert				Abwei- chung des Ist-Wertes in % vom Sollwert	Getreide- durch- satz t/h	Ist-Wert				Abwei- chung des Ist-Wertes in % vom Sollwert	Getreide- durch- satz t/h
	Saatgut kg	Probe- nahmezeit s	Beiz- mittel g bzw. ml	Probe- nahmezeit s			Saatgut kg	Probe- nahmezeit s	Beiz- mittel g bzw. ml	Probe- nahmezeit s		
1												
2												
3												
4												
5												
\bar{x}												

Skalaeinstellung für den Getreidedurchsatz:

Skalaeinstellung für die Dosierung:

Untersuchung gebeizter Saatgutproben

Beizgrad:

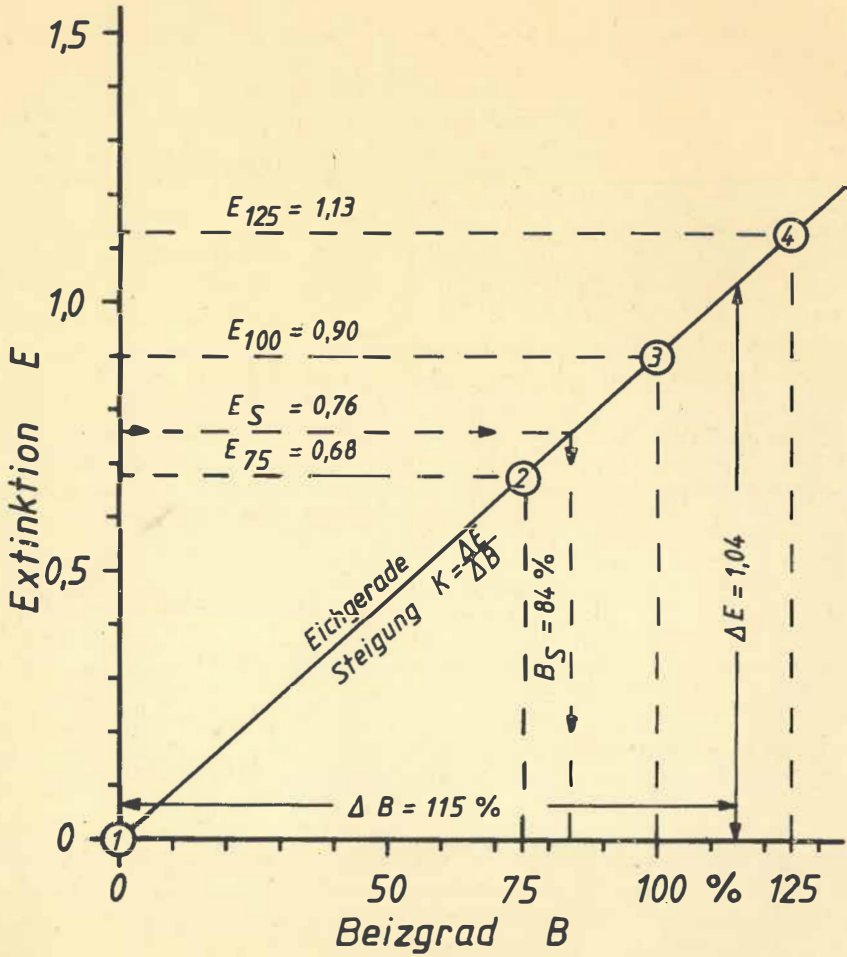
Haftfestigkeit:

Auffällige negative Beobachtungen während des Beizvorganges:

Prüfstelle:

Datum:

Beispiele zu 1.2.1.5 Auswertung



$$\text{Beizgrad} = \frac{\text{Extinktion der Saatgutprobe}}{\text{Steigung der Eichgerade}} = \frac{E_S}{K}$$

Indices: 0 für ungebeizten Standard
 75 für Standard mit 75 % Beizgrad
 100 für Standard mit 100 % Beizgrad
 125 für Standard mit 125 % Beizgrad
 S für Saatgutprobe mit zu bestimmendem Beizgrad

Beispiele

Graphische Lösung:

Eichgerade als gemittelte Gerade durch die vier Bestimmungspunkte

①, ②, ③ und ④ legen.

Zulässige Abweichung der Bestimmungspunkte von der Eichgerade $E = \pm 0,03$.

$$\text{Steigung der Eichgerade } K = \frac{\Delta E}{\Delta B} = \frac{1,04}{115} = 0,0090 \%^{-1}$$

Aus $E_S = 0,76$ wird gefunden $B_S = 84 \%$.

Rechnerische Lösung:

$$K_1 = \frac{E_{125}}{B_{125}} = \frac{1,13}{125} = 0,0090 \%^{-1}$$

$$K_2 = \frac{E_{100}}{B_{100}} = \frac{0,9}{100} = 0,0090 \%^{-1}$$

$$K_3 = \frac{E_{75}}{B_{75}} = \frac{0,68}{75} = 0,0091 \%^{-1}$$

für zulässige Differenz zwischen K_1 , K_2 und K_3 gleich $\pm 0,001 \%^{-1}$,

$$\text{mitteln der Steigung nach } K = \frac{K_1 + K_2 + K_3}{3} = \frac{0,0090 + 0,0090 + 0,0091}{3} = 0,0090 \%^{-1}$$

$$B_S = \frac{0,76}{0,0090} = 84,4 \% \approx 84 \%$$