

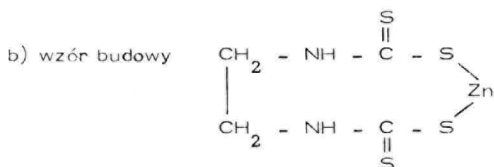
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-68 6055-03
	Pestycydy Cynkotox	
	Grupa katalogowa X 16	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest Cynkotox, stosowany jako grzybobójczy środek opryskowy.

1.2. Określenia. Cynkotox jest preparatem w postaci proszku, zawierającym techniczną sól cynkową kwasu etylenobisdwutiokarbaminowego, nośnik oraz środki powierzchniowo-czynne. Sól cynkowa kwasu etylenobisdwutiokarbaminowego ma:

a) wzór sumaryczny - $C_{14}H_{16}N_4S_4Zn$



c) masę cząsteczkową - 275,7.

1.3. Zakres stosowania przedmiotu normy. Cynkotox w postaci zawiesiny wodnej stosuje się do opryskiwania drzew owocowych, warzyw i roślin przemysłowych w celu zwalczania chorób grzybowych.

1.4. Normy związane

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

PN-71/C-04501 Analiza sitowa. Wytyczne wykonania

PN-73/C-04654 Pestycydy. Metoda oznaczania trwałości emulsji

PN-76/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą K. Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

2. OZNACZENIE

CYNKOTOX BN-68/6055-03

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Cynkotox powinien być prosz-

kiem o barwie żółtoszarej; nie powinien zawierać zanieczyszczeń mechanicznych i zbryleń. Występujące grudki powinny łatwo rozpuszczać się w wodzie.

3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a) Zawartość soli cynkowej kwasu etylenobisdwutiokarbaminowego, %	65 ± 2
b) Trwałość 1-procentowej zawiesiny wodnej, wyrażona ilością składnika biologicznie czynnego po 30 min, %, co najmniej	60
c) Pozostałość po przesiewie na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,075 mm przy przesiewie na mokro, %, najwyżej	2,5
d) Zawartość wody, %, najwyżej	4
e) pH zawiesiny wodnej, w granicach	6,5 ÷ 8,0
f) Czas zwilżania, min, najwyżej	2,5

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

4.1. Pakowanie. Cynkotox w ilościach po 0,5 i 1 kg należy pakować w torebki polietylenowe umieszczone w pudełkach kartonowych z nadrukiem, w ilościach po 5 i 10 kg należy pakować w torby papierowe trójwarstwowe z wkładką bitumiczną i polietylenową, natomiast po 25 kg należy pakować w worki papierowe pięciowarstwowe z wkładką bitumiczną i polietylenową.

Na opakowaniu powinna być w sposób trwały umieszczona etykieta zawierająca co najmniej:

- nazwę i znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer rejestru Ministerstwa Rolnictwa,
- okres karencji,
- masę netto,
- znak kontrolny zawierający numer partii i datę produkcji,
- cenę detaliczną,

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego dnia 26 kwietnia 1968 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1969 r.
 (Mon. Pol. nr 32/1968 poz. 220)

- h) przepis użycia i przechowywania,
 i) postępowanie z opróżnionym opakowaniem,
 j) ostrzeżenia: "Ostrożnie - środek szkodliwy - klasa IV", "Przechowywać z dala od produktów żywnościowych, pasz i naczyń na żywność w miejscach niedostępnych dla dzieci", "Uwaga - łatwo zapalne".

Cynkotox w opakowaniach jednostkowych w przypadku transportu należy pakować dodatkowo w opakowania zbiorcze - pudła kartonowe. Na opakowaniu wysyłkowym zbiorczym powinna być umieszczona etykieta z napisem jak na opakowaniu jednostkowym.

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

4.2. Przechowywanie. Cynkotox należy przechowywać w suchych i przewiewnych magazynach o instalacji elektrycznej zabezpieczonej przed iskrzeniem, w temperaturze nie wyższej niż 25°C, z dala od pasz i artykułów spożywczych.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki do badań należy pobierać zgodnie z zasadami podanymi w PN-67/C-04500.

Z każdej partii podlegającej odbiorowi wybrać 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	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
powyżej 250	16

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbkę jednostkową o masie:

100 g - w przypadku opakowania drobnego,

300 g - w przypadku opakowania produktu w workach.

Próbki jednostkowe z worków należy pobierać zgłębnikiem 5 wg PN-74/C-60008, wprowadzając go co najmniej do $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania, a w przypadku pudełek - przez odsypywanie.

Średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g należy przygotować wg PN-67/C-04500.

Próbkę rozjemczą należy 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 soli cynkowej kwasu etylenobisdwutiokarbaminowego

5.2.1.1. Zasada oznaczania polega na rozkładzie soli cynkowej kwasu etylenobisdwutiokarbaminowego przy pomocy kwasu mineralnego i jodometrycznym oznaczeniu wydzielonego dwusiarczku węgla.

5.2.1.2. Aparatura

a) Zestaw aparatury do ilościowego oznaczania soli cynkowej kwasu etylenobisdwutiokarbaminowego, zmontowany wg rys. 1, w skład którego wchodzi:

- kolba reakcyjna kulista *A* ze szlifem z dwiema szyjkami pojemności 250 cm³,

- chłodnica Liebiga *C* o długości płaszczka około 30 cm,

- płuczka *D* do pochłaniania siarkowodoru, pojemności 100 cm³,

- płuczka *E* do pochłaniania dwusiarczku węgla,

- płuczka *F* mała zabezpieczająca,

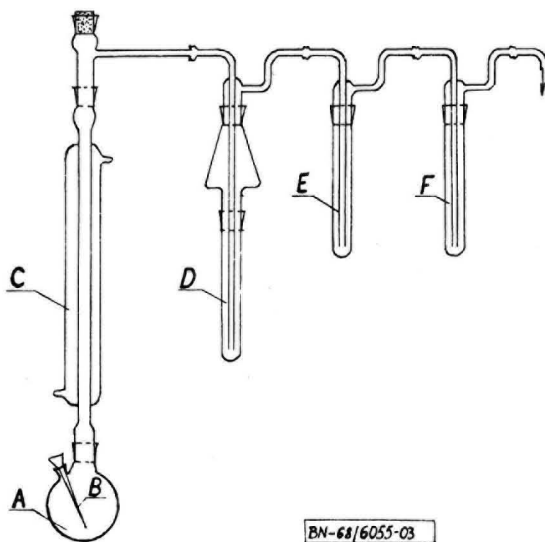
- kapilara *B* o średnicy 1 mm, z lejkiem.

b) Butelka Woulffa.

c) Kolba stożkowa pojemności 750 cm³.

d) Biureta o pojemności 50 cm³ i działce elementarnej 0,1 cm³.

e) Zlewka pojemności 800 cm³ stosowana jako łaźnia wodna.



BN-68/6055-03

5.2.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy - rektyfikat 96-procentowy.

b) Kwas fosforowy cz. d. a., roztwór 3N.

c) Octan ołowiu lub ołowiany cz., roztwór nasycony na zimno.

d) Wodorotlenek potasowy cz. d. a., 2N roztwór metanolowy: 112 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w 500 cm³ alkoholu metylowego, przesączyć przez zwitek waty i uzupełnić metanolem do objętości 1 dm³.

Do badań używać roztworu bezbarwnego, klarownego. Nie przechowywać roztworu dłużej niż w ciągu 1 tygodnia.

- e) Kwas octowy cz. d. a., roztwór 30-procentowy.
- f) Fenoloftaleina, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.
- g) Jod cz. d. a., roztwór 0,1N.
- h) Skrobia rozpuszczalna cz., roztwór 1-procentowy.

5.2.1.4. Przygotowanie aparatury do oznaczania. Przed przystąpieniem do badań aparaturę dokładnie wymyć i wysuszyć. Płuczkę E (rysunek) napełnić 2N roztworem wodorotlenku potasowego do $\frac{2}{3}$ wysokości, a płuczkę F do $\frac{1}{3}$ wysokości. Do płuczki D odmierzyć 50 cm^3 nasyconego roztworu octanu ołowianego. Następnie połączyć wszystkie części aparatury wg schematu podanego na rysunku i dla sprawdzenia szczelności połączeń uruchomić pompę wodną.

Jeżeli pęcherzyki powietrza przechodzą przez wszystkie płuczki, jest to oznaką dostatecznej szczelności aparatury. Szybkość przepływu pęcherzyków powietrza, która powinna wynosić $3 \div 5$ pęcherzyków na 1 s uregulować wielkością strumienia wody w pompie wodnej.

5.2.1.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g taką ilość badanego preparatu, aby odpowiadała około 0,1 g substancji czynnej, i wprowadzić wraz z naczynkiem do suchej kolby reakcyjnej A. Następnie dodać do kolby 25 cm^3 alkoholu etylowego i połączyć ją z chłodnicą. Uruchomić pompę wodną i sprawdzić szybkość przepływu pęcherzyków powietrza.

Przez kapilarę przy pomocy lejka wlać 50 cm^3 3N roztworu kwasu fosforowego, ogrzanego do wrzenia. Kolbę ogrzać do wrzenia jej zawartości. Lekkie wrzenie oraz ssanie pompy utrzymywać w ciągu 1 h, z tym że po upływie 15 min zanurzyć płuczkę D w łaźni wodnej o temperaturze $60 \div 80^\circ\text{C}$. Następnie wyłączyć ogrzewanie, wyłączyć pompę wodną i odłączyć płuczki E i F.

Zawartość płuczek przelać do kolby stożkowej pojemności 750 cm^3 , przemywając je wodą. Łączna objętość roztworu po przemyciu powinna wynosić około 500 cm^3 . Otrzymany roztwór zobojętnić 30-procentowym roztworem kwasu octowego do odbarwienia fenoloftaleiny i natychmiast miareczkować 0,1N roztworem jodu wobec skrobi jako wskaźnika (nie dłużej niż po 30 s).

Zawartość soli cynkowej kwasu etylenobisdwutiokarbaminowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,013785 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość 0,1N roztworu jodu zużytego do miareczkowania, cm^3 ,
- m - odważka badanego preparatu, g,

0,013785 - ilość soli cynkowej kwasu etylenobisdwutiokarbaminowego odpowiadająca 1 cm^3 0,1N roztworu jodu, g.

5.2.1.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,5%.

5.2.2. Oznaczanie trwałości 1-procentowej zawiesiny wodnej

5.2.2.1. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie należy wykonać wg PN-70/C-04654 z pominięciem p. 2.4.2, biorąc około 3,85 g badanego preparatu, odważonego z dokładnością do 0,0002 g.

W pozostałości otrzymanej w cylindrze pomiarowym wg PN-70/C-04654 p. 2.4.4 ($\frac{1}{10}$ objętości zawiesiny) oznaczyć zawartość składnika biologicznie czynnego stosując odczynnik wg 5.2.1.3 uzupełnione 85-procentowym kwasem fosforowym i aparaturę wg 5.2.1.2 a), z tym że zamiast 1 płuczki do pochłaniania dwusiarczku węgla E zainstalować 2 płuczki.

Pozostałość w cylindrze pomiarowym ($\frac{1}{10}$ objętości zawiesiny w cylindrze) przelać do kolby reakcyjnej A. Cylinder wypłukać 10 cm^3 wody i przelać ją również do kolby reakcyjnej A. Następnie dodać do kolby 25 cm^3 alkoholu etylowego i połączyć z chłodnicą C. Uruchomić pompę wodną i sprawdzić szybkość przepływu pęcherzyków powietrza. Przez kapilarę B wlać mieszaninę 5 cm^3 85-procentowego kwasu fosforowego i 15 cm^3 3N roztworu kwasu fosforowego, ogrzaną do wrzenia. Kolbę ogrzewać do momentu wrzenia jej zawartości. Lekkie wrzenie oraz ssanie pompy utrzymywać w ciągu 90 min, z tym że po upływie 15 min zanurzyć płuczkę D w łaźni wodnej o temperaturze $60 \div 80^\circ\text{C}$.

Następnie wyłączyć ogrzewanie, wyłączyć pompę, odłączyć płuczkę E, płuczkę dodatkową do pochłaniania dwusiarczku węgla oraz płuczkę F. Zawartość płuczek przelać do kolby stożkowej pojemności 750 cm^3 , przemywając je wodą.

Łączna objętość roztworu po przemyciu powinna wynosić około 550 cm^3 . Otrzymany roztwór zobojętnić 30-procentowym roztworem kwasu octowego do odbarwienia fenoloftaleiny i natychmiast miareczkować 0,1N roztworem jodu wobec skrobi jako wskaźnika (nie dłużej niż po 30 s).

Zawartość składnika biologicznie czynnego w $\frac{1}{10}$ objętości zawiesiny (a) obliczyć w gramach wg wzoru

$$a = V \cdot 0,013785$$

w którym:

- V - objętość 0,1N roztworu jodu zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

0,013785 – ilość soli cynkowej kwasu etylenobisdwutio-
karbaminowego odpowiadająca 1 cm^3 0,1N
roztworu jodu, g.

5.2.2.2. Obliczanie wyników. Trwałość zawiesiny (T)
obliczyć w procentach wg PN-70/C-04654 p. 2.5, przyj-
mując za ilość składnika biologicznie czynnego w $\frac{1}{10}$ ob-
jętości zawiesiny średnią arytmetyczną wyników co naj-
mniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,15 g.

5.2.2.3. Wynik. Za wynik ostateczny należy przyjąć
średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń
różniących się najwyżej o 2%.

5.2.3. Oznaczenie pozostałości na sicie należy wykonać
metodą moką wg PN-71/C-04501, biorąc do oznaczenia
10 g preparatu. Pozostałość suszyć w temperaturze $100 \pm$
 105°C do stałej masy.

5.2.4. Oznaczenie zawartości wody należy wykonać wg
PN-76/C-04956.

5.2.5. Oznaczenie pH zawiesiny wodnej. 1 g badanego
preparatu odważyć w zlewce pojemności 50 cm^3 z dokład-
nością do 0,01 g, zalać 20 cm^3 świeżo przegotowanej wody,
dokładnie rozprowadzić łopatką do uzyskania jednorodnej
zawiesiny i oznaczać pH zawiesiny za pomocą pehametru.

5.2.6. Oznaczenie czasu zwilżania. Odważyć około 5 g
badanego preparatu z dokładnością do 0,1 g i wsypać rów-
nomiennie na powierzchnię 100 cm^3 wody twardej o tempe-
raturze pokojowej, przygotowanej wg PN-70/C-04654
p. 2.3 a), znajdującej się w zlewce pojemności 250 cm^3 .
Średnica zlewki powinna wynosić 55 mm.

Preparat można uznać za odpowiedni, jeżeli w czasie nie
przekraczającym 2,5 min nastąpi całkowite zwilżenie.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Normy zagraniczne

RWPG PC 568/66 Пестициды. Смачивающийся порошок.
Зиробд – norma zgodna w zakresie wymagań i metod
badań, niezgodna w zakresie stosowanej aparatury do
oznaczania soli cynkowej kwasu etylenobisdwutiokar-
baminowego.

2. Uwagi do wydania II

- a) uaktualniono normy związane,
- b) wprowadzono jednostki miar Międzynarodowego Układu
Jednostek (SI),
- c) wprowadzono zmianę ogłoszoną w Biuletynie PKNiM
nr 3 z 1974 r.