

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-81
	Fungicydy Ciecz kalifornijska	6055-10
		Grupa katalogowa 1016

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest ciecz kalifornijska zwana inaczej cieczą siarkowo-wapienną.

Ciecz kalifornijska jest wodnym roztworem wielosiarczków wapnia ($\text{CaS} - \text{S}_x$).

Stosowana jest do opryskiwania drzew owocowych i leśnych w celu zwalczania chorób grzybkowych, a także niektórych szkodników (przędziorek).

2. OZNACZENIE

CIECZ KALIFORNIJSKA BN-81/6055-10

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Ciecz kalifornijska powinna być cieczą barwy czerwonobrazowej o specyficznym zapachu, charakterystycznym dla związków siarki. Dopuszcza się lekkie wytrącenie siarki.

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

Tablica 1

Wymagania

a) Gęstość w temperaturze 20 °C, g/cm ³ , nie mniej niż	1,26
b) Siarki wielosiarczkowej, %, nie mniej niż	18,0
c) Siarki tiosiarczanowej, %, nie więcej niż	2,5
d) Substancji nierozpuszczalnych ¹⁾ , %, nie więcej niż	2

¹⁾ Oznaczenie wykonać na życzenie odbiorcy.

3.3. Trwałość. Ciecz kalifornijska, opakowana i przechowywana wg rozdz. 4, powinna odpowiadać wymaganiom wg rozdz. 3 w ciągu 1,5 roku od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Ciecz kalifornijską należy rozlewać: — w ilości 1,0 dm³ — w butelki polietylenowe wg PN-77/O-79750, wykonane z polietylenu niskociśnieniowego, umieszczone w skrzynkach drewnianych wg

BN-65/7161-23 lub pudłach tekturowych wg PN-73/O-79402 albo w butelki szklane do pestycydów wg BN-78/6831-06, umieszczone w skrzynkach drewnianych wg BN-65/7161-23,

— w ilości 30 i 60 dm³ — w pojemniki z polietylenu niskociśnieniowego.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowań za zgodą odbiorcy, jeżeli zabezpieczy ono produkt co najmniej w takim stopniu, jak wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

Powierzchnia cieczy w opakowaniu powinna być pokryta cienką warstwą (2 ÷ 3 mm) oleju mineralnego, zapobiegającego utlenianiu się cieczy.

Znakowanie opakowań jednostkowych i transportowych należy wykonać wg PN-76/C-04657 rozdz. 4, umieszczając między innymi napis: „Ostrożnie — środek szkodliwy — klasa IV”, „Przechowywać z dala od produktów spożywczych, pasz i naczyń na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci i osób niepowołanych”.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych — wg PN-76/C-04657 rozdz. 5.

4.3. Przechowywanie. Ciecz kalifornijską należy przechowywać zgodnie z PN-76/C-04657 rozdz. 5, w lrytych magazynach w temperaturze powyżej 0 °C, z dala od produktów spożywczych, pasz i naczyń na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci i osób niepowołanych.

4.4. Transport — wg PN-76/C-04657 rozdz. 6, dowolnymi krytymi środkami transportu.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie gęstości (3.2a),
- oznaczanie zawartości siarki wielosiarczkowej (3.2b),
- oznaczanie zawartości siarki tiosiarczanowej (3.2c),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych (3.2d).

Założona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 29 grudnia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1982 poz. 11)

5.2. Wielkość partii powinna wynosić najwyżej 20 000 dm³.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki do badań należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500. Z każdej partii podlegającej odbiorowi wybrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, odpowiednie liczby opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

Zawartość opakowań przed pobraniem próbek należy dobrze wymieszać.

Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego należy pobrać z butelek pipetą lub rurką szklaną, a z pojemników polietylenowych i bębnow próbnikiem 1 ÷ 7 wg PN-74/C-60008 tyle próbek pierwotnych po 100 cm³, aby objętość próbki ogólnej nie była mniejsza niż 500 cm³. Objętość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 250 cm³.

Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać 3 miesiące.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych — wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczenie gęstości — wykonać areometrem wg PN-66/C-04004 p. 2.1.

5.4.3. Oznaczenie zawartości siarki wielosiarczkowej

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Wielosiarczki reagują z amoniakalnym roztworem chlorku cynku, tworząc nietrwałe wielosiarczki cynku (np. ZnS₅), które szybko ulegają rozkładowi na siarkę elementarną i siarczek cynku, wg reakcji (ZnS₅ → ZnS + 4S).

Siarka elementarna reaguje z siarczynem sodowym tworząc tiosiarczan sodowy (S + Na₂SO₃ → Na₂S₂O₃), który miareczkowany jest 0,05N roztworem jodu, po uprzednim usunięciu nadmiaru siarczynu sodowego. Obecny w próbce wolny tiosiarczan sodowy oznaczany jest oddzielnie wg 5.4.4.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek cynku cz.d.a., roztwór amoniakalny przygotowany w następujący sposób: 50 g chlorku cynku rozpuścić w 500 cm³ wody, dodać 125 cm³ wody amoniakalnej (*d* = 0,880) i 50 g chlorku amonowego. Całość uzupełnić wodą do 1 dm³ i wymieszać.

b) Chlorek strontu (SrCl₂ · 6H₂O) cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Czerwień metylowa, wskaźnik, roztwór etanolowy 0,2-procentowy.

d) Jod cz.d.a., roztwór 0,05N.

e) Kwas winowy cz., roztwór 10-procentowy, świeżo przygotowany.

f) Siarczyn sodowy cz. (Na₂SO₃ · 7H₂O), roztwór 10-procentowy, świeżo przygotowany.

g) Skrobia rozpuszczalna cz., roztwór 1-procentowy.

5.4.3.3. Przygotowanie próbki do badań. 10,0 cm³ próbki odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³. Zawartość kolby rozcieńczyć wodą destylowaną, świeżo wygotowaną i ostudzoną, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Czynności te wykonać szybko, jak tylko jest to możliwe.

5.4.3.4. Wykonanie oznaczania. Natychmiast odmierzyć 25,0 cm³ roztworu otrzymanego wg 5.4.3.3 do kolby stożkowej pojemności 250 cm³, zawierającej 10 cm³ amoniakalnego roztworu chlorku cynku i 35 cm³ roztworu siarczynu sodowego. Kolbę z zawartością umieścić we wrzącej łaźni wodnej i całość ogrzewać przez co najmniej 45 min, mieszając co około 10 min i zmywając ścianę kolby wrzącą wodą. Po zakończeniu ogrzewania dodać 30 cm³ roztworu chlorku strontu, pozostawić przez 5 min, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, ostudzić, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać.

Zawartość kolby sączyć przez suchy sączek bibułowy o średnicy nie większej niż 12,5 cm, odrzucając pierwsze porcje mętnego przesączu.

Do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ odmierzyć 50,0 cm³ klarownego przesączu, dodać jedną kroplę roztworu czerwieni metylowej oraz roztworu kwasu winowego do uzyskania słabo kwaśnego roztworu.

Całość miareczkować roztworem jodu, dodając pod koniec miareczkowania 2 ÷ 3 cm³ roztworu skrobi.

5.4.3.5. Obliczanie wyników. Zawartość siarki wielosiarczkowej (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{8 (V_1 - V_2)}{10 \cdot d} \quad (1)$$

w którym:

*V*₁ — objętość ściśle 0,05N roztworu jodu zużyta do miareczkowania wg 5.4.3.4, cm³,

*V*₂ — objętość ściśle 0,05N roztworu jodu zużyta do miareczkowania wg 5.4.4.3, cm³,

d — gęstość próbki oznaczona wg 5.4.2, g/cm³.

5.4.3.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń równoległych, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5 %.

5.4.4. Oznaczenie zawartości siarki tiosiarczanowej

5.4.4.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu wolnego tiosiarczanu sodowego roztworem jodu wg 5.4.3.4, z tą różnicą, że do roztworu miareczkowanego nie jest dodawany siarczyn sodowy i chlorek strontu.

5.4.4.2. Odczynniki i roztwory — wg 5.4.3.2 oprócz b) i f).

5.4.4.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, zawierającej 10 cm³ amoniakalnego roztworu chlorku cynku i około 20 cm³ wody, odmierzyć 25,0 cm³ roztworu próbki przygotowanego wg 5.4.3.3.

Kolbę z zawartością ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej przez co najmniej 45 min, mieszając zawartość co około 10 min, a następnie ostudzić, uzupełnić wodą

do kreski i starannie wymieszać. Dalej postępować jak podano w 5.4.3.4, zaczynając od zdania: „Zawartość kolby sączyć przez suchy sączek . . .”.

5.4.4.4. Obliczanie wyników. Zawartość siarki tiosiarczanej (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{8 V_2}{10 \cdot d} \quad (2)$$

w którym:

V_2 — objętość ściśle 0,05N roztworu jodu zużyta do miareczkowania wg 5.4.4.3, cm^3 ,

d — gęstość próbki oznaczona wg 5.4.2, g/cm^3 .

5.4.4.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej z dwóch oznaczeń równoległych, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2 %.

5.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych

5.5.1. Wykonanie oznaczania. 100 g próbki, odważonej z dokładnością do 0,1 g, przesączyć przez zwązony z dokładnością do 0,0002 g tygiel z filtrem ze spiekanego szkła o wielkości porów G3, uprzednio przemyty wodą, wysuszony w temperaturze $80 \div 90^\circ\text{C}$ do stałej masy i ostudzony w eksykatorze.

Zawartość tygla przemyć wodą do uzyskania bezbarwnego przesączu. Tygiel z pozostałością wysuszyć do stałej masy w temperaturze $80 \div 90^\circ\text{C}$, ostudzić i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

5.5.2. Obliczanie wyników. Zawartość substancji nierozpuszczonych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

m_1 — masa tygla z pozostałością, g,

m_2 — masa tygla pustego, g,

m_3 — odważka badanej próbki, g.

5.5.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń równoległych, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1 %.

5.6. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2 — zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

5.7. Ocena wyników badań. Dana partia produktu jest uznana za dobrą, jeżeli wyniki badań średniej próbki laboratoryjnej reprezentującej tę partię są zgodne z wymaganiami podanymi w rozdz. 3.

5.8. Zaświadczenie o wynikach badań, stwierdzające zgodność z wymaganiami normy, dołączyć do każdej wysyłki produktu.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Przemysłu Organicznego w Warszawie.

2. Dotychczasowe normy. Niżejjsza norma zastępuje ZN-62/R-002/H-12/OCh.

3. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory natowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

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

PN-76/C-04657 Pesticyny. Pakowanie, przechowywanie i transport

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

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-73/O-79402 Opakowania transportowe tekturowe. Pudła

PN-77/O-79750 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Butelki. Podział i określenia

BN-78/6831-06 Opakowania jednostkowe szklane. Butelki do pestycydów

BN-65/7161-23 Skrzynki z tarcicy do produktów w butelkach zwykłych

4. Przepisy transportowe — wg PN-76/C-04657.

5. Symbol wg SWW — 1246-421.

6. Autorzy projektu normy — mgr Alina Dąbrowska, Jacek Szwed — Instytut Przemysłu Organicznego w Warszawie. W normie wykorzystano metody badania opracowane przez dr Tadeusza Krasiejko, IPO Warszawa.

7. Pojemniki z polietylenu niskociśnieniowego produkowane przez Zakłady Tworzyw Sztucznych NITRON-ERG w Krupskim Młynie — wg ZN-73/MPCh/TS-1104 Tworzywa sztuczne. Pojemniki 30 i 60 l.