

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Pestycydy	6051-09
	Fungicydy	
	Oznaczanie zawartości dwutiokarbaminianów	Grupa katalogowa X 19

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości dwutiokarbaminianów w koncentratkach i formach użytkowych fungicydów, np. w proszkach zwilżających się.

1.2. Normy związane

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

2. METODA OZNACZANIA

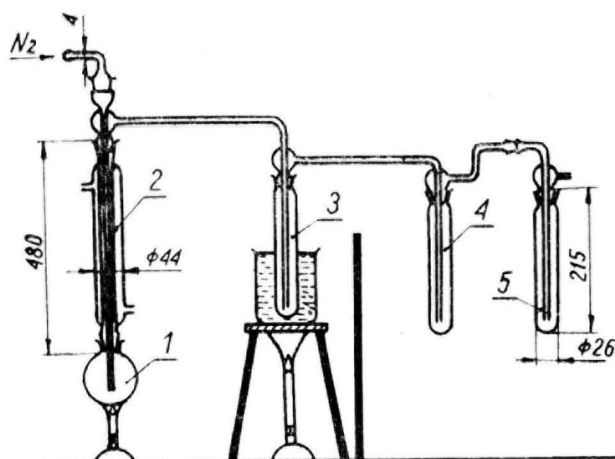
2.1. Zasada metody polega na rozkładzie dwutiokarbaminianu kwasem mineralnym. Wydzielający się dwusiarczek węgla po pochłonięciu w metanolewym roztworze wodorotlenku potasowego daje ksantogenian potasowy, który następnie miareczkuje się roztworem jodu.

2.2. Pobieranie i przygotowanie próbek – wg PN-67/C-04500.

2.3. Aparatura

a) Zestaw do ilościowego rozkładu dwutiokarbaminianów w środowisku kwaśnym (rysunek), w skład którego wchodzi:

- kolba reakcyjna 1 ze szlifem, z krótką, szeroką szyjką, pojemności 100 cm³,
- chłodnica Liebiga 2 o długości płaszcza wodnego 480 mm i średnicy zewnętrznej 44 mm,



6051-09

- płuczka 3 do pochłaniania siarkowodoru, o długości 215 mm i średnicy zewnętrznej 26 mm,
- płuczka 4 do pochłaniania dwusiarczku węgla o długości 215 mm i średnicy zewnętrznej 26 mm,
- płuczka zabezpieczająca 5 o długości 215 mm i średnicy zewnętrznej 26 mm,
- zlewka pojemności 800 cm³, stosowana jako łożnia wodna.

b) Kolba stożkowa pojemności 750 cm³.

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

2.4. Odczynniki i roztwory

- a) Azot z butli.
- b) Kwas fosforowy cz.d.a., roztwór 85-procentowy.
- c) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- d) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 2n roztwór

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika”
dnia 4 września 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań
od dnia 1 czerwca 1972 r. (Mon. Pol. nr. 58/1971, poz. 379)

metanolewy, przygotowany w następujący sposób: 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) Octan ołowiowy lub ołowiawy, roztwór 10-procentowy.

f) Jod cz.d.a., roztwór 0,1n.

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

h) Fenoloftaleina, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

2.5. Przygotowanie aparatury do oznaczania.

Przed przystąpieniem do oznaczania aparaturę dokładnie wymyć.

Do płuczki 3 odmierzyć 50 cm³ 10-procentowego roztworu octanu ołowiawego; płuczkę 4 napęlnić do 2/3, a płuczkę 5 do 1/3 wysokości 2n metanolewym roztworem wodorotlenku potasowego. Następnie połączyć wszystkie części aparatury wg schematu podanego na rysunku i dla sprawdzenia szczelności połączeń uruchomić pompę wodną.

Płuczka 3 powinna w czasie przeprowadzania oznaczania znajdować się w łaźni wodnej o temperaturze 70÷80°C, a płuczka 4 w zlewce napęlnionej wodą z lodem.

Jeżeli pęcherzyki powietrza przechodzą przez wszystkie płuczki, aparatura jest dostatecznie szczelna. Szybkość przepływu pęcherzyków powietrza, która powinna wynosić 3 pęcherzyki na 1 sek, uregulować wielkością strumienia wody w pompie wodnej.

2.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g taką ilość badanego koncentratu lub preparatu użytkowego, aby ilość zawartej w nim substancji czynnej wynosiła 0,2÷0,3 g, i umieścić w kolbie reakcyjnej 1. Kolbę połączyć z aparaturą przygotowaną wg 2.3.

Przez zestawioną aparaturę przepuścić słaby strumień azotu w celu całkowitego usunięcia powietrza. Następnie przez chłodnicę 2 wlać 50 cm³ ogrzanego do wrzenia roztworu kwasu fosforowego. Zawartość kolby ogrzać do wrzenia. Lekkie wrzenie oraz ssanie pompy utrzymywać w ciągu 50 min, przepuszczając azot z szybkością 3 pęcherzyków na sekundę. Następnie wyłączyć na 2÷3 min dopływ wody do chłodnicy i podgrzewać kolbę nadal tak, aby przepuścić przez chłodnicę pewną ilość pary w celu całkowitego wypchnięcia dwusiarczku węgla. Następnie odłączyć płuczki 4 i 5 i ilościowo przenieść ich zawartość do kolby stożkowej, używając do tego 75÷100 cm³ wody.

Otrzymany roztwór zobojętnić roztworem kwasu octowego, stosując jako wskaźnik roztwór fenoloftaleiny i dodać jeszcze 3 krople roztworu kwasu octowego. Następnie dodać 250 cm³ wody i 5 cm³ roztworu skrobi i nie później po 0,5 min miareczkować roztworem jodu do pojawienia się niebieskiego zabarwienia utrzymującego się w ciągu 15 sek.

2.7. Wykonanie próby kontrolnej. Równocześnie z oznaczaniem przeprowadzić próbę kontrolną metodą podaną w 2.6, lecz bez odważki.

2.8. Obliczanie wyników. Zawartość dwutiokarbaminianu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,1 \cdot R \cdot 100}{1000 \cdot m}$$

w którym:

V_1 – objętość 0,1n roztworu jodu zużytego do miareczkowania próbki badanej, cm³,

V_2 – objętość 0,1n roztworu jodu zużytego do miareczkowania w próbie kontrolnej, cm³,

R – równoważnik masy badanego dwutiokarbaminianu, równy masie cząsteczkowej związku podzielonej przez liczbę grup CS₂ w cząsteczce,

m – odważka badanej próbki, g.

2.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,5%.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6051-09

Zalecenia międzynarodowe i odpowiedniki w normach zagranicznych

RWPG PC 2363-70 Химические средства защиты растений Фунгициды. Определение содержания дитиокарбаматов.