

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Herbicydy	6054-09
	Chwastox D	
Grupa katalogowa X 16		

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest Chwastox D, płynny środek chwastobójczy mający jako substancje biologicznie czynne kwas 4-chloro-2-metylofenoksyoctowy o nazwie zwyczajowej MCPA oraz kwas 2-metoksy-3,6-dwuchlorobenzoowy o nazwie zwyczajowej dikamba występujących w postaci ich soli rozpuszczalnych w wodzie.

2. OZNACZENIE

CHWASTOX D BN-79/6054-09

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Chwastox D powinien być klarowną cieczą barwy ciemnobrunatnej.

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

Tablica 1

Wymagania	
a) MCPA, %	14,5 ± 1,3
b) Dikamby, %	1,6 ± 0,2
c) Kwasów metylochlofenoksyoctowych ogółem w przeliczeniu na MCPA, %, nie więcej niż	24,0
d) pH roztworu	9,5 ÷ 11,5

3.3. Okres trwałości. Chwastox D opakowany i przechowywany zgodnie z rozdz. 4 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 w ciągu 3 lat, licząc od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Chwastox D należy pakować wg PN-76/C-04657 rozdz. 2 w:

— butelki polietylenowe pojemności 0,5 i 1,0 dm³ wg PN-77/O-79750 o symbolu 1364-212a(lub 212b)+551 (lub 151) lub 552(lub 152), umieszczone w pudłach transportowych tekturowych wg PN-73/O-79402 o symbolu S-K-T1(lub T2)-R1(lub R2)-1(lub 2) albo w skrzynkach drewnianych wg BN-65/7161-23; jako opakowanie transportowe można stosować również tacki obciążane folią termokurczliwą; butelki należy zamykać w sposób zapewniający szczelność opakowania, pudła transportowe zamykać przez oklejenie klap taśmą papierową powleczoną klejem wg PN-75/P-50551;

— kanistry polietylenowe pojemności 5 dm³ wg BN-71/6411-02;

— balony szklane pojemności 5, 25 i 50 dm³ wg PN-62/G-79090 o wymiarach zgodnych z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021, umieszczone w koszach wiklinowych wg BN-72/7167-04 wyłożonych wełną drzewną, przykrytych kapturami wiklinowymi wg BN-72/7167-05;

— bębny stalowe pojemności 200 dm³ wg BN-76/5046-01 lub BN-76/5046-03 typ 1 lub 2.

Dopuszcza się stosowanie innych opakowań jednostkowych i transportowych, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, jeżeli zabezpieczają produkt nie gorzej niż ww. opakowania i mają wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 20 listopada 1979 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1980 poz. 3)

Znakowanie opakowań jednostkowych i transportowych wykonać wg PN-76/C-04657 rozdz. 4, dołączając do każdego opakowania jednostkowego instrukcję stosowania wraz z ulotką — informacją o sposobie postępowania w przypadku stwierdzenia osadu oraz napis: „Ostrożnie środek szkodliwy — klasa III” i „Przechowywać z dala od produktów spożywczych, źródeł wody i pasz, naczyń na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci”.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych — wg PN-76/C-04657 rozdz. 3.

4.3. Przechowywanie. Chwastox D należy przechowywać zgodnie z PN-76/C-04657 rozdz. 5 w suchych i przewiewnych magazynach, w temperaturze nie niższej niż $+5^{\circ}\text{C}$, z dala od produktów spożywczych, pasz, ziarna siewnego, naczyń na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci.

4.4. Transport — wg PN-76/C-04657 rozdz. 6. Chwastoxu D nie wolno ładować do jednego środka transportu razem z materiałami wymienionymi w 4.3.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości MCPA (3.2a) i dikamby (3.2b),
- oznaczanie zawartości kwasów metylochlorofenoksyoctowych ogółem w przeliczeniu na MCPA (3.2c),
- oznaczanie pH roztworu (3.2d).

5.2. Wielkość partii powinna wynosić nie więcej niż 10 m^3 .

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać zgodnie z PN-67/C-04500.

Z każdej partii podlegającej odbiorowi wybrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, następujące liczby opakowań jednostkowych podane w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych w partii, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
$6 \div 15$	5
$16 \div 25$	7
$26 \div 63$	8
$64 \div 160$	9
powyżej 160	10

Zawartość opakowań jednostkowych przed pobraniem próbek należy dobrze wymieszać. Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego należy pobrać próbnikiem nr 1 $\div$ 3 wg PN-74/C-60008, lub rurką szklaną z butelek, tyle próbek pierwotnych pojemności po 100 cm^3 , aby objętość próbki ogólnej nie była mniejsza niż 2 dm^3 . Objętość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 300 cm^3 .

Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać 3 miesiące, a w przypadku eksportu — 6 miesięcy od daty wysyłki produktu z zakładu produkcyjnego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości MCPA i dikamby

5.4.2.1. Zasada metody. Metoda polega na wydzieleniu z formy użytkowej wolnych kwasów MCPA i dikamby przez zakwaszenie roztworu ich soli kwasem solnym, ekstrakcji wydzielonych kwasów chloroformem, oddestylowaniu chloroformu i pomiarze absorpcji roztworu w dwusiarczku węgla przy oznaczaniu dikamby i pomiarze absorpcji roztworu w nitrometanie przy oznaczaniu MCPA. Dikamba oznaczana jest z pasma analitycznego w okolicy liczby falowej 1012 cm^{-1} , a MCPA z pasma w okolicy 812 cm^{-1} .

Wyniki obliczane są na podstawie porównania absorpcji wzorców i próbki, określanych metodą linii podstawowej.

5.4.2.2. Aparatura i przyrządy

- Biureta na 10 cm^3 z działką elementarną co $0,05\text{ cm}^3$.
- Kolby stożkowe z doszlifowanym korkiem, pojemności 100 cm^3 , ze szczelnymi korkami odpornymi na działanie rozpuszczalników.
- Naczynie z kropłomierzem do odważania cieczy.
- Para kuwet o grubości warstwy $0,4 \div 0,6\text{ mm}$, z okienkami NaCl do oznaczania dikamby, natomiast do oznaczania MCPA para kuwet grubości $0,4\text{ mm}$.
- Rozdzielacz pojemności $100 \div 150\text{ cm}^3$.
- Spektrofotometr na podczerwień średniego zakresu.
- Strzykawka lekarska pojemności $1 \div 2\text{ cm}^3$, z igłą długości około 10 cm .
- Wyparka obrotowa z łaźnią wodną lub zestaw do destylacji łączony na szlify.

5.4.2.3. Odczynniki

- Chloroform cz.d.a.
- Dikamba — wzorzec ¹⁾.
- Dwusiarek węgla destylowany nie wcześniej niż przed tygodniem.
- Kwas solny cz.d.a.
- MCPA — wzorzec, rozprowadzany przez POCh.
- Nitrometan cz.
- Papierki uniwersalne wskaźnikowe.
- Siarczan sodowy lub magnezowy bezwodny cz.d.a.

5.4.2.4. Wyznaczanie umownych współczynników absorpcji dla dikamby w roztworze dwusiarczku węgla i w nitrometanie. Do kolby stożkowej odważyć z dokładnością do $0,0002\text{ g}$ około $0,05\text{ g}$ wzorca dikamby. Wielkość odważki dobrać tak, aby mierzona wartość absorpcji mieściła się w granicach $0,4 \div 0,5$.

Dodać z biurety $10,00\text{ cm}^3$ dwusiarczku węgla, bezwzględnie zamknąć kolbę doszlifowanym, szczelnym korkiem i rozpuścić zawartość. Za pomocą strzykawki napęlić kuwetę próbki przygotowanym roztworem, a kuwetę odnośnika dwusiarczkiem węgla i wykonać czterokrotną rejestrację w zakresie $950 \div 1050\text{ cm}^{-1}$.

¹⁾ Rozprowadzany przez Polskie Odczynniki Chemiczne.

Odrzucając wykres pierwszy, z pozostałych trzech wyznaczyć średnią wartość absorpcji, biorąc maksimum transmisji w zakresie $970 \div 990 \text{ cm}^{-1}$ i minimum w granicach 1012 cm^{-1} .

Umowny współczynnik absorpcji (K) obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{A}{m} \quad (1)$$

w którym:

A — średnia wartość absorpcji wzorca dikamby dla pasma 1012 cm^{-1} ,

m — masa wzorca dikamby, g.

Do obliczania zawartości dikamby w Chwastoxie D należy brać wartość średnią współczynnika K z wyników trzech równoległych oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 2% średniej wartości.

Sporządzić tak samo roztwór $0,020 \text{ g}$ dikamby w nitrometanie i zarejestrować czterokrotnie widmo w zakresie liczb falowych około $770 \div 1000 \text{ cm}^{-1}$. Odrzucając wykres pierwszy, z pozostałych trzech obliczyć średnią wartość absorpcji, biorąc maksimum transmisji w zakresie $970 \div 990 \text{ cm}^{-1}$ i transmisji na zboczu pasma przy liczbie falowej, gdzie MCPA ma minimum w granicach 812 cm^{-1} .

Umowny współczynnik absorpcji (K_1) obliczyć wg wzoru

$$K_1 = \frac{A_1}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

A_1 — średnia wartość absorpcji roztworu wzorca dikamby w nitrometanie dla pasma około 812 cm^{-1} ,

m_1 — masa wzorca dikamby, g.

Do dalszych obliczeń należy brać średnią wartość współczynnika K_1 z trzech równoległych oznaczeń, nie różniących się więcej niż 10% od wartości średniej.

5.4.2.5. Wyznaczanie umownego współczynnika absorpcji dla MCPA w roztworze nitrometanu. Do kolby stożkowej odważyć z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ około $0,2 \text{ g}$ wzorca MCPA. Wielkość odważki dobrać tak, aby mierzona wartość absorpcji mieściła się w granicach od $0,4$ do $0,5$. Do kolby odmierzyć z biurety $9,80 \text{ cm}^3$ nitrometanu, kolbę zamknąć szczelnym korkiem i mieszać do całkowitego rozpuszczenia zawartości.

Roztworem nappełnić kuwetę próbki, a kuwetę odnośnika nitrometanem i zarejestrować czterokrotnie widmo w zakresie liczb falowych od 770 do 1000 cm^{-1} . Odrzucając wykres pierwszy, z pozostałych trzech wyznaczyć średnią wartość absorpcji, biorąc maksimum transmisji w zakresie $970 \div 990 \text{ cm}^{-1}$ i minimum w granicach 812 cm^{-1} .

Umowny współczynnik absorpcji (K_2) obliczyć wg wzoru

$$K_2 = \frac{A}{m} \quad (3)$$

w którym:

A — średnia wartość absorpcji wzorca MCPA dla pasma 812 cm^{-1} ,

m — masa wzorca MCPA, g.

Do obliczeń zawartości MCPA w Chwastoxie D należy brać średnią, wartość współczynnika K_2 z wyników trzech równoległych oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 3% wyniku średniego.

5.4.2.6. Przygotowanie próbki. Z naczynka do odważania cieczy odważyć do rozdzielacza z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ około $1,5 \text{ g}$ próbki do oznaczania zawartości MCPA, a około $2,6 \text{ g}$ — do oznaczania dikamby. Wielkość próbki powinna być dobrana tak, aby mierzona wartość absorpcji mieściła się w granicach od $0,4$ do $0,5$.

Następnie dodać 10 cm^3 wody i stężony kwas solny kroplami, doprowadzając roztwór do pH 1, po czym dodać jeszcze 5 kropli nadmiaru. Rozdzielacz zamknąć korkiem i wymieszać zawartość nie zwilżając szlifu. Zawiesinę w rozdzielaczu ekstrahować trzykrotnie, biorąc kolejno 30 , 15 i 15 cm^3 chloroformu. Rozdzielone warstwy chloroformowe zbierać w kolbie stożkowej, do której wrzucić kawałek porcelany lub perełki szklane i podłączyć do odparowacza obrotowego lub zestawu destylacyjnego. Oddestylować chloroform z łaźni wodnej, a resztki rozpuszczalnika odpędzić umiarkowanym strumieniem powietrza. Do suchej pozostałości wsypać około $2,5 \text{ g}$ bezwodnego siarczanu sodowego lub magnezowego i odmierzyć z biurety $10,00 \text{ cm}^3$ dwusiarczku węgla, w przypadku oznaczania dikamby albo $9,80 \text{ cm}^3$ nitrometanu, w przypadku oznaczania MCPA. Kolbę zamknąć niezwłocznie korkiem, mieszać zawartość co najmniej 10 min , aż rozpuszczalne składniki przejdą do roztworu i pozostawić na pół godziny.

5.4.2.7. Wykonanie pomiaru absorpcji. Za pomocą strzykawki z igłą owiniętą na końcu kłaczkiem waty, pobrać przygotowany roztwór, nappełnić nim kuwetę próbki, a kuwetę odnośnika odpowiednim rozpuszczalnikiem i wykonać czterokrotną rejestrację widma w odpowiednim zakresie. Odrzucając wykres pierwszy, z pozostałych trzech wyznaczyć odpowiednią średnią wartość absorpcji dla dikamby (A_1) oraz dla MCPA (A_2).

Odpowiedni umowny współczynnik dla dikamby (K_{p1}) obliczyć wg wzoru

$$K_{p1} = \frac{A_1}{m_1} \quad (4)$$

w którym:

A_1 — średnia wartość absorpcji dla pasma 1012 cm^{-1} ,

m_1 — masa próbki pobranej do oznaczania dikamby, g.

Odpowiedni umowny współczynnik dla MCPA (K_{p2}) obliczyć wg wzoru

$$K_{p2} = \frac{A_2}{m_2} \quad (5)$$

w którym:

A_2 — średnia wartość absorpcji dla pasma 812 cm^{-1} ,

m_2 — masa próbki pobranej do oznaczania MCPA, g.

5.4.2.8. Obliczanie wyników. Zawartość dikamby w Chwastoxie D (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{K_{p1} \cdot 100}{K} \quad (6)$$

w którym:

K_{p1} — umowny współczynnik absorpcji roztworu próbki w dwusiarczku węgla dla pasma 1012 cm^{-1} ,

K — umowny średni współczynnik absorpcji roztworu wzorca dikamby wg 5.4.2.4.

Zawartość MCPA w Chwastoxie D (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{K_{p2} \cdot 100 - K_1 \cdot x}{K_2} \quad (7)$$

w którym:

K_{p2} — umowny współczynnik absorpcji próbki rozpuszczonej w nitrometanie dla pasma 812 cm^{-1} ,

K_1 — umowny współczynnik absorpcji wzorca dikamby w nitrometanie wg 5.4.2.4,

K_2 — umowny współczynnik absorpcji wzorca MCPA wg 5.4.2.5,

x — zawartość dikamby w próbce oznaczona wg 5.4.2.8, %.

5.4.2.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1% dla dikamby i nie więcej niż 1% dla MCPA.

5.4.3. Oznaczanie zawartości kwasów metylochlorofenoksyoctowych ogółem w przeliczeniu na MCPA wykonać wg BN-79/6054-08 p. 5.4.3.

Zawartość kwasów metylochlorofenoksyoctowych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot N \cdot 0,2006 \cdot 5 \cdot 100}{m} - 3,43 \cdot a - 0,907 \cdot b \quad (8)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego użyta do miareczkowania, cm^3 ,

N — normalność roztworu wodorotlenku sodowego,

0,2006 — ilość kwasu MCPA odpowiadająca 1 cm^3 1N roztworu wodorotlenku sodowego, g/cm^3 ,

m — odważka próbki badanej, g,

3,43 — współczynnik przeliczeniowy z chlorku sodowego na MCPA,

a — zawartość chlorku sodowego oznaczona wg BN-72/6051-10.04, %,

0,907 — współczynnik przeliczeniowy dikamby na MCPA,

b — zawartość dikamby oznaczona wg 5.4.2.8, %.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,3%.

5.4.4. Oznaczanie pH wykonać pehametrem, stosując elektrodę szklaną i kalomelową.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2, należy wykonać wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

5.6. 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.

5.7. 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 — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-SARZYNA, Nowa Sarzyna.

2. Dotychczas obowiązujące normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-76/MPCh/Og-2309.

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

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

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

PN-62/G-79090 Balony szklane. Wymagania i badania techniczne

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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

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

PN-75/P-50551 Taśma papierowa powleczona klejem

BN-76/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wylaczanymi

BN-76/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzanymi

BN-72/6051-10.04 Metody badań pochodnych związków fenoksyoctowych. Oznaczanie zawartości chlorków w solach sodowych lub potasowych kwasów chlorofenoksyoctowych

BN-71/6411-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Kanistry z polietyleny, prostokątne z jednym uchwytem

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

BN-72/7167-04 Opakowania transportowe. Kosze wiklinowe do balonów szklanych

BN-72/7167-05 Opakowania transportowe. Kaptury wiklinowe do balonów szklanych w koszach

BN-79/6054-08 Herbicydy. Chwastox M.

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

5. Symbol wg SWW — 1246-523.

6. Autor projektu normy — Janina Zembroń — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-SARZYNA, Nowa Sarzyna.