

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-79 6054-08
	Herbicydy Chwastox M	
		Grupa katalogowa X 16

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest Chwastox M, płynny środek chwastobójczy mający jako substancje biologicznie czynne kwas 4-chloro-2-metylofenoksyoctowy o nazwie zwyczajowej MCPA oraz kwas $(\pm)$ -2-(4'-chloro-2'-metylofenoksy)-propionowy o nazwie zwyczajowej mekoprop, występujących w postaci ich soli rozpuszczalnych w wodzie.

2. OZNACZENIE

CHWASTOX M BN-79/6054-08

3. WYMAGANIA

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

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

Tablica 1

Wymagania	
a) MCPA, %	9,0 $\pm$ 1,0
b) Mekopropu, %	10,0 $\pm$ 1,0
c) Kwasów metylochlorofenoksyoctowych ogółem w przeliczeniu na MCPA, %, nie więcej niż	15,0
d) pH roztworu	9,5 $\div$ 11,5

3.3. Okres trwałości. Chwastox M 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, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Chwastox M 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)-I(lub 2) albo w skrzy-

niach drewnianych wg BN-65/7161-23; jako opakowanie transportowe można stosować 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.

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

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

4.3. Przechowywanie. Chwastox M należy przechowywać zgodnie z PN-76/C-04657 rozdz. 5 w suchych i przewiewnych oddzielnych pomieszczeniach magazynowych lub w wydzielonych boksach w temperaturze nie niższej niż 0°C, z dala od produktów spożywczych, pasz, ziarna siewnego i naczyń na żywność, w miejscach niedostępnych dla dzieci.

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

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustnowiona 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)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
b) oznaczanie zawartości MCPA (3.2a) i mekopropu (3.2b),

c) oznaczanie zawartości kwasów metylochlorofenoksyoctowych ogółem w przeliczeniu na MCPA (3.2c),
d) oznaczanie pH roztworu (3.2d).

5.2. Wielkość partii powinna wynosić najwyżej 50 m³.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać 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 podane w tabl. 2.

Tablica 2

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

Zawartość opakowań jednostkowych przed pobraniem próbek należy dobrze wymieszać. Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego należy pobrać próbnikiem nr 1 ÷ 3 wg PN-74/C-60008, a pipetą lub rurką szklaną z butelek tyle próbek pierwotnych pojemności po 100 cm³, aby objętość próbki ogólnej nie była mniejsza niż 1 dm³.

Objętość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 500 cm³.

Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać przez 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 mekopropu

5.4.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na przeprowadzeniu soli omawianych kwasów w lotne estry przez estryfikację metanolem wobec jonitu, rozdzielaniu mieszaniny estrów metodą chromatografii gazowej i obliczeniu zawartości mekopropu i MCPA metodą wzorca zewnętrznego.

5.4.2.2. Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy laboratoryjny z detektorem jonizacyjno-płomieniowym i rejestratorem.

b) Kolumna chromatograficzna ze stali nierdzewnej lub szklana długości 200 cm i średnicy wewnętrznej 3 mm.

c) Kolumna jonitowa szklana długości 30 cm i średnicy wewnętrznej 24 mm z kranem i wkładką ze szkła spiekanego.

d) Lupa pomiarowa z podziałką co 0,1 mm.

e) Mikrostrzykawka pojemności 10 mm³.

f) Wibrator do ubijania wypełnienia w kolumnie do chromatografu gazowego (np. aparat do masażu).

5.4.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Azot sprężony techniczny.

b) Czerwień metylowa — wskaźnik, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.

c) Jonit-Amberlit JR-120 o średnicy ziarna 0,2 ÷ 0,8 mm lub inny, o podobnych właściwościach.

d) Kwas solny cz.d.a. — roztwór (1+1) objętościowo.

e) MCPA — wzorzec minimum 99%¹⁾.

f) Mekoprop — wzorzec minimum 99%¹⁾.

g) Metanol cz.d.a.

h) Metanol cz.d.a., roztwór (2+1) objętościowo.

i) Powietrze sprężone.

j) Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.

k) Wata apteczna przemita metanolem i wysuszona.

l) Wata szklana lub kwarcowa.

m) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N

n) Wodór techniczny sprężony.

o) Wypełnienie kolumny do chromatogramu gazowego: 10% bursztynianu glikolu dwuetylenowego (DEGS) na Chromosorbie W mytym kwasem o uziarnieniu 60 ÷ 80 mesh lub inne, o podobnych właściwościach.

5.4.2.4. Przygotowanie kolumny do chromatografii gazowej. Kolumnę napełnić wg ogólnie przyjętych zasad wypełnieniem wg 5.4.2.3 o), posługując się wibratorem i kondycjonować przez 24 h w temperaturze 200°C, przepuszczając azot z szybkością 50 cm³/min.

5.4.2.5. Przygotowanie jonitu do estryfikacji. Suchy jonit wg 5.4.2.3 c) zalać w zlewce wodą destylowaną i odstawić co najmniej na 2 h. Następnie wodną zawiesinę jonitu wprowadzić do kolumny wg 5.4.2.2 c) i przemywać roztworem kwasu solnego z szybkością 2 cm³/min do chwili, kiedy wyciekający z kolumny eluat będzie bezbarwny.

Następnie jonit przemywać roztworem metanolu wg 5.4.2.3 h) z szybkością 1 cm³/min do momentu, gdy pobrane 10 cm³ eluatu zobojętni się od jednej kropli roztworu wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej.

Tak przygotowany jonit przemyć jeszcze 100 cm³ metanolu i przechowywać w szczelnie zamkniętym naczyniu pod metanolem.

Przed użyciem jonitu do estryfikacji należy każdorazowo sprawdzić, czy roztwór przykrywający jonit ma odczyn obojętny.

W przypadku stwierdzenia, że odczyn jest kwaśny, roztwór znad jonitu zdekantować i jonit kilkakrotnie przemyć metanolem.

Jonit po użyciu regenerować w poprzednio podany sposób.

5.4.2.6. Warunki pomiaru chromatograficznego

a) Temperatura kolumny 170°C.

b) Temperatura dozownika 180°C.

c) Temperatura detektora 200°C.

d) Przepływ gazu nośnego (azotu) 100 cm³/min.

¹⁾ Rozprowadzany przez Polskie Odczynniki Chemiczne.

e) Przepływ wodoru i powietrza ustalić zgodnie z instrukcją aparatu.

f) Przesuw taśmy rejestracyjnej 1 cm/min.

5.4.2.7. Przygotowanie roztworu wzorcowego. Do kolby okrągłodennej pojemności 50 cm³ odważyć, z dokładnością do $\pm 0,0002$ g, 0,10 g wzorca mekopropu oraz 0,11 g wzorca MCPA, dodać 10 cm³ metanolu i 5 cm³ zawiesiny jonitu metanolu, przygotowanego wg 5.4.2.5. Zawartość kolby ogrzewać przez 1 h pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia.

Po estryfikacji roztwór przesączyć ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³ przez lejek zawierający niewielką ilość przemytej waty metanolem oraz 3 g bezwodnego siarczanu sodowego, rozłożonego w lejku warstwą równomiernej grubości.

Kolbę dopełnić do kreski metanolem i dokładnie wymieszać.

Przygotować równolegle dwa roztwory wzorcowe.

5.4.2.8. Przygotowanie roztworu próbki. Do kolby okrągłodennej pojemności 50 cm³ odważyć z dokładnością do $\pm 0,0002$ g 1,20 g badanej próbki, odparować do sucha na łaźni wodnej i dalej postępować jak w 5.4.2.7.

Przygotować równolegle dwa roztwory próbki.

5.4.2.9. Wykonanie oznaczania. W warunkach podanych wg 5.4.2.6 wprowadzić za pomocą strzykawki na kolumnę chromatograficzną wg 5.4.2.2b) 5 mm³ roztworu wzorcowego przygotowanego wg 5.4.2.7, przy takiej czułości aparatu, aby piki chromatograficzne mieściły się w zakresie 40 do 80% skali rejestratora.

Wykonać co najmniej po dwa chromatogramy dla każdego roztworu wzorcowego.

Powierzchnie poszczególne pików dla danego składnika nie mogą się różnić więcej niż o 5%.

Czas retencji dla mekopropu wynosi około 8 min, a dla MCPA około 14 min.

Następnie wprowadzić na przemian po 5 mm³ roztworu wzorca i próbki.

Należy wykonać co najmniej po 2 chromatogramy dla każdej odważki próbki i po 3 dla każdej odważki wzorca.

5.4.2.10. Obliczanie wyników. Zidentyfikować piki mekopropu i MCPA na chromatogramie próbki badanej przez porównanie ich bezwzględnych czasów retencji z czasami retencji pików na chromatogramie roztworu wzorcowego.

Obliczyć powierzchnie pików oznaczanych składników, mnożąc wysokość pików przez szerokość w połowie wysokości.

Do pomiaru szerokości pików używać lupę pomiarową wg 5.4.2.2.d).

Zawartość mekopropu (X_1) i MCPA (X_2) obliczyć w procentach, porównując powierzchnię pików pochodzącego z badanej próbki z powierzchnią pików wzorca najbliższego położonego, wg wzoru

$$X_1 \text{ lub } X_2 = \frac{P_x \cdot G_w \cdot 100}{P_w \cdot m} \quad (1)$$

w którym:

P_x — powierzchnia oznaczanego składnika MCPA lub mekopropu na chromatogramie próbki badanej, mm²,

G_w — masa wzorcowa mekopropu lub MCPA, g,

P_w — powierzchnia pików wzorca mekopropu lub MCPA na chromatogramie roztworu wzorcowego, mm²,

m — odważka próbki, g.

5.4.2.11. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń (estryfikacji), różniących się między sobą nie więcej niż o 1%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości kwasów metylochlofenoksyoctowych ogółem w przeliczeniu na MCPA

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na wydzieleniu wolnych kwasów na jonicie i alkalimetrycznym oznaczaniu powstałych kwasów po stwierdzeniu nieobecności siarczanów w ilości 0,1% i oznaczaniu chlorków.

5.4.3.2. Aparatura. Kolumna jonitowa szklana długości 30 cm i średnicy wewnętrznej 24 mm z kranem i wkładką ze szkła spiekane.

5.4.3.3. Odczynniki i roztwory

a) Aceton cz.d.a., roztwór (2+1) objętościowo.

b) Czerwień metylowa — wskaźnik, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.

c) Jonit — Amberlit JR-120 o średnicy ziarna $0,2 \div 0,8$ mm lub inny o podobnych własnościach.

d) Wata przemylwana roztworem acetonu.

e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór mianowany 0,1N.

5.4.3.4. Przygotowanie jonitu wykonać wg 5.4.2.5, z następującymi zmianami: jonit należy przemywać acetonem, a nie metanolem i gotowy jonit należy przechować w zamkniętym naczyniu w acetonie, a nie w metanolu.

5.4.3.5. Wykonanie oznaczania. Po sprawdzeniu i stwierdzeniu, wg BN-72/6051-10.02 p. 4, że badany produkt nie zawiera więcej siarczanów niż 0,1% oraz oznaczaniu zawartości chlorków wg BN-72/6051-04, odważyć z dokładnością do 0,0002 g do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³ około 3 g badanej próbki, dopełnić roztworem acetonu do kreski i dokładnie wymieszać.

5,0 cm³ roztworu, przygotowanego w poprzednio podany sposób, przenieść do kolby stożkowej pojemności 25 cm³, dodać 5 cm³ jonitu w roztworze acetonu przygotowanego wg 5.4.3.4, kolbę zamknąć szczelnie korkiem i mieszać przez 5 min.

Roztwór przesączyć ilościowo przez lejek ze zwitkiem waty, jonit na lejek przemywać roztworem acetonu, aż do uzyskania przesączu o odczynie obojętnym. Otrzymany przesącz miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec 2 kropli roztworu czerwieni metylowej jako wskaźnika do uzyskania trwałego żółtego zabarwienia.

Zawartość kwasów metylochlofenoksyoctowych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot N \cdot 0,2006 \cdot 5 \cdot 100}{m} - 3,43 \cdot a - 0,935 \cdot b \quad (2)$$

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 kwas MCPA,
 a — zawartość chlorku sodowego oznaczona wg BN-72/6051-10.04, %,
 0,935 — współczynnik przeliczeniowy mekopropu na MCPA,

b — zawartość mekopropu oznaczona wg 5.4.2, %,

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

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

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń 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 reprezentujących 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-2310.

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. Pudła

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 wytłaczanymi

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

BN-72/6051-10.02 Metody badań pochodnych związków fenoksyotowych. Oznaczanie ogólnej zawartości chlorofenoksykwasów w ich solach sodowych lub potasowych metodą alkalimetryczną i chromatografii jonowymiennej

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

BN-71/6411-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Kanistry z polietylenu, 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

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.