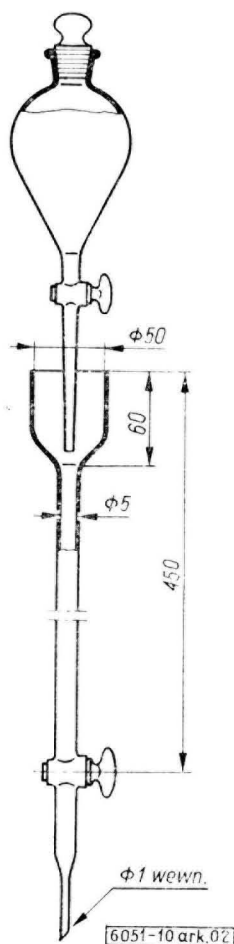


PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Metody badań pochodnych związków fenoksyoctowych	6051-10
	Oznaczanie ogólnej zawartości chlorofenoksykwasów w ich solach sodowych lub potasowych metodą alkalimetryczną i chromatografii jonowymiennnej	Arkusz 02
		Grupa katalogowa X 19

1. Zasada oznaczania i zakres stosowania metody. Zasada oznaczania polega na wydzieleniu wolnych kwasów na jonicie i alkalimetrycznym oznaczaniu powstałych kwasów w eluacie.

Metodę stosuje się do analizy soli sodowej kwasu 2,4-D (Pielik), soli sodowej kwasu MCPA oraz 30-procentowego roztworu soli sodowej kwasu MCPA (Chwastox). Produkty te nie mogą zawierać siarczanów w ilości większej niż 0,1%.

2. Aparatura. Kolumna chromatograficzna jonitowa, szklana oraz wkraplacz pojemności 250 cm³ z korkiem — wg rysunku; wymiary podano w mm.



3. Odczynniki

- Jonit — Amberlit IR-120 o średnicy 0,2÷0,8 mm lub inny o podobnych właściwościach.
- Metanol cz. d. a., roztwór 2÷1 obj.
- Kwas solny cz. d. a., roztwór 1 + 1 obj.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 n.
- Czerwień metylowa, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.
- Eter etylowy do narkozy.
- Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

4. Sprawdzanie obecności siarczanów. Badaną próbkę o masie 5 g, odważoną z dokładnością do 0,1 g, umieścić w rozdzielaczu pojemności 250 cm³, dodać 40 cm³ wody, 2 cm³ kwasu azotowego (1,4) i wymieszać. Ekstrahować trzykrotnie eterem w ilościach po 25 cm³. Warstwę wodną przenieść do próbki, dodać kilka kropli roztworu chlorku barowego. Po 10 min roztwór powinien być klarowny. W przypadku wytrącenia się osadu uznać, że próbka zawiera siarczany w ilości powyżej 0,1%.

5. Przygotowanie kolumny z jonitem. Jonit zalać w zlewce wodą destylowaną i odstawić na 2 godz. Zawiesinę wodną jonitu wprowadzić do kolumny w takiej ilości, aby wypełniał całą objętość węższej części kolumny. Przez kolumnę przepuszczać roztwór kwasu solnego z szybkością nie większą od 2 cm³/min do chwili, gdy wyciekający eluat będzie bezbarwny.

Napełnić wkraplacz roztworem metanolu, szczelnie zamknąć korkiem szlifowanym i umieścić go nad kolumną w ten sposób, aby koniec rurki wkraplacza znajdował się 5 mm od dna szerszej części kolumny — wg rysunku. Otworzyć kran wkraplacza i po chwili otworzyć kran kolumny tak, aby szybkość wypływu metanolu wynosiła 1 cm³/min. Jonit przemywać do chwili, gdy na zobojętnienie 10 cm³ eluatu zużyje się nie więcej niż 1 kroplę roztworu wodorotlenku sodowego, wobec czerwie-

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika” dnia 29 kwietnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 kwietnia 1973 r. (Dz. Norm. i Miar nr 4/1972 poz. 6)

ni metylowej jako wskaźnika. Następnie przez wielokrotne przechylenie kolumny dokładnie ją odpowietrzyć do całkowitego usunięcia pęcherzyków powietrza oraz przemyć ją 10 cm³ metanolu.

6. Wykonanie oznaczania. Próbkę soli sodowej kwasu MCPA o masie 5 g, odważoną z dokładnością do 0,001 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm³, a próbkę soli sodowej kwasu 2,4-D w kolbie pojemności 250 cm³, rozpuścić w metanolu, dopełnić do kreski metanolem i starannie wymieszać.

W przypadku badania 30-procentowego roztworu soli sodowej MCPA należy odważyć, z dokładnością do 0,001 g, próbkę o masie 15 g, umieścić w kolbie pojemności 50 cm³ i rozpuścić w metanolu jak podano.

Na kolumnę wprowadzić 25 cm³ roztworu soli sodowej kwasu 2,4-D, a w przypadku soli sodowej kwasu MCPA lub 30-procentowego jej roztworu — 5 cm³, otworzyć kran kolumny i zamknąć go dopiero po zrównaniu się poziomu cieczy z poziomem wypełnienia. Przez kolumnę przepuszczać z wkraplacza metanol wg 5 do chwili uzyskania 50 cm³ eluatu. Do eluatu dodać 2 krople roztworu czerwieni metylowej i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do trwałego żółtego zabarwienia. Po trzech kolejnych oznaczeniach jonit przemyć 20 cm³ roztworu kwasu solnego i następnie meta-

nolem wg 5. W czasie oznaczania należy zwracać uwagę, aby kolumna nie uległa zapowietrzeniu.

Zawartość kwasów (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{V \cdot n \cdot A \cdot 10 \cdot 100}{m} - a \cdot B$$

w którym:

- V* — objętość roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- n* — normalność roztworu wodorotlenku sodowego,
- A* — ilość kwasu odpowiadająca 1 cm³ 1n roztworu wodorotlenku sodowego, g; dla kwasu MCPA = 0,2016, dla kwasu 2,4-D = 0,2210,
- B* — współczynnik przeliczeniowy dla kwasu MCPA = 3,45, dla kwasu 2,4-D = 3,78,
- a* — zawartość chlorku sodowego w procentach oznaczona wg BN-72/6051-10 ark. 04 p. 3,
- m* — odważka próbki, g.

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

K O N I E C