

PESTYCYDY	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Herbicydy	6054-04
	Aminopieliki P, M, D	Grupa katalogowa X 16

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są mieszanki herbicydowe o nazwach handlowych Aminopielik P, Aminopielik M i Aminopielik D. Są to roztwory wodne soli aminowych kwasów: 2,4-dwuchlorofenoksyoctowego o nazwie zwyczajowej 2,4-D jako substancji czynnej zasadniczej oraz

— 2-(2',4'-dwuchlorofenoksy) propionowego o nazwie zwyczajowej dichlorprop (Aminopielik P),

— (\pm)-2-(2'-metylo-4'-chlorofenoksy)propionowego o nazwie zwyczajowej mekoprop (Aminopielik M),

— 3,6-dwuchloro-2-metoksybenzoesowego o nazwie zwyczajowej dikamba (Aminopielik D).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Aminopieliki P, M i D stosuje się do zwalczania chwastów dwuliściennych w zbożach ozimych i jarych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od substancji czynnych wchodzących w skład mieszanki herbicydowej rozróżnia się trzy rodzaje Aminopielików:

a) Aminopielik P zawierający sole aminowe 2,4-D i dichloropropu,

b) Aminopielik M zawierający sole aminowe 2,4-D i mekopropu,

c) Aminopielik D zawierający sole aminowe 2,4-D i dikamby.

2.2. Przykład oznaczenia

AMINOPIELIK P BN-76/6054-04

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Aminopieliki P, M, D są to ciecze barwy ciemnożółtej do brązowej z dopuszczalnym lekkim zmętnieniem i charakterystycznym zapachem aminy oraz chlorofenoli.

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

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje aminopielika		
	P	M	D
a) pH	7 ÷ 9	7 ÷ 9	7 ÷ 9
b) Substancji czynnych w przeliczeniu na kwasy, g/dm ³	450 ± 25	450 ± 25	450 ± 25
c) 2,4-D, %	26 ± 3	26 ± 3	36 ± 3
d) Dichloropropu, %	13 ± 3	—	—
e) Mekopropu, %	—	13 ± 3	—
f) Dikamby, %	—	—	2,8 ± 0,2

3.3. Trwałość. Aminopieliki, opakowane i przechowywane zgodnie z rozdz. 4, powinny odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 w ciągu 3 lat od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Aminopieliki P, M i D należy pakować do bębnow metalowych z dnami stałymi z obrczami wytłaczanymi pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-01 lub bębnow metalowych z dnami stałymi z obrczami nasadzonymi pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-03 albo do bębnow z poliolefin pojemności 50 dm³ wg BN-73/6411-03, pojemników pojemności 5 dm³ wg WT-4/71 oraz butelek z poliolefin pojemności 1 dm³ wg BN-72/6412-02. Znakowanie bębnow należy wykonać zgodnie z PN-67/O-79252, umieszczając na każdym bębnie trwałą napis zawierającą co najmniej:

— nazwę lub znak wytwórni,

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 1 lipca 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 czerwca 1977 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 23/1976 poz. 89)

- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii i datę produkcji,
- masę brutto i netto

oraz dołączając do każdego bębna etykietę.

Znakowanie butelek i pojemników należy wykonać zgodnie z PN-67/O-79251, umieszczając na każdym opakowaniu etykietę lub trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- datę produkcji, numer partii, znak KJ,
- masę netto i cenę detaliczną,
- numer rejestru Ministerstwa Rolnictwa,
- sposób użytkowania, przechowywania i postępowania z pustymi opakowaniami,
- napisy ostrzegawcze „Ostrożnie -- środek szkodliwy klasa III”, „Ostrożnie z ogniem”,
- zakres stosowania preparatu,
- działanie na chwasty,
- terminy stosowania i dawki,
- przeciwwskazania co do zastosowania preparatu,
- środki ostrożności i pierwsza pomoc,
- procentową zawartość składników czynnych oraz ich nazwę chemiczną i zwyczajową,
- okres trwałości.

Do transportu Aminopieliki w butelkach należy pakować do skrzynek wg BN-72/7161-49.

Na skrzynkach należy umieszczać etykiety z napisem jak na opakowaniu jednostkowym.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.

W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach wg PN-68/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Aminopieliki w szczelnie zamkniętych opakowaniach wg 4.1 należy przechowywać w przewiewnych pomieszczeniach zabezpieczonych przed opadami atmosferycznymi, w temperaturze od 0 do 30°C, z dala od artykułów żywnościowych, pasz i naczyń na żywność.

Opakowania z preparatem nie powinny być umieszczone w pobliżu przewodów grzejnych oraz w miejscach nasłonecznionych.

4.4. Transport. Aminopieliki należy przewozić krytymi środkami transportowymi z zachowaniem warunków wg 4.1 i 4.3 oraz zgodnie z przepisami kolejowymi¹⁾.

W transporcie samochodowym należy ładować preparat zgodnie z instrukcją o ładowaniu samochodów i przyczep¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie pH (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji czynnych w przeliczeniu na kwasy (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości 2,4-D (3.2c) i dichloropropu (3.2d) w Aminopieliku P,
- e) oznaczanie zawartości 2,4-D (3.2c) i mekopropu (3.2e) w Aminopieliku M,
- f) oznaczanie zawartości 2,4-D (3.2c) i dikamby (3.2f) w Aminopieliku D.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 50 t produktu.

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

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 65	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
powyżej 250	16

Przed pobieraniem próbek zawartość opakowań należy dobrze wymieszać.

Próbki z bębnow pobierać próbnikiem 1 lub 2 wg PN-74/C-60008 z butelek pipetą lub szklaną rurą. Ilość pobieranych próbek pierwotnych z jednego opakowania powinna być taka, żeby po sporządzeniu próbki ogólnej przez zmieszanie próbek pierwotnych i wydzieleniu średniej próbki laboratoryjnej, średnia próbka laboratoryjna nie była mniejsza niż 2000 g. Część średniej próbki laboratoryjnej w ilości nie mniejszej niż 1000 g należy przechowywać do analizy kontrolnej przez 3 miesiące od daty wysłania.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego należy wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie pH należy wykonać za pomocą pehametru, stosując elektrodę szklaną i kalomelową.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji czynnych w przeliczeniu na kwasy

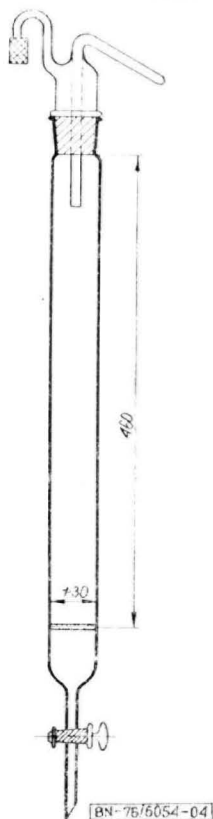
5.4.3.1. Zasada metody polega na wydzieleniu wolnych kwasów na jonicie i alkalimetrycznym oznaczeniu powstałych kwasów w eluacie, oznaczeniu zawartości chlorków w przeliczeniu na chlorek sodowy i obliczeniu z różnicy tych oznaczeń zawartości substancji czynnych.

5.4.3.2. Aparatura

a) Kolumna jonitowa szklana długości 300 mm i średnicy wewnętrznej $20 \div 30$ mm z kranem i z wkładką ze szkła porowatego lub wg rysunku.

b) Pompa dozująca (np. typ 315 firmy Unipan Warszawa).

c) Tygiel z dnem ze szkła spiekanego 2 G2.



Kolumna do przygotowania i regeneracji jonitu

5.4.3.3. Odczynniki i roztwory

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

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

c) Jonit Amberlit JR-120 o uziarnieniu $0,2 \div 0,8$ mm lub inny o podobnych własnościach (w formie wodorowej).

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

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

5.4.3.4. Przygotowanie jonitu. Około 250 g suchego handlowego jonitu wprowadzić do zlewki zawierającej 500 cm³ wody. Zawiesinę wodną po 6 godz wprowadzić do kolumny jonitowej. Jonit

przemywać roztworem kwasu solnego, przetłaczając za pomocą pompy dozującej z prędkością $4 \div 5$ cm³/min, do chwili uzyskania bezbarwnego eluatu.

W przypadku braku pompy dozującej, jonit przemywać z zachowaniem ustalonej prędkości wypływu eluatu z kolumny. Następnie przetłaczać z tą samą prędkością wodę, do uzyskania odczynu obojętnego względem wskaźnikowego papierka uniwersalnego.

Przygotowanie jonitu zakończyć przemywaniem roztworem acetonu do chwili, gdy 10 cm³ eluatu zobojętni się od 1 kropli roztworu wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej.

Tak przygotowany jonit przechowywać pod roztworem acetonu w szczelnie zamkniętym naczyniu.

Przed użyciem jonitu każdorazowo sprawdzić, czy roztwór przykrywający jonit ma odczyn obojętny. W przypadku stwierdzenia odczynu kwaśnego, roztwór nad jonitu zdekantować i jonit kilkakrotnie przemyć roztworem acetonu. Jonit po zużyciu regenerować w wyżej podany sposób.

5.4.3.5. Wykonanie oznaczenia. Do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³ odważyć około 3 g próbki z dokładnością do 0,001 g, dopełnić roztworem acetonu i starannie wymieszać. Odmierzyć pipetą 5 cm³ roztworu próbki do kolby stożkowej pojemności 25 cm³, dodać 5 cm³ jonitu w roztworze acetonu wg 5.4.3.4.

Roztwór jonitu pobierać pipetą z podziałką pojemności 10 cm³, z uciętym końcem, odczekać aż jonit opadnie i powoli spuścić żadaną objętość, zostawiając warstwę jonitu w pipecie tak, aby roztwór nad jonitu nie dostał się do kolby. Kolbę szczelnie zamknąć korkiem i wytrząsać 5 min. Zawartość kolby przenieść ilościowo do tygla lub przesączyć przez lejek zwykły z niewielką ilością waty; jonit przemywać roztworem acetonu aż do odczynu obojętnego, sprawdzając to papierkiem wskaźnikowym. Roztwór miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej do trwałego żółtego zabarwienia.

5.4.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków wykonać wg BN-72/6051-10 ark. 04.

5.4.3.7. Obliczanie mnożnika przeliczeniowego (A) dla Aminopielika P i M wykonać osobno wg wzoru

$$A = \frac{y \cdot M_1 + M_2}{y + 1} \quad (1)$$

w którym:

y — stosunek zawartości 2,4-D do dichloropropu obliczony wg 5.4.4.9 lub do mekopropu obliczony wg 5.4.5.9,

M₁ — masa cząsteczkowa 2,4-D (221),

M₂ — masa cząsteczkowa dichloropropu (235) lub mekopropu (214,7).

Mnożnik przeliczeniowy A dla Aminopielika D przyjęć jako równy 221.

5.4.3.8. Obliczanie zawartości substancji czynnych w przeliczeniu na kwasy, jako suma składników danej mieszanki (X) w procentach, wykonać wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot N \cdot A}{2 \cdot m} - B \cdot a \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania wg 5.4.3.5, cm^3 ,
- N — normalność roztworu wodorotlenku sodowego,
- A — mnożnik przeliczeniowy obliczony wg 5.4.3.7,
- m — odważka próbki badanego Aminopielika, g,
- B — mnożnik przeliczeniowy w przypadku Aminopielika $M = 3,75$, Aminopielika $P = 3,86$, Aminopielika $D = 3,78$,
- a — zawartość chlorków w przeliczeniu na chlorek sodowy oznaczona wg 5.4.3.6.

5.4.3.9. Zawartość substancji czynnych w poszczególnych aminopielikach w przeliczeniu na kwasy (Y) w g/dm^3 obliczyć wg wzoru

$$Y = X \cdot d \cdot 10 \quad (3)$$

w którym:

- X — zawartość substancji czynnych obliczona wg 5.4.3.8,
- d — gęstość badanego aminopielika w 20°C wg PN-66/C-04004.

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

5.4.4. Oznaczanie zawartości 2,4-D i dichloropropu w Aminopieliku P

5.4.4.1. Zasada metody polega na przeprowadzeniu aminowych soli kwasów w lotne estry metylowe przez estryfikację metanolem wobec kationitu, rozdzieleniu mieszaniny estrów za pomocą chromatografii gazowej, obliczeniu stosunku ilości poszczególnych estrów z powierzchni pików i przeliczeniu na zawartości poszczególnych kwasów; ponieważ metoda polega na oznaczeniu stosunku kwasów należy wyznaczyć współczynnik proporcjonalności K na podstawie pomiaru chromatograficznego zestryfikowanej mieszaniny wzorcowej kwasów.

5.4.4.2. Aparatura i sprzęt

- a) Chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo jonizacyjnym i rejestratorem.
- b) Kolumna szklana lub ze stali kwasoodpornej

do chromatografii gazowej o długości 200 cm, średnicy wewnętrznej 0,3 cm.

c) Mieszadło magnetyczne.

d) Mieszalnik magnetyczny z podgrzewaniem elektrycznym.

e) Mikrostrzykawką pojemności 5 mm^3 .

f) Szuszkarka próżniowa.

g) Tygiel z dnem ze szkła spiekanego 1 G2.

5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

a) Azot techniczny sprężony.

b) 2,4-D, wzorzec, o temperaturze topnienia 140°C .

c) Dichlorprop, wzorzec, o temperaturze topnienia 119°C .

d) Jonit Amberlit IR — 120 o uziarnieniu $0,2 \div 0,8$ mm lub inny kationit o podobnych właściwościach.

e) Metanol, cz.d.a.

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

g) Powietrze sprężone.

h) Siarczan sodowy bezwodny, cz.d.a.

i) Wodór techniczny sprężony.

j) Wypełnienie — 10% bursztynianu glikolu dwuetylowego (DEGS) naniesionego na chromosorb W o uziarnieniu $60 \div 80$ mesh, myty kwasem, przygotowany w następujący sposób: w kolbie okrągłodennej umieścić 2,5 g DEGS, dodać 100 cm^3 chloroformu lub chlorku metylenu i wprowadzić małymi porcjami 22,5 g mytego kwasem chromosorbu W o uziarnieniu $60 \div 80$ mesh. Umieścić kolbę na łaźni wodnej i ogrzewać pod zmniejszonym ciśnieniem do całkowitego odparowania rozpuszczalnika, mieszając od czasu do czasu w celu zapewnienia równomiernego osadzenia fazy.

5.4.4.4. Przygotowanie jonitu. Jonit przygotować wg 5.4.3.4. Przygotowanie jonitu zakończyć przemywaniem roztworem metanolu do momentu aż roztwór ma odczyn obojętny. Następnie jonit przemyć 150 cm^3 metanolu i przechowywać w metanolu w szczelnie zamkniętym naczyniu. Przed użyciem jonitu każdorazowo sprawdzić, czy metanol nad jonitem ma odczyn obojętny. W przypadku stwierdzenia odczynu kwaśnego roztwór z jonitu zdekantować i jonit kilkakrotnie przemyć metanolem.

5.4.4.5. Przygotowanie kolumny chromatograficznej. Kolumnę napełnić wysypując wypełnienie przez lejek małymi porcjami i ubijając za pomocą wibratora. Koniec kolumny zabezpieczyć filtrem mikroporowatym lub watą szklaną.

Kolumna po napełnieniu powinna być kondycjonowana w temperaturze 200°C , w strumieniu azotu co najmniej przez 12 godz.

5.4.4.6. Warunki pomiaru chromatograficznego

Przepływ gazu nośnego azotu — 100 cm³/min.
 Temperatura kolumny 165°C.
 Temperatura dozownika 180°C.
 Ilość wprowadzana na kolumnę od 1 do 5 mm³.
 Szybkość przesuwu papieru 3 cm/min.

Przepływ wodoru i powietrza ustalić według instrukcji aparatu.

5.4.4.7. Wyznaczanie współczynnika proporcjonalności (K). Do kolby płaskodennej pojemności 100 cm³ ze szlifem odważyć z dokładnością do 0,0002 g wzorca: 0,15 g 2,4-D i 0,1 g dichloropropu, dodać 10 cm³ metanolu, 5 cm³ zawiesiny jonitu w metanolu odmierzzonego jak w 5.4.3.5, wrzucić mieszadło magnetyczne. Zawartość kolby ogrzewać 1 godz pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika, na łaźni wodnej umieszczonej na mieszalniku magnetycznym.

Roztwór można ogrzewać bez użycia mieszadła magnetycznego, ale z dodatkiem porcelanki zapobiegającej przegrzewaniu się roztworu.

Roztwór ostudzić, przesączyć przez warstwę 2,5 g siarczanu sodowego, wprowadzić mikrostrzykawką na kolumnę i wykonać pomiar chromatograficzny w określonych warunkach, przy takiej czułości aparatu, aby wysokość pików wynosiła 50 ÷ 70% skali rejestratora.

Zmierzyć powierzchnię pików, mnożąc wysokość pików przez jego szerokość w połowie wysokości i obliczyć współczynnik proporcjonalności (K) wg wzoru

$$K = \frac{m_1 \cdot A_2}{m_2 \cdot A_1} \quad (4)$$

w którym:

- m_1 — masa wzorca 2,4-D, g,
- A_2 — powierzchnia pików dichloropropu we wzorcu, cm²,
- m_2 — masa wzorca dichloropropu, g,
- A_1 — powierzchnia pików 2,4-D we wzorcu, cm².

Za współczynnik proporcjonalności przyjąć średnią arytmetyczną pięciu chromatogramów.

5.4.4.8. Wykonanie oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 0,6 g próbki, wprost do kolby płaskodennej pojemności 100 cm³ ze szlifem i odparowywać wodę ogrzewając kolbę na łaźni wodnej lub w suszarce próżniowej ($t=50^\circ\text{C}$, $p=30 \div 40$ mm Hg, czas — 40 min), następnie dodać 10 cm³ metanolu, 5 cm³ zawiesiny jonitu w metanolu i dalej postępować jak w 5.4.4.7.

5.4.4.9. Obliczenie stosunku zawartości 2,4-D do dichloropropu (y) wykonać wg wzoru

$$y = K \frac{A_1}{A_2} \quad (5)$$

w którym:

- K — współczynnik proporcjonalności oznaczony wg 5.4.4.7,
- A_1 — powierzchnia pików 2,4-D, w próbce, cm²,
- A_2 — powierzchnia pików dichloropropu w próbce, cm².

5.4.4.10. Obliczenie zawartości 2,4-D (X_1) wykonać w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{y \cdot x}{y + 1} \quad (6)$$

w którym:

- y — stosunek zawartości 2,4-D do dichloropropu oznaczony wg 5.4.4.9,
- x — zawartość substancji czynnych wg 5.4.3.8, %.

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

5.4.4.12. Obliczenie zawartości dichloropropu (X_2) wykonać w procentach wg wzoru

$$X_2 = X - X_1 \quad (7)$$

w którym:

- X — zawartość substancji czynnych wg 5.4.3.8, %,
- X_1 — zawartość 2,4-D wg 5.4.4.10, %.

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

5.4.5. Oznaczanie zawartości 2,4-D i mekopropu w Aminopieliku M

5.4.5.1. Zasada metody — zgodnie z 5.4.4.1.

5.4.5.2. Aparatura i sprzęt — wg 5.4.4.2.

5.4.5.3. Odczynniki i roztwory — wg 5.4.4.3, z tym że zamiast wymienionego w poz. c) dichloropropu jest Mekoprop wzorzec, o temperaturze topnienia 95°C, kationit.

5.4.5.4. Przygotowanie jonitu — wg 5.4.4.4.

5.4.5.5. Przygotowanie kolumny chromatograficznej — wg 5.4.4.5.

5.4.5.6. Warunki pomiaru chromatograficznego — wg 5.4.4.6.

5.4.5.7. Wyznaczanie współczynnika proporcjonalności K. Do kolby płaskodennej pojemności 100 cm³ ze szlifem odważyć z dokładnością do 0,0002 g, wzorca: 0,15 g 2,4-D i 0,1 g mekopropu i dalej postępować jak w 5.4.4.7.

Zmierzyć powierzchnię pików mnożąc wysokość pików przez jego szerokość w połowie wysokości i obliczyć współczynnik proporcjonalności (K) wg wzoru

$$K = \frac{m_1 \cdot A_2}{m_2 \cdot A_1} \quad (8)$$

w którym:

m_1 — masa wzorca 2,4-D, g,

A_2 — powierzchnia piklu mekopropu we wzorcu, cm^2 ,

m_2 — masa wzorca mekopropu, g,

A_1 — powierzchnia piklu 2,4-D we wzorcu, cm^2 .

Jako współczynnik proporcjonalności przyjąć średnią arytmetyczną z pięciu chromatogramów.

5.4.5.8. Wykonanie oznaczania — wg 5.4.4.8.

5.4.5.9. Obliczenie stosunku zawartości 2,4-D do mekopropu (y) wykonać wg wzoru

$$y = K \frac{A_1}{A_2} \quad (9)$$

w którym:

K — współczynnik proporcjonalności oznaczony wg 5.4.5.7,

A_1 — powierzchnia piklu 2,4-D w próbce, cm^2 ,

A_2 — powierzchnia piklu mekopropu w próbce, cm^2 .

5.4.5.10. Obliczenie zawartości 2,4-D (X_1) wykonać w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{y \cdot x}{y + 1} \quad (10)$$

w którym:

y — stosunek zawartości 2,4-D do mekopropu obliczony wg 5.4.5.9,

x — zawartość substancji czynnych wg 5.4.3.8, %.

5.4.5.11. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5.

5.4.5.12. Obliczanie zawartości mekopropu (X_2) wykonać w procentach wg wzoru

$$X_2 = X - X_1 \quad (11)$$

w którym:

X — zawartość substancji czynnej wg 5.4.3.8, %,

X_1 — zawartość 2,4-D wg 5.4.5.10, %.

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

5.4.6. Oznaczanie zawartości 2,4-D i dikamby w Aminopieliku D

5.4.6.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na wydzielaniu z formy użytkowej wolnych kwasów 2,4-D i dikamby przez zakwaszenie ich soli aminowej, ekstrakcji wydzielonych kwasów chlo-

roformem, oddestylowaniu chloroformu i pomiarze absorpcji roztworu w dwusiarczku węgla przy liczbie falowej 1012 cm^{-1} oraz absorpcji roztworu w 1,2-dwuchloroetanie przy liczbie falowej 1080 cm^{-1} . Wyniki oznaczeń składników obliczane są na podstawie pomiaru absorpcji mieszanin wzorcowych przy podanych liczbach falowych.

5.4.6.2. Aparatura i sprzęt

a) Kuwety o grubości 0,5 mm z okienkami NaCl — 2 sztuki.

b) Naczynie z kroplomierzem do odważenia cieczy.

c) Spektrofotometr na podczerwień średniego zakresu.

d) Strzykawka lekarska pojemności $1 \div 2 \text{ cm}^3$, z igłą długości około 10 cm.

5.4.6.3. Odczynniki

a) Chloroform cz.d.a.

b) Dikamba wzorec, o temperaturze topnienia $114 \div 115,8^\circ\text{C}$.

c) 1,2-Dwuchloroetan — do spektroskopii IR lub cz.d.a.

d) Dwumetyloamina techniczna, 40-procentowy roztwór wodny.

e) 2,4-D cz., firmy Fluka, wzorec.

f) Dwusiareczek węgla destylowany nie dalej jak przed tygodniem.

g) Kwas solny stężony cz.d.a.

h) Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.

5.4.6.4. Przygotowanie roztworów wzorców. Do kolby rozdzielacza odważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0002 g około 0,085 g 2,4-D i 0,007 g dikamby, rozpuścić dodając $0,2 \text{ cm}^3$ dwumetyloaminy i 5 cm^3 wody. Do zawartości rozdzielacza dodać kroplami kwasu solnego aż pH roztworu osiągnie wartość 1, wtedy dodać jeszcze nadmiar 5 kropli kwasu dla zapewnienia całkowitego wytrącenia kwasów.

Następnie dodać 25 cm^3 chloroformu i wytrząsać aż osad się rozpuści. Zebrać warstwę chloroformową do kolby stożkowej, ekstrakcję powtórzyć jeszcze dwa razy, dodając po 15 cm^3 chloroformu i zbierając ekstrakty w tej samej kolbie. Do kolby stożkowej wrzucić kilka perełek szklanych, połączyć kolbę z chłodnicą Liebiga i oddestylować chloroform na łaźni wodnej.

Resztki rozpuszczalnika odpędzić z kolby strumieniem powietrza z dmuchawy. Do kolby z ekstraktem odmierzyć z biurety 10 cm^3 dwuchloroetanu, zamknąć kolbę do całkowitego rozpuszczenia. Do roztworu wrzucić około 2,5 g siarczanu sodowego, wymieszać zawartość zamkniętej kolbki i pozostawić na $\frac{1}{2}$ godz. Jest to roztwór 1.

Do rozdzielacza odważyć na wadze analitycznej 0,65 g 2,4-D i 0,05 g dikamby, dodać 1 cm^3 dwumetyloaminy, 10 cm^3 wody i wymieszać.

Roztwór w rozdzielaczu zakwasić do $\text{pH} = 1$, dodać 5 kropli nadmiaru kwasu i przeprowadzić trzykrotną ekstrakcję biorąc kolejno 60 cm^3 , 25 cm^3 i 15 cm^3 chloroformu.

Z zebranych w kolbie stożkowej ekstraktów oddestylować chloroform, pozostałość wysuszyć powietrzem, do kolby wprowadzić 10 cm^3 dwusiarczku węgla oraz około 2,5 g siarczynu sodowego, zawartość po zamknięciu kolby korkiem szklanym starannie wymieszać i odstawić na $1/2$ godz. Jest to roztwór 2.

5.4.6.5. Wykonanie pomiarów absorpcji wzorców. Z kolby z roztworem 1 przenieść ciecz za pomocą strzykawki z igłą owiniętą kłaczkiem waty i napełnić kuwetę próbką. Kuwetę odnośnika napełnić dwuchloroetanem z tego samego opakowania i zarejestrować czterokrotnie widmo w zakresie $950 \div 1130 \text{ cm}^{-1}$ z szybkością około $40 \text{ cm}^{-1}/\text{min}$. Pomijając wykres pierwszy dla pozostałych obliczyć wartości absorpcji dla maksimum położonego w okolicy 1080 cm^{-1} , przyjmując za linię podstawową styczną do krzywej transmisji w najniższym punkcie przydziału liczb falowych $970 \div 990 \text{ cm}^{-1}$ poprowadzoną równoległe do osi odciętych i obliczyć wartość średnią absorpcji:

$$A_{wz1080}$$

Tak samo napełnić kuwetę próbką roztworem 2, a kuwetę odnośnika dwusiarczkiem węgla, zarejestrować widmo i obliczyć średnią wartość absorpcji dla maksimum położonego w okolicy 1012 cm^{-1} :

$$A_{wz1012}$$

Do obliczeń zawartości oznaczanych składników w próbkach należy brać wartości średnie A_{wz1080} i A_{wz1012} wyznaczone z prób równoległych, nie różniących się między sobą więcej niż o 3,0% w stosunku do stałych odważek 0,05 g dla dikamby i 0,085 g dla 2,4-D.

Zasadniczym wymaganiem jest, aby mierzone wartości A_{wz1080} i A_{wz1012} mieściły się w granicach $0,450 \div 0,530$. Jeśli przekraczają te granice, należy odpowiednio zmienić odważki wzorców, utrzymując stosunek ilościowy dikamby do 2,4-D w przybliżeniu jak 1:13 lub dobrać odpowiednią grubość kuwety.

5.4.6.6. Wykonanie oznaczania. Z naczynia do odważania cieczy odważyć na wadze analitycznej do rozdzielacza około $0,22 \div 0,24$ g próbki, dodać 5 cm^3 wody i dalej postępować jak przy przygotowaniu wzorca wg 5.4.6.4, aby otrzymać roztwór 3

odpowiadający pod względem mierzonej wartości absorpcji w przybliżeniu roztworowi 1.

Odważyć około 1,7 g próbki i postępując odpowiednio jak w 5.4.6.4, przygotować roztwór 4 odpowiadający wzorcowemu roztworowi 2.

Pomiary absorpcji próbki wykonać tak samo jak dla wzorców wg 5.4.6.5, wyznaczając średnie wartości absorpcji.

Zawartość 2,4-D (X_1) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_1 = \frac{A_{pr1080} \cdot 0,085 \cdot 100}{A_{wz1080} \cdot m_{pr}} \quad (12)$$

w którym:

A_{pr1080} — średnia wartość absorpcji roztworu badanej próbki dla maksimum położonego w okolicy 1080 cm^{-1} ,

A_{wz1080} — średnia wartość absorpcji roztworu wzorcowego dla maksimum położonego w okolicy 1080 cm^{-1} ,

m_{pr} — masa próbki, g.

Zawartość dikamby (X_2) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_2 = \frac{A_{pr1012} \cdot 0,05 \cdot 100}{A_{wz1012} \cdot m_{pr}} \quad (13)$$

w którym:

A_{pr1012} — średnia wartość absorpcji roztworu badanej próbki dla maksimum położonego w okolicy 1012 cm^{-1} ,

A_{wz1012} — średnia wartość absorpcji roztworu wzorcowego dla maksimum położonego w okolicy 1012 cm^{-1} ,

m_{pr} — masa próbki, g.

5.4.6.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć wartość średnią dwu oznaczeń równoległych, nie różniących się między sobą więcej niż o 1,5 dla 2,4-D i nie więcej niż o 0,2 dla dikamby.

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

5.6. Ocena wyników badań. Partię Aminopielików należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podanych w 5.1 są zgodne z wymaganiami w 3.1 i w 3.2.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Każda partia powinna mieć zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ROKITA.

2. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-73/MPCh/Og-3188.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

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

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowęjsłowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

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

PN-67/O-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-69/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

BN-72/6051-10 ark. 04 Metody badań pochodnych związków fenoksyetowych. Oznaczanie zawartości chlorków w solach sodowych lub potasowych kwasów chlorofenoksyetowych

BN-73/6411-03 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Bębny z poliolefin. Wymagania i badania

BN-72/6412-02 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Butelki. Ogólne wymagania i badania

BN-72/7161-49 Skrzynki z tarcicy do pestycydów w butelkach WT-4/71 Pojemniki 5 dm³ dla CPN (Warszawska Fabryka Tworzyw Sztucznych)

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27, ust. 4, p. 4 DKP)

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 20, poz. 84 z 1968 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r., w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. PRL nr 35, poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)

Przepisy o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministerstwa Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. Mon. Pol. nr 23, poz. 123

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji towarowej stanowiące załącznik nr 4 do Umowy SMG-S (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.)

Regulamin międzynarodowy do przewozu koleją towarów niebezpiecznych (RJD), stanowiący załącznik I do konwencji (CIM) (Dz. U. PRL nr 21, poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

Informacja nr 1/71 z dnia 21 maja 1971 r. w sprawie zasad i sposobów likwidacji niepełnowartościowych chemicznych środków wycofanych z obrotu handlowego oraz opróżnionych opakowań po tych środkach wydaną przez Centralę Rolniczą Spółdzielni „Samopomoc Chłopska” i Centrali Spółdzielni Ogrodniczych

4. Autor projektu normy — inż. Zofia Nowak, inż. Armin Lefler — NZPO ROKITA.