

Trifluralin

Trifluralin je v půdách perzistentní. Vytváří v aerobním prostředí velmi stabilní metabolity, které nelze dále mineralizovat. Rozklad probíhá většinou N-dealkylací, nitro-skupiny přechází na amino skupiny. Má vysoký bioakumulační potenciál $\log Pow = 5,07$ BCF, biologická odbouratelnost v půdách je: $DT50 = 170$ dní. Koeficient uhlík/voda $\log K_{oc} = 3,73$.

Standardizované metody stanovení

U.S. EPA 8270 Stanovení aldrinu, chlordanu, chlorfenvinfosu, 4,4'-DDT, 4,4'-DDE, 4,4'-DDD, dieldrinu, endosíranu (endosíranu I, II), endrinu

Tato technika je vhodná pro stanovení koncentrace 259 polotěkavých organických látek v extraktech půd, odpadů a podzemních vod. Metodika je aplikovatelná i na vody povrchové. 30 g pevného vzorku se extrahuje v ultrazvukové vodní lázni, poté se vzorek koncentruje na 1 ml, pro analýzu GC/MS se používá 10 μ l vzorku. Separace a determinace jednotlivých polutantů se provádí na GC/MS. Kolony GC mají následující rozměry: 30 m x 0,25 mm (nebo 0,32 mm), tloušťka 1 μ m, s vrstvou silikagelu. Vzorky půd jsou uchovány stejně jako v případě metody U.S. EPA č. 8080. Extrakt z půdních vzorků se připravuje z navážky 30 g, smícháním se směsí methylenchlorid:aceton (1:1) v ultrazvukové lázni, čas 3 min. Poté se extrakt dekantuje nebo filtruje. Extrakce se opakuje 2 – 3 x. Nakonec se extrakty spojí, vyčistí se kolonou, která obsahuje síran sodný a koncentrují se na objem 1 ml v K-D koncentrátoru. Roztok methylenchloridu s obsahem 50 ng/l dekafluorotrifenylfosfinu (DFTPP) je využíván pro ladění systému GC/MS každých 12 hod. Rozsah stanovení 660 – 3 330 μ g/kg sušiny.

U.S. EPA Method 1656 Gas chromatography of organo-halide pesticides

Metoda je určena pro stanovení organohalidových pesticidů a dalších vyjmenovaných látek ve vodách, kalech, sedimentech a půdách. V případě, že vzorek kalu obsahuje > 30 % sušiny, je připraven extrakt obsahující pouze 1 % sušiny. Vzorky půd jsou extrahovány acetonitrilem a methylen chloridem metodou 3350 (extrakce ultrazvukem) nebo superkritickou fluidní extrakcí (metoda 3562). Extrakt je zpětně extrahován 2% Na_2SO_4 , aby se odstranily vodorozpustné interferující látky. Dále je přečištěn metodami 3610, 3620 a 3640. Identifikace polutantů se provádí porovnáním retenčních časů.

ISO 14507:2005 Soil quality – Pretreatment of samples for determination of organic contaminants

Mezinárodní norma specifikuje 3 metody předúpravy vzorků půd v laboratoři před vlastním stanovením organických polutantů. Jsou zde uvedeny postupy s ohledem na chemický charakter stanovovaných látek: těkavé organické látky, polotěkavé organické látky – matrice obsahuje částice větší než 2 mm pa, má heterogenní distribuci kontaminantu v matrici, stanovení stabilních organických látek, velikost půdních částic je < 2 mm a polutanty jsou homogenně rozšířeny v matrici. Organické látky, které jsou stabilní mohou být připraveny pro analýzu podle ISO 11464.

ASTM D5369 – 93(2008)e1 ASTM D5369 – 93(2008)e1 Standard Practice for Extraction of Solid Waste Samples for Chemical Analysis Using Soxhlet Extraction

Je obecnou metodou pro extrakci organických látek z půd, sedimentů, kalů a jemnozrnných odpadů pomocí rozpouštědel. Metoda se používá pro určení celkového extrahovatelného obsahu (TSEC) – Soxhletova extrakce se uplatňuje hlavně při analýzách směsí (půdy/odpady), které vytváří emulze při přímém použití rozpouštědel. Pro organochlorové insekticidy se používá směs aceton/hexan (1:1).

Nestandardizované metody stanovení

Barcelo D. (1993): Techniques and instrumentation in analytical chemistry – Vol 13. Environmental analysis, Techniques, applications, and quality assurance. Elsevier, ISBN 0-444-89648-1. <http://reports.eea.europa.eu/92-9167-023-5/en/page023.html>

Pro stanovení trifluralinu v koncentraci 1 – 2 ng/l s chybou stanovení < 10 % se ve vodách standardně používá extrakce s cyklohexanem a stanovení HPLC (fluorimetrie).

Black, Evans D. D., White J. L., Ensminger L. E., and Clark F. E., eds. Methods of Soil Analysis., Vol 1 and 2, American Society of Agronomy, Madison, WI, 1982.

Calvez N.L., Bodineau L., Fischer J-C. (2002): Pesticides in Aqueous Samples by Gas Chromatography with Nitrogen-Phosphorus Detector. International Journal of Environmental and Analytical Chemistry, V.82, No. 10, 691-703.

Metoda je založena na mikroextrakci tuhou fází a používá GC s detektorem NPD pro stanovení pesticidů s obsahem organického dusíku. Z testovaných křemíkových vláken se ukázaly jako nejcitlivější z hlediska stanovení analytů 65 µm CW-DVB. Účinnost extrakce je ovlivňována podmínkami míchaní, obsahem solí a množstvím organického rozpouštědla. Za nejlepší podmínky lze považovat: vlákno 65 µm CW-DVB, doba extrakce 40 min., rychlé míchání a koncentrace NaCl 0,25 g/ml. Mez detekce pro trifluralin, simazin, terbuthylazin, kyanazin a pendimethalin 0,08 µg/l a reprodukovatelnost byla u většiny stanovení pod 10 %.