

1,2-dichlorethan (EDC)

1,2-dichlorethan je meziproduktem při výrobě trichlorethanu a fluorouhlovodíků, patří do skupiny alifatických chlorovaných uhlovodíků. 1,2-dichlorethan, známý také jako 1,2-etylendichlorid, dichloroetylen nebo etylendichlorid (EDC), se za pokojové teploty vypařuje a má příjemnou vůni a sladkou chuť. Je rozpustný ve vodě, rozpustnost se zmenšuje s počtem vázaných chlorů. Ve vodním prostředí se adsorbuje na tuhých fázích (na jílových minerálech, hydratovaných oxidech, sedimentech), chemicky je stálý. 1,2-dichlorethan se používá na výrobu vinylchloridu a chlorovaných rozpouštědel pro výrobu barev a laků. Používá se jako rozpouštědlo na tuky, klihy, lepidla, oleje, pryskyřice, vosky a při výrobě acetyl celulosy a tabákových extraktů. V medicíně se užívá jako inhalační anestetikum, v zemědělství jako součást pesticidů a fumigantů. Ve strojírenství je v prostředcích na odmašťování kovů, setkáme se s ním také v čisticích prostředcích na oděvy. 1,2-dichlorethan se také přidává do olovnatého benzínu za účelem odstranění olova (v ČR je olovnatý benzín zakázán). 1,2-dichlorethan poškozuje nervový systém, játra a ledviny. 1,2-dichlorethan je podle IARC pravděpodobným karcinogenem. K únikům 1,2-dichlorethanu do životního prostředí dochází v průběhu jeho výroby, transportu nebo při používání výrobků, které ho obsahují, kontaminovat může všechny složky prostředí.

Standardizované metody stanovení

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.

U.S. EPA Method 8010B Halogenated volatile organics by gas chromatography

Pro přípravu vzorku je možné použít běžné extrakční postupy pro těkavé látky. Pro kvantitativní stanovení dichlorethanu v půdách lze použít metody purge and trap (U.S. EPA Method 5035), dále automatickou statickou headspace metodu (U.S. EPA Method 5021 pro pevné vzorky) nebo uzavřenou vakuovou destilací (U.S. EPA Method 5032). Analyty jsou stanovovány metodou plynové chromatografie. Interní a externí kalibrace probíhá podle metody EPA 8000. Vyhodnocení probíhá na základě porovnání retenčních časů. Retenční čas první kolony je 11.21 minut, druhé kolony 12.57 minut. Mez detekce je 0,002 µg/l.

U.S. EPA Method 8021B Aromatic and halogenated volatiles by gas chromatography using photoionization and/or electrolytic conductivity detectors

Metoda je určena pro stanovení těkavých aromatických a chlorovaných látek v pevných vzorcích, především v odpadních materiálech, ale je možné ji použít pro analýzu těkavých organických látek v půdách. Extrakce tetrachlorethanu z půdy se provádí metodou purge and trap (U.S. EPA Method 5035), headspace (U.S. EPA Method 5021) nebo vakuovou destilací (U.S. EPA Method 5032). Stanovení je provedeno plynovou chromatografií s fotoionizačním detektorem (PID) a Hallovým konduktometrickým detektorem (HECD) sériově zapojenými nebo v případě analýzy pouze halogenovaných těkavých látek je možné použít pouze HECD. Kolona pro chromatografické stanovení by měla mít délku 60 m a stacionární fáze by měla být vhodná pro analýzu těkavých látek (VOCOL, SPB-624 nebo ekvivalentní).

U.S. EPA Method 8240B:1996 Volatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS)

Metoda je použitelná pro pevné matrice bez ohledu na obsah vlhkosti (půdy, sedimenty, kaly, odpadní rozpouštědla, olejové odpady atd.). Pro přípravu vzorku je možné použít běžné extrakční postupy pro těkavé látky. Pro kvantitativní stanovení dichlorethanu v půdách lze použít metody purge and trap (U.S. EPA Method 5035), dále automatickou statickou headspace metodu (U.S. EPA Method 5021 pro pevné vzorky) nebo uzavřenou vakuovou destilaci (U.S. EPA Method 5032). Analyty jsou stanovovány metodou plynové chromatografie s hmotnostní detekcí. Metoda je použitelná pro většinu těkavých organických látek s bodem varu pod 200 °C. Hmotnostní spektrometr musí být schopen scanování v rozsahu 35 – 270 amu každou sekundu nebo rychleji s elektronovou ionizací (70 eV). Detekční limit metody je v případě použití standardní kvadrupolové MS analýzy a purge and trap metody 5 µg.kg⁻¹. Kvantifikace se provádí na základě srovnání velikosti odezvy hlavního iontu a interního standardu. Doporučené vnitřní standardy jsou fluorbenzen, chlorbenzen-d₅, 1,4-dichlorobenzen-d₄, doporučené surrogate standardy jsou toluen-d₈, 4-bromfluorbenzen, 1,2-dichlorethan-d₄.

U.S. EPA Method 8260A Volatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS)

Metoda je použitelná pro pevné matrice bez ohledu na obsah vlhkosti (půdy, sedimenty, kaly, odpadní rozpouštědla, olejové odpady atd.). Pro přípravu vzorku je možné použít běžné extrakční postupy pro těkavé látky. Pro kvantitativní stanovení dichlorethanu v půdách lze použít metody purge and trap (U.S. EPA Method 5035), dále automatickou statickou headspace metodu (U.S. EPA Method 5021 pro pevné vzorky) nebo uzavřenou vakuovou destilaci (U.S. EPA Method 5032). Analyty jsou stanovovány metodou plynové chromatografie s hmotnostní detekcí, případně s kryofokusací. Metoda je použitelná pro většinu těkavých organických látek s bodem varu pod 200 °C. Hmotnostní spektrometr musí být schopen scanování v rozsahu 35 – 270 amu každou sekundu nebo rychleji s elektronovou ionizací (70 eV). Detekční limit metody je v případě použití standardní kvadrupolové MS analýzy a purge and trap metody 5 µg.kg⁻¹. V případě použití hmotnostního spektrometru s iontovou pastí může být dosaženo limitů nižších. Kvalitativní vyhodnocení se provádí na základě shody hmotnostního spektra analytu s hmotnostním spektrem standardu. Kvantifikace se provádí na základě srovnání velikosti odezvy hlavního iontu a interního standardu. Doporučené vnitřní standardy jsou fluorbenzen, chlorbenzen-d₅, 1,4-dichlorobenzen-d₄, doporučené surrogate standardy jsou toluen-d₈, 4-bromfluorbenzen, 1,2-dichlorethan-d₄.

U.S. EPA 1699 Stanovení atrazinu, chlorpyrifosu, dieldrinu, aldrinu, endrinu, endosíranu, 4,4'-DDT, 2,4'-DDE, 4,4'-DDE, 4,4'-DDD, o,p'-DDT, p,p'-DDT a jiných pesticidů

Tato metoda zahrnuje extrakci vzorku, extrakty jsou koncentrovány odpařením na rotační vakuové odparce nebo pomocí odpařovače Kuderna-Danish. Extrakty jsou poté ve vhodném rozpouštědle injektovány do HRGC/HRMS (objem 20 µl). Extrakty je nutné čistit – aminopropylenové a mikrosilikagelové kolony, popř. gelová permeační chromatografie. Pokud v extraktu jsou stanovovány organochlorované pesticidy je vhodné pro další čištění použít silikagel Florisil nebo oxid hlinitý. Bezprostředně před injektáží nabarvený interní standard je přidáván ke každému extraktu. Analyt je separován GC a detekován vysoce-rezoluční hmotnostní spektrometrií – monitoruje se *m/z* pro každou stanovovanou komponentu. Jednotlivé pesticidy jsou identifikovány srovnáním GC retenčního času a iontové abundance s korespondenčním retenčním časem autentického standardu a teoretickým nebo požadovaným poměrem *m/z*. Interference – činidla, sklo, chemikálie mohou být zdrojem interferencí – z hlediska jejich možné kontaminace. Mohou se projevovat interference látek, které jsou společně extrahovány s pesticidy – PCB, chlorované a bromované dibenzodioxiny a dibenzofurany, methoxybifenyly, bromované bifenylestery apod. Tyto látky musí být eliminovány čistícími procedurami. Detekční limity jsou závislé na úrovni interferencí spíše než na instrumentálních limitacích (stanovovány jsou metodou 40 CRF 136, appendix B).