

CHROM. 12,674

Note

Zur Rückstandsbestimmung von 2,6-Dichlorbenzonitril aus Boden und Wasser

F. HERZEL

Bundesgesundheitsamt, Institut für Wasser-, Boden- und Lufthygiene, Corrensplatz 1, Postfach 1, Berlin 33 (B.R.D.)

(Eingegangen am 3. Januar 1980)

2,6-Dichlorbenzonitril, als Herbizid auch Dichlobenil genannt, wird bei der Bekämpfung von Unkräutern auf den verschiedensten Gebieten eingesetzt. Seine Rückstandsbestimmung wird nach Extraktion aus dem jeweiligen Substrat gewöhnlich gaschromatographisch vorgenommen, weil die Substanz am Elektroneneinfang-Detektor eine hohe Empfindlichkeit besitzt.

Ist die zu untersuchende Wasserprobe stärker verschmutzt oder sollen Böden untersucht werden, so erhält man Extrakte, die meist nicht ohne aufwendige Vorreinigung gaschromatographisch gemessen werden können. Beynon *et al.*¹ schlagen daher als cleanup-Verfahren die Kaliumpermanganat-Oxidation, eine Wasserdampfdestillation sowie dünn- oder säulenchromatographische Operationen vor.

EXPERIMENTELLES

Beschreibung des Verfahrens

Auf der Suche nach einer für den vorgesehenen Zweck geeigneten Abtrennmethode von Störstoffen fanden wir heraus, dass sich die relativ hohe Flüchtigkeit von 2,6-Dichlorbenzonitril mit Wasser zu seiner Eliminierung aus wässrigen oder wasserhaltigen Medien durch Destillation heranziehen lässt. Dabei genügt es, 20–30% der Wasserprobe überzudestillieren, da schon die ersten Anteile des von den polaren Verunreinigungen befreiten Destillats das Nitril enthalten; die aus dem Destillat erhaltenen organischen Extrakte sind überraschend sauber. Insbesondere bei der Untersuchung von Böden erweist sich das Verfahren als leistungsfähig. Die Bodenprobe wird hierbei mit einem Überschuss an reinem Wasser versetzt und ein Teil davon überdestilliert.

Versuchsdurchführung

In einer Destillationsapparatur mit Liebig-Kühler werden 800 ml der Wasserprobe im 1-l Rundkolben zum Sieden gebracht und etwa 200 ml überdestilliert. Gegen Ende der Destillation wird die Kühlung abgestellt, bis die Dampfphase das Ende des Destillationsvorstosses erreicht hat. Auf diese Weise werden eventuell an den kühlen Teilen des Kühlers kondensierte Spuren an Wirkstoff in die Vorlage getrieben.

Für Bodenuntersuchungen werden in den 1-l-Rundkolben der Apparatur 700 ml reines Wasser eingefüllt und 100 g der Bodenprobe hinzugegeben. Die

Destillation läuft auf diese Weise bei mässigem Erhitzen ohne ein nennenswertes Stossen des Kolbeninhaltes ab. Um einen Übergang von anfänglich bei bestimmten Böden zuweilen auftretendem Schaum in das Destillat zu vermeiden, kann erforderlichenfalls ein grösserer Kolben verwendet oder ein kurzes, weithumiges Steigrohr zwischen Kolben und Destillationsaufsatz eingesetzt werden. Das wurde in unseren Versuchen aber nur dann erforderlich, wenn der Boden-Anteil des Gemisches wesentlich erhöht worden war. Die Destillation wird ansonsten wie oben beschrieben durchgeführt.

Zur Extraktion des Nitrils aus dem Destillat wurde ein Schnellverfahren angewandt, bei dem hier 250 ml-Messkolben als Schüttelgefässe eingesetzt wurden². Als Extraktionsmittel dienten 5 ml Toluol, von denen sich bei der Extraktion 0.15 ml im Wasser lösen, so dass das Endvolumen des Extraktes 4.85 ml beträgt. Nach dem Schütteln wurden aus dem Hals des Messkolbens von der überstehenden Toluol-Phase 1–2 μ l entnommen und der Gehalt an Nitril unmittelbar gaschromatographisch gemessen.

Gaschromatographische Bedingungen

Die Glassäule hatte 1.5 m Länge und 2 mm I.D. Die Säulenfüllung war 2% OV-101 + 3% QF1 auf Chromosorb W AW DMCS (80–100 mesh). Die Temperaturen waren: Injektor, 170 °C; Säulenofen, 125 °C; Detektorofen, 190 °C. Detektor: Elektroneneinfangdetektor, Tritium; Trägergas: Stickstoff, 30 ml/min.

RESULTATE

Das Verfahren wurde mit Leitungswasser, überdurchschnittlich verschmutztem Oberflächenwasser sowie mit 4 verschiedenen Bodenarten geprüft, denen Dichlorbenzonitril-Konzentration von 1–200 μ g/kg bzw. Liter zugesetzt worden waren. Nach Zusatz des Wirkstoffs zu den Böden wurden diese über Nacht verschlossen stehen gelassen. Die Wiederfindungsraten lagen sowohl bei den Wässern als auch bei den Böden zwischen 92 und 93%.

LITERATUR

- 1 K. J. Beynon, L. Davis, K. Elgar und A. N. Wright, *J. Sci. Food Agr.*, 17 (1966) 151.
- 2 F. Herzel, *Chem. Labor Betrieb*, 27 (1976) 171.