

Diieldrin

Diieldrin je halogenovaný (chlorovaný) insekticid, který se používal proti molům, klíšťatům, termitům a dalšímu hmyzu, je toxický pro savce. V 80. letech 20. století byl zakázán, v ČR se nevyráběl ani nepoužíval. Diieldrin poškozujee imunitní a reprodukční systém.

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.

ISO 10382:2002 Soil quality – Determination of organochloride pesticides and polychlorinated biphenyls. Gas chromatographic method with electron capture detection

Metoda popisuje kvantitativní stanovení sedmi polychlorovaných bifenyly a sedmnácti organochlorovaných pesticidů v půdách. Je použitelná pro všechny typy půd. Vzorek je extrahován směsí aceton/petrolether, extrakt je přečištěn sloupcovou chromatografií (Al₂O₃) a stanoven metodou GC/ECD nebo GC/MS. V případě použití ECD je vhodné použít jinou GC (dvourozměrnou) metodu pro konfirmaci.

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 % Na₂SO₄ aby se odstranily vodorozpustné interferující látky. Dále je přečištěn metodami 3610, 3620 a 3640. Identifikace polutantů se provádí porovnáním retenčních časů.

U.S. EPA 1699 Stanovení atrazinu, chlorpyrifosu, diieldrinu, 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 – na aminopropylenové a mikrosilikagelové koloně, popř. gelovou permeační chromatografií. Pokud jsou v extraktu 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*. Zdrojem interferencí mohou být z hlediska jejich možné kontaminace činidla, sklo, chemikálie. 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).

U.S. EPA 8080 Stanovení aldrinu, chlordanu, 4,4'-DDT, 4,4'-DDE, 4,4'-DDD, dieldrinu, endosíranu (endosíranu I,II), endrinu pomocí GC/ECD

Tato metoda je užívána pro stanovení koncentrace různých organochlorovaných pesticidů a polychlorovaných bifenylyů v extraktech půd, sedimentů, vod a podzemních vod. Metodika umožňuje stanovit 26 pesticidů a Aroclorové směsi (PCB). Extrakce vzorků se provádí n-hexanem, po extrakci se injektuje 2 – 5 μl vzorku do GC a analyt se separuje a detekuje pomocí ECD nebo elektrolytickým kondukčním detektorem (HECD). Interference způsobují látky, které jsou extrahovány společně s pesticidy a PCB, jedná se především o estery ftalátů. Interference ftalátů a jejich směsí jsou eliminovány pomocí HECD detektorů. Stanovení se provádí na plynovém chromatografu s detektorem ECD nebo HECD, kolony musí být následujícího typu: kolona I. – Supelcoport (100/200 mesh) pokryté 1,5 % SP 2250 a 1,95 % SP-2401, rozměr kolony 1,85 m x 4 mm, provedení sklo. Kolony II – Supelcoport (100/120 mesh) pokryté 3 % OV-1, rozměr 1,8 m x 4 mm, provedení sklo. Mez detekce 0,004 μg/l, koncentrační rozsah 0,5 – 30 μg/l. Citlivost metody závisí na koncentraci interferujících substancí, na typu použitého detektoru. Vzorky půd se uchovávají před analýzou v širokohrdlých skleněných lahvích s víčkem nebo v teflonových nádobkách. Láhev na uchování vzorků je nutné před použitím promýt destilovanou vodou a methanolem. Láhve se vzorky se uchovávají při teplotě do 4 °C. 30 g půdního vzorku se smíchá se 100 ml směsí methylenchloridu a acetonu (1:1) a směs se extrahuje v ultrazvukové lázni. Poté se kapalná část dekantuje a filtruje. Extrakt se vyčistí průchodem kolonou s anhydričným síranem sodným a koncentruje se v K-D koncentrátoru. Odparek se rozpustí v 50 ml n-hexanu a směs se koncentruje na 1 ml, poté se rozředí na 10 ml a uchovává se při 4 °C do doby analýzy na GC.

U.S. EPA 8081B Organochlorine pesticide by GC

Metoda 8081 může být užita pro stanovení pesticidů v extraktech vzorků pevných a kapalných pomocí GC s ECD (detektor elektronového záchytu) nebo ELCD (elektrolytický konduktivní detektor). Technika umožňuje stanovit aldrin, chlordan, 4,4'-DDT, 4,4'-DDE, 4,4'-DDD, dieldrin endosíran (I a II), endrin. Dále mohou být stanoveny i alachlor, mirex, nitrofen a další pesticidy. 20 – 30 g vzorku je extrahováno směsí hexan:aceton (1:1) nebo methylenchlorid:aceton (1:1) pomocí některé z těchto metod: 3540 (Soxhletova extrakce), 3541 (automatizovaná Soxhletova extrakce), 3545 (tlaková kapalná extrakce), 3546 (mikrovlnná extrakce), 3550 (ultrazvuková extrakce), 3562 (superkritická fluidní extrakce). Po extrakci je vzorek čištěn od interferujících látek např.oxidem hlinitým (metoda 3610), Florisilem (metoda 3620), silikagelem (3630), gelovou permeační chromatografií (metoda 3640) a pro odstranění síry se používá metoda 3660. Po vyčištění je extrakt analyzován injektáží alikvotu do plynového chromatografu a analyzován buď GC/ECD nebo GC/ELCD. Kvantifikace se provede na základě kalibrační křivky se standardními roztoky.

Interferenci mohou způsobit kontaminovaná rozpouštědla, chemikálie, činidla, vzorky, přístrojové vybavení (kolony, nosný plyn, povrch detektoru apod.). Interference esterů ftalátů mohou vzniknout během přípravy vzorků (nepoužívat plastové obaly, nádobí apod.). Síra způsobuje na chromatogramu široké píky, proto musí být ze vzorku (hlavně sedimentů) odstraňována. Dále interferují pryskyřice, vosky a lipidy, které se odstraňují gelovou permeační chromatografií (metoda 3640). Pokud jsou ve vzorku přítomné i jiné halogenované substance, mohou také interferovat. Pro jejich odstranění se používají následující metody 3630 (silikagel) – odstranění chlorofenolů, 3620 (Florisil) nebo 3610 (oxid hlinitý). PCB jsou odstraňovány metodou 3620 a 3630.

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 μl 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 μm, 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 µg/kg sušiny.

Nestandardizované metody stanovení

Fatoki O.S., Awofolu R.O. (2003): Methods for selective determination of persistent organochlorine pesticide residues in water and sediments by capillary gas chromatography and electron-capture detection, Journal of Chromatography A, 983, 225-236.

Vzorky půd a sedimentů mohou být extrahovány buď pomocí Soxhletovy extrakce nebo mikrovlnné extrakce. Jako rozpouštědlo se nejčastěji užívá petrolether, hexan nebo dichlormethan. Extrakce vzorků u obou procedur probíhá obdobně jako u jiných metod. Získané extrakty jsou analyzovány na plynovém chromatografu s detektorem elektronového záchytu, na kapilárních kolonách naplněných SiO₂ (30 m x 0,53, tloušťka filmu 0,2 µm). Injektáž vzorku (1 µl) se provádí manuálně, teploty injektoru a detektoru jsou 250 °C a 350 °C. Teplota je udržována na 120 °C, a poté je zvyšována s rychlostí 20 °C/min. na 150 °C, a pak až na 250 °C, s rychlostí 5 °C/min. Jako nosný plyn se používá hélium, jako maskující dusík. Rychlost toku nosného plynu je 2 ml/min. a maskujícího 28 ml/min.

Gonçalves C., Carvalho J.J., Azenha M.A., Alpendurada M.F. (2006): Optimization of supercritical fluid extraction of pesticide residues in soil by means of central composite design and analysis by gas chromatography – tandem mass spectrometry, Journal of Chromatography A, 1110, 6-14.

Vzorky půd jsou extrahovány pomocí superkritické extrakce. Superkritická extrakce poskytuje mnoho výhod – rychlost, jednoduchost, vysokou selektivitu a dobrou extrakční účinnost. Superkritická extrakce nevyžaduje čistící proceduru, je vhodná pro teplotně labilní komponenty, jedná se o automatizovanou proceduru, která nevyžaduje přítomnost organických rozpouštědel, popř. ji minimalizuje. Půdní vzorky před analýzou jsou usušeny při 40 °C, prosítovány (velikost zrn 500 µm) a udržovány při teplotě 4 °C. Extrakce se uskutečňuje v Inco SFE Systému (Isco Europe, Hengoed, UK), který se skládá z superkritického kapalinového extraktoru SFX 220, z kontroléru SFX 200, dvou pump (model 260 D) a z omezovače teploty. Omezovač teploty je nastaven na 90 °C, extrakční komora je tvořena nerezovou nádobkou o objemu 2,5 ml, která pojme 2,3 g vzorku s přidavkem anhydričského síranu sodného. Experimentální podmínky extrakce–teplota omezovače, množství rozpouštědla, tlak, teplota, procento složení modifikátoru, extrakční čas a objem superkritické kapaliny jsou nastaveny na maximální operační účinnost. Extrakt se poté rozředí s 12 ml rozpouštědla a odpaří se do sucha v mírném proudu dusíku a rozpustí se v octanu ethylnatém. Pro analýzu se injektuje 1 µl vzorku. Analýza se vykoná na plynovém chromatografu s teplotně programovaným injektorem, kapilárními kolonami (30 m x 0,25 mm, 0,25 µm tloušťka filmu) – ChromPack. Teplota injektoru je udržována na 250 °C, jako nosný plyn a kolizní plyn (pro iontovou past) se používá helium s rychlostí toku 1 ml/min. Teplotní program pro analýzu je následující – počáteční teplota 80 °C (udržována 2 min.), rychlost zvyšování teploty 15 °C/min. až do dosažení 180 °C (zdržení 4 min.), poté rychlost růstu teploty 7 °C/min do 220 °C (udržování 6 min), nakonec rychlost zvyšování teploty 20 °C/min do 290 °C (zdržení 1 min.). Detekce pesticidů probíhá pomocí iontové pasti hmotnostního spektrometru (Saturn 2000) s elektronovou nárazovou ionizací a MS-MS fragmentací iontů. Axiální modulační amplituda napětí je 3,7 V pro optimální rozlišení a napětí elektronového násobiče je 1 800 V. Touto technikou lze kromě výše vyjmenovaných pesticidů stanovit i rezidua atrazinu, lindan, metolachlor, pendimethalin, endosíran, rezidua DDT, metalaxyl, quinafos, prokymidon, benalaxyl. Detekční limity pro jednotlivé látky jsou následující: Atrazin je 0,5 µg/kg,alachlor 0,3 µg/kg, chlorpyrifos 0,1µg/kg, endosíran 0,6µg/kg, dieldrin 0,4 µg/kg.

Helaleh M.I.H., Al-Oair A., Ahmed N., Veval B. (2005): Quantitative determination of organochlorine pesticides in sewage sludges using soxtec, soxhlet and pressurized liquid extraction and ion trap mass-mass spectrometric detection, Analytical Bional. Chem., 382, 1127-1134.

Vzorky jsou uchovávány ve skleněných lahvích, promytých acetonem a hexanem, zamražené. Před analýzou jsou vzorky sušeny při 40 °C, rozemlety a prosety. Vzorky jsou extrahovány buď Soxhletovou, Soxtecovou extrakcí nebo PLE (tlaková kapalinová extrakce). V případě Soxhletovy extrakce se 2,5 g homogenizovaného vzorku smíchá se 150 ml směsí dichlormethan:hexan (1:1, v/v) a směs se extrahuje 18 hod. Poté se extrakt odpaří při 40 °C na objem 1 ml. V případě Soxtecovy extrakce se 2,5 g vzorku extrahuje s 50 ml směsí dichlormethan:hexan (1:1, v/v), před koncem extrakce se přidá kousek mědi (0,5 cm). Měď se přidává ke vzorku pro odstranění síry a lipidů. Měď se aktivuje 30% HCl po dobu 30 s, pak se promyje acetonem a n-hexanem. Celkově extrakce trvá 3 hod. (2 hod. – extrakce, 1 hod. – promývání). Teplota je nastavena na 155 °C. PLE se vykonává v akcelerovaném extraktoru Dionex ASE ve 33 ml nerezových nádobkách. 2,5 g půdy se smíchá se 3 g hydromatice (vysušený agent) a extrahuje se 60 ml směsí dichlormethan:aceton (1:1) po dobu 20 min. ASE podmínky jsou následující: teplota 100 °C, čas zahřívání 5 min., statický čas 3 min., plyn – čistý dusík, počet cyklů – 3 a celkový objem extraktu 60 ml.

Analýza extraktů se provádí na GC chromatografu v kombinaci s hmotnostním spektrometrem s iontovou pastí. Separace vzorku probíhá na DB-5MS kolonách se silikagelem (30 m x 0,32 µm s tloušťkou filmu 0,1 mm). Vzorky jsou dávkovány automatickým dávkovacím zařízením. Jako nosný plyn se používá hélium s rychlostí toku 1 ml/min. Teplotní program pro kolony je následující : 70 °C po dobu 3,5 min, rychlost zvyšování 25 °C/min až na 180 °C, doba zdržení 10 min, a pak zvýšení při rychlosti 10 °C/min na 300 °C. Vzorek se injektuje v množství 1 µl. Operační podmínky iontové pasti jsou podrobně uvedeny v textu Helaleh et al., 2005. Optimální excitací napětí pro CID krok byly stanoveny experimentálně. Parametry pro MS jsou optimalizovány takto – aktuální napětí 80 µA, elektronové násob.napětí 1 550 V, axiální modulace 40 V, teplota pasti 250 °C, teplota transferu 280 °C. Nejrychlejší extrakce je dosažena při použití PLE (20 min.), tato extrakce spotřebovává nejméně rozpouštědel.

Lesuer C., Gartner M., Mentler A., Fuerhacker M. (2008): Comparison of four methods for the analysis of 24 pesticides in soil samples with gas chromatography-mass spectrometry and liquid chromatography-ion trap-mass spectrometry, Talanta 75, 284-293.

Extrakce půdních vzorků se provádí pomocí DIN EN 12393. Tato technika umožňuje stanovit v půdních vzorcích kromě výše vyjmenovaných pesticidů i methylchlorpyrifos, desethylatrazin, deltametrin, lindan, simazin, trifluralin, vinklozolin. GC-MS analýza je vykonávána na HP GC-MS modelu 6890 N, který je spojen s 5973 N hmotnostním selektivním detektorem. Separace se provádí na HP 5 MS kolonách (30 m x 0,25 mm), s náplní silikagel, tloušťka filmu 0,25 µm. Jako nosný plyn se používá hélium, injektuje se 1 µl, teplota injektoru je 280 °C. GC operuje v následujícím teplotním program: Počáteční teplota 70 °C, která se udržuje 2 min., rychlost zvyšování teploty 25 °C/min. až do 150 °C, poté následuje zvyšování teploty s krokem 3 °C/min. až do 200 °C, poté je rychlostní krok 8 °C/min. až do dosažení teploty 280 °C, která se udržuje 10 min., poté se teplota zvyšuje na 320 °C s rychlostí 15 °C/min. a udržuje se 2,47 min. Teplota rozhraní se udržuje na 320 °C, teplota iontového zdroje 250 °C, teplota kvadrupólu je 150 °C a hmotností spektra jsou získávána při energii 70 eV. Analýzy se uskutečňují v plném skenovacím SIM módu. Limit detekce pro atrazin je 5 ng/g, pro chlorfenvinfos 8,7 ng/g, chlorpyrifos 10 ng/g, dieldrin 35 ng/g.

Richter P., Sepúlveda B., Oliva R., Calderón K., Seguel R. (2003): Screening and determination of pesticides in soil using continuous subcritical water extraction and gas chromatography-mass spectrometry. Journal of Chromatography A, 994, 169-177.

Vzorek půdy je před extrakcí usušen na vzduchu, prosítován na velikost zrn 2 mm a homogenizován. Uchováván je v tmavých láhvích, nejlépe při 4 °C. 300 mg půdního vzorku se umístí do extrakční komůrky umístěné uvnitř hliníkové komory – pece, která je spojena s tepelným zařízením umístěným

na horní části komory (je elektronicky kontrolována termočlánkem, dokud není dosažena teplota 270 °C). Poté je voda pumpována systémem k extrahování analytu z půdy při rychlosti toku 2 ml/min po dobu 25 nebo 90 min. Po superkritické extrakci jsou pesticidy ve vodné fázi transferovány pro uskutečnění extrakce kapalina-kapalina s 5 ml dichlorethanu před analýzou GC/MS. Obsahy jednotlivých pesticidů jsou vyhodnoceny na základě interní kalibrace za použití standardů.

Rodil R., Popp P. (2006): Development of pressurized subcritical water extraction combined with stir bar sorptive extraction for the analysis of organochlorine pesticides and chlorobenzenes in soil., Journal of Chromatography A, 1124, 82-90.

Tato metodika stanovuje výše zmíněné organochlorové pesticidy pomocí GC/MS. Pro úpravu vzorku půdy využívá PSWE (voda-acetonitril, 75:25), která je následována SBSE a GC/MS stanovením. Procedura nabízí rychlou a jednoduchou metodu pro stanovení organochlorových pesticidů. Extrakce není časově náročná. Optimalizované podmínky extrakce – 10 g půdy je extrahováno směsí voda-acetonitril (75:25, v/v) po dobu 180 min. při míchací rychlosti 1 000 rpm, po extrakci se zařízení propojí s termodesorpční tubou GC-MS. Termodesorpce probíhá za následujících podmínek: desorpční teplota 250 °C, rychlost toku hélia 150 ml/min., desorpční čas 5 min. Transferová linie mezi termodesorpčním zařízením a studeným injekčním systémem (CIS) je nastavena na 250 °C. Po desorpci CIS podmínky jsou následující: teplota – 20 °C, následuje ohřátí na 250 °C (čas 2 min.) při rychlosti 10 °C/s. Kapilární kolony (30 m x 0,25 mm, 0,25 µm tloušťka) byly užity pro následující program: 50 °C, 2 min. isotermálně, 15 °C/min do 160 °C, 2 min. isotermálně, pak 5 °C/min do 280 °C a udržování 4 min. Nosným plynem je hélium s rychlostí toku 1 ml/min. Kvantifikace vzorku byla provedena interní kalibrací. Procedura poskytuje limit detekce 0,002 – 4,7 ng/g pro všechny sledované komponenty.

Singh K., P., Malik A., Sinha S. (2007): Persistent organochlorine pesticide residues in soil and surface water of northern Indo-Gangetic alluvial plains. Environ.Monit.Assess. 125, 147-155.

20 g na vzduchu usušené půdy se extrahuje v Soxhletově aparatuře se 100 ml směsí n-hexan:dichlormethan (7:3, v/v) po dobu 6 hod. Extrakt je poté zbaven vlhkosti pomocí anhydričského síranu sodného s následným odpařením do sucha na vakuové rotační odparce. Odparek se rozpustí ve 2 ml n-hexanu. Analýza pesticidů a jejich reziduí je vykonána na GC/ECD s kapilárními kolonami s náplní silikagel (30 m x 0,32 mm s tloušťkou filmu 0,25 µm). Jako nosný plyn se používá dusík s rychlostí toku 2 ml/min., operační teplota injekčního portu a detektoru je 300 °C a 220 °C. Limit detekce pro aldrin, rezidua chlordanu, rezidua DDT je 100 ng/l, pro dieldrin, endrin je 50 ng/l, pro HCB je 10 ng/l, pro α-HCH je 50 ng/l a pro β-HCH a γ-HCH je 100 ng/l.

Tor A., Aydin E.M., Özcan S. (2006): Ultrasonic solvent extraction of organochlorine pesticides from soil, Analytica Chimica Acta 559, 173-180.

Pesticidy ze vzorků půdy lze extrahovat několika způsoby:

- Třepáním vzorku s extrakční směsí – 10 g půdy se suspenduje v 50 ml směsí petrolether:aceton (1:1, v/v) třepáním na horizontální třepačce po dobu 3 hod. Extrakt se poté filtruje a koncentruje se na objem 1 ml pomocí rotační vakuové odparky a dusíkového proudu.
- Soxhletova extrakce – 10 g půdy se umístí do baňky extrakční aparatury a extrahuje se 150 ml směsí petrolether:aceton (1:1, v/v) podobu 4 hod. Extrakt se poté filtruje, zkoncentruje na objem 1 ml.
- 10 g půdy se sonifikuje 20 min. s 20 ml rozpouštědla (petrolether-aceton, 1:1), při frekvenci 35 kHz, 320 W). Poté se extrakt filtruje (Whatmanův filtr) a redukuje se na objem 2 ml pomocí vakuové rotační odparky při 40 °C, poté se upraví proudem dusíku na 1 ml. Koncentrovaný extrakt se transferuje na předčištěnou kolonu a provede se eluce.

U všech extrakčních procedur, je po jejich ukončení nutná čistící procedura, poté se může provést analýza na GC. Kolona (30 cm délka, 10 mm průměr) pro čištění se připraví podle techniky popsané Jaouen-Madouet et al., 2000. Náplň kolony tvoří oxid hlinitý, který se aktivuje 3 hod. sušením při 210

°C, deaktivuje se 2 % H₂O. Oxid hlinitý se promyje 50 ml n-hexanu před aplikací extraktu. Eluce extraktu (1 ml) se provádí 100 ml směsí n-hexan:octan ethylnatý (7:3, v/v), vzniklý extrakt se znovu koncentruje na objem 1 ml. Stanovení jednotlivých pesticidů probíhá na GC s automatickým dávkovačem vzorků, na kolonách naplněných silikagelem (30 m x 0,25 mm, tloušťka 0,25 μm). Jako nosný plyn se používá dusík (rychlost toku 1,23 ml/min). Teploty injektoru a detektoru jsou 280 °C a 300 °C. Vyhodnocení se provede na základě kalibrace za použití standardních roztoků. Limity detekce pro všechny stanovované pesticidy jsou v rozmezí 1,6 – 3,4 μg/kg.

Nagami H. (1997): Dieldrin a chlornane residue in agriculture fields, Bull. Environ. Toxicol. 59, 383-388.

Půdní vzorky (10 g) jsou zváženy, přidá se 50 ml acetonu a směs se třepe 30 min. Suspenze se filtruje, rezidua se promyjí 5 ml acetonu třikrát. Filtráty se spojí, přidá se 50 ml n-hexanu a 100 ml 10% NaCl a směs se třepe 5 min. Poté se extrakt rozdělí na děliče, vrchní vrstva se promyje 50 ml 10% NaCl (3 x), spodní vrstva se odstraní. Promytý roztok se dehydratuje přídatkem 20 g anhydričkého síranu sodného a odpaří se. Rezidua se rozpustí ve 2 ml n-hexanu a roztok se pročistí na koloně s Florisilem (10% w/v hydratovaný). Kolona se promývá 30 ml směsí diethylether:n-hexan (5:95) a eluát se odpaří. Rezidua se rozpustí v n-hexanu a provede se analýza na GC/ECD. Detekční limit je 0,001 μg/g sušiny. GC analýza se uskutečňuje za následujících podmínek – kolony DB-17 a DB-1 0,25 μm x 0,25 mm x 30 m, nosný plyn – hélium, tlak 150 kPa, teplota 230 °C, injektáž 3 μl vzorku. Blíže jsou podmínky GC analýzy specifikovány v textu Nagami (1997). Vyhodnocení obsahu dieldrinu a chlordanu se uskutečňuje pomocí kalibrace.