

Endosulfan

Stanovení endosulfanu

Endosulfan patří do skupiny chlorovaných cyklodienů. Je cyklickým esterem kyseliny siřičité. Chemicky jde o (hexachlorbicyklohept-2-en-5,6-diyl)dimethanol, cyklický sulfit (je nutno dodat, že v literatuře se někdy systematické názvy endosulfanu liší). Sumární vzorec je $C_9H_6Cl_6O_3S$. Endosulfan má jednak účinky insekticidní a jednak akaricidní. Kromě toho působí jako endogenní disruptory. V prostředí je velmi stabilní a má proto tendenci hromadit se v prostředí. Ve většině zemí se již nepoužívá.

Pro stanovení endosulfanu ve vodě je k dispozici mezinárodní norma:

- ČSN EN ISO 6468 (75 7580) Jakost vod – Stanovení některých organochlorových insekticidů, polychlorovaných bifenyly a chlorbenzenů – Metoda plynové chromatografie po extrakci kapalina-kapalina. Datum vydání: Červenec 1998.

Podstata zkoušky spočívá v extrakci organochlorových insekticidů (včetně endosulfanu), chlorbenzenů a PCB vhodným rozpouštědlem, jejich zkoncentrování a případném čištění a v následující plynové chromatografii s kapilární kolonou. Pracuje se s detektorem elektronového záhytu. Ohřev kolony musí umožňovat isotermální a teplotně programovatelný provoz. Vhodnými extrakčními činidly jsou hexan, petrolether nebo heptan. Extrakty se podle potřeby čistí na koloně v oxidem hlinitým nebo silikagelem. Výsledky se udávají v $\mu\text{g/l}$. U hmotnostních koncentrací nižších než $0,01 \mu\text{g/l}$ se výsledky zaokrouhlují na jednu platnou číslici. U vyšších koncentracích na dvě platné číslice. Mez detekce pro endosulfan se podle provedení pohybuje od 1 ng/l do 10 ng/l .

Jmenovitě je stanovení endosulfanu uvedeno také v amerických standardních metodách a v metodách EPA:

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Vydání 21. APHA, AWWA a WEF, Washington 2005.

Endosulfan se stanovuje po extrakci dichlormethanem plynovou chromatografií s hmotnostně spektrometrickou detekcí. Mez detekce je $5,6 \mu\text{g/l}$. Kromě toho lze endosulfan stanovit obdobným způsobem po extrakci dichlormethanem s následující reextrakcí hexanem a pak plynovou chromatografií s detektorem elektronového záhytu. Mezi detekce se v tomto případě udává hodnotou $0,066 \mu\text{g/l}$.

Pro toto stanovení jsou k dispozici také normy U.S. EPA:

- EPA Methods – Methods for organic chemical analysis of municipal and industrial wastewater. Method 608 – Organochlorine pesticides and PCBS. Method 625 – Base/neutrals and acids.

Metody jsou analogické výše uvedeným americkým standardním metodám. V úvahu přichází i čištění extraktu adsorpcí na Florisilu. Identifikace se provádí metodou vnějšího nebo vnitřního standardu. Výsledky se udávají v $\mu\text{g/l}$. Mez detekce je pro endosulfan 0,066 $\mu\text{g/l}$.

Zdroje informací:

ČSN EN ISO 6468 (75 7580) Jakost vod – Stanovení některých organochlorových insekticidů, polychlorovaných bifenylů a chlorbenzenů – Metoda plynové chromatografie po extrakci kapalina-kapalina. ČNI Praha 1998.

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Vydání 21. APHA, AWWA a WEF, Washington 2005.

U.S. EPA 608 Methods for organic chemical analysis of municipal and industrial wastewater. Organochlorine pesticides and PCBS.

U.S. EPA 625 – Base/neutrals and acids.

Metody EPA jsou dostupné na CD:
EPA Methods and Guidance For Analysis of Water
CD-ROM Version 2.0
United States Environmental Protection Agency
Office of Water
Washington, D.C. 20460