

## **Chlorfenvinfos**

Chlorfenvinfos ([2-chlor-1-(2,4-dichlorfenyl)vinyl]-diethyl-fosfát) je jako insekticid bezbarvá tekutina. Používal se především v domácnostech k hubení vši, blech a myší. Chlorfenvinfos poškozuje nervový 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.

#### **U.S. EPA 8140** Stanovení chlorpyrifosu, chlorfenvinfosu a dalších organofosforových pesticidů

Metodika je vhodná pro vzorky půd, kalů, podzemních vod, pro odpady mísitelné s vodou a pro odpady nemísitelné s vodou. Metoda umožňuje stanovit 21 organofosforových pesticidů. Vzorky jsou extrahovány, koncentrovány a analyzovány přímou injektáží v GC. Při stanovení může interferovat síra, nejčastěji při použití plamenového fotometrického detektoru. Pokud vzorek obsahuje velké množství síry, je vhodné jej upravit podle metody 3660 (pro odstranění síry). Stanovení organofosforových pesticidů se provádí pomocí GC s plamenovým fotometrickým detektorem (FPD) nebo termoionizačním detektorem. Kolony mohou být následujícího typu: Kolona 1 – 1,8 m, průměr 2 mm s náplní 5 % SP-2401 Supelcoport, kolona 2 – 1,8 m, 2 mm průměr s 3 % SP-241 Supelcoport, kolona 3 – 50 cm, 0,125 mm (vrstvička teflonu) s 15 % SE-54 Gas Chrom Q. Preferovaná je kolona č. 2. Limit detekce 0,3 µg/l. Vzorky jsou uchovávány při teplotě 4 °C, pokud obsahují rezidua chloru, je nutné přidat 3 ml 10% thiosíranu sodného.

#### **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 dekafluorotrifenyfosfinu (DFTPP) je využíván pro ladění systému GC/MS každých 12 hod. Rozsah stanovení 660 – 3330 µg/kg sušiny.

## *Nestandardizované metody stanovení*

**Gonçalves C., Alpendurada M.F. (2005): Assessment of pesticide contamination in soil samples from an intensive horticulture area, using ultrasonic extraction and gas chromatography-mass spectrometry, Talanta 65, 1179-1189.**

Metodika je aplikovatelná pro stanovení netěkavých a polotěkavých (semivolatilních) organických komponent (pesticidů) z půd, kalů a odpadů. 5 g vzorku se umístí do Erlenmeyerovy baňky přidá se vhodné organické rozpouštědlo, vzorky se nejdříve manuálně protřepou, a poté se vloží do ultrazvukové lázně na 15 min. Extrakce se opakuje třikrát, po každé extrakci se vzorek filtruje s částí anhydričského síranu sodného. Konečný extrakt se poté odpaří do sucha mírným proudem dusíku a odparek se rozpustí ve 200 µl octanu ethylnatého. Chromatografická analýza se uskutečňuje na GC/MS s kapilárními kolonami naplněnými SiO<sub>2</sub> (30 m x 0,25 mm, tloušťka filmu 0,25 µm) a nosným plynem héliem s rychlostí toku 1 ml/min. Injekční teplota je nastavena na 250 °C, injektuje se 1 µl vzorku. MS podmínky – teplota iontového zdroje 230 °C, teplota kvadrupólu 150 °C, teplota transferové linie 280 °C. Touto metodou lze kvantifikovat až 44 pesticidů při následujících podmínkách: Počáteční teplota 80 °C (udržování 2 min.), rychlost zvyšování teploty 15 °C/min. do 180 °C (zdržení 4 min.), poté rychlost zvyšování 10 °C/min do dosažení 230 °C (zdržení 5 min.) a konečné zvýšení s rychlostí 10 °C/min. do 290 °C (doba zdržení 5 min.). Kvantifikace je provedena v selektivním iontovém módu (SIM). Přehled pesticidů a jejich metabolitů, které lze stanovit – dichlorvos, desethylatrazin, hexachlorbenzen, dimethoat, simazin, atrazin, propazin, lindan, terbutylazin, propyzamid, fonofos, diazinon, metribuzin, methylparthion, simetryn, alachlor, heptachlor, fenitrothion, malathion, metolachlor, aldrin, chlorpyrifos, ethylparathion, isodrin, chlorfenvinfos, pendimethanlin, epoxyheptachlor, chlofenvinfos Z, prokymidon, γ-chlordan, tetrachlorvinfos, endosíran I, fenamifos, 4,4'-DDE, 4, 4'-DDE, dieldrin, endrin, endosíran II, sulfát endosíranu, methylzinfos, deltamethrin, α-kypermethin, λ-kyhalotrin, deltamethrin.

**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 stavět 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 programu: 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 hmotnosti 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.