

## SPECIACIJA ORGANOKOSITROVIH SPOJIN Z V OKOLJSKIH VZORCIH GC-ICP-MS

**MITJA VAHČIČ**, univ. dipl. kem.  
Študijski program: Ekotehnologija,  
Mednarodna podiplomska šola Jožefa Stefana  
MENTOR: prof. dr. Milena Horvat  
SOMENTOR: doc. dr. Janez Ščančar

Inštitut Jožef Stefan, Jamova cesta 39, 1000 Ljubljana



### Uvod:

Organokositrove spojine (OKS), vsebujejo centralni kositrov (Sn) atom, na katerega so vezane do štiri organske skupine (alkilne ali arilne), splošna formula je  $R_{4-n}SnX_n$ . OKS imajo številne industrijske in kmetijske aplikacije (zaščitne barve za ladje, pesticidi, stabilizatorji plastičnih mas, zaščitna sredstva za les,...), zaradi česar so danes zelo razširjene v okolju. OKS so problematične predvsem zaradi velike toksičnosti, ki zavisi od števila in tipa organskih skupin, vezanih na centralni Sn atom. OKS pri sesalcih povzročajo okvare imunskega in centralno živčnega sistema, v vodnem okolju pa povzročajo spremembe spola pri nekaterih organizmih in deformacije pri tvorbi lupin školjk. Zaradi velike toksičnosti in razširjenosti v okolju je speciacija OKS zelo pomembna tako s stališča varovanja okolja kot zdravja ljudi. Cilj dela v laboratoriju O-2 je bil razviti hitrejšo in učinkovitejšo metodo za simultano speciacijo 12 OKS (metil-, butil-, fenil- in oktil-kositrov) spojin v različnih okoljskih vzorcih z uporabo 15 m GC kolone in testiranjem različnih ekstrakcijskih pogojev in pufrov. Metodo smo potrdili z analizo realnih vzorcev morske vode iz Jadranskega morja.

### Speciacija OKS

- Ekstrakcija OKS iz vzorca
- Derivatizacija
- Prenos v organsko fazo (v heksan ali izooktan)
- Ločba in analiza organske faze z GC-ICP-MS ali katero drugo tehniko (GC-MS, GC-PFPD)

### Razvoj analiznega postopka

#### pH ekstrakcijskih pufrov:

- Fosfatni pufer 4.4 – 9.0
- Karbonatni pufer 4.0 – 10.0
- TRIS/citratni pufer 3.0 – 10.0

#### Testirane vode:

- Spike-ana Mill-Q
- Spike-ana slana voda (3.8% NaCl)
- Morska voda (Jadransko morje)

#### Ekstrakcijski reagenti:

- Izooktan
- Heksan

#### Analizna metoda :

- GC-ICP-MS

#### Preizkušene GC kolone

- DB-5 MS 30 m
- DB-5 MS 15 m

### Prednosti uporabe GC-ICP-MS

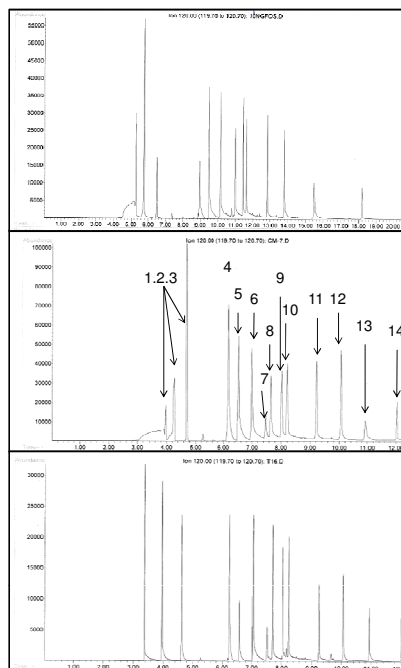
- Izognitev interferencam, ki se pojavljajo pri GC-MS ali GC-PFPD tehnikah (organski del molekule zgori v plazmi)
- Nizka meja detekcije
- Veliko linearno območje

### Slabosti tehnike

- Dražja
- Zahtevnejša za uporabo

### Zaključki in ugotovitve

- Razvita metoda je občutno skrajšala čas analize z GC-ICP-MS
- Posledica je prihranek energije, časa in možnost analize večje količine vzorcev v istem času
- Metoda omogoča simultano določanje 12 OKS v okoljskih vzorcih.
- Fosfatni in karbonatni pufer nista uporabna za ekstrakcijo OKS v morskih vzorcih zaradi izobarjanja soli.
- TRIS/citratni pufer pri pH 6.0 je optimalni pufer za analizo OKS v okoljskih vodnih vzorcih.
- Ekstrakcija s heksanom je reproducibilna in da je stabilen signal preiskovanih OKS.



#### Legenda:

- 1, 2, 3 – TMeT, DMeT, MMeT
- 4, 6, 8, 10 – MBT, DBT, TBT, TeBuT
- 5 – TPtT
- 7, 11, 13 – MPhT, DPhT, TPhT
- 9, 12, 14 – MOcT, DOcT, TOcT

Spike: 30 ng Sn/L posamezne OKS

TRIS/citratni pufer : pH 6.0

A – ločba 14 OKS v spikani slani vodi.  
30 m GC kolona. Ekstrahirano v izooktan.

B – ločba 14 OKS v spikani slani vodi.  
15 m GC kolona. Ekstrahirano v izooktan.

C – ločba 14 OKS v spikani slani vodi.  
15 m GC kolona. Ekstrahirano v heksan.

### Meje detekcije in kvantifikacije za posamezne zvrsti OKS

ng/L Sn	TMeT	DMeT	MMeT	MBT	DBT	TBT	MPhT	DPhT	TPhT	MOcT	DOcT	TOcT
LOD	0.34	1.43	0.16	0.05	0.29	0.15	0.73	0.53	0.07	0.03	0.05	0.01
LOQ	0.48	3.56	0.96	2.78	0.52	0.45	3.24	0.81	3.90	0.26	0.34	0.90