

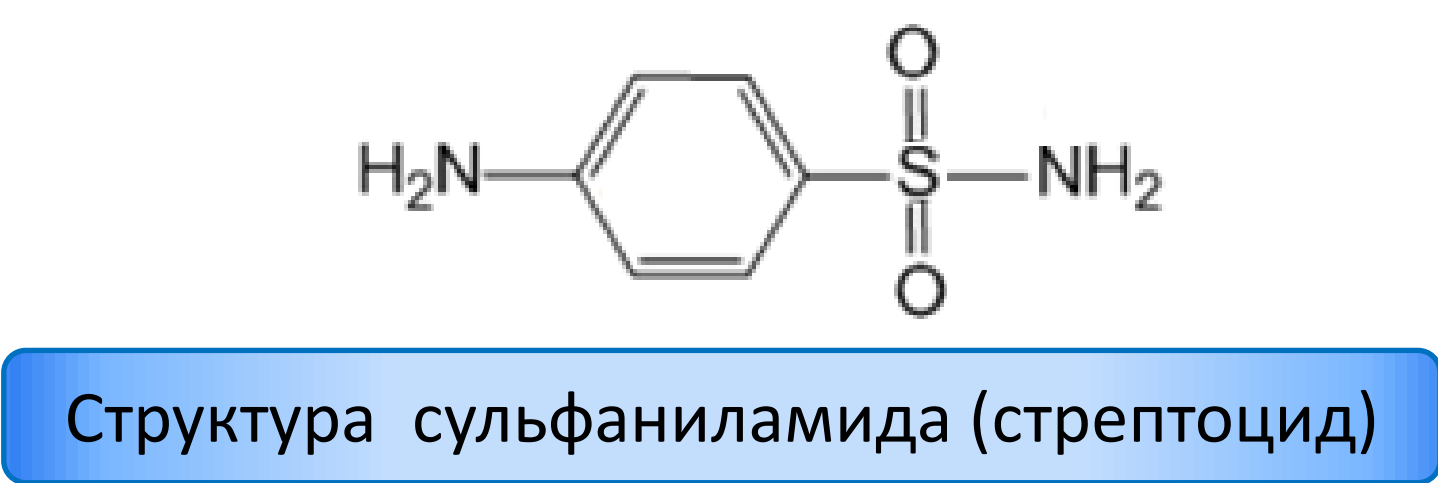
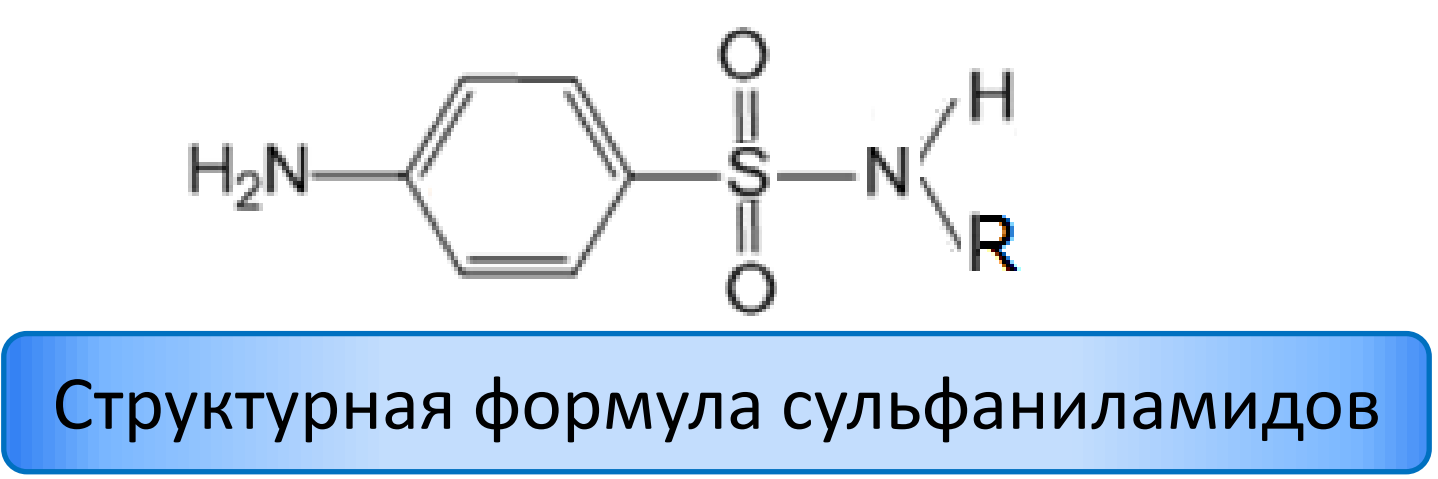
ОЦЕНКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАНИАМИДОВ В ВОДЕ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Карнажицкая Т. Д., Нурисламова Т. В., Старчикова М.О., Сысоева К. С.

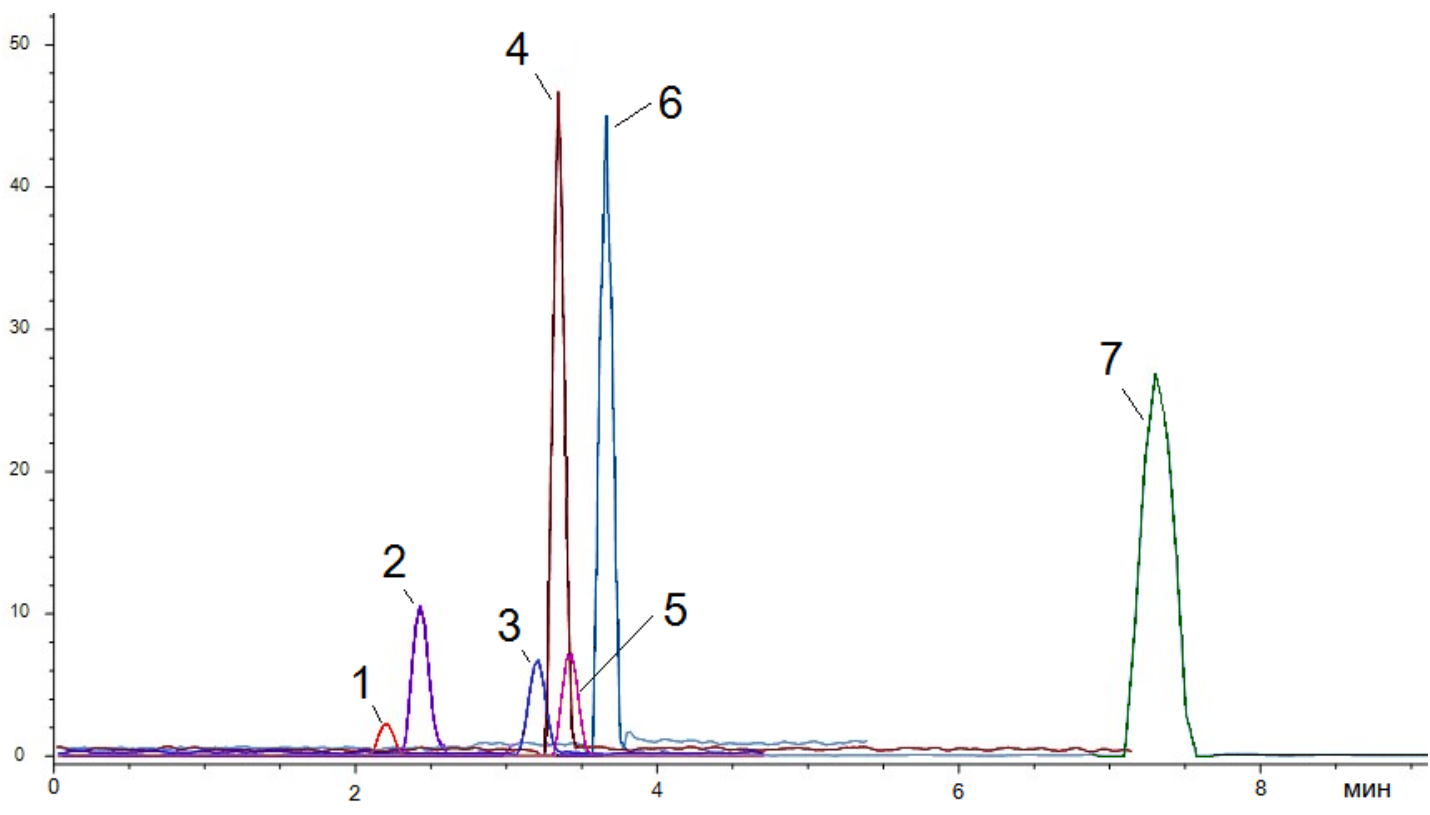
ФБУН «ФНЦ медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения, Российская Федерация, Пермь



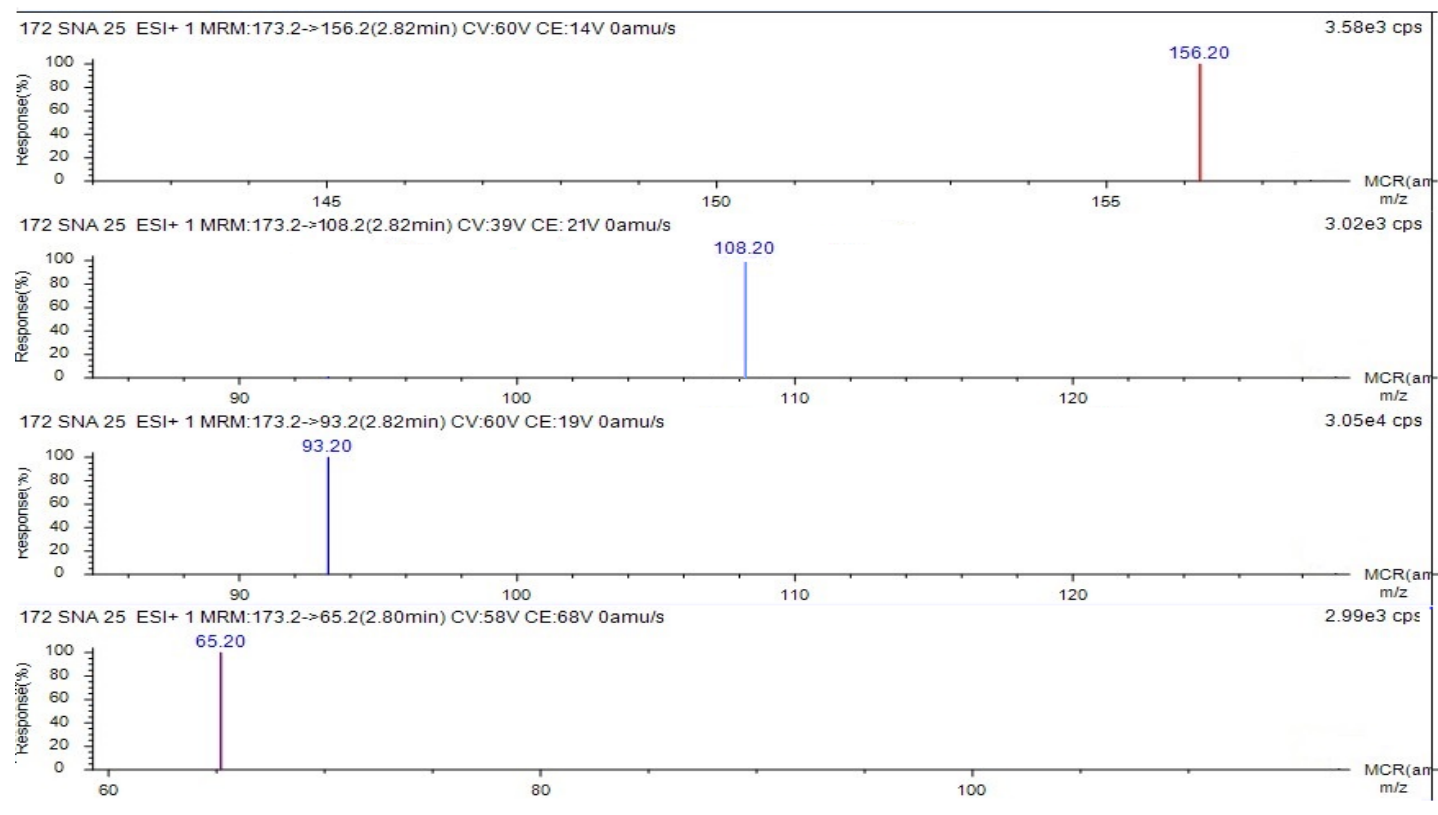
- Анализируемые соединения:**
- 1 – сульфаниламид (SNA)
 - 2 – сульфатиазол (STZ)
 - 3 – сульфаметоксипиридазин (SMPD)
 - 4 – сульфамонометоксин (SMMX)
 - 5 – сульфаметазин (SMZ)
 - 6 – сульфаметопиразин (SMP)
 - 7 – сульфадимезин (SDM)



Методика разработана для изучения реального содержания сульфаниламидов (СА) в воде. Определение основано на извлечении и концентрировании СА из воды способом ТФЭ на картриджах Oasis HLB, разделении на обращенно-фазной колонке C18, анализе на масс-спектрометре с тройным квадруполом, идентификации по наличию характеристичных ионов в масс-спектрах и по времени удерживания, количественном определении методом абсолютной градуировки по основному дочернему иону



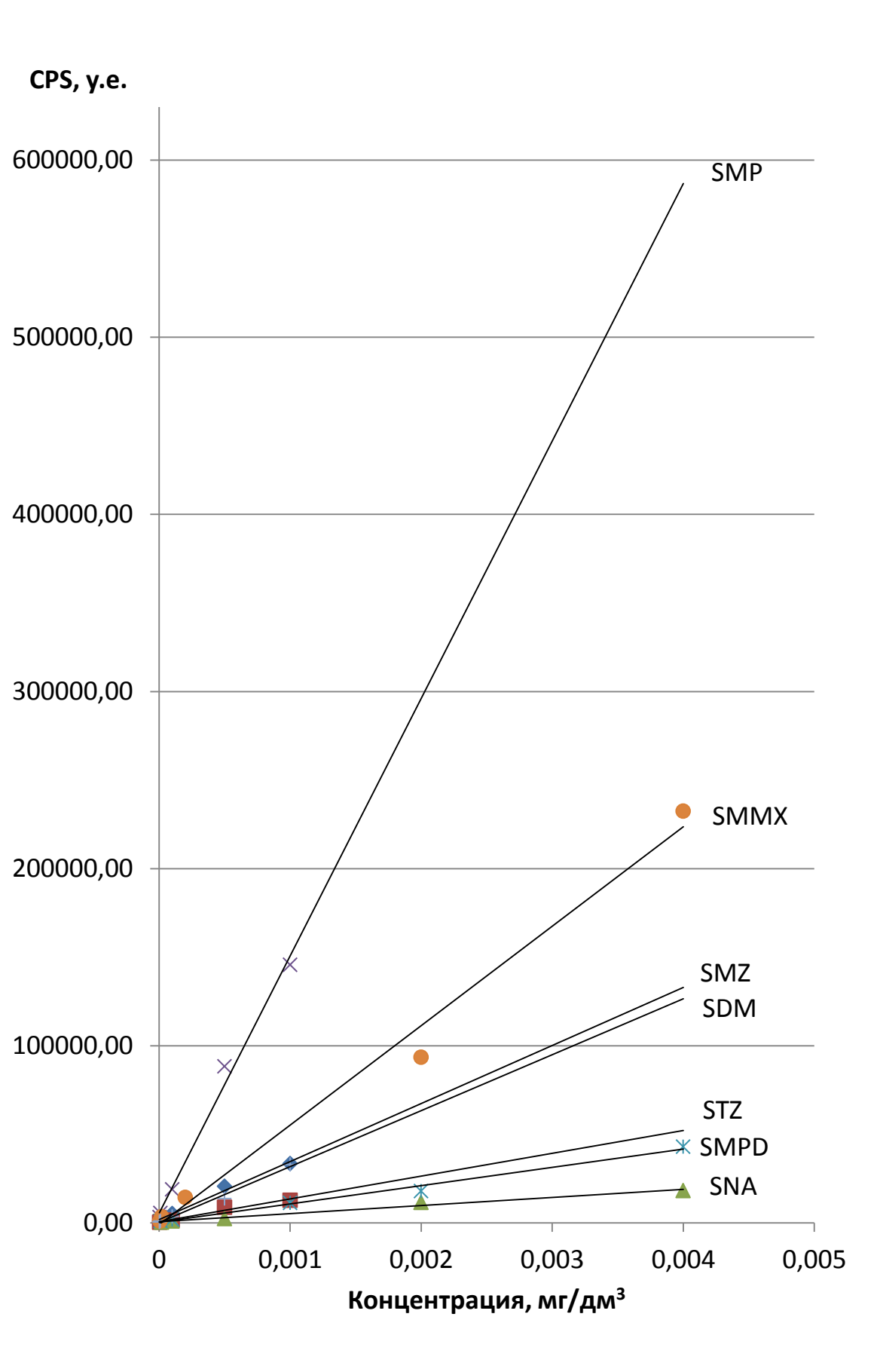
Хроматограмма разделения смеси СА на колонке Eclipse XDB-C18



Фрагмент-ионы (m/z) SNA: 156,2; 108,2; 93,2 (основной); 65,2

Метрологические характеристики методики определения СА рассчитаны методом «задано-получено» с использованием матриц питьевой бутилированной и водопроводной воды, поверхностных и грунтовых вод, воды бассейна, очищенных сточных вод

Метрологические характеристики	SNA	STZ	SMPD	SMMX	SMZ	SMP	SDM
ПДК/ОДУ, мг/дм ³	0,2/-	1,0/-	-/0,2	-/0,2	1,0/-	-/0,03	-/1,0
Диапазон измеряемых концентраций, нг/дм ³	20-4000	5-1000	12-4000	6-4000	5-1000	5-1000	3-1000
Показатель повторяемости, ±σ _т , %	15	16	16	16	16	16	16
Показатель внутрилабораторной прецизионности, σ _в , %	19	23	20	22	23	21	23
Границы систематической погрешности, р=0,95, δ _с , %	26	24	25	23	25	24	28
Границы относительной погрешности, р=0,95, ±δ, %	47	50	46	49	50	47	50
Погрешность построения градуировочной характеристики, ±δ _{гх} , %	26	28	27	26	27	16	28



Градуировочные графики

Метрологические характеристики оценены по результатам экспериментальных исследований. Погрешность составила 46 - 50 % при измерении массовых концентраций сульфаниламидов в воде на уровне от 3 до 4000 нг/дм³