

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

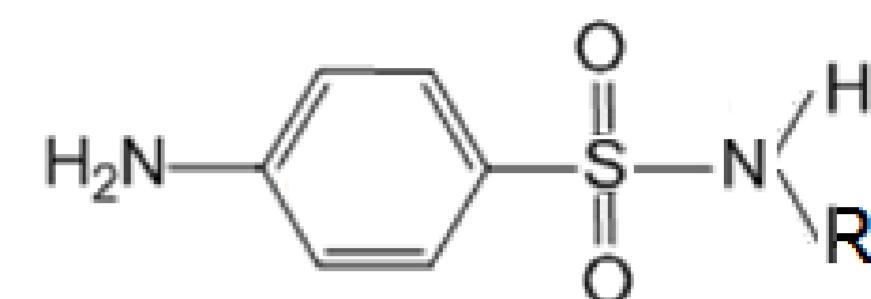
Карнажицкая Т. Д., Нурисламова Т. В., Старчикова М. О., Сысоева К. С.

ФБУН «ФНЦ медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения, Российской Федерации, Пермь

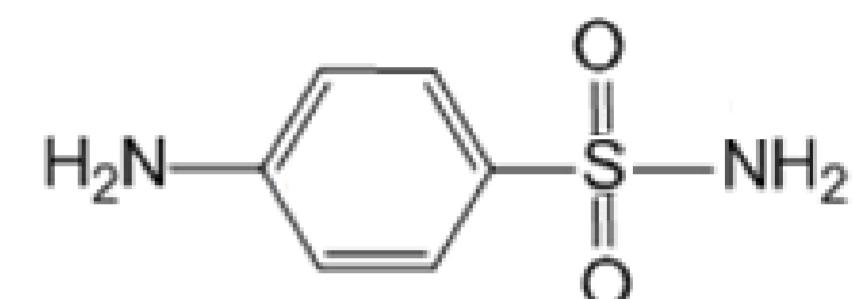


## Анализируемые соединения:

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



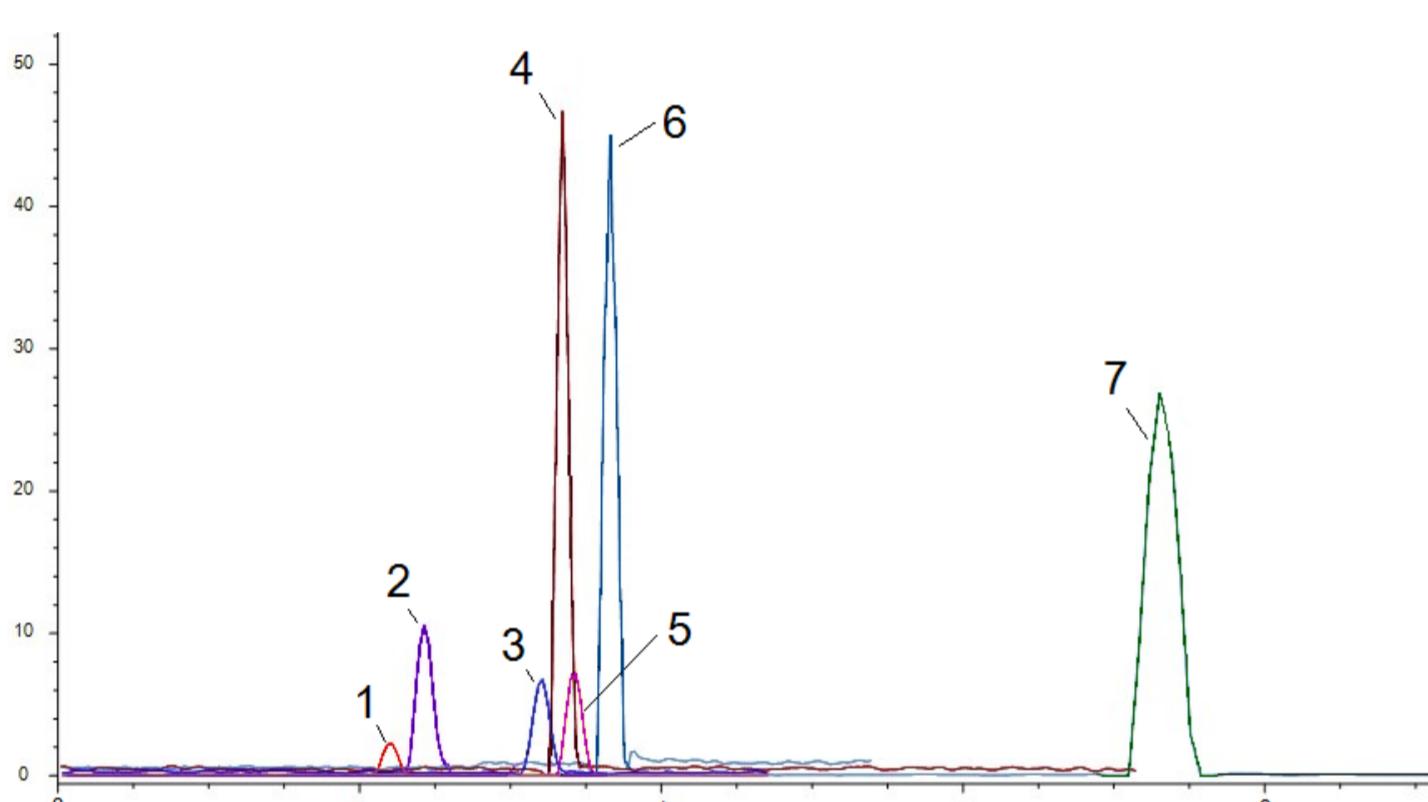
Структурная формула сульфаниламидов



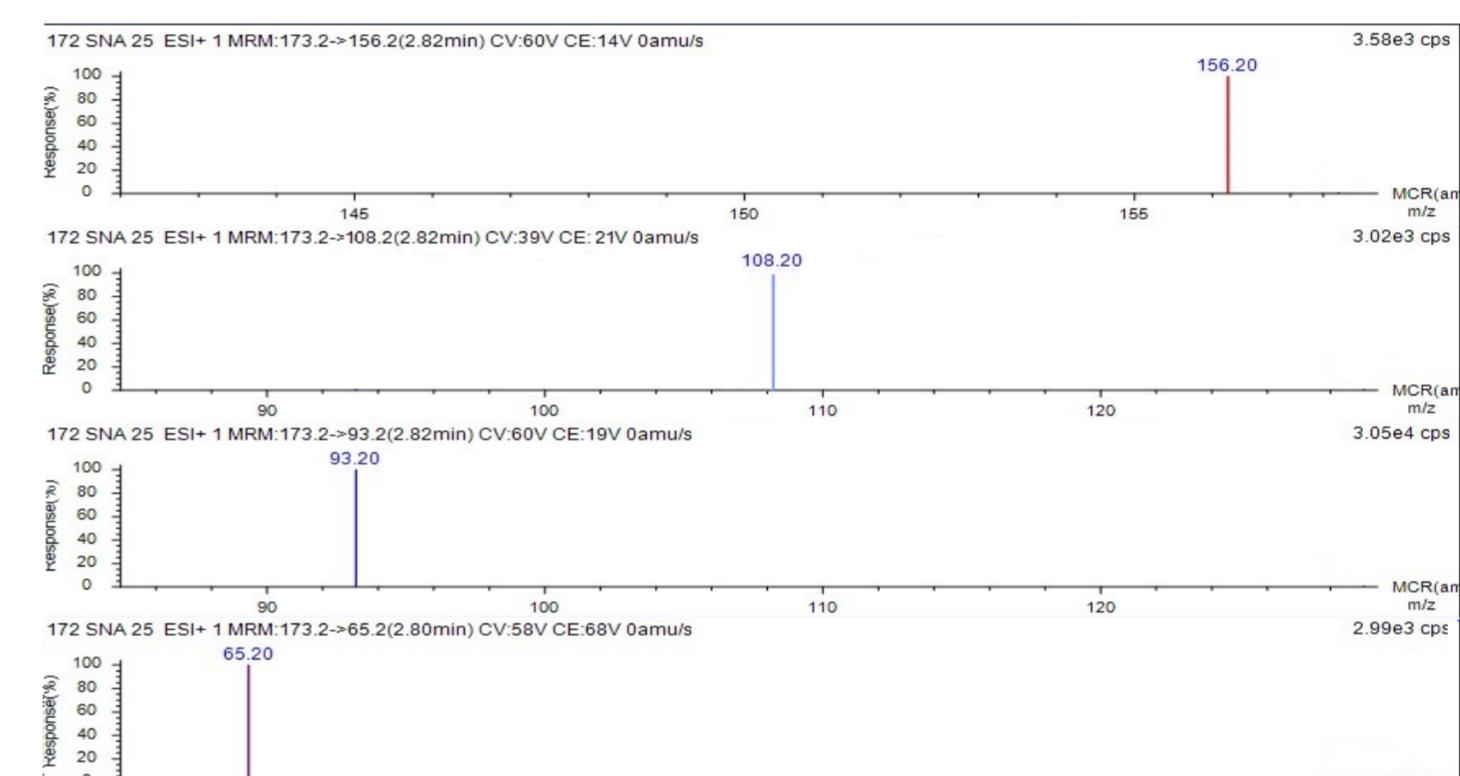
Структура сульфаниламида (стрептоцид)

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 квадруполем, идентификации по наличию характеристических ионов в масс-спектрах и по времени удерживания, количественном определении методом абсолютной градуировки по основному дочернему иону



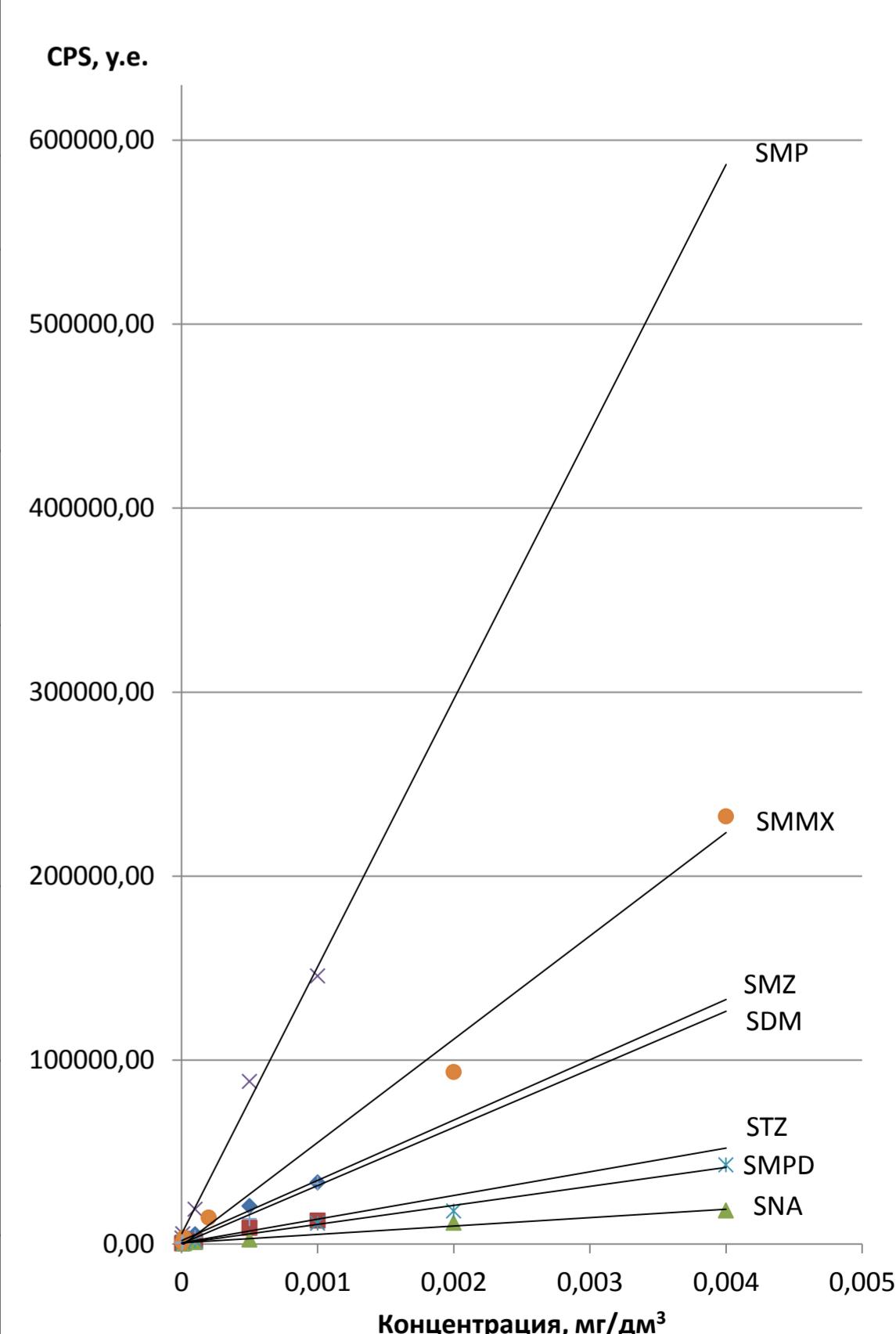
Хроматограмма разделения смеси СА на колонке Eclipse XDB-C18



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 <sup>3</sup>	0,2/-	1,0/-	-/0,2	-/0,2	1,0/-	-/0,03	-/1,0
Диапазон измеряемых концентраций, нг/дм <sup>3</sup>	20-4000	5-1000	12-4000	6-4000	5-1000	5-1000	3-1000
Показатель повторяемости, $\pm\sigma_r$ , %	15	16	16	16	16	16	16
Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_r$ , %	19	23	20	22	23	21	23
Границы систематической погрешности, $p=0,95$ , $\delta_c$ , %	26	24	25	23	25	24	28
Границы относительной погрешности, $p=0,95$ , $\pm\delta_r$ , %	47	50	46	49	50	47	50
Погрешность построения градуировочной характеристики, $\pm\delta_{gx}$ , %	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/дм<sup>3</sup>