

АМИ. МН 0160-2024 «МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МИКРОЦИСТИНА-LR В ВОДЕ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО И КУЛЬТУРНО-БЫТОВОГО (РЕКРЕАЦИОННОГО) ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ»

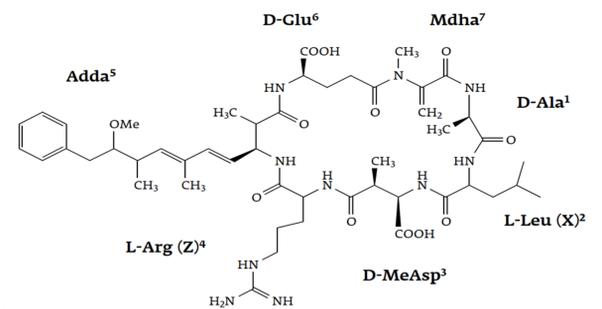
Белышева Л.Л., Полоневич А.Г., Булгакова О.А., Ивашкевич Л.С.

НИИ гигиены, токсикологии, эпидемиологии, вирусологии и микробиологии
РЦГЭиОЗ

В летний период массовая вегетация в водоемах цианобактерий сопровождается накоплением в водной среде цианотоксинов, представляющих опасность для здоровья человека.

Цианотоксины представляют собой циклические гептапептиды, наиболее токсичным и самым распространенным из них является микроцистин-LR.

Ориентировочная допустимая концентрация микроцистина-LR в питьевой воде - 1 мкг/л.



ЦЕЛЬ РАБОТЫ - РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОЦИСТИНА-L,R В ВОДЕ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбирают по две аликвоты пробы воды объемом 25 мл.

Проводят твердофазную экстракцию микроцистина-LR из отобранных аликвот воды с использованием картриджей, заполненных полимерным гидрофобно-гидрофильным сорбентом массой 30 мг.

Элюаты упаривают в токе азота при температуре от 35 °С до 45 °С досуха или до ориентировочного объема, не превышающего 200 мкл.

При упаривании досуха сухой остаток растворяют в 1,0 мл смеси метанол – вода объемным соотношением 3 : 7.

При концентрировании до объема, не превышающего 200 мкл, доводят объем раствора до 1,0 мл смесью метанол – вода по метке на мерной стеклянной пробирке.

Полученные растворы фильтруют через мембранные шприцевые фильтры из регенерированной целлюлозы.

Полученные растворы анализируют методом ВЭЖХ-МС.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Разработана АМИ.МН 0160-2024 Массовая концентрация микроцистина-L,R в воде водных объектов для хозяйственно-питьевого и культурно-бытового (рекреационного) использования. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием;

Диапазон измерений массовой концентрации микроцистина-LR: от 0,200 до 4,0 мкг/л.

Расширенная неопределенность (P = 95 %) – 26 %.

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ

- Объем вводимой пробы – 20 мкл.
- Температура термостата колонки – 40 °С.
- Скорость подачи подвижной фазы – 0,3 мл/мин.
- Подвижная фаза
А (0,1 % раствор муравьиной кислоты в воде),
В (ацетонитрил).
- Режим элюирования – градиентный.

НАСТРОЙКИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ДЕТЕКТОРА

- Режим ионизации – электрораспыление.
- Режим работы детектора – мониторинг множественных реакций (MRM).
- Заряд регистрируемых ионов – положительный.
- Отношение массы к заряду m/z иона-прекурсора – 995,5.
- Отношение массы к заряду m/z иона-продукта – 135,1.
- Энергия соударений – 68 В.
- Скорость потока распыляющего газа – 2,5 л/мин.
- Скорость потока осушающего газа – 8,0 л/мин.
- Температура линии десольватации – 280 °С.
- Температура нагревающего блока – 410 °С.

АПРОБАЦИЯ МЕТОДИКИ

Проведены исследования 313 проб воды поверхностного источника питьевого водоснабжения, питьевой воды на выходе со станции водоподготовки и разводящей сети централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения с использованием разработанной методики.

Результаты определения содержания микроцистина-LR:

- ✓ < 0,2 мкг/л (не обнаружено) – 204 пробы,
- ✓ от 0,2 до 18,87 мкг/л – 54 пробы
(среднее арифметическое – 1,32 мкг/л,
медиана – 0,66 мкг/л, стандартное отклонение – 2,11 мкг/л).

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

РЕСПУБЛИКАНСКОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ГИГИЕНЫ»
(ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «НПЦГ»)

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора по лабораторному делу и развитию системы менеджмента качества государственного предприятия «НПЦГ»

В.А. Шарамков

«19» июня 2024 г.

УТВЕРЖДАЮ

Директор государственного предприятия «НПЦГ»

С.И. Сычик

«19» июня 2024 г.

Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ МИКРОЦИСТИНА-LR
В ВОДЕ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО И
КУЛЬТУРНО-БЫТОВОГО (РЕКРЕАЦИОННОГО) ИСПОЛЬЗОВАНИЯ
Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии
с масс-спектрометрическим детектированием

АМИ.МН 0160-2024

