Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Подготовка проб для проведения исследований по определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов

Методические указания
МУК 4.1.3534—18

Издание официальное

Москва • 2018

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Подготовка проб для проведения исследований по определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов

Методические указания
МУК 4.1.3534—18

ББК 51.23
П44

П44 **Подготовка** проб для проведения исследований по определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2018.—99 с.

ISBN 978–5–7508–1627–9

1. Методические указания разработаны Федеральной службой по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии» (В. А. Тутельян, С. А. Хотимченко, С. А. Шевелёва, Л. П. Минаева, Н. Р. Ефимочкина, В. В. Бессонов, А. Д. Малинкин, А. И. Алёшкина, М. А. Макаренко), ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в городе Москве» Роспотребнадзора (Л. И. Иванова, А. Ю. Полторацкий) при участии А. В. Галкина.

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 23 марта 2018 г.

3. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978–5–7508–1627–9

© Роспотребнадзор, 2018

Содержание

Перечень сокращений 4
1. Общие положения и области применения 5
2. Принцип подхода к пробоподготовке 7
3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 8
3.1. Средства измерений 8
3.2. Вспомогательные устройства, материалы 9
3.3. Реактивы 11
4. Требования безопасности и квалификации операторов и условия выполнения измерений 12
5. Подготовка к исследованию 13
5.1. Хранение и использование реагентов из наборов для пробоподготовки к ИФА 13
5.2. Приготовление растворов, необходимых для проведения пробоподготовки к ИФА 13
5.3. Хранение и использование наборов и реагентов 18
5.4. Подготовка стеклянной посуды 18
6. Отбор проб пищевых продуктов 18
7. Алгоритм выбора метода при проведении исследований 21
8. Подготовка проб к определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных веществ методом ИФА 23
8.1. Подготовка проб при определении хлорамфеникола (левомицетина) 23
8.2. Подготовка проб при определении антибиотиков тетрациклиновой группы 34
8.3. Подготовка проб при определении бацитрацина 41
8.4. Подготовка проб при определении аминогликозидов (стрептомицина) 43
8.5. Подготовка проб при определении пенициллинов 48
8.6. Подготовка проб при определении хинолонов (фторхинолонов) 52
8.7. Подготовка проб при определении сульфаниламидов 56
8.8. Подготовка проб при определении нитроимидазолов (диметридазола) 61
8.9. Подготовка проб при определении метаболитов нитрофуранов АМОЗ и АОЗ 62
9. Хранение и транспортировка экстрактов для ИФА 64
10. Подготовка проб к определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных веществ методами скрининга и методами подтверждающего анализа ВЭЖХ и/или ВЭЖХ/МС 64
11. Библиографические ссылки 65
Приложение 1. Перечень методик для определения максимально допустимых уровней остатков (МДУ) антимикробных ветеринарных лекарственных средств (АВЛС) в нормируемой пищевой продукции животного происхождения 66
Приложение 2. Методы неселективного скрининга и группового селективного скрининга антибиотиков в пищевых продуктах 94
Приложение 3. Пересчет относительного центробежного ускорения в скорость центрифугирования 98

Перечень сокращений

ИФА – иммуноферментный анализ

ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография

ВЭЖХ/МС – высокоэффективная жидкостная хроматография с масс-спектрометрическим детектированием

НД – нормативная документация

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
23 марта 2018 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Подготовка проб для проведения исследований по определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов

Методические указания МУК 4.1.3534—18

1. Общие положения и области применения

1.1. Настоящие методические указания устанавливают порядок применения методики подготовки образцов пищевых продуктов животного происхождения путем приготовления экстрактов и вытяжек для определения в них остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов и алгоритм выбора метода при проведении исследований.

1.2. Методические указания распространяются на пищевые продукты животного происхождения, подлежащие исследованиям на наличие остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов, используемых при производстве сельскохозяйственной продукции и продовольственного сырья, для целей оценки ее соответствия установленным требованиям безопасности (в том числе в форме санитарно-эпидемиологического надзора (контроля)), а также для целей мониторинга остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в продовольственном сырье и пищевых продуктах животного происхождения и оценки эффективности проводимых санитарно-профилактических мероприятий.

1.3. Методика применяется для пробоподготовки следующих пищевых продуктов:

1.3.1. Молоко и молочные продукты:

а) молоко, сливки, продукты из сыворотки и пахты (сырые, питьевые, сухие, концентрированные (сгущенные);

б) продукты переработки молока: продукты кисломолочные, сквашенные (с наполнителями и без), сметана, творог, сыр, масло из коровьего молока;

в) молочные смеси, в том числе для детского питания сухие и жидкие, молочные напитки, в том числе для детского питания сухие и жидкие, молочные каши с содержанием молочных компонентов более 50% сухие и жидкие, в том числе для детского питания, продукты кисломолочные и творог для детского питания;

г) молокосодержащие продукты (спреды сливочно-растительные).

1.3.2. Мясо и мясопродукты, в том числе птица и птицепродукты:

а) мясо и субпродукты всех видов скота и птицы сырые;

б) продукты из мяса и субпродуктов, в том числе птичьих, с содержанием мясных ингредиентов более 50 % (колбасные изделия, консервы мясные);

в) продукты из мяса и субпродуктов, в том числе птичьих, с содержанием мясных ингредиентов более 50 % для детского питания (колбасные изделия, консервы мясные).

1.3.3. Рыба и рыбная продукция, продукция аквакультуры:

а) рыба и рыбная продукция, продукция аквакультуры (рыба, креветки) сырые;

б) продукты переработки рыбы и аквакультуры (консервы рыбные натуральные и с добавлением масла);

в) продукты переработки рыбы и аквакультуры для детского питания (консервированные продукты из рыбы с содержанием рыбных ингредиентов более 50 %, кулинарная продукция из рыбы с молочным компонентом).

1.3.4. Яйца и яйцепродукты:

а) яйца всех видов птицы (сырые);

б) яичные продукты сухие и жидкие, в том числе замороженные (яичный порошок, меланж, яичный белок).

1.3.5. Масложировая продукция (спреды растительно-сливочные).

1.3.6. Мёд и продукты пчеловодства (маточное молочко пчел).

1.3.7. Биологически активные добавки к пище на основе переработки мясо-молочного сырья (при необходимости контроля, также на основе рыбы), не включающие в рецептуру веществ и соединений с антимикробными свойствами (соли йода, лизоцим и т. п.) (с содержанием ингредиентов животного происхождения более 90 %).

Биологически активные добавки к пище на основе мясо-молочного, рыбного сырья, аквакультуры с содержанием ингредиентов животного происхождения менее 90 %, контролируемые методами ВЭЖХ, подлежат пробоподготовке согласно пункту 10 настоящих методических указаний.

1.4. Методические указания предназначены для органов и организаций Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, для иных организаций и учреждений, занимающихся вопросами оценки качества и безопасности пищевых продуктов и связанных с требованиями к пищевым продуктам процессов производства (изготовления), хранения, перевозки (транспортирования), реализации и утилизации, а также для аккредитованных на проведение соответствующих исследований организаций.

1.5. Методические указания носят рекомендательный характер.

1.6. Определение остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в подготовленных пробах (экстрактах) проводится в соответствии с методическими указаниями по определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в продуктах животного происхождения.

2. Принцип подхода к пробоподготовке

2.1. Метод представляет собой стандартизованные алгоритмы подготовки проб пищевых продуктов к проведению фотометрической детекции результатов иммуноферментного анализа (ИФА) для определения в них остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов хлорамфеникола (левомицетина), тетрациклинов, бацитрацина, аминогликозидов (стрептомицин), пенициллинов, фторхинолонов (ципрофлоксацин), сульфаниламидов, нитроимидазолов, нитрофуранов, а также порядка действий при подготовке проб при необходимости проведения скринингового анализа и анализа по физико-химической идентификации индикаторной молекулы вещества и подтверждению результатов методами ВЭЖХ и/или ВЭЖХ/МС.

2.1.1. Алгоритм подготовки для количественной оценки остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов методом фотометрической детекции ИФА включает последовательное выполнение операций по экстрагированию антибиотиков и антимикробных веществ из пищевых матриц-носителей различного вида и физического состояния: измельчение твердых продуктов, регидратация порошкообразных продуктов, гомогенизация жидких продуктов; нейтрализация до уровня pH 7,0 ± 0,5 при необходимости; осаждение с использованием каррезов и/или центрифугирование для удаления ингредиентов и/или нецелевых фракций пищевой матрицы; экстракция антибиотика/антимикробного вещества с использованием неорганических или органических растворителей с последующей концентрацией пробы путем упаривания; обезжиривание смесью моющего буфера и органического растворителя (при необходимости) с повторным упариванием экстракта; растворение сухо-

го экстракта в моющем буфере; диспергирование для получения экстракта, очистке и концентрированию путем сорбци/десорбции с использованием колонок для твердофазной экстракции.

2.1.2. Алгоритм подготовки для полуколичественной оценки остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов – скрининговый анализ включает последовательное выполнение операций по измельчению твердых продуктов, регидратации порошкообразных продуктов, гомогенизации жидких продуктов; нейтрализации до уровня pH 7,0 ± 0,5 при необходимости; прогреванию на водяной бане (при необходимости ингибирования нецелевых веществ с антимикробной активностью), извлечению антибиотиков и антимикробных веществ из пищевых матриц-носителей буферными растворами, очистке и концентрированию путем сорбци/десорбции с использованием колонок для твердофазной экстракции, способом получения тканевого сока в соответствии с утвержденными в установленном порядке методиками определения.

2.1.3. Алгоритм подготовки к проведению ВЭЖХ и/или ВЭЖХ/МС включает последовательное выполнение операций по извлечению и концентрированию антибиотиков и антимикробных веществ из пищевых матриц-носителей различного вида и физического состояния: измельчение твердых продуктов, регидратация порошкообразных продуктов, гомогенизация жидких продуктов; доведение pH до установленного аналитического уровня; экстракцию искомых веществ органическими растворителями, промывку экстрактов и элюцию веществ элюирующими растворами либо сорбцию на колонках с соответствующими сорбентами для получения экстракта в соответствии с утвержденными в установленном порядке методиками определения.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, материалы, тест-системы и реактивы

3.1. Средства измерений

Автоматические пипеточные дозаторы с переменным объемом от 0,02 до 0,2 см^3 и от 0,1 до 5 см^3, с допустимой относительной погрешностью дозирования по метанолу и ацетонитрилу не более ± 1 %, с одноразовыми наконечниками

Автоматические пипеточные дозаторы многоканальные с переменным объемом 0,03—0,3 см^3, с допустимой относительной погрешностью дозирования по метанолу и ацетонитрилу не более ± 1,0 %, с одноразовыми наконечниками

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 4-го класса точности, погрешность взвешивания 0,01 г	
pH-метр или анализатор потенциометрический, погрешность измерений pH ± 0,01, не более	
Цилиндры мерные, стаканы химические и колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 200, 250, 500 $см^3$	
Колбы мерные 2-го класса точности 2-100-2, вместимостью 50, 100, 250, 500, 1 000 $см^3$	
Градуированные пипетки (с делениями) 2-го класса точности объемом 1, 2, 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81)

Примечание. Допускается использование других средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Вспомогательные устройства, посуда, материалы

Баня водяная лабораторная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев не менее (90 ± 1) °C	
Бумага фильтровальная	ГОСТ 12026—76
Вакуумная установка (манифолд) для твердофазной экстракции с использованием колонок для твердофазной экстракции (или набор приспособлений (цилиндры, адаптеры, шприцы с пробками)	
Гомогенизатор для восстановления жидких продуктов или миксер	
Измельчитель-гомогенизатор или фарфоровые ступки с пестиками	
Колонки для твердофазной экстракции RIDA® C18 (арт. R2002)	
Компьютер с программным обеспечением для внесения подготовленных образцов в базу данных	
Конические колбы на 50 и 100 $см^3$ с плотно закрывающимися пробками	ГОСТ 23932—90
Магнитная мешалка	
Микрошпатели	
Пробирки полипропиленовые центрифужные с завинчивающимися крышками вместимостью 15 $см^3$	
Пробирки полипропиленовые центрифужные с завинчивающимися крышками вместимостью 50 $см^3$	

Пробирки типа «Эппендорф» вместимостью 1,5—2,0 $см^3$

Пробирки стеклянные объемом не менее 15 $см^3$ с притертыми пробками

Стеклянные палочки

Стеклянный флакон с винтовой крышкой вместимостью не менее 80 $см^3$

Устройство для испарения экстрактов или центрифужный испаритель со встроенным мембранно-вакуумным насосом и рабочим диапазоном температур до 60 °С

Холодильник бытовой электрический

Низкотемпературные морозильники для хранения проб

Центрифуга настольная с устанавливаемым относительным центробежным ускорением (ОЦУ/RFS)[1] до 4 000 g и возможностью охлаждения или без охлаждения

Центрифуга настольная с устанавливаемым относительным центробежным ускорением (ОЦУ/RFS)[1] до 20 000 g

Шейкер для пробирок вортексного типа с вставкой для одной пробирки и диапазоном скорости от 150 до 2 500 об./мин

Шейкер переворачивающего вертикального вращения на 360° в одной плоскости с адаптером для пробирок и диапазоном скорости от 20 до 100 об./мин

Шкаф (стол) лабораторный

Наконечники одноразовые для автоматических пипеточных дозаторов 0,05—5,00 $см^3$

Ультразвуковая ванна с эффективной мощностью ультразвука 60 Вт (дополнительно, для сухого молока).

Примечание. Допускается использование других вспомогательных устройств, посуды, материалов с аналогичными или лучшими характеристиками.

[1] Пересчет относительного центробежного ускорения (в единицах g) (ОЦУ/RFS) в скорость центрифугирования (об./мин) приведен в Приложении 3.

3.3. Реактивы, тест-системы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Калий железистосинеродистый 3-водный (желтая кровяная соль) чда	ГОСТ 4207—75
Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный	ГОСТ 2493—75
Кислота соляная стандарт-титр с молярной концентрацией HCl 1 моль/дм^3	
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный ($Na_2HPO_4 \times 12H_2O$), хч	ГОСТ 4172—76
Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный ($NaH_2PO_4 \times 2H_2O$), хч	ГОСТ 245—76
Натрий фосфорнокислый трехзамещенный 12-водный (трисодиумфосфат), чда	
Натрия гидроокись стандарт-титр с молярной концентрацией NaOH 1 моль/дм^3	
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328—77
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Цинк сернокислый 7-водный, хч	ГОСТ 4174—77
Этилацетат, сорт высший	ГОСТ 8981—78
н-Гексан, с содержанием основного вещества не менее 99,85 %, для ВЭЖХ	
Диметилсульфоксид (ДМСО), хч	
2-нитробензальдегид, с содержанием основного вещества не менее 99 %	
Тест-системы[2] для определения хлорамфеникола (левомицетина), тетрациклинов, бацитрацина, аминогликозидов (стрептомицина), пенициллинов, фторхинолонов (ципрофлоксацина), сульфаниламидов (сульфадимезина), нитроимидазолов (диметридазола), метаболитов нитрофуранов по технологии непрямого твердофазного конкурентного ИФА с внутренним стандартом	
Стандарты антибиотиков типа ГСО, РСО или препаратов с известной активностью	

[2] Тест-системы для иммуноферментного анализа в соответствии с МУК 4.1.3535—18 «Определение остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в продуктах животного происхождения».

Гептансульфоновой кислоты натриевая соль для ВЭЖХ

Ортофосфорная кислота (H_3PO_4) 85 %, чда

Примечание. Допускается использование других реактивов и тест-систем с аналогичными или лучшими характеристиками.

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы при подготовке проб к определению антибиотиков и антимикробных веществ методами ВЭЖХ приведены в:

– ГОСТ 54904—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»;

– ГОСТ 31694—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания антибиотиков тетрациклиновой группы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»;

– ГОСТ 33934—16 «Мясо и мясные продукты. Определение цинкбацитрацина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»;

– ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»;

– ГОСТ 32797—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания хинолонов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»;

– ГОСТ 32014—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания метаболитов нитрофуранов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором».

4. Требования безопасности и квалификация операторов и условия выполнения измерений

4.1. Исследования с использованием методики подготовки образцов пищевых продуктов путем приготовления экстрактов для определения в них остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов проводят с соблюдением требований техники безопасности, установленных для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007), а также инструкций по использованию тест-наборов для конкретных антибиотиков и антимикробных препаратов.

4.2. При выполнении методики и работе с электроустановками необходимо соблюдать правила электробезопасности в соответствии ГОСТ Р 12.1.019—09 и инструкцию по эксплуатации приборов для гомогенизации, центрифугирования, испарителей, шейкеров-диспергаторов.

4.3. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83.

4.4. К выполнению методики допускают лиц с высшим или средним специальным образованием, прошедших соответствующую подготовку и имеющих навыки работы в области химического, в том числе иммуноферментного, анализа. К проведению анализа допускается только персонал, освоивший данную методику.

4.5. При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха: от 20 до 30 °С;

– относительная влажность воздуха: от 40 до 80 %.

5. Подготовка к исследованию

5.1. Хранение и использование реагентов из наборов для пробоподготовки к ИФА

Наборы хранят при температуре 2—8 °С, не допуская подмораживания компонентов. Не допускается заменять реагенты в составе одного комплекта реагентами из другого комплекта с другим номером партии. Не допускается перекрестное использование реагентов из комплектов с разными номерами партий.

Следует использовать наборы в пределах срока годности.

Перед использованием реагентов из тест-набора доводят температуру всех реагентов до комнатной (20—25 °С) в течение 1,5—2 ч. Если в концентратах буфера образовались кристаллы, необходимо растворить их путем встряхивания при комнатной температуре перед разведением этого реагента.

5.2. Приготовление растворов, необходимых для проведения пробоподготовки к ИФА

5.2.1. Приготовление 10 мМ буферного раствора с pH 7,4 (PBS-буфер с твином) (моющего и для разведения проб)

Для приготовления буферного раствора используют входящий в комплект тест-системы пакет с сухой солью для PBS-буфера.

Способ 1. Растворяют содержимое целого пакетика в 1 дм^3 дистиллированной воды. Готовый 10 мМ моющий буфер может храниться при температуре 2—8 °С в течение 4—6 недель.

Способ 2. Растворяют содержимое пакетика в 100 см^3 дистиллированной воды, чтобы получить 10-кратный концентрат моющего буфера. Раствор может храниться около 8—12 недель при комнатной температуре (20—25 °С).

Для приготовления готового к употреблению 10 мМ моющего буфера растворяют одну часть 10-кратного концентрата в 9 частях дистиллированной воды. Готовый 10 мМ моющий буфер может храниться при температуре 2—8 °С в течение 4—6 недель.

5.2.2. Приготовление 20 мМ буферного раствора (PBS-буфер)

Навески натрия фосфорнокислого однозамещенного 2-водный 1,10 г, натрия фосфорнокислого двузамещенного 12-водный 3,22 г и натрия хлористого 8,77 г растворяют в объеме 800—900 см^3 дистиллированной воды, доводят pH до 7,4 0,5 н раствором гидроокиси натрия, далее доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе до метки 1 000 см^3, тщательно перемешивают.

5.2.3. Приготовление 0,5 н раствора гидроокиси натрия

Навеску 5,0 г гидроокиси натрия разводят в мерной колбе объемом 250 см^3 дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

5.2.4. Приготовление 10%-го раствора метанола

Для получения 10%-го раствора метанола отбирают 10 см^3 метанола в мерную колбу объемом 100 см^3 и разводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

5.2.5. Приготовление 20%-го раствора метанола

Для получения 20%-го раствора метанола отбирают 20 см^3 метанола в мерную колбу объемом 100 см^3 и разводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

5.2.6. Приготовление 80%-го раствора метанола в буфере для экстракции бацитрацина

Для приготовления 80%-го раствора метанола в буфере для разбавления проб (входит в комплект набора) в количестве, необходимом для экстракции, смешивают метанол и буфер в соотношении 4 + 1 (например, к 8 см^3 метанола прибавляют 2 см^3 буфера для разбавления проб, данный объем достаточен для экстракции 5 проб). Раствор тщательно перемешивают.

5.2.7. Приготовление 50 мМ буферного раствора янтарной кислоты

Навеску 5,9 г янтарной кислоты растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды, устанавливают pH 4,0 с помощью 1 н NaOH, доводят до 1 000 см^3 дистиллированной водой.

5.2.8. Приготовление осадителей (каррезы)

Осадитель 1 (Каррез I): навеску 15,21 г калия железистосинеродистого 3-водного разводят в мерной колбе объемом 100 $см^3$ дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

Осадитель 2 (Каррез II): навеску 29,90 г сульфата цинка 7-водного разводят в мерной колбе объемом 100 $см^3$ дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

5.2.9. Приготовление раствора для экстракции бацитрацина

В колбу вместимостью 25 $см^3$ приливают 9,4 $см^3$ метанола, 9,4 $см^3$ ацетонитрила и 6,2 $см^3$ буферного раствора для разбавления проб. Раствор тщательно перемешивают.

5.2.10. Приготовление моющего буферного раствора для определения бацитрацина

Для приготовления буфера для промывки разбавляют исходный концентрированный раствор буфера в 20 раз деминерализованной водой в соотношении 1 + 19 (например, к 2 $см^3$ концентрата прибавляют 38 $см^3$ деминерализованной воды). Раствор тщательно перемешивают.

Поскольку разбавленный буфер для промывки хранению не подлежит, его готовят непосредственно перед использованием, рассчитывая необходимое его количество для проведения анализа. Например, 40 $см^3$ разведенного раствора буфера для промывки достаточно для 4 микротитровальных стрипов по 8 лунок в каждом.

5.2.11. Приготовление буферного раствора PBS для разбавления проб (PBS-буфер) для определения стрептомицина

Навески 0,63 г натрия фосфорнокислого однозамещенного 2-водного; 5,7 г натрия фосфорнокислого двузамещенного 12-водного и 9 г NaCl; довести до 1 000 $см^3$ дистиллированной водой в мерной колбе, тщательно перемешать.

5.2.12. Приготовление буфера для разбавления проб для определения пенициллина

Разбавить **концентрат буфера для разбавления** стандартных растворов, конъюгата, антител, проб, имеющийся в комплекте, в соотношении 1 : 4 (1 + 3) деминерализованной водой (например, 10 $см^3$ концентрата + 30 $см^3$ деминерализованной воды). Готовый буфер для разбавления стандартов, проб, антител и конъюгата может храниться при 2—8 °С до истечения срока годности, указанного на концентрате.

5.2.13. Приготовление раствора для экстракции пенициллинов

В колбу вместимостью 25 $см^3$ приливают 9,4 $см^3$ метанола, 9,4 $см^3$ ацетонитрила и 6,2 $см^3$ буферного раствора для разбавления проб (п. 5.2.12). Раствор тщательно перемешивают.

5.2.14. Приготовление моющего буфера для определения пенициллина

Разбавить **концентрат моющего буфера** в соотношении 1 : 20 (1 + 19) деминерализованной водой (например, 2 $см^3$ концентрата + 38 $см^3$ деминерализованной воды, этого количества достаточно для 4 микротитровальных стрипов, т. е. 32 лунок). Разбавленный буфер может храниться при 2—8 °С до конца срока годности, указанного на концентрате.

5.2.15. Приготовление 70%-го раствора метанола

Для приготовления 70%-го раствора метанола вносят 70 $см^3$ чистого метанола в мерную колбу объемом 100 $см^3$, добавляют дистиллированной воды до метки и тщательно перемешивают.

5.2.16. Приготовление 35%-го раствора метанола

Для приготовления 35%-го раствора метанола вносят 35 $см^3$ чистого метанола в мерную колбу объемом 100 $см^3$, добавляют дистиллированной воды до метки и тщательно перемешивают, либо разбавляют готовый 70%-й раствор метанола дистиллированной водой в 2 раза.

5.2.17. Приготовление экстрагирующего буфера для креветок для определения хинолонов

70%-й раствор метанола (п. 5.2.15) разбавляют готовым моющим буфером (по п. 5.2.1) в соотношении 1 : 2 (например, 1 часть раствора метанола + 1 часть готового моющего буфера).

5.2.18. Приготовление 84%-го раствора ацетонитрила для определения сульфаниламидов

Готовят раствор ацетонитрила в воде в соотношении 84 : 16 (по объему). Для этого смешивают, например, 8,4 $см^3$ ацетонитрила и 1,6 $см^3$ дистиллированной воды.

5.2.19. Приготовление 2М раствора хлорида натрия для определения сульфаниламидов (тест-система 1)

Растворяют навеску хлорида натрия 115 г в 900 $см^3$ дистиллированной воды и доводят в мерной колбе до метки 1 000 $см^3$.

5.2.20. Приготовление 50 мМ раствора ацетатного буфера для определения сульфаниламидов (тест-система 1)

Растворяют 4,1 г ацетата натрия в 900 $см^3$ дистиллированной воды, устанавливают pH = 5 ± 0,1 с помощью 1 н раствора соляной кислоты и доводят в мерной колбе до метки 1 000 $см^3$ дистиллированной водой.

5.2.21. Приготовление буфера для разбавления проб для определения сульфаметазина (тест-система 2) из концентрата

Для приготовления готового к использованию буфера для разбавления проб разбавляют 20-кратный концентрат (в комплекте тест-

системы 2) 1 : 20 (1 + 19) дистиллированной водой. Рекомендуется выполнять разведение буфера для разбавления в один этап (50 $см^3$ буфера для разбавления доливают в мерной колбе дистиллированной водой до метки 1 000 $см^3$).

Срок годности буфера для разбавления, соответствующий указанному на этикетке к концентрату, выдерживается при хранении при температуре не выше 4 °С.

5.2.22. Приготовление буфера для разбавления для определения диметридазола

Буфер для разбавления проб поставляется в виде 10-кратного концентрата. Перед разбавлением (10 $см^3$ буфера + 90 $см^3$ дистиллированной воды) концентрированный буфер должен дойти до комнатной температуры и быть тщательно перемешанным. Концентрированный буфер может содержать осадок. Перемешайте тщательно перед разбавлением дистиллированной водой. Разбавленный буфер может храниться в холодильнике (2...8 °С) до истечения срока годности, указанного на этикетке тест-системы.

5.2.23. Приготовление 75%-го раствора метанола

Готовят 75%-й раствор метанола, смешивая метанол с водой в соотношении 3 : 1 (об/об), тщательно перемешивают.

5.2.24. Приготовление 1М раствора соляной кислоты (HCl)

Для приготовления 1 М раствора соляной кислоты из стандартитра мерную колбу емкостью 1 $дм^3$ наполняют дистиллированной водой – 500—600 $см^3$ и затем количественно переносят в нее содержимое ампулы с соляной кислотой, тщательно ополаскивая стенки ампулы дистиллированной водой, интенсивно перемешивают, после чего доводят объем раствора до метки. Тщательно перемешивают.

5.2.25. Приготовление 1М раствора натрия гидроокись (NaOH)

Для приготовления 1 М раствора натрия гидроокиси из стандартитра мерную колбу емкостью 1 $дм^3$ наполняют дистиллированной водой – 500—600 $см^3$ и затем количественно переносят в нее содержимое ампулы натрия гидроокиси, тщательно ополаскивая стенки ампулы дистиллированной водой, интенсивно перемешивают, после чего доводят объем раствора до метки. Тщательно перемешивают.

Для пробоподготовки к экстракции пенициллина допускается использовать 0,5 н раствор гидроокиси натрия, для чего навеску 5 г гидроокиси натрия разводят в мерной колбе объемом 250 $см^3$ дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

5.2.26. Приготовление 0,1 М раствора калия фосфорнокислого

Навеску 88,0 г калия фосфорнокислого двузамещенного 3-водного ($K_2HPO_4 \times 3H_2O$) разводят в мерной колбе объемом 100 $см^3$ дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

5.2.27. Приготовление экстракционного буфера (раствор 50 мМ натриевой соли гептансульфоновой кислоты с 25 мМ трисодиумфосфат с pH 2,0)

Навески 2,0 г натриевой соли гептан-сульфоновой кислоты и 1,9 г трисодиумфосфата растворить в 170—190 $см^3$ дистиллированной воды, установить pH ортофосфорной кислотой до 2,0 ± 0,1 и довести до конечного объема 200 $см^3$.

5.3. Хранение и использование тест-систем и реагентов

Хранение и использование тест-систем и реагентов, приготовление растворов, питательных сред, экстрагентов, необходимых для проведения пробоподготовки к анализу неселективными методами скрининга или методами ВЭЖХ и ВЭЖХ/МС, осуществляют в соответствии с утвержденными в установленном порядке методиками.

5.4. Подготовка стеклянной посуды

При подготовке к проведению исследований лабораторную стеклянную посуду моют смесью водного раствора бихромата калия с концентрированной серной кислотой, многократно промывают водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

6. Отбор проб пищевых продуктов

6.1. Отбор проб пищевой продукции проводят с учетом требований нормативно-технической документации на конкретный вид пищевого продукта.

6.2. Прослеживаемость исследуемых пищевых продуктов.

Необходимо принять меры для обеспечения прослеживаемости и истории происхождения образцов на протяжении всей цепи отбора, хранения, доставки в лабораторию, подготовки к анализу, анализа и выдачи окончательных результатов.

6.2.1. Каждый образец должен быть четко промаркирован, предпочтительно с использованием штрих-кодирования, для идентифицирования производителя, страны, области, края, города производства, организации и местоположения отбора образца, даты отбора и дополнительной информации, необходимой для последующих действий, если это

необходимо (номера партии, в случае продуктов смешанного состава обозначений изготовителя о применяемых компонентах).

6.3. Объем выборки должен быть достаточен, чтобы можно было провести анализ методом неселективного скрининга (при необходимости) и/или методом ИФА, а также сохранить оставшиеся необработанные образцы для обеспечения подтверждения результатов или иных целей.

6.4. Во время отбора и подготовки проб к анализу необходимо соблюдать осторожность, чтобы предотвратить загрязнение или другие изменения в образцах в результате неправильного обращения, которые могли бы изменить искомый антибиотик или антимикробный остаток и повлиять на результат аналитического определения.

6.5. Общие указания по отбору образцов:

а) каждый первичный образец должен быть отобран от одной единицы из партии выработки и отбираться случайным образом;

б) если требует размер отбираемого образца для адекватного размера лабораторного образца (например, печень птицы), образцы должны собираться последовательно после первоначального случайного отбора;

в) замороженные продукты не следует оттаивать перед отбором проб;

г) консервированные или упакованные продукты не следует вскрывать для отбора проб, если размер упаковки не превышает вдвое необходимого для лабораторного образца. Лабораторный образец должен содержать репрезентативную часть бульона, жидкой части, окружающей продукт;

д) невскрытые банки или упаковки, которые составляют лабораторный образец, должны быть отправлены в лабораторию невскрытыми и неповрежденными;

е) большие мясокостные единицы продукта следует отбирать путем сбора съедобной части продукта в качестве первичного образца;

ж) если части одной единицы продукта меньше, чем описано в качестве первичного образца, необходимо использовать дополнительные единицы выборки;

з) до начала анализа пробы хранят в холодильнике. Части, оставшиеся от лабораторных образцов, должны быть заморожены и сохраняться в условиях, которые сохранят целостность образца.

6.6. Масса (объем) лабораторных образцов для анализа, если иные требования не регламентированы действующей нормативной документацией, должна составлять количества, приведенные в табл. 1, гармонизированные с рекомендациями, включенными в Руководство по разработке и применению национальной регулирующей программы контроля безопасности пищевых продуктов, разработанной в связи с применени-

ем ветеринарных лекарственных препаратов для животных, производящих пищевые продукты [1].

Таблица 1

Рекомендуемые нормы отбора проб пищевых продуктов для исследований

Наименование продукта	Размер отбираемой пробы, не менее
1	2
Молочные и молокосодержащие продукты	
Сметана и продукты, сквашенные на ее основе; творог, творожные изделия и продукты молокосодержащие на их основе, в том числе для детского питания	500 г ($см^3$)
Молоко, кисломолочные и сквашенные молокосодержащие продукты жидкие, в том числе для детского питания	500 г ($см^3$)
Сгущенное и концентрированное молоко, сливки	500 г ($см^3$)
Сухие молочные продукты, в том числе для детского питания	500 г
Масло и паста масляная из коровьего молока, молочный жир, сливочно-растительные спреды	200 г
Сыр, сырный продукт, в том числе для детского питания	200 г
Мясо- и птицепродукты	
Колбасы и колбасные изделия, мясопродукты из мяса и птицы, включая консервы, в том числе для детского питания	500 г, если содержание жира менее 5 % по массе; 1 000 г, если содержание жира более 5 %
Мясо Субпродукты Жир всех видов скота, в том числе для детского питания	500 г после удаления костей 250—500 г 50—100 г
Мясо птицы и полуфабрикаты Субпродукты птичьи Жир птичий, в том числе для детского питания	500 г после удаления костей 250—500 г 50—100 г
Рыба и рыбная продукция аквакультуры	
Рыба, нерыбные объекты и продукция из них, включая консервы, в том числе для детского питания	250—500 г
Масложировые продукты	
Спреды растительно-сливочные	50—100 г
Яйца и яичные продукты	
Яйца всех видов птицы в скорлупе Продукты яичные сухие, жидкие, в том числе замороженные	10 штук 500 г

Продолжение табл. 1

1	2
Мёд	
Мёд и продукты пчеловодства (маточное молочко пчёл)	50—100 г
БАД к пище	
БАД к пище на основе переработки мясо-молочного сырья, не включающие в рецептуру веществ и соединений с антимикробными свойствами (соли йода, лизоцим и т. п.) (с содержанием ингредиентов животного происхождения более 90 %)	50—100 г
Кулинарные изделия и продукция общественного питания	
Продукция смешанного состава (кроме молочной) с содержанием компонентов животного происхождения не менее 50 %	250—500 г

6.7. В первую очередь исследованиям должны подвергаться непереработанные или минимально переработанные пищевые продукты животного происхождения (полуфабрикаты из мяса, птицы, рыбы сырые, субпродукты сырые, мясо- и птицепродукты сырокопченые и сыровяленые, рыба и рыбные продукты аквакультуры термически необработанные, яйца и яйцепродукты сырые, в том числе замороженные, молоко и сливки цельные, обезжиренные сырые и пастеризованные, мёд натуральный).

7. Алгоритм выбора метода при проведении исследований

7.1. При наличии сведений о прослеживаемости образцов пищевых продуктов и/или информации производителя (поставщика) о применявшихся антибиотиках или антимикробных препаратах при производстве пищевой продукции, в том числе для детского питания, выполняют анализ по контролю остатков данных препаратов непосредственно по методикам для их идентификации и определения, представленным в Приложении 1, или по методикам ИФА с фотометрической детекцией результатов, включенным в МУК 4.1.3535—18 «Определение остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в продуктах животного происхождения», аттестованным в установленном порядке (на хлорамфеникол, тетрациклины, бацитрацин).

Допускается проводить исследования с использованием полуколичественных методик ИФА с фотометрической детекцией результатов, включенных в МУК 4.1.3535—18 «Определение остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в продуктах животного происхождения», с подтверждением количества обнаруженных веществ путем анализа ВЭЖХ или ВЭЖХ/МС.

7.2. При отсутствии сведений о прослеживаемости образцов пищевой продукции, в том числе для детского питания, и/или информации производителя (поставщика) об антибиотиках или антимикробных препаратах, применявшихся при ее производстве, исследования проводят поэтапно, используя методики неселективного скрининга, утвержденные в установленном порядке, а также методики селективного скрининга, в том числе группового, предел определения которых обеспечивает выявление на уровне, соответствующем установленному МДУ для определяемых веществ с учетом состава (группы) пищевого продукта и области применения методик по прилож. 2, в том числе для:

1) молока, жидких, восстановленных из сухих и концентрированных молочных продуктов (кроме кисломолочных) – по ГОСТ 32254—13, ГОСТ 32219—13, МУК 4.2.026—95, ГОСТ 31903—12, МУ 3049—84, для молокопродуктов переработанных, в том числе творога, сметаны – по МУ 3049—84;

2) мяса, субпродуктов скота и птицы – по ГОСТ 31903—12, ГОСТ Р 55481—13, МУ 3049—84, МУК 4.2.026—95;

3) яиц и яйцепродуктов – по ГОСТ 31903—12, МУ 3049—84, МУК 4.2.026—95.

7.3. При отрицательных результатах испытаний неселективными скрининговыми методами заключение об отсутствии остаточных количеств антибиотиков можно выдавать только для тех препаратов, предел обнаружения которых соответствует или ниже, чем установленный МДУ; при положительных результатах необходимо проведение идентификации и подтверждения количества.

7.3.1. Для идентификации используются полуколичественные методики ИФА с фотометрической детекцией результатов, включенные в МУК 4.1.3535—18 «Определение остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в продуктах животного происхождения»; выбор конкретных методик проводится в соответствии с риск-ориентированным подходом по п. 7.4—7.6.

7.3.2. Для идентификации с последующим подтверждением количества обнаруженных веществ используются методы ВЭЖХ и ВЭЖХ/МС, утвержденные в установленном порядке (Приложение 1), либо методики ИФА с фотометрической детекцией результатов, включенные в МУК 4.1.3535—18 «Определение остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в продуктах животного происхождения», аттестованные в установленном порядке (для хлорамфеникола, тетрациклина, бацитрацина).

7.4. Для анализа продуктов переработанных или смешанного состава (с содержанием в составе продукта более 50 % компонентов животного происхождения), для которых отсутствуют стандарты на методы

неселективного и группового скрининга, с целью снижения риска для потребителей реализуется риск-ориентированный подход к контролю, основанный на выборе методов определения тех антибиотиков, которые имеют наибольший потенциал неблагоприятных последствий для здоровья человека, а также высокий рейтинг частоты выявления их остатков по данным российского и зарубежного мониторинга продовольственного сырья.

7.5. Для указанной цели используются методики ИФА с фотометрической детекцией результатов, включенные в МУК 4.1.3535—18 «Определение остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов в продуктах животного происхождения», в том числе для:

– продуктов из мяса и субпродуктов птицы – методики определения нитрофуранов, тетрациклинов, хинолонов;

– продуктов из мяса и субпродуктов рогатого скота – методики определения нитроимидазолов (диметридазола), из мяса и субпродуктов свиней – нитрофуранов, нитроимидазолов (диметридазола), тетрациклинов;

– продуктов из рыбы (аквакультуры) – нитрофуранов, тетрациклинов, стрептомицина, хлорамфеникола, бацитрацина;

– продуктов из молока и молокосодержащих – хлорамфеникола, тетрациклинов, пенициллина, сульфаниламидов, нитроимидазолов (диметридазола);

– продуктов из яиц – нитрофуранов, нитроимидазолов (диметридазола);

– мёда и продуктов пчеловодства – нитрофуранов, нитроимидазолов (диметридазола), тетрациклинов, сульфаниламидов.

7.6. При контроле продуктов для детского питания, специализированных пищевых продуктов для диетического (лечебного и профилактического) питания риск-ориентированный подход реализуется аналогично.

8. Подготовка проб к определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных веществ методом ИФА

8.1. Подготовка проб при определении хлорамфеникола (левомицетина)

8.1.1. Подготовка проб молока (сырого, свежего, пастеризованного, обезжиренного, цельного), сухого молока, пахты

Образцы продуктов в сухом виде предварительно восстанавливают в воде в соответствии с указанием на этикетке (нормативно-технической документации на продукт), при отсутствии информации 1 г сухого продукта суспендируют в 9 $см^3$ дистиллированной воды.

Пробы нейтрализуют с помощью 0,5 н раствора натрия гидроокиси (п. 5.2.3), доводя уровень pH до 7,0 ± 0,5.

Способ 1. Жидкий или восстановленный продукт центрифугируют в течение 5 мин при 2 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, обезжиренный супернатант отбирают в пустую пробирку и используют для дальнейшего анализа.

Непосредственно перед анализом подготовленную пробу перемешивают с помощью вортекса. Далее используют 0,05 $см^3$ подготовленной пробы на лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

Чтобы добиться наилучшей чувствительности, в качестве альтернативы может быть выполнена пробоподготовка (экстракция) согласно способам 2 и 3.

Способ 2 (экстракция). Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из жидкого исследуемого образца (жидкий молочный продукт, обезжиренный или цельный, восстановленные молочные смеси, в том числе смеси для детского питания) проводят следующим образом.

Вносят 10 $см^3$ образца в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ осадителя 1 (Карез I) (п. 5.2.8) и тщательно перемешивают на вортексе. Затем добавляют 1 $см^3$ осадителя 2 (Карез II) (п. 5.2.8) и снова тщательно перемешивают на вортексе. Далее смесь центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре 4—12 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением, предварительно охладить пробы до (8 ± 1) °С перед центрифугированием).

Супернатант 7,2 $см^3$ переносят в чистую центрифужную пробирку на 15 $см^3$, добавляют 6 $см^3$ этилацетата и экстрагируют встряхиванием в течение 10 мин. Затем смесь центрифугируют при комнатной температуре (20—25 °С) в течение 10 мин при 3 000 g.

Этилацетатный супернатант объемом 4 $см^3$ переносят в новую чистую пробирку и испаряют экстракт досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Если после сушки пробы на дне пробирки обнаруживается жирный остаток, то проводят процедуру обезжиривания, как описано в *Примечании 1*. Далее сухой остаток растворяют, как описано ниже.

Если жирного остатка не наблюдается, то растворяют сухой остаток в 0,4 $см^3$ 10 мМ моющего буфера (п. 5.2.1) и тщательно перемешивают на вортексе.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 см^3 экстракта + 3,2 см^3 моющего буфера).

Примечание 1. Для обезжиривания сухого остатка к сухому остатку приливают 0,4 см^3 н-гексана и перемешивают на вортексе, далее приливают 0,4 см^3 моющего буфера и повторно перемешивают на вортексе. Смесь центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). Нижнюю водную фазу отбирают в чистую пробирку и далее используют в соответствии с последующей процедурой. При этом фактор разведения пробы не меняется.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 нижней водной фазы в лунку. Данная процедура не влияет на фактор разведения пробы.

Примечание 2. При проведении пробоподготовки с использованием этилацетата и н-гексана для исключения ложноположительных результатов необходимо использовать *отрицательный контроль*. При подготовке *отрицательного контроля* вместо пробы вносят соответствующий объем дистиллированной воды и проводят все процедуры экстракции как с исследуемым образцом, с последующим внесением в лунку планшета. При расчете конечного результата полученные значения вычитают из значений исследованного образца (для расчета используют тот же фактор разбавления).

Способ 3 (экстракция). Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) непосредственно из сухого молочного продукта (обезжиренный или цельный), сухой молочной смеси, в том числе смеси для детского питания, проводят следующим образом.

Растворяют 2 г сухого молока в 10 см^3 дистиллированной воды в центрифужной пробирке вместимостью 15 см^3. Добавляют 0,5 см^3 осадителя 1 (Карез I) (п. 5.2.8) и тщательно перемешивают на вортексе. Затем добавляют 0,5 см^3 осадителя 2 (Карез II) (п. 5.2.8) и снова интенсивно перемешивают на вортексе. Далее смесь центрифугируют 10 мин при 3 000 g при температуре 4—12 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением предварительно охладить пробы до (8 ± 1) °С перед центрифугированием).

Супернатант 3,6 см^3 (соответствует 0,6 г сухого молока/смеси) переносят в чистую центрифужную пробирку на 15 см^3, добавляют 6 см^3 этилацетата и экстрагируют встряхиванием в течение 10 мин. Затем смесь центрифугируют при комнатной температуре (20—25 °С) в течение 10 мин при 3 000 g.

Этилацетатный супернатант объемом 4 см^3 переносят в новую чистую пробирку и испаряют экстракт досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Если после сушки пробы на дне пробирки обнаруживается жирный остаток, то проводят процедуру обезжиривания, как описано в *Примечании 1*. Далее сухой остаток растворяют, как описано ниже.

Если жирного остатка не наблюдается, то растворяют сухой остаток в 0,4 см^3 10 мМ моющего буфера (п. 5.2.1) и тщательно перемешивают на вортексе.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.1.2. Подготовка проб молочных продуктов

8.1.2.1. *Йогурт (с наполнителями и без), кефир, пахта, сливки*

Пробы нейтрализуют с помощью 0,5 н раствора натрия гидроокиси (п. 5.2.3), доводя значение pH до 7,0 ± 0,5. Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемого образца проводят следующим образом.

Навеску 10 г пробы вносят в колбу вместимостью 100 см^3 с плотно закрывающейся пробкой, приливают 8,0 см^3 20 мМ буфера (п. 5.2.2) и перемешивают. Далее добавляют 1 см^3 осадителя 1 (Карез I) (п. 5.2.8) и тщательно перемешивают на вортексе. После чего вносят 1 см^3 осадителя 2 (Карез II) (п. 5.2.8) и перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Готовую смесь переносят в центрифужные пробирки объемом 15 см^3 и центрифугируют 10 мин при 4 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С). Получают супернатант А.

Супернатант А объемом 4 см^3 переносят в новую пробирку, затем приливают 8 см^3 этилацетата и встряхивают, перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом). После чего центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). Получают супернатант Б.

Супернатант Б объёмом 4 см^3 переносят в новую пробирку и испаряют при 60 °С досуха в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Если после сушки пробы на дне пробирки обнаруживается жирный остаток, то проводят процедуру обезжиривания, как описано в *Примечании 1*. Далее сухой остаток растворяют, как описано ниже.

Если жирного остатка не наблюдается, то растворяют сухой остаток в 1 см^3 моющего буфера (п. 5.2.1).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 0,5.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 см^3 экстракта + 3,2 см^3 моющего буфера).

8.1.2.2. *Творог, сметана*

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемого образца проводят следующим образом.

Навеску 5,0 г пробы вносят в центрифужную пробирку объёмом 50 см^3, прибавляют 15 см^3 10%-го раствора метанола (п. 5.2.4) и интенсивно перемешивают на вортексе в течение 1 мин, допускается распределение пробы в двух центрифужных пробирках объемом 15 см^3, при сохранении пропорций количества пробы и объема раствора метанола, с последующим объединение экстрактов. Далее смесь центрифугируют 15 мин при 4 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Из пробирок удаляют образовавшийся верхний слой жира с помощью шпателя или стеклянной палочки, из обезжиренной средней части переносят 4 см^3 пробы в новую стеклянную пробирку (если проба была распределена на 2 пробирки, то далее используют объединенную пробу по 2 см^3 из каждой пробирки).

К супернатанту прибавляют 8 см^3 этилацетата, перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом). После чего центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С).

Супернатант 4 см^3 переносят в новую пробирку и испаряют при 60 °С досуха в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Если после сушки пробы на дне пробирки обнаруживается жирный остаток, то проводят процедуру обезжиривания, как описано в *Примечании 1*. Далее сухой остаток растворяют, как описано ниже.

Если жирного остатка не наблюдается, то растворяют сухой остаток в 0,5 см^3 моющего буфера (п. 5.2.1).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 $см^3$ экстракта + 3,2 $см^3$ моющего буфера).

8.1.2.3. *Сливочное масло, спреды сливочно-растительные*

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемого образца проводят следующим образом.

Навеску 2,0 г масла (спреда) вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, расплавляют масло (спред) на водяной бане при температуре примерно (40 ± 1) °С. Прибавляют 2 $см^3$ н-гексана и перемешивают интенсивно на вортексе в течение 10—15 с. После этого прибавляют 1 $см^3$ 20%-го раствора метанола (п. 5.2.5) и повторно интенсивно перемешивают на вортексе в течение 10—15 с, затем перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Центрифугируют 10 мин при 2 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Нижнюю водную фазу 0,7 $см^3$ переносят в пробирку типа эппендорф на 1,5—2,0 $см^3$ и помещают на лед на 10 мин. После чего центрифугируют 5 мин при 20 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). **Нижнюю водную фазу** отбирают в пустую пробирку.

Нижнюю водную фазу разбавляют моющим буфером (п. 5.2.1) в соотношении 1 : 4,5 (например, 0,2 $см^3$ нижней фазы + 0,7 $см^3$ моющего буфера).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 5,2.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 $см^3$ экстракта + 3,2 $см^3$ моющего буфера).

8.1.2.4. *Сыр*

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемого образца проводят следующим образом.

С поверхности образца сыра удаляют плесневый налет (при наличии). Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску сыра 10,0 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$ и добавляют 30 $см^3$ 10%-го раствора метанола (п. 5.2.4),

тщательно перемешивают и инкубируют на водяной бане при (40 ± 1) °С в течение 10 мин, встряхивая интенсивно минимум 3 раза во время инкубации. После чего центрифугируют 15 мин при 4 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Нижнюю водную фазу 3,5 см^3 переносят в новую центрифужную пробирку, приливают 7 см^3 этилацетата и перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом). После чего центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С).

Супернатант 3,5 см^3 переносят в чистую пробирку и испаряют экстракт досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Если после сушки пробы на дне пробирки обнаруживается жирный остаток, то проводят процедуру обезжиривания, как описано в *Примечании 1*. Далее сухой остаток растворяют, как описано ниже.

Если жирного остатка не наблюдается, то растворяют сухой остаток в 0,5 см^3 моющего буфера (п. 5.2.1).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 см^3 экстракта + 3,2 см^3 моющего буфера).

8.1.2.5. *Молочные смеси для детского питания сухие и жидкие, молочные напитки для детского питания сухие и жидкие, молочные каши с содержанием молочных компонентов более 50 % сухие и жидкие, продукты кисломолочные, творог для детского питания*

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемых образцов молочных смесей для детского питания сухих и жидких, молочных напитков для детского питания сухих и жидких, молочных каш с содержанием молочных компонентов более 50 % сухих и жидких проводят по п. 8.1.1.

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемых образцов продуктов кисломолочных и творога для детского питания проводят по п. 8.1.2.1 и 8.1.2.2 соответственно.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят допол-

нительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 $см^3$ экстракта + 3,2 $см^3$ моющего буфера).

8.1.3. Подготовка проб мяса и субпродуктов всех видов скота и птицы, продуктов из мяса и субпродуктов, в том числе птичьих, с содержанием мясных ингредиентов более 50 % (колбасные изделия, консервы мясные); рыбы и рыбной продукции, продукции аквакультуры (рыба, креветки) (сырой, охлажденной, мороженной, варено-мороженной), переработанной продукции из рыбы и аквакультуры (консервы натуральные и с добавлением масла) с содержание рыбных компонентов более 50 %

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемого образца проводят следующим образом.

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску гомогенизированной пробы 3 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, прибавляют 3 $см^3$ дистиллированной воды, 6 $см^3$ этилацетата и перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом). После чего центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С).

Супернатант объемом 4 $см^3$ переносят в чистую пробирку и испаряют экстракт досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ н-гексана, прибавляют 0,5 $см^3$ моющего буфера (п. 5.2.1) и тщательно перемешивают на вортексе. Центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). **Нижнюю водную фазу** отбирают в чистую пробирку.

Нижнюю водную фазу разбавляют моющим буфером (п. 5.2.1) в соотношении 1 : 9 (например, 0,05 $см^3$ нижней фазы + 0,45 $см^3$ моющего буфера).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 2,5.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 $см^3$ экстракта + 3,2 $см^3$ моющего буфера).

8.1.4. Подготовка проб мяса и субпродуктов сырых для детского питания; продуктов из мяса и субпродуктов, в том числе птичьих, с содержанием мясных ингредиентов более 50 % для детского питания (колбасные изделия, консервы мясные); продуктов переработки рыбы и аквакультуры для детского питания (консервированные продукты из рыбы с содержанием рыбных ингредиентов более 50 %, кулинарная продукция из рыбы с молочным компонентом)

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемых образцов проводят по п. 8.1.3.

8.1.5. Подготовка проб яиц (сырых) всех видов птицы, яичных продуктов сухих и жидких, в том числе замороженных (яичный порошок, меланж, яичный белок)

8.1.5.1. *Яйца (сырые)*

Экстракцию левомицетина (хлорамфеникола) из исследуемого образца проводят следующим образом. Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску 2 г гомогенизированной пробы вносят в центрифужную пробирку объемом 15 $см^3$, добавляют 8 $см^3$ этилацетата и интенсивно встряхивают в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом), после чего центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С).

Супернатант 4 $см^3$ (соответствует 1 г пробы) переносят в чистую пробирку и испаряют экстракт досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ н-гексана, прибавляют 1 $см^3$ моющего буфера (п. 5.2.1) и тщательно перемешивают на вортексе 1 мин. Центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). **Нижнюю водную фазу** отбирают в чистую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ **нижней водной фазы** в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 $см^3$ экстракта + 3,2 $см^3$ моющего буфера).

8.1.5.2. *Яичные продукты сухие и жидкие, в том числе замороженные (яичный порошок, меланж, яичный белок)*

Из сухого порошка готовят 10%-ю суспензию, для этого 1 г сухого продукта разводят в 9 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно перемешивают. Далее проводят экстракцию по п. 8.1.5.1.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ **нижней водной фазы** в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10 (в пересчете на сухой продукт).

Экстракцию из яичных продуктов жидких, в том числе замороженных, проводят по п. 8.1.5.1.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ нижней водной фазы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 $см^3$ экстракта + 3,2 $см^3$ моющего буфера).

8.1.6. Подготовка проб спредов, растительно-сливочных

Пробоподготовку (экстракцию) проводят по п. 8.1.2.3.

8.1.7. Подготовка проб мёда, маточного молочка

8.1.7.1. *Мёд*

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемого образца проводят следующим образом.

Навеску 2 г мёда вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, прибавляют 4 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно перемешивают встряхиванием, до полного растворения мёда, затем добавляют 4 $см^3$ этилацетата и экстрагируют встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом). После чего центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С).

Супернатант 1 $см^3$ переносят в пустую пробирку и испаряют досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Сухой остаток растворяют в 0,5 $см^3$ моющего буфера (п. 5.2.1) и тщательно перемешивают на вортексе.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 $см^3$ экстракта + 3,2 $см^3$ моющего буфера).

8.1.7.2. *Маточное молочко*

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемого образца проводят следующим образом.

Навеску 2 г маточного молочка вносят в центрифужную пробирку, прибавляют 3 см^3 0,5 н раствора натрия гидроокиси (п. 5.2.3), встряхивают до полного растворения маточного молочка, после чего приливают 8 см^3 этилацетата и интенсивно перемешивают на вортексе в течение 1 мин и продолжают экстракцию встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом). После чего центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С).

Супернатант объемом 2 см^3 переносят в чистую пробирку и испаряют досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 моющего буфера (п. 5.2.1) и тщательно перемешивают на вортексе.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 см^3 экстракта + 3,2 см^3 моющего буфера).

8.1.8. Подготовка проб биологически активных добавок к пище на основе переработки мясо-молочного, рыбного сырья и аквакультуры с содержанием животных ингредиентов более 90 %

Методика описывает пробоподготовку для БАД к пище на основе животного сырья, не включающих в рецептуру веществ и соединений с антимикробными свойствами (соли йода, лизоцим и т. п.).

Экстракцию хлорамфеникола (левомицетина) из исследуемых образцов БАД проводят следующим образом: все количество представительной пробы БАД в форме таблеток, капсул, порошка, сухих форм (например, чипсы) полностью измельчают в гомогенизаторе или в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния. БАД в виде сухого порошка тщательного перемешивают в блендере.

Далее готовят 10%-ю суспензию гомогенизированной пробы, для этого 1 г навески сухого продукта разводят в 9 см^3 дистиллированной воды, вновь тщательно перемешивают, встряхивают до полного растворения/суспендирования на вортексе в течение 1 мин и потом перемешивают в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Далее экстракцию подготовленной таким образом пробы проводят:

– для БАД на основе переработки молочного сырья по п. 8.1.1, способ 1 (дополнительно учитывают коэффициент разведения – 10);

– для БАД на основе переработки мясного, рыбного сырья и аквакультуры (кроме рыбьего жира) следующим образом: 6 г приготовленной суспензии вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, прибавляют 6 $см^3$ этилацетата и перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

После чего суспензию центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). Отбирают 4 $см^3$ супернатанта в чистую пробирку и испаряют экстракт досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ н-гексана, прибавляют 0,5 $см^3$ моющего буфера (п. 5.2.1) и тщательно перемешивают на вортексе. Центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). В чистую пробирку отбирают **нижнюю водную фазу.**

Нижнюю водную фазу разбавляют моющим буфером (п. 5.2.1) в соотношении 1 : 9 (например, 0,05 $см^3$ нижней фазы + 0,45 $см^3$ моющего буфера).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 12,5.

При необходимости для получения результатов содержания антибиотика в границах диапазона определяемого содержания вводят дополнительное разведение подготовленного экстракта пробы в 33 раза (например, 0,1 $см^3$ экстракта + 3,2 $см^3$ моющего буфера).

8.2. Подготовка проб при определении антибиотиков тетрациклиновой группы

8.2.1. Подготовка проб молока (сырого, свежего, пастеризованного, обезжиренного, цельного), сухого молока, молочных смесей

Образцы продуктов в сухом виде предварительно восстанавливают в воде в соответствии с указанием на этикетке (нормативно-технической документации на продукт), при отсутствии информации 1 г сухого продукта суспендируют в 9 $см^3$ дистиллированной воды. Пробы нейтрализуют с помощью 0,5 н раствора натрия гидроокиси (п. 5.2.3), доводя уровень pH до 7,0 ± 0,5.

8.2.1.1. *Молоко и молочные продукты с содержанием жира ≤1,5 %*

Молоко и молочные продукты с содержанием жира ≤ 1,5 % разбавляют готовым **буфером 2 для проб** (в комплекте набора) в соотношении

1 : 10 (1 + 9) в чистой стеклянной пробирке (например, 0,05 см^3 молока + 0,45 см^3 буфера 2 для проб).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.2.1.2. *Молоко и молочные продукты с содержанием жира > 1,5 %*

Образец молока или молочного продукта с содержанием жира > 1,5 % отбирают по 5—10 см^3 в центрифужную пробирку объемом 15 см^3, центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре 4—8 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры 4—8 °С). Удаляют образовавшийся верхний слой жира с помощью шпателя или стеклянной палочки, из средней части отбирают обезжиренный продукт в пустую пробирку.

Обезжиренный продукт разбавляют готовым **буфером 2 для проб** в соотношении 1 : 10 (1 + 9) в чистой стеклянной пробирке (например, 0,05 см^3 молока + 0,45 см^3 буфера 2 для проб).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.2.1.3. *Сухое молоко и сухие молочные продукты, молочные смеси для детского питания*

Навеску 10 г исследуемого сухого продукта разводят в 90 см^3 дистиллированной воды, предварительно прогретой до 60 °С, и доводят объем суспензии до 100 см^3. Тщательно перемешивают встряхиванием и переворачиванием не менее 10 мин до полного растворения сухого молока. Если сухое молоко плохо растворяется, то дополнительно в течение 3 мин выдерживают суспензию в ультразвуковой бане.

Далее центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре 4—8 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры 4—8 °С). Удаляют образовавшийся верхний слой жира с помощью шпателя или стеклянной палочки, из средней части отбирают обезжиренный продукт в пустую пробирку.

Обезжиренный продукт разбавляют готовым **буфером 2 для проб** в соотношении 1 : 10 (1 + 9) в чистой стеклянной пробирке (например, 0,05 см^3 молока + 0,45 см^3 буфера 2 для проб).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.2.2. Подготовка проб молочных продуктов

8.2.2.1. *Кисломолочные продукты: творог, йогурт (без наполнителя/с фруктами), кефир, сливки, сметана, сквашенные молокосодержащие продукты*

Навеску 5 г исследуемого продукта вносят в центрифужную пробирку объемом 15 см^3, инкубируют 15 мин при температуре (50 ± 1) °С, например, на водяной бане, перемешивают на вортексе, пока проба не гомогенизируется полностью.

Далее центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре 4—8 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры 4—8 °С). Удаляют образовавшийся верхний слой жира с помощью шпателя или стеклянной палочки, из средней части отбирают обезжиренный продукт в пустую пробирку.

Обезжиренный продукт разбавляют готовым **буфером 2 для проб** в соотношении 1 : 10 (1 + 9) в чистой стеклянной пробирке (например, 0,05 см^3 молока + 0,45 см^3 буфера 2 для проб).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.2.2.2. *Сливочное масло, спреды сливочно-растительные*

Навеску 1 г исследуемого продукта вносят в центрифужную пробирку объемом 15 см^3, расплавляют на водяной бане при температуре около 40 °С.

В пробирку с расплавленной пробой вносят 1 см^3 н-гексана и интенсивно перемешивают 1 мин на вортексе, затем добавляют 1 см^3 метанола 20 % (п. 5.2.5), интенсивно перемешивают не менее 10 с на вортексе, а затем перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Центрифугируют 10 мин при 2 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Из пробирки осторожно удаляют **верхний гексановый слой** с помощью автоматической пипетки или пипетки Пастера, приливают 1 $см^3$ н-гексана и интенсивно перемешивают 1 мин на вортексе.

Далее центрифугируют 10 мин при 2 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Нижнюю водную фазу 1 $см^3$ переносят в пробирку на 1,5—2,0 $см^3$ и помещают на лед на 10 мин. После чего центрифугируют 10 мин при 20 000 g при комнатной температуре (20—25 °С) и затем **нижнюю водную фазу** отбирают в пустую пробирку.

Для исследования отобранную нижнюю водную фазу разбавляют в соотношении 1 : 17 (1 + 16) **буфером 1 для проб** (например, 0,05 $см^3$ пробы + 0,8 $см^3$ буфера 1 для проб) в чистой стеклянной пробирке.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 20.

Примечание 3. При проведении пробоподготовки с использованием н-гексана для исключения ложноположительных результатов необходимо использовать *отрицательный контроль*. При подготовке *отрицательного контроля* вместо пробы вносят соответствующий объем дистиллированной воды и проводят все процедуры экстракции, как с исследуемым образцом, с последующим внесением в лунку планшета. При расчете конечного результата полученные значения вычитают из значений исследованного образца (для расчета используют тот же фактор разбавления).

8.2.2.3. *Сыр*

С поверхности образца сыра удаляют плесневый налет (при наличии). Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску сыра 5 г вносят в емкость для гомогенизации, добавляют 20 $см^3$ метанола 10 % (п. 5.2.4) и гомогенизируют в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Гомогенизированную пробу переносят в центрифужную пробирку на 50 $см^3$ и встряхивают в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Далее гомогенизированную пробу центрифугируют 15 мин при 3 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С). Водную (среднюю) фазу 1 $см^3$ переносят в пробирку на 1,5—2,0 $см^3$.

Далее пробу центрифугируют 5 мин при 20 000 g при комнатной температуре (20—25 °С), после чего отбирают супернатант в пустую пробирку.

Для исследования полученный супернатант разбавляют в соотношении 1 : 5 (1 + 4) **буфером 2 для проб** (например, 0,1 $см^3$ супернатанта + 0,4 $см^3$ буфера 2 для проб) в чистой стеклянной пробирке.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

8.2.3. Подготовка проб мяса и субпродуктов, в том числе птицы

8.2.3.1. *Мясо и субпродукты, в том числе птичьи*

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску гомогенизированной пробы 1 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, прибавляют 9 $см^3$ 20 мМ PBS-буфера с pH 7,4 (п. 5.2.2), интенсивно перемешивают 1 мин на вортексе пробу с буфером, а затем перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Гомогенизированную пробу центрифугируют 10 мин при 4 000 g при комнатной температуре (20—25 °С), отбирают 1 $см^3$ супернатанта и переносят его в чистую пробирку.

К 1 $см^3$ супернатанта добавляют 2 $см^3$ н-гексана и перемешивают на вортексе не менее 10 с. Далее центрифугируют 10 мин при 4 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). **Нижнюю водную фазу** отбирают в пустую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ **нижней водной фазы** в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10.

8.2.3.2. *Продукты из мяса и субпродуктов, в том числе птичьих, с содержанием мясных ингредиентов более 50 % (колбасные изделия, консервы мясные, в том числе для детского питания)*

Способ 1 – для продуктов с содержанием жира менее 5 %.

Навеску гомогенизированной пробы 3 г вносят в емкость для гомогенизации, добавляют 30 $см^3$ 20 мМ PBS-буфера с pH 7,4 (п. 5.2.2) и гомогенизируют в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Гомогенизированную пробу равномерно распределяют в центрифужных пробирках объемом 15 $см^3$ и центрифугируют 10 мин при 4 000 g и температуре 4—8 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры 4—8 °С). *Обезжиренную среднюю фракцию* отбирают в пустые пробирки.

Полученный фугат разбавляют в соотношении 1 : 2 (1 + 1) **буфером 1 для проб** (например, 0,5 см^3 фугат + 0,5 см^3 буфера 1 для проб) в чистой стеклянной пробирке.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 20.

Способ 2 – для продуктов с содержанием жира более 5 %.

Используют методику экстракции, как для мяса, по п. 8.2.3.1.

8.2.4. Подготовка проб рыбы и рыбной продукции, продукции аквакультуры (рыба, креветки) (сырой, охлажденной, мороженной, вареномороженой), переработанной продукции из рыбы и аквакультуры (консервы натуральные и с добавлением масла), в том числе для детского питания (с содержанием рыбных ингредиентов более 50 %)

Способ 1 – для продуктов с содержанием жира менее 5 %.

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску гомогенизированной пробы 1 г переносят в центрифужную пробирку объемом 15 см^3 с винтовой крышкой и приливают 9 см^3 20 мМ **PBS-буфера** с pH 7,4 (п. 5.2.2), интенсивно перемешивают на вортексе, а затем экстракцию проводят встряхиванием в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g и комнатной температуре (20—25 °С), супернатант отбирают в пустую пробирку. При наличии жирного верхнего слоя отбирают обезжиренную среднюю фракцию.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10.

Способ 2 – для продуктов с содержанием жира более 5 %.

Для таких образцов вводят дополнительно стадию обезжиривания.

К 1 см^3 супернатанта, полученного вышеописанным *способом 1*, добавляют 2 см^3 н-гексана и перемешивают на вортексе не менее 10 с. Далее центрифугируют 10 мин при 4 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). **Нижнюю водную фазу** отбирают в пустую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 **нижней водной фазы** в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10.

8.2.5. Подготовка проб яиц (цельное яйцо, яичный белок, яичный желток) куриных, яичных продуктов сухих (яичный порошок, меланж, сухой яичный белок)

8.2.5.1. *Яйца (цельное яйцо, яичный белок, яичный желток)*

Тщательно гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке, для анализа цельного яйца желток и белок гомогенизировать совместно.

Навеску гомогенизированной пробы 4 г переносят в центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$ и приливают 20 мл 50 мМ буферного раствора янтарной кислоты (п. 5.2.7). Для экстракции перемешивают пробу встряхиванием 15 мин при комнатной температуре (20—25 °С).

Центрифугируют 15 мин при 4 000 g при комнатной температуре (20—25 °С), супернатант отбирают в пустую пробирку.

Супернатант разбавляют в соотношении 1 : 10 (1 + 9) 20 мМ **PBS-буфером** с pH 7,4 (п. 5.2.2) (например, 0,1 $см^3$ супернатанта + 0,9 $см^3$ 20 мМ PBS-буфера) в чистой стеклянной пробирке.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 60.

8.2.5.2. *Яичные продуты сухие (яичный порошок, меланж, сухой яичный белок)*

Готовят 10%-ю суспензию. Для этого 1 г сухого продукта разводят в 9 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно примешивают.

Далее проводят экстракцию по п. 8.2.5.1.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При пересчете на сухой продукт учитывают дополнительно фактор разбавления – 10.

8.2.6. Подготовка проб спредов растительно-сливочных

Пробоподготовку (экстракцию) проводят по п. 8.2.2.2.

8.2.7. Подготовка проб мёда

Навеску мёда 1 г отбирают в стеклянный флакон с винтовой крышкой (вместимостью не менее 80 $см^3$), разбавляют в соотношении 1 : 50 (1 + 49) 20 мМ PBS-буфером, pH 7,4 (п. 5.2.2) (например, 1 г мёда + 49 $см^3$ 20 мМ PBS-буфера).

Пробы мёда, которые трудно растворяются, дополнительно инкубируют 5 мин в ультразвуковой бане.

Разбавленную пробу интенсивно перемешивают на вортексе не менее 2 мин.

Непосредственно пред анализом пробирки с пробами необходимо встряхнуть несколько раз вверх–вниз.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 50.

8.2.8. Подготовка проб биологически активных добавок к пище на основе переработки мясо-молочного, рыбного сырья и аквакультуры (с содержанием ингредиентов животного происхождения более 90 %)

Методика описывает пробоподготовку для БАД к пище на основе животного сырья, не включающих в рецептуру веществ и соединений с антимикробными свойствами (соли йода, лизоцим и т. п.).

Экстракцию антибиотиков тетрациклиновой группы из исследуемых образцов БАД проводят следующим образом: все количество представительной пробы БАД в форме таблеток, капсул, порошка, сухих форм (например, чипсы) полностью измельчают в гомогенизаторе или в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния. БАД в виде сухого порошка тщательного перемешивают в блендере.

Далее готовят 20%-ю суспензию гомогенизированной пробы, для этого 1 г навески сухого продукта разводят в 4 см^3 дистиллированной воды, вновь тщательно перемешивают, встряхивают до полного растворения/суспендирования на вортексе в течение 1 мин и потом перемешивают в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Далее экстракцию подготовленной таким образом пробы проводят:

– для БАД на основе переработки молочного сырья по п. 8.2.1.3 – как для жидкого продукта. При расчете конечного результата на сухой продукт учитывают фактор разбавления – 50;

– для БАД на основе переработки мясного сырья: берут 1 г подготовленной 20 %-й суспензии и проводят экстракцию по п. 8.2.3.1, как с гомогенизированной пробой. При расчете конечного результата на сухой продукт учитывают фактор разбавления – 50;

– для БАД на основе переработки рыбного сырья и аквакультуры (кроме рыбьего жира): берут 1 г подготовленной 20%-й суспензии и проводят экстракцию по п. 8.2.4, как с гомогенизированной пробой. При расчете конечного результата на сухой продукт учитывают фактор разбавления – 50.

8.3. Подготовка проб при определении бацитрацина

8.3.1. Подготовка проб молока (сырого, свежего, пастеризованного, обезжиренного, цельного), сухого молока, молочных смесей, в том числе для детского питания

Образцы продуктов в сухом виде предварительно восстанавливают в воде в соответствии с указанием на этикетке (нормативно-технической

документации на продукт) при отсутствии информации 1 г сухого продукта суспендируют в 9 $см^3$ дистиллированной воды.

Пробы нейтрализуют с помощью 0,5 н раствора натрия гидроокиси (п. 5.2.3), доводя уровень pH до 7,0 ± 0,5, после чего центрифугируют в течение 5 мин при 2 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С в течение 20—30 мин).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, обезжиренный супернатант разбавляют в 10 раз (соотношение 1 + 9) буфером для разбавления проб (содержится в комплекте набора) (например, к 0,02 $см^3$ обезжиренного супернатанта добавляют 0,18 $см^3$ буфера для разбавления проб), перемешивают на вортексе.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.3.2. Подготовка проб мяса, мясопродуктов, яиц, рыбы, рыбной продукции и продукции аквакультуры, кулинарных продуктов из рыбы с яичным компонентом для детского питания

Образцы продуктов в сухом виде предварительно восстанавливают в воде в соответствии с указанием на этикетке (нормативно-технической документации на продукт).

Пробы тщательно гомогенизируют в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску 1 г гомогенизированной пробы вносят в центрифужную пробирку объемом 15 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ 80%-го раствора метанола в буфере (п. 5.2.6) для проб, перемешивают встряхиванием в течение 15 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом), центрифугируют при 2 000 g в течение 10 мин при комнатной температуре (20—25 °С), супернатант отбирают в пустую пробирку.

Супернатант разбавляют в 5 раз (соотношение 1 + 4) буфером для разбавления проб (содержится в комплекте набора) (например, к 0,04 $см^3$ супернатанта добавляют 0,16 $см^3$ буфера для разбавления проб), перемешивают на вортексе.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 15, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.3.3. Подготовка проб биологически активных добавок к пище на основе переработки мясного, рыбного сырья и аквакультуры (кроме рыбьего жира) (с содержанием ингредиентов животного происхождения более 90 %)

Методика описывает пробоподготовку для БАД к пище на основе животного сырья, не включающих в рецептуру веществ и соединений с антимикробными свойствами (соли йода, лизоцим и т. п.).

Экстракцию бацитрацина из исследуемых образцов БАД на основе переработки мясного, рыбного сырья и аквакультуры (кроме рыбьего жира) проводят следующим образом: все количество представительной пробы БАД в форме таблеток, капсул, порошка, сухих форм (например, чипсы) полностью измельчают в гомогенизаторе или в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния. БАД в виде сухого порошка тщательного перемешивают в блендере.

Далее готовят 20%-ю суспензию гомогенизированной пробы, для этого 1 г навески сухого продукта разводят в 4 $см^3$ дистиллированной воды, вновь тщательно перемешивают, встряхивают до полного растворения/суспендирования на вортексе в течение 1 мин и потом перемешивают в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

После чего берут 1 г подготовленной 20%-й суспензии и проводят экстракцию по п. 8.3.2, как с гомогенизированной пробой (при пересчете на сухой продукт дополнительно учитывают коэффициент разведения – 5).

При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 75.

8.4. Подготовка проб при определении аминогликозидов (стрептомицина)

8.4.1. Подготовка проб молока (сырого, свежего, пастеризованного, обезжиренного, цельного), сливок, сухого молока, молочных смесей, в том числе для детского питания (жидких, сухих)

Образцы продуктов в сухом виде при необходимости предварительно восстанавливают в воде в соответствии с указанием на этикетке (нормативно-технической документации на продукт). Пробы нейтрализуют с помощью 0,5 н раствора гидроокиси натрия (п. 5.2.3), доводя уровень pH до 7,0 ± 0,5, после чего центрифугируют в течение 5 мин при 2 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, обезжиренный супернатант используют для дальнейшего анализа.

8.4.1.1. *Молоко (сырое, свежее, пастеризованное, цельное, обезжиренное), молоко восстановленное, сливки, молочные смеси, в том числе для детского питания (жидкие)*

Обезжиренную пробу исследуемого продукта перемешивают на вортексе в течение 3 с, разбавляют в соотношении 1 : 10 (1 + 9) буфером для разбавления проб (п. 5.2.11) (например, 0,05 см^3 молока + 0,45 см^3 буфера для разбавления проб), перемешивают на вортексе в течение 3 с.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.4.1.2. *Сухие молоко и молочные смеси, в том числе для детского питания*

Навеску исследуемого сухого продукта 1 г разводят в 9 см^3 деминерализованной воды и перемешивают на вортексе до полного растворения.

Пробу исследуемого продукта центрифугируют в течение 5 мин при 2 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, обезжиренный супернатант отбирают в пустую пробирку.

Обезжиренный супернатант разбавляют в соотношении 1 : 10 (1 + 9) буфером для разбавления проб (п. 5.2.11) (например, 0,05 см^3 молока + 0,45 см^3 буфера для разбавления проб), перемешивают на вортексе в течение 3 с.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата (в пересчете на сухой продукт) учитывают фактор разбавления – 100.

8.4.1.3. *Сыр, творог, сливочное масло, спреды сливочно-растительные*

С поверхности образца сыра удаляют плесневый налет (при наличии). Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску исследуемого продукта массой 1 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 см^3, добавляют 4 см^3 готового моющего буфера PBS с твином (п. 5.2.1). Пробирки термостатируют на водяной

бане при температуре 50—55 °С до полного расплавления пробы, не менее 2 мин, после чего интенсивно перемешивают на вортексе в течение 10—15 с.

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Из пробирок удаляют образовавшийся верхний слой жира с помощью шпателя или стеклянной палочки, из обезжиренной средней части переносят 1 $см^3$ пробы в пустую пробирку. Полученный экстракт разбавляют моющим буфером (PBS-буфером с твином) (п. 5.2.1) в соотношении 1 : 2 (например, 0,1 $см^3$ нижней фазы + 0,1 $см^3$ моющего буфера).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата (в пересчете на сухой продукт) учитывают фактор разбавления – 10.

8.4.2. Подготовка проб мяса и субпродуктов скота и птицы

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску исследуемого продукта массой 5 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ моющего буфера (п. 5.2.1) и перемешивают на вортексе в течение 10 с, затем перемешивают встряхиванием в течение 30 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Из пробирок удаляют образовавшийся верхний слой жира с помощью шпателя или стеклянной палочки, из обезжиренной **надосадочной фазы** переносят 1 $см^3$ пробы в пустую пробирку. Полученный экстракт разбавляют моющим буфером (PBS-буфер с твином) (п. 5.2.1) в соотношении 1 : 10 (например, 0,05 $см^3$ надосадочной фазы + 0,45 $см^3$ моющего буфера).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата (в пересчете на сухой продукт) учитывают фактор разбавления – 50.

8.4.3. Подготовка проб рыбы, рыбной продукции, продукции аквакультуры (рыба, креветки), кулинарных продуктов из рыбы с молочным компонентом для детского питания

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску исследуемого продукта массой 5 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3, добавляют 20 см^3 моющего буфера (п. 5.2.1) и перемешивают на вортексе в течение 10 с, затем перемешивают встряхиванием в течение 30 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Из пробирок удаляют образовавшийся верхний слой жира с помощью шпателя или стеклянной палочки, из обезжиренной надосадочной фазы переносят 1 см^3 пробы в пустую пробирку.

Полученный экстракт разбавляют моющим буфером PBS (п. 5.2.1) в соотношении 1 : 10 (например, 0,05 см^3 надосадочной фазы + 0,45 см^3 моющего буфера).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата (в пересчете на сухой продукт) учитывают фактор разбавления – 50.

8.4.4. Подготовка проб мёда

Навеску мёда массой 1 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 см^3, добавляют до 10 см^3 экстракционного буфера (п. 5.2.27). Встряхивают до полного растворения мёда.

Центрифугируют 10 мин при 3 000 g при комнатной температуре (20—25 °С), полученный прозрачный супернатант отбирают в пустую пробирку. Далее проводят очистку методом твердофазной экстракции с помощью колонок С18 в соответствии со следующей процедурой.

Очистка раствора мёда методом твердофазной экстракции

При использовании колонок RIDA® C18 (арт. R2002) кондиционирование их проводят следующим образом: колонку промывают со скоростью потока 1 кап./с, сначала пропуская 2 см^3 100%-го метанола, а затем 2 см^3 дистиллированной воды, используя устройства для твердофазной экстракции (вакуумный манифолд) и руководствуясь инструкцией по его эксплуатации.

Примечание. При отсутствии устройства для твердофазной экстракции для создания давления воздуха на входе в колонку допускается использование пластикового шприца на 20 см^3 с резиновой пробкой, соединенного с колонкой через стеклянный буферный цилиндр и пластиковый переходник.

После кондиционирования на подготовленную колонку наносят 5 см^3 супернатанта и медленно продавливают через колонку со скоростью примерно 15 кап./мин.

После этого колонку промывают 3 $см^3$ дистиллированной воды со скоростью потока 1 кап./с, удаляют остатки жидкости, продувая колонку потоком воздуха или азота в течение 2 мин.

Устанавливают под колонку чистую пробирку. Адсорбированные на колонке вещества осторожно, со скоростью 15 кап./мин, элюируют 1 $см^3$ 100%-го метанола в чистую пробирку. Элюирование пробы проводят медленно со скоростью примерно 15 кап./мин.

Полученный элюат испаряют досуха при 60 °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ PBS-буфера для разбавления проб (п. 5.2.11) и тщательно перемешивают на вортексе.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 4.

В случае использования колонок С18 *других производителей* рекомендуется придерживаться следующей процедуры. Осуществляют предварительное кондиционирование колонки путем последовательного промывания: метанолом, водно-метанольными смесями и водой со скоростью потока 1 кап./с по следующей схеме:

1) промывают колонку 2 $см^3$ метанола (100 %);

2) промывают колонку 0,5 $см^3$смеси метанол/дистиллированная вода (75/25, об./об.);

3) промывают колонку 0,5 $см^3$ смеси метанол/дистиллированная вода (50/50, об./об.);

4) промывают колонку 0,5 $см^3$ смеси метанол/дистиллированная вода (25/75, об./об.);

5) промывают колонку 2 $см^3$ дистиллированной воды.

Водные растворы метанола различной концентрации для кондиционирования колонок для твердофазной экстракции должны быть приготовлены за 1 час до использования. Для удаления воздушных пузырьков непосредственно перед использованием растворы перемешивают на вортексе.

Колонки, подготовленные таким образом, далее могут быть использованы аналогично колонкам RIDA ®C18.

8.4.5. Подготовка проб биологически активных добавок к пище на основе переработки молочного сырья (с содержанием ингредиентов животного происхождения более 90 %)

Методика описывает пробоподготовку для БАД к пище на основе молочного сырья, не включающих в рецептуру веществ и соединений с антимикробными свойствами (соли йода, лизоцим и т. п.).

Экстракцию стрептомицина из исследуемых образцов БАД на основе переработки молочного проводят следующим образом: все количество представительной пробы БАД в форме таблеток, капсул, порошка полностью измельчают в гомогенизаторе или в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния. БАД в виде сухого порошка тщательного перемешивают в блендере.

Далее готовят 10%-ю суспензию гомогенизированной пробы, для этого 1 г навески сухого продукта разводят в 9 $см^3$ дистиллированной воды, вновь тщательно перемешивают, встряхивают до полного растворения/суспендирования на вортексе в течение 1 мин и потом перемешивают в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

После этого берут 1 г подготовленной 10%-й суспензии и проводят экстракцию по п. 8.4.1.2, как с гомогенизированоой пробой (при пересчете на сухой продукт дополнительно учитывают коэффициент разведения – 10).

При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 100.

8.5. Подготовка проб при определении пенициллинов

8.5.1. Подготовка проб молока (сырого, питьевого, сухого, обезжиренного, цельного), сухого молока, молочных смесей, в том числе для детского питания

Образцы продуктов в сухом виде предварительно восстанавливают в воде в соответствии с указанием на этикетке (НД на продукт). Пробы нейтрализуют с помощью 0,5 н раствора гидроокиси натрия (п. 5.2.25), доводя уровень pH до 7,0 ± 0,5.

8.5.1.1. *Молоко и молочные продукты с содержанием жира ≤ 1,5 %*

Пробу исследуемого продукта перемешивают на вортексе в течение 3 с, разбавляют в соотношении 1 : 2 (1 + 1) буфером для разбавления проб (п. 5.2.12) (например, 1 $см^3$ молока + 1 $см^3$ буфера для разбавления проб), перемешивают на вортексе в течение 3 с.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 2, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.5.1.2. *Молоко и молочные продукты с содержанием жира > 1,5 %*

Пробу исследуемого продукта центрифугируют в течение 5 мин при 2 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнат-

ной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, обезжиренный супернатант отбирают в пустую пробирку.

Обезжиренный супернатант разбавляют в соотношении 1 : 2 (1 + 1) буфером для разбавления проб (п. 5.2.12) (например, 1 $см^3$ молока + 1 $см^3$ буфера для разбавления проб), перемешивают на вортексе в течение 3 с.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 2, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления.

8.5.1.3. *Сухое молоко, молочные смеси, в том числе для детского питания*

Навеску исследуемого сухого продукта 1 г разводят в деминерализованной воде до объема 10 $см^3$ и перемешивают на вортексе до полного растворения.

Пробу исследуемого продукта центрифугируют в течение 5 мин при 2 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, обезжиренный супернатант отбирают в пустую пробирку.

Обезжиренный супернатант разбавляют в соотношении 1 : 2 (1 + 1) буфером для разбавления проб (п. 5.2.12) (например, 1 $см^3$ восстановленной детской смеси + 1 $см^3$ буфера для разбавления проб), перемешивают на вортексе в течение 3 с.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата (в пересчете на сухой продукт) учитывают фактор разбавления – 20.

8.5.2. Подготовка проб молочных продуктов

8.5.2.1. *Сгущенное, концентрированное молоко и продукты молокосодержащие, напитки на основе сыворотки (без добавок/с фруктами)*

Пробу исследуемого продукта разбавляют в соотношении 1 : 10 (1 + 9) буфером для разбавления проб (п. 5.2.12) (например, 0,2 $см^3$ пробы + 1,8 $см^3$ буфера для разбавления проб), перемешивают на вортексе в течение 3 с.

Далее используют 0,05 см^3 подготовленной пробы на лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10.

8.5.2.2. *Сливки, кисломолочные продукты: творог, сметана, йогурт (без наполнителя/фруктовый), кефир, в том числе для детского питания*

К пробе исследуемого продукта 5 г добавляют 20 см^3 деминерализованной воды, гомогенизируют на вортексе и центрифугируют 10 мин при 4 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, обезжиренный супернатант отбирают в пустую пробирку.

Обезжиренный супернатант разбавляют 1 : 4 (1 + 3) буфером для разбавления проб (п. 5.2.12) (например, 0,5 см^3 нижней водной фазы + 1,5 см^3 буфера для разбавления проб).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 20.

8.5.2.3. *Сливочное масло, спреды сливочно-растительные*

Навеску 5 г исследуемого продукта вносят в центрифужную пробирку объемом 50 см^3, приливают 20 см^3 деминерализованной воды и инкубируют при 40 °С на водяной бане до полного расплавления. После чего гомогенизируют с помощью вортекса.

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, **нижнюю фазу** отбирают в пустую пробирку.

Нижнюю фазу разбавляют в соотношении 1 : 4 (1 + 3) буфером для разбавления проб (п. 5.2.12) (например, 0,5 см^3 нижней водной фазы + 1,5 см^3 буфера для разбавления проб).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 20.

8.5.2.4. *Твердые и мягкие сыры*

С поверхности образца сыра удаляют плесневый налет (при наличии).

Навеску 5 г исследуемого продукта вносят в центрифужную пробирку объемом 50 см^3, приливают 20 см^3 деминерализованной воды и тщательно гомогенизируют в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, **надосадочную фазу** отбирают в пустую пробирку.

Надосадочную фазу разбавляют в соотношении 1 : 4 (1 + 3) буфером для разбавления проб (п. 5.2.12) (например, 0,5 $см^3$ нижней водной фазы + 1,5 $см^3$ буфера для разбавления проб).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 20.

8.5.3. Подготовка проб мяса и субпродуктов скота и птицы

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску гомогенизированной пробы – 1 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, прибавляют 4 $см^3$ деминерализованной воды, тщательно перемешивают на вортексе, а затем перемешивают встряхиванием в течение 15 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Центрифугируют 10 мин при 2 000 g при температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, **надосадочную фазу** отбирают в пустую пробирку.

Надосадочную фазу разбавляют в соотношении 1 : 4 (1 + 3) буфером для разбавления проб (п. 5.2.12) (например, 0,05 $см^3$ пробы + 0,15 $см^3$ буфера для разбавления проб).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 20.

8.5.4. Подготовка проб рыбы и рыбной продукции, продукции аквакультуры (рыба, креветки) (сырой, охлажденной, мороженной, варено-мороженой), кулинарных продуктов из рыбы с молочным компонентом для детского питания

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Экстракцию пенициллинов проводят по п. 8.5.3.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 40.

8.5.5. Подготовка проб спредов растительно-сливочных

Пробоподготовку (экстракцию) проводят по п. 8.5.2.3 (масло сливочное).

8.5.6. Подготовка проб биологически активных добавок к пище на основе переработки молочного сырья (с содержанием ингредиентов животного происхождения более 90 %)

Методика описывает пробоподготовку для БАД к пище на основе молочного сырья, не включающих в рецептуру веществ и соединений с антимикробными свойствами (соли йода, лизоцим и т. п.).

Экстракцию пенициллинов из исследуемых образцов БАД на основе переработки молочного сырья проводят следующим образом: все количество представительной пробы БАД в форме таблеток, капсул, порошка полностью измельчают в гомогенизаторе или в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния. БАД в виде сухого порошка тщательно перемешивают в блендере.

Далее готовят 10%-ю суспензию гомогенизированной пробы, для этого 1 г навески сухого продукта разводят в 9 $см^3$ дистиллированной воды, вновь тщательно перемешивают, встряхивают до полного растворения/суспендирования на вортексе в течение 1 мин и потом перемешивают в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

После чего берут 1 г подготовленной 10%-й суспензии и проводят экстракцию по п. 8.5.1.3, как с гомогенизированной пробой (при пересчете на сухой продукт дополнительно учитывают коэффициент разведения – 10).

При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 20.

8.6. Подготовка проб при определении хинолонов (фторхинолонов)

8.6.1. Подготовка проб молока (сырое, свежее, пастеризованное, обезжиренное, цельное, сухое)

Образцы продуктов в сухом виде предварительно восстанавливают в воде в соответствии с указанием на этикетке (нормативно-технической документации на продукт) при отсутствии информации 1 г сухого продукта суспендируют в 9 $см^3$ дистиллированной воды.

Молоко центрифугируют в течение 15 мин при 1 000 g и температуре не выше 4 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допуска-

ется проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 4 °С).

Образовавшийся верхний слой жира удаляют с помощью шпателя или стеклянной палочки, обезжиренный супернатант отбирают в пустую пробирку и используют для дальнейшего анализа.

Непосредственно перед анализом подготовленную пробу перемешивают с помощью вортекса. Далее используют 0,05 $см^3$ подготовленной пробы на лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1, для сухих продуктов дополнительно учитывают коэффициент восстановления – 10.

8.6.2. Подготовка проб мяса и субпродуктов, в том числе птицы

Все количество представительной пробы гомогенизируют вручную в фарфоровой ступке или в гомогенизаторе.

Навеску гомогенизированной пробы массой 1,0 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, прибавляют 4 $см^3$ 70%-го раствора метанола (п. 5.2.15) и перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, переворачивая пробирку вверх–вниз, или используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом), или перемешивают на вортексе.

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). Супернатант 1 $см^3$ переносят в чистую пробирку и добавляют 1 $см^3$ моющего буфера (п. 5.2.1), после чего перемешивают на вортексе 10 с.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного таким образом экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10.

8.6.3. Подготовка проб рыбы и рыбной продукции, продукции аквакультуры (рыба, креветки) (сырой, охлажденной, мороженной, варено-мороженой)

8.6.3.1. *Рыба* – экстракцию проводят по п. 8.6.2.

8.6.3.2. *Креветки*

Все количество представительной пробы гомогенизируют вручную в фарфоровой ступке или в гомогенизаторе.

Навеску гомогенизированной пробы массой 1,0 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, прибавляют 4 $см^3$ экстрагирующего буфера для креветок (п. 5.2.17) и перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, переворачивая пробирку вверх–вниз, или используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом), или перемешивают на вортексе.

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). Супернатант 1 см^3 переносят в чистую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного таким образом экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 5.

8.6.4. Подготовка проб яиц (сырых) и яйцепродуктов сухих (яичный порошок, меланж, яичный белок)

8.6.4.1. *Яйца (сырые)*

Отделяют содержимое яиц от скорлупы, все количество представительной пробы и перемешивают на гомогенизаторе.

Навеску гомогенизированной пробы массой 1,0 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 см^3, прибавляют 9 см^3 35%-го раствора метанола (п. 5.2.16) и встряхивают в течение 10 мин, перемешивают встряхиванием в течение 10 мин, переворачивая пробирку вверх–вниз, или используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом), или перемешивают на вортексе.

Центрифугируют 10 мин при 4 000 g при комнатной температуре (20—25 °С). Супернатант 1 см^3 переносят в чистую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного таким образом экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10.

8.6.4.2. *Яйцепродукты сухие (яичный порошок, меланж, яичный белок)*

Из сухого порошка готовят 10%-ю суспензию, для этого 1,0 г сухого продукта разводят в 9 см^3 дистиллированной воды, тщательно примешивают.

Далее проводят экстракцию по п. 8.6.4.1.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного таким образом экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 100.

8.6.5. Подготовка проб мёда

Навеску мёда гомогенизированную массой 4,5 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3 и встряхивают с 25,5 см^3 экстракционного буфера, pH 2,0 (п. 5.2.27) в течение 10 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом) до полного растворения.

Центрифугируют полученную смесь при температуре 20—25 °С в течение 5 мин при 1 000 g, переносят супернатант в чистую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3.

К 15 см^3 супернатанта добавляют 8 см^3 н-гексана, встряхивают 5 мин, используя встряхиватель с вертикальным вращением (переворотом).

Центрифугируют полученную смесь при температуре 20—25 °С в течение 3 мин при 1 000 g, 10 см^3 **нижней фазы** переносят в чистую центрифужную пробирку. Если нижняя фаза остается мутной, то повторяют процедуру центрифугирования: 3 мин при 1 000 g при комнатной температуре для получения **прозрачной фракции** раствора мёда.

Прозрачную фракцию очищают методом твердофазной экстракции с помощью колонок RIDA® C18 в соответствии со следующей процедурой.

Очистка раствора мёда методом твердофазной экстракции.

Колонку для твердофазной экстракции RIDA® C18 последовательно промывают 2 см^3 100%-го метанола и 2 см^3 дистиллированной воды со скоростью 1 кап./с, используя устройство для твердофазной экстракции (вакуумный манифолд) и руководствуясь инструкцией по его эксплуатации.

Примечание. При отсутствии устройства для твердофазной экстракции для создания давления воздуха на входе в колонку допускается использование пластикового шприца на 20 см^3 с резиновой пробкой, соединенного с колонкой через стеклянный буферный цилиндр и пластиковый переходник.

Весь объем подготовленного раствора исследуемой пробы (примерно 10 см^3) пропускают через колонку со скоростью 15 кап./мин.

Затем колонку промывают 3 см^3 20%-го раствора метанола в воде со скоростью 1 кап./с, удаляют остатки жидкости, после чего высушивают колонку в токе воздуха или азота.

Устанавливают под колонку чистую пробирку. Вносят на колонку 0,5 см^3 100%-го метанола и осторожно, со скоростью 15 кап./мин, элюируют адсорбированный аналит (хинолоны) в чистую пробирку, остатки жидкости выдавливают в ту же пробирку.

К 0,5 см^3 элюата добавляют 1 см^3 20 мМ фосфатного буфера (п. 5.2.2).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленного таким образом экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

Примечание. При необходимости для дальнейшего разбавления растворов используют раствор метанола в фосфатном буфере (35 см^3 метанола и 65 см^3 20 мМ фосфатного буфера по п. 5.2.2).

В случае использования колонок С18 *других производителей* рекомендуется придерживаться следующей процедуры. Осуществляют предварительное кондиционирование колонки путем последовательного промывания метанолом, водно-метанольными смесями и водой со скоростью потока 1 кап./с по следующей схеме:

1) промывают колонку 2 см^3 метанола (100%-го);

2) промывают колонку 0,5 см^3 смеси метанол/дистиллированная вода (75/25, об./об.);

3) промывают колонку 0,5 см^3 смеси метанол/дистиллированная вода (50/50, об./об.);

4) промывают колонку 0,5 см^3 смеси метанол/дистиллированная вода (25/75, об./об.);

5) промывают колонку 2 см^3 дистиллированной воды.

Водные растворы метанола различной концентрации для кондиционирования колонок С18 для твердофазной экстракции должны быть приготовлены за 1 час до использования. Для удаления воздушных пузырьков непосредственно перед использованием растворы перемешивают на вортексе.

Колонки, подготовленные таким образом, далее могут быть использованы аналогично колонкам RIDA ®C18.

8.7. Подготовка проб при определении сульфаниламидов

8.7.1. Пробоподготовка для определения сульфаниламидов с использованием тест-системы № 1

8.7.1.1. *Молоко (сырое, свежее, пастеризованное, обезжиренное, цельное, сухое), сухие молочные смеси, в том числе для детского питания*

Пробы молока разбавляют в соотношении 1 : 5 (1 + 4) буфером для разбавления проб из комплекта поставки (например, 0,1 см^3 молока + 0,4 см^3 буфера).

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 подготовленной пробы в лунку планшета.

8.7.1.2. *Мясо и субпродукты, в том числе птицы*

8.7.1.2.1. *Мясо (свинина) и субпродукты (печень, почки)*

Все количество представительной пробы гомогенизируют вручную в фарфоровой ступке или в гомогенизаторе.

Навеску гомогенизированной пробы массой 1 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 см^3, прибавляют 2 см^3 метанола и встряхивают на вортексе в течение 30 с, после чего центрифугируют 10 мин при 4 000 g при комнатной температуре (20—25 °С).

Метанольный экстракт объемом 1,5 см^3 переносят в чистую пробирку и испаряют досуха в устройстве для испарения.

Сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 буфера для разбавления проб из набора 1, добавляют 1 см^3 н-гексана (или н-гептана) для обезжиривания и встряхивают на вортексе в течение 10 с. После этого центрифугируют при температуре 20—25 °С в течение 10 мин при 4 000 g и отбирают **нижнюю водную** фазу в новую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 **нижней водной** фазы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

8.7.1.2.2. *Мясо птицы*

Все количество представительной пробы гомогенизируют вручную в фарфоровой ступке или в гомогенизаторе.

Навеску гомогенизированной пробы массой 2 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 см^3, прибавляют 6 см^3 84%-го раствора ацетонитрила (п. 5.2.18) и встряхивают в течение 10 мин, переворачивая пробирку вверх–вниз, после чего центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре 15 °С (если нет центрифуги с охлаждением, охладите пробы до 10 °С перед центрифугированием).

Супернатант объемом 4 см^3 переносят в новую центрифужную пробирку, добавляют 2 см^3 2М раствора хлорида натрия (п. 5.2.19), 7 см^3 этилацетата и встряхивают в течение 10 мин (движениями вверх–вниз).

Центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре 15 °С (если нет центрифуги с охлаждением, охладите пробы до 10 °С перед центрифугированием).

Весь супернатант переносят в новую центрифужную пробирку и испаряют досуха в устройстве для испарения.

Сухой остаток растворяют в 1 см^3 буфера для разбавления проб из набора 1, перемешивают на вортексе 1 мин, добавляют 1 см^3 н-гексана (или н-гептана), перемешивают на вортексе еще 2 мин.

Полученную смесь центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре 15 °С (если нет центрифуги с охлаждением, охладите пробы до 10 °С перед центрифугированием) и отбирают **нижнюю водную** фазу в чистую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 нижней водной фазы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

8.7.1.3. *Пищевая продукция аквакультуры животного происхождения (сырая, охлажденная, мороженная, варено-мороженая)*

Рыба и креветки – пробоподготовка по п. 8.7.1.2.1.

8.7.1.4. *Яйца* – пробоподготовка по п. 8.7.1.2.2.

8.7.1.5. *Мёд*

Навеску мёда массой 3 г вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 см^3 и встряхивают с 6 см^3 50 мМ ацетатного буферного раствора, pH 5,0 (п. 5.2.20) до полного растворения.

Центрифугируют полученную смесь при температуре 20—25 °С в течение 10 мин при 4 000 g, полученный прозрачный супернатант отбирают в пустую пробирку.

Готовят 1 $см^3$ раствора метанола в буфере для разбавления проб (из комплекта набора) (20 : 80 по объему, например, 0,2 $см^3$ метанола и 0,8 $см^3$ буфера). Для удаления воздушных пузырьков непосредственно перед использованием раствор перемешивают на вортексе.

Далее пробы очищаются методом твердофазной экстракции с помощью колонок RIDA® C18 согласно следующей процедуре.

Очистка раствора мёда методом твердофазной экстракции

Скорость потока 1 кап./с.

Кондиционирование колонки типа RIDA® C18 проводят следующим образом: колонку промывают сначала 2 $см^3$ 100%-го метанола, а затем 2 $см^3$ 50 мМ ацетатного буферного раствора (п. 5.2.20), используя устройства для твердофазной экстракции (вакуумный манифолд) и руководствуясь инструкцией по его эксплуатации.

Примечание. При отсутствии устройства для твердофазной экстракции для создания давления воздуха на входе в колонку допускается использование пластикового шприца на 20 $см^3$ с резиновой пробкой, соединенного с колонкой через стеклянный буферный цилиндр и пластиковый переходник.

После кондиционирования на подготовленную колонку наносят весь объем супернатанта и медленно продавливают через колонку.

По окончании сорбции колонку промывают 8 $см^3$ 50 мМ ацетатного буферного раствора (п. 5.2.20), удаляют из нее остатки жидкости, после чего высушивают в токе воздуха или азота в течение 2 мин.

Адсорбированные на колонке вещества медленно, со скоростью 15 кап./мин, элюируют 1 $см^3$ раствора метанола в буфере для разбавления проб (20 : 80 по объему) в чистую пробирку.

Элюат разбавляют в соотношении 1 : 3 (1 + 2) буфером для разбавления проб (например, 0,1 $см^3$ элюата + 0,2 $см^3$ буфера).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

В случае использования колонок C18 других производителей рекомендуется придерживаться следующей процедуры. Осуществляют предварительное кондиционирование колонки путем последовательного промывания метанолом, водно-метанольными смесями и водой со скоростью потока 1 кап./с по следующей схеме:

1) промывают колонку 2 $см^3$ метанола (100%-го);

2) промывают колонку 0,5 $см^3$ смеси метанол/дистиллированная вода (75/25, об./об.);

3) промывают колонку 0,5 $см^3$ смеси метанол/дистиллированная вода (50/50, об./об.);

4) промывают колонку 0,5 $см^3$ смеси метанол/дистиллированная вода (25/75, об./об.);

5) промывают колонку 2 $см^3$ дистиллированной воды.

Водные растворы метанола различной концентрации для кондиционирования колонок С18 для твердофазной экстракции должны быть приготовлены за 1 час до использования. Для удаления воздушных пузырьков непосредственно перед использованием растворы перемешивают на вортексе.

Колонки, подготовленные таким образом, далее могут быть использованы аналогично колонкам типа RIDA ®C18 (арт. R2002).

8.7.2. Пробоподготовка для определения сульфаметазина с использованием тест-системы № 2

8.7.2.1. *Молоко*

8.7.2.1.1. *Молоко обезжиренное*

Пробы молока разбавляют в соотношении 1 : 5 (1 + 4) приготовленным к использованию буфером для разбавления проб (п. 5.2.21) (например, 0,05 $см^3$ молока с 0,45 $см^3$ буфера для разбавления).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10.

8.7.2.1.2. *Молоко жирное*

Пробу молока центрифугируют для обезжиривания в течение 10 мин при 3 000 g и температуре не выше 10 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 10 °С).

Верхний жирный слой полностью удаляют (шпателем, стеклянной палочкой или с помощью пипетки Пастера) и смешивают пробу обезжиренного молока с буфером для разбавления (п. 5.2.21) в соотношении 1 : 10 (1 + 9) (например, 0,05 $см^3$ молока с 0,45 $см^3$ буфера для разбавления).

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленной пробы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 10.

8.7.2.2. *Метод полуколичественного анализа: мясо и почки (в том числе мясо кролика)*

От мяса (или почек) отделяют жир и гомогенизируют пробу с помощью гомогенизатора или миксера до пастообразного состояния.

Гомогенизированную пробу массой 5 г интенсивно перемешивают с 20 $см^3$ смеси ацетонитрил/вода (п. 5.2.18) в течение 10 мин, затем цен-

трифугируют 10 мин при 3 000 g и не выше 15 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 15 °С).

Супернатант объемом 3 $см^3$ разбавляют 3 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют к раствору 4,5 $см^3$ этилацетата и перемешивают в течение 10 мин.

Для разделения фаз смесь центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре 15 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры не выше 15 °С).

Этилацетатный супернатант переносят в пустую пробирку и испаряют экстракт досуха в устройстве для испарения.

Сухой остаток растворяют в 1,5 $см^3$ разбавленного буфера для разбавления проб (п. 5.2.21), для обезжиривания раствора добавляют в пробирку 1,5 $см^3$ н-гексана (н-гептана) и перемешивают 5 мин.

Центрифугируют 10 мин при 3 000 g и температуре не выше 15 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры 10—15 °С). Гексановый слой по окончании центрифугирования полностью удаляют, **нижнюю водную фазу** отбирают в пустую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ **нижней водной** фазы в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 2,5.

8.7.2.3. *Метод качественного анализа: мясо и почки (исключая мясо кролика)*

Для анализа используют свежее или замороженное мясо (мышцы или почки).

Замороженные пробы размораживают при комнатной температуре (20—25 °С), промывают дистиллированной водой и просушивают с помощью фильтровальной бумаги.

От исследуемых образцов отделяют жир.

Навеску 1 г образца помещают в пробирку, добавляют 11 $см^3$ готового буфера для разбавления проб (п. 5.2.21). Содержимое пробирки гомогенизируют при 13 500 об./мин в течение 30 с с помощью гомогенизатора (ультратюррекса) или миксером в течение 3—5 мин.

Полученную смесь центрифугируют 10 мин при 4 000 g и комнатной температуре (20—25 °С), супернатант с помощью пипетки отбирают в чистую пробирку, избегая попадания жира в пипетку.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ супернатанта в лунку планшета.

8.8. Подготовка проб при определении нитроимидазолов (диметридазола)

8.8.1. Подготовка проб креветок

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску 2 г гомогенизированной пробы переносят в пробирку на 15 $см^3$ и приливают 8 $см^3$ ацетонитрила и тщательно перемешивают на вортексе, после чего помещают пробирки в ультразвуковую баню на 5 мин.

Полученную смесь центрифугируют 10 мин при 2 000 g для разделения. Супернатант объемом 4 $см^3$ переносят в чистую пробирку и испаряют экстракт досуха при (45 ± 5) °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

Сухой остаток растворяют в 0,10 $см^3$ метанола, затем приливают 0,90 $см^3$ буфера для разбавления (п. 5.2.22) и тщательно перемешивают на вортексе.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ подготовленного экстракта в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1,25.

8.8.2. Подготовка проб мяса птицы и яиц

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе, миксере или вручную в фарфоровой ступке.

Навеску 2 г гомогенизированного яйца или мяса переносят в пробирку вместимостью 50 $см^3$, приливают 8 $см^3$ ацетонитрила и немедленно перемешивают на вортексе в течение 1 мин.

Пробирки помещают в ультразвуковую баню (ванну) на 5 мин, затем центрифугируют при 2 000 g в течение 10 мин при комнатной температуре. Супернатант переносят в чистую пробирку вместимостью 15 $см^3$ и испаряют экстракт досуха при (45 ± 5) °С в токе азота или воздуха, используя устройство для испарения.

К сухому остатку приливают 1 $см^3$ н-гексана и 1 $см^3$ смеси метанола и воды (3 : 1) (п. 5.2.23), тщательно перемешивают на вортексе в течение 10 с.

Смесь помещают на водяную баню при (40 ± 1) °С на 5 мин, затем центрифугируют при 2 000 g в течение 5 мин при комнатной температуре, аккуратно отбирают гексановый слой и любые остатки эмульсии, которые могут появиться на разделе фаз. После удаления в пробирке должно остаться примерно 1 $см^3$ раствора.

Остаток испаряют досуха. После восстанавливают пробу в 0,10 см^3 100%-го метанола и 1,9 см^3 буфера для разбавления (п. 5.2.23). Тщательно перемешивают на вортексе и выдерживают при 2—8 °С в течение минимум часа перед использованием для ИФА.

Так как проба должна быть охлаждена перед началом ИФА (обязательно), во время подготовки пробы следует держать на льду.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 1.

8.8.3. Подготовка проб молока и молокопродуктов

Важно! pH пробы влияет на конечный результат анализа.

Кислое молоко вносит помехи в выполнение ИФА. Перед анализом пробы молока и молочных продуктов нейтрализуют с помощью 0,5 н раствора натрия гидроокиси (п. 5.2.3), доводя уровень pH до 7,0 ± 0,5.

Пробу молока с установленным нейтральным pH разводят в два раза буфером для разбавления (п. 5.2.22) (например, 0,10 см^3 молока + 0,10 см^3 буфера для разбавления) и перемешивают.

Для проведения анализа вносят 0,05 см^3 в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 2.

8.9. Подготовка проб при определении метаболитов нитрофуранов АМОЗ и АОЗ

8.9.1. Определение метаболита АМОЗ (AMOZ)

8.9.1.1. Подготовка проб

Креветки, мясо (курица, свинина, говядина), печень (говяжья и свиная), рыба и яйца цельные

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Непосредственно перед использованием готовят 10 мМ раствор 2-нитробензальдегида в диметилсульфоксиде (ДМСО). Для этого навеску 7,6 мг 2-нитробензальдегида растворяют в 5 см^3 ДМСО.

Навеску 1 г гомогенизированной пробы помещают в пробирку вместимостью 15 см^3 и смешивают с 4 см^3 дистиллированной воды, 0,5 см^3 1 М раствора соляной кислоты (п. 5.2.24) и 0,1 см^3 10 мМ раствора 2-нитробензальдегида (в ДМСО) и тщательно перемешивают.

8.9.1.2. Дериватизация

Приготовленную смесь инкубируют при температуре 37 °С в течение примерно 16 ч для образования производного – NP-AMOZ.

Добавляют 5 см^3 0,1 М раствора K_2HPO_4 (п. 5.2.26), 0,4 см^3 1 М раствора NaOH (п. 5.2.25) и 5 см^3 этилацетата и энергично встряхивают в течение 30 с на вортексе.

Центрифугируют при комнатной температуре (20—25 °С) в течение 10 мин при 3 000 g. Переносят 2,5 см^3 этилацетатной фракции

(**верхний слой**) в новую чистую пробирку и испаряют досуха при 60 °С, используя устройство для испарения.

Растворяют сухой остаток в 1 $см^3$ н-гексана и тщательно перемешивают с 1 $см^3$ моющего буфера (п. 5.2.1). Центрифугируют при комнатной температуре (20—25 °С) в течение 10 мин при 3 000 g. **Нижнюю водную фазу** отбирают в чистую пробирку.

Для проведения анализа вносят 0,05 $см^3$ **нижней водной фазы** в лунку планшета. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 2.

8.9.2. Определение метаболита АОЗ (AOZ)

8.9.2.1. Подготовка проб

Креветки, мясо (курица, свинина, говядина), печень (говяжья и свиная), рыба и цельное яйцо (взболтанное перед анализом)

Полностью гомогенизируют все количество представительной пробы в гомогенизаторе или вручную в фарфоровой ступке.

Креветки

Навеску 1 г гомогенизированной пробы помещают в пробирку вместимостью 15 $см^3$, смешивают с 4 $см^3$ дистиллированной воды, 0,5 $см^3$ 1 М раствора соляной кислоты (п. 5.2.24) и 0,100 $см^3$ 10 мМ 2-нитробензальдегида (в ДМСО) (п. 8.9.1.1) при энергичном встряхивании.

Далее проводят процедуру по п. 8.9.2.2.

Говядина, печень (говяжья и свиная), рыба и цельное яйцо (белок и желток следует смешать перед анализом)

Навеску 1 г гомогенизированной пробы помещают в пробирку вместимостью 15 $см^3$, смешивают с 3,9 $см^3$ дистиллированной воды, 0,5 $см^3$ 1 М раствора соляной кислоты (п. 5.2.24) и 0,200 $см^3$ 10 мМ 2-нитробензальдегида (в ДМСО) (п. 8.9.1.1) при энергичном встряхивании.

Далее проводят процедуру по п. 8.9.2.2.

Мясо птицы и свинины

Навеску 1 г гомогенизированной пробы помещают в пробирку вместимостью 15 $см^3$, смешивают с 3,8 $см^3$ дистиллированной воды, 0,5 $см^3$ 1 М раствора соляной кислоты (п. 5.2.24) и 0,300 $см^3$ 10 мМ 2-нитробензальдегида (в ДМСО) (п. 8.9.1.1) при энергичном встряхивании.

Далее проводят процедуру по п. 8.9.2.2.

Молоко

Переносят 5 $см^3$ молока в стеклянную центрифужную пробирку, добавляют 0,250 $см^3$ раствора Карреза 1 и 0,250 $см^3$ Карреза 2 (п. 5.2.8), тщательно перемешивают на вортексе.

Центрифугируют при 4—12 °С (при отсутствии центрифуги с охлаждением допускается проводить центрифугирование при комнатной

температуре с предварительным охлаждением проб в холодильнике до температуры 6—8 °С) в течение 10 мин при 3 000 g. Супернатант отбирают в чистую пробирку.

Смешивают 1,1 $см^3$ супернатанта с 3,8 $см^3$ дистиллированной воды, 0,5 $см^3$ 1 М соляной кислоты (п. 5.2.24) и 0,300 $см^3$ 10 мМ 2-нитробензальдегида (в ДМСО) (п. 8.9.1.1), энергично встряхивают.

Далее проводят процедуру по п. 8.9.2.2.

8.9.2.2. Дериватизация

Инкубируют при температуре (50 ± 1) °С в течение 3 ч либо при температуре (37 ± 1) °С в течение примерно 16 ч.

Добавляют 5 $см^3$ 0,1 М раствора K_2HPO_4 (п. 5.2.26), 0,4 $см^3$ 1 М раствора NaOH (п. 5.2.25) и 5 $см^3$ этилацетата и энергично встряхивают в течение 30 с. Дополнительно: для лучшего разделения фаз помещают пробирку в баню, нагретую до 50 °С.

Центрифугируют при комнатной температуре (20—25 °С) в течение 10 мин при 3 000 g, переносят 2,5 $см^3$ этилацетатной фазы (верхний слой) в новую чистую пробирку и испаряют досуха при 60 °С в устройстве для испарения.

Растворяют сухой остаток в 1 $см^3$ н-гексана и тщательно перемешивают с 1 $см^3$ буфера для проб (п. 5.2.1). Центрифугируют при комнатной температуре (20—25 °С) в течение 10 мин при 3 000 g. **Нижнюю водную фазу** отбирают в пустую пробирку.

Для анализа используют **нижнюю водную фазу** – 0,05 $см^3$. При расчете конечного результата учитывают фактор разбавления – 2.

9. Хранение и транспортирование экстрактов для ИФА

Полученные по п. 8 экстракты допускается хранить до начала анализа в пределах одной лаборатории при температуре от 2 до 8 °С не более 1 суток. Допускается транспортирование материала при температуре от 2 до 8 °С в течение 1 суток. Доставленные в лабораторию образцы в виде экстрактов хранению не подлежат и сразу направляются на анализ.

10. Поведение подготовки проб к определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных веществ методами скрининга и методами подтверждающего анализа ВЭЖХ и/или ВЭЖХ/МС

10.1. Исследования по подготовке проб для проведения неселективного и/или селективного скрининга, в том числе группового, и методами подтверждающего анализа ВЭЖХ и/или ВЭЖХ/МС осуществляют

в соответствии с утвержденными в установленном порядке методическими документами (прилож. 1 и прилож. 2).

10.2. Использование поступающих для анализа в лабораторию отобранных образцов пищевых продуктов для приготовления вытяжек и экстрактов проводят в максимально короткие сроки после отбора проб, но не позднее истечения даты срока годности для скоропортящихся пищевых продуктов, 14 дней – для нескоропортящихся пищевых продуктов, при соблюдении температурных и иных режимов хранения, установленных в нормативно-технической документации на продукт.

10.3. Полученные в ходе пробоподготовки экстракты, вытяжки, тканевый сок для проведения скрининговых исследований или подтверждающих исследований методами ВЭЖХ и/или ВЭЖХ/МС хранению не подлежат.

11. Библиографические ссылки

1. CAC/GL 71—09. Guidelines for the design and implementation of national regulatory food safety assurance programme associated with the use of veterinary drugs in food producing animals. Adopted 2009. Revision 2012, 2014.

Приложение 1
(справочное)

Перечень методик для определения максимально допустимых уровней остатков (МДУ) антимикробных ветеринарных лекарственных средств (АВЛС) в пищевой продукции животного происхождения

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
1	Амоксициллин *Amoxicillin* (группа пенициллина)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* в естественных пропорциях с кожей)	0,05	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков»
				Жир (жир-сырец)	0,05	
				Печень	0,05	
				Почки	0,05	
				Молоко	0,004	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
2	Ампициллин *Ampicillin* (группа пенициллина)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* в естественных пропорциях с кожей)	0,05	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков»
				Жир (жир-сырец)	0,05	
				Печень	0,05	
				Почки	0,05	
				Молоко	0,004	
3	Апрамицин *Apramicin* (аминогликозиды)		Все виды продуктивных животных и птицы	Мясо, жир (жир-сырец)	1,0	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	10	
				Почки	20	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
4	Баквилоприм *Baquiloprim* (производные диаминопиримидина)		Крупный рогатый скот	Жир-сырец	0,01	Контроль будет осуществляться с момента утверждения метода испытаний
				Печень	0,3	
				Почки	0,15	
				Молоко	0,03	
			Свиньи	Шпик со шкурой	0,04	
				Печень	0,05	
				Почки	0,05	
5	Бацитрацин *Bacitracin* (полипептиды)	Сумма бацитрацина A, B и C, в том числе в виде цинк-бацитрацина	Крупный рогатый скот	Молоко	0,1	ГОСТ 33934—16 «Мясо и мясные продукты. Определение цинкбацитрацина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
			Кролики	Мясо	0,15	
				Жир (жир-сырец)	0,15	
				Печень	0,15	
				Почки	0,15	
6	Бензилпенициллин этилендиамин *Benzylpenicillin ethylendiamine* Пенициллин G, Прокаин, Прокаина бензилпенициллин, Прокаина пенициллин, Прокаина бензилпенициллин G, Прокаина пенициллин G, Этилендиамина пенициллин G,	Бензилпенициллин	Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* в естественных пропорциях с кожей)	0,05	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения
				Молоко	0,004	
				Жир (жир-сырец) (*для птицы* в естественных пропорциях с кожей, *для свиней* – шпик со шкурой)	0,05	
				Печень	0,05	
				Почки	0,05	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
	Пенетамат *Penethamate*, Бензилпенициллин натрия, Бензатин бензилпенициллин, Дибензилэтилендиамин (группа пенициллина)					антибиотиков» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков»
7	Вальнемулин *Valnemulin* (плевромутилины)		Свиньи	Мясо	0,05	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием»
				Печень	0,5	
				Почки	0,1	
8	Гентамицин *Gentamycin* (аминогликозиды)	Сумма гентамицинов С1, С1а, С2 и С2а	Все виды продуктивных животных	Мясо, жир (жир-сырец)	0,05	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	0,2	
				Почки	0,75	
			Крупный рогатый скот	Молоко	0,1	
9	Данофлоксацин *Danofloxacin* (хинолоны)		Крупный и мелкий рогатый скот, птица	Мясо	0,2	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания хинолонов с помо-
				Печень	0,4	
				Почки	0,4	
				Жир (жир-сырец)	0,1	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
				(*для птицы* – кожа и жир)		щью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Молоко	0,03	
			Прочие виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* в натуральной пропорции с кожей)	0,1	
				Печень	0,2	
				Почки	0,2	
				Жир (жир-сырец) (*для свиней* – шпик со шкурой)	0,05	
10	Диклоксациллин *Dicloxacillin* (пенициллины)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо	0,3	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Жир (жир-сырец)	0,3	ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 31502—12 «Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков»
				Печень	0,3	
				Почки	0,3	
				Молоко	0,03	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
						ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков»
11	Дифлоксацин *Difloxacin* (хинолоны)		Крупный и мелкий рогатый скот	Мясо	0,4	ГОСТ 32797—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания хинолонов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	1,4	
				Почки	0,8	
				Жир (жир-сырец)	0,1	
			Свиньи	Мясо	0,4	
				Печень	0,8	
				Почки	0,8	
				Шпик со шкурой	0,1	
			Птица	Мясо	0,3	
				Печень	1,9	
				Почки	0,6	
				Кожа и жир	0,4	
			Прочие виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* в натуральной пропорции с кожей)	0,3	
				Печень	0,8	
				Почки	0,6	
				Жир (жир-сырец)	0,1	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
12	Доксициклин *Doxicyclin* (тетрациклины)		Крупный рогатый скот	Мясо	0,1	ГОСТ 31694—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания антибиотиков тетрациклиновой группы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»
				Печень	0,3	
				Почки	0,6	
			Свиньи, птица	Мясо	0,1	
				Кожа и жир (*для свиней* – шпик со шкурой)	0,3	
				Печень	0,3	
				Почки	0,6	
13	Канамицин *Kanamycin* (аминогликозиды)	Канамицин А	Все виды продуктивных животных и птицы за исключением рыбы	Мясо, жир (жир-сырец)	0,1	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	0,6	
				Почки	2,5	
				Молоко	0,15	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
14	Клавулановая кислота *Clavulanic acid* (ингибиторы бета-лактамазы)		Крупный рогатый скот, свиньи	Мясо	0,1	Контроль будет осуществляться с момента утверждения метода испытаний
				Жир (жир-сырец) (*для свиней* – шпик со шкурой)	0,1	
				Печень	0,2	
				Почки	0,4	
			Крупный рогатый скот	Молоко	0,2	
15	Клоксациллин *Cloxacillin* (пенициллины)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо	0,3	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»
				Жир (жир-сырец)	0,3	
				Печень	0,3	
				Почки	0,3	
				Молоко	0,03	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
16	Колистин *Colistin* (полимиксины)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* в естественных пропорциях с кожей)	0,15	Контроль будет осуществляться с момента утверждения метода испытаний
				Жир (жир-сырец) (*для птицы* – кожа и жир в естественных пропорциях, *для свиней* – шпик со шкурой)	0,15	
				Печень	0,15	
				Почки	0,2	
				Молоко	0,05	
				Яйца и жидкие яичные продукты	0,3	
17	Линкомицин/ клиндамицин *Lincomycin/Clindamycin* (линкозамиды)		Все виды продуктивных животных и птицы	Мясо	0,1	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» (**с 01.07.2018**)
				Жир (жир-сырец), кожа	0,1	
				Печень	0,2	
				Почки	0,4	
				Молоко	0,15	
				Яйца и жидкие яичные продукты	0,05	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
18	Марбофлоксацин *Marboflox acin* (хинолоны)		Крупный рогатый скот, свиньи	Мясо	0,15	ГОСТ 32797—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания хинолонов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Жир-сырец (*для свиней* – шпик со шкурой)	0,05	
				Печень	0,15	
				Почки	0,15	
				Молоко	0,075	
19	Метронидазол *Metronidazole*, Диметридазол *Dimetridazole*, Ронидазол Ronidazole, Дапсон *Dapsone*, Клотримазол *Clotrimazole*, Аминитризол *Aminitrizole* Тинидазол		Все виды птицы, пчелы	Мясо Кожа и жир Печень Почки Яйца Мед	Не допускаются в продукции животного происхождения на уровне определения методики (< 0,001)	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ Р 54518—11 «Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Метод определения содержания кокцидиостатиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
			Пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мышечная ткань	Не допускаются на уровне определения методики (< 0,001)	
			Все виды продуктивных животных (кроме птицы)	Молоко	Не допускаются в продукции животного происхождения на уровне определения методики (< 0,001)	
				Мясо Жир-сырец *(для свиней* – шпик со шкурой) Печень Почки	Не допускаются в продукции животного происхождения на уровне определения методики (< 0,001)	
20	Нафциллин *Nafcillin* (пенициллины)		Все виды продуктивных животных	Мясо	0,3	ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания ан-
				Жир (жир-сырец)	0,3	
				Печень	0,3	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
			(кроме свиней и лошадей)	Почки	0,3	тибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» ГОСТ 31502—12 «Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков»
				Молоко	0,03	
21	Неомицин *Neomycin* (аминогликозиды)	Неомицин В (включая фрамицетин)	Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо, жир (жир-сырец)	0,5	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 31502—12 «Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков»
				Печень	0,5	
				Почки	5	
				Яйца и жидкие яичные продукты	0,5	
				Молоко	1,5	
22	Нитрофураны и их метаболиты (включая фуразолидон и фурацилин) *Nitrofurans* (including *furazolidone*)		Все виды птицы, пчелы Все виды продуктивных животных	Мясо Кожа и жир Печень Почки Яйца Мед Мясо Жир-сырец (*для свиней* – шпик со шкурой) Печень	Не допускаются в продукции животного происхождения на уровне определения методики < 0,1 (0,001)	ГОСТ 32014—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания метаболитов нитрофуранов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 33615—15 «Продукты пищевые, продовольст-

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
				Почки Молоко		венное сырье. Иммуноферментный метод определения остаточного содержания метаболита фуразолидона»
			Пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мышечная ткань	Не допускаются на уровне определения методики < 0,1 (0,001)	
23	Новобиоцин *Novobiocin*		Крупный рогатый скот	Молоко	0,05	Контроль будет осуществляться с момента утверждения метода испытаний
24	Оксациллин *Oxacillin* (пенициллины)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо	0,3	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 31502—12 «Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»
				Жир (жир-сырец)	0,3	
				Печень	0,3	
				Почки	0,3	
				Молоко	0,03	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
25	Оксолиновая кислота *Oxolinic acid* (хинолоны)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* в натуральной пропорции с кожей)	0,1	ГОСТ 32797—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания хинолонов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	0,15	
				Почки	0,15	
				Жир (жир-сырец) (*для птицы* – кожа и жир в естественных пропорциях, *для свиней* – шпик со шкурой)	0,05	
26	Паромомицин *Paromomycin* (аминогликозиды)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо	0,5	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень и почки	1,5	
27	Пирлимицин *Pirlimycin* (линкозамиды)		Все виды продуктивных животных и птицы	Мясо	0,1	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высоко-
				Печень	1	
				Почки	0,4	
				Молоко	0,1	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
						эффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
28	Рифаксимин/рифампицин *Rifaximin/ Rifampicin* (ансамицины)	Рифаксимин	Крупный рогатый скот	Молоко	0,06	Контроль будет осуществляться с момента утверждения метода испытаний
			Пчелы	Мед	–	
29	Сарафлоксацин *Sarafloxacin* (хинолоны)		Индейки, куры	Мясо	0,01	ГОСТ 32797—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания хинолонов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	0,1	
				Почки	0,1	
				Кожа и жир	0,01	
			Пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (мышечная ткань *рыбы* семейства лососевых в естественной пропорции с кожей)	0,03	
30	Спектиномицин *Spectinomycin* (аминогликозиды)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения, за исключением овец	Жир (жир-сырец)	0,5	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Мясо	0,3	
				Почки	5	
				Печень говяжья	1	
				Молоко	0,2	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
			Овцы	Жир-сырец	0,5	
				Мясо	0,3	
				Почки	5	
				Печень	2	
				Молоко	0,2	
31	Спирамицин *Spiramycin* (макролиды)	Суммарно спирамицин и неоспирамицин	Крупный рогатый скот	Мясо	0,2	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
				Жир-сырец	0,3	
				Печень	0,3	
				Почки	0,3	
				Молоко	0,2	
			Куры	Мясо	0,2	
				Кожа и жир	0,3	
				Печень	0,4	
		Эквиваленты спирамицина (остатки с антимикробной активностью)	Свиньи	Мясо	0,25	
				Печень	2,0	
				Почки	1,0	
				Шпик	0,3	
32	Стрептомицин/ Дигидрострептомицин *Streptomycin/ Dihydrostreptomycin* (аминогликозиды)		Все виды продуктивных животных	Мясо	0,5	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»
				Жир (жир-сырец)	0,5	
				Печень	0,5	
				Почки	1	
			Птица	Яйца и яичные продукты	0,5	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
33	Сульфаниламиды (все вещества сульфаниламидной группы)		Все виды продуктивных животных и птицы	Мясо	Сумма всех остатков данной группы не должна превышать МДУ 0,1	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Жир (жир-сырец)	0,1	
				Печень	0,1	
				Почки	0,1	
			Крупный рогатый скот Овцы Козы	Молоко	0,025	
34	Тиамулин *Tiamulin* (плевромутилины)	Сумма метаболитов, гидролизуемых в 8-α-гидроксимутилин	Свиньи, кролики	Мясо	0,1	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
				Печень	0,5	
			Куры	Мясо	0,1	
				Кожа и жир	0,1	
				Печень	1,0	
				Яйца и жидкие яичные продукты	1,0	
			Индейки	Мясо	0,1	
				Кожа и жир	0,1	
				Печень	0,3	
35	Тиамфеникол *Thiamphenicol* (флорфениколы)	Как сумма тиамфеникола и конъюгатов тиамфеникола в расчете на тиамфеникол	Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* в естественной пропорции с кожей)	0,05	Контроль будет осуществляться с момента утверждения метода испытаний
				Печень (кроме рыбы)	0,05	
				Почки (кроме рыбы)	0,05	
				Жир (жир-	0,05	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
				сырец) (*для птицы* – в натуральных пропорциях с кожей, *для свиней* – шпик со шкурой)		
				Молоко	0,05	
36	Тилвалозин *Tylvalosin* (макролиды)	Сумма тилвалозина и 3-О-ацетилтилозина	Свиньи	Мясо	0,05	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
				Шпик со шкурой	0,05	
				Печень	0,05	
				Почки	0,05	
			Птица	Мясо	0,05	
				Жир и кожа	0,05	
				Печень	0,05	
37	Тилмикозин *Tilmicosin* (макролиды)		Птица	Мясо	0,075	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
				Кожа и жир	0,075	
				Печень	1,0	
				Почки	0,25	
			Прочие виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* – в естественной пропорции с кожей)	0,05	
				Печень	1,0	
				Почки	1,0	
				Жир (жир-сырец) (*для*	0,05	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
				свиней – шпик со шкурой)		
				Молоко	0,05	
38	Тилозин *Tylosin* (макролиды)	Тилозин А	Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для рыбы* – в естественной пропорции с кожей)	0,1	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
				Печень	0,1	
				Почки	0,1	
				Жир (жир-сырец) (*для птицы* – в натуральной пропорции с кожей, *для свиней* – шпик со шкурой)	0,1	
				Яйца	0,2	
				Молоко	0,05	
39	Триметоприм *Trimethoprim* (производные диаминопиримидина)		Все виды продуктивных животных и птицы, за исключением лошадей	Мясо	0,05	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	0,05	
				Почки	0,05	
				Жир (жир-сырец)	0,05	
				Молоко	0,05	
			Лошади	Мясо	0,1	
				Печень	0,1	
				Почки	0,1	
				Жир-сырец	0,1	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
40	Тулатромицин *Tulathromycin* (макролиды)	(2R,3S,4R,5R,8R,10R,11R,12S,13S,14R)-2-этил-3,4,-10,13-тетрагидрокси-3,5.8,10,12,14-гексаметил-11-[[3,4.6-тридеокси-3-(диметиламино)-β-Д-ксилогексопираносил]окси]-1-окса-6-азациклопентдекан-15-один, выраженный как эквиваленты тулатромицина	Крупный рогатый скот	Жир-сырец	0,1	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
				Печень	3,0	
				Почки	3,0	
			Свиньи	Шпик со шкурой	0,1	
				Печень	3,0	
				Почки	3,0	
41	Феноксиметилпенициллин *Phenoxymethylpenicillin* син.: Пенициллин V (группа пенициллина)		Свиньи	Мясо	0,025	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экс-
				Печень	0,025	
				Почки	0,025	
			Птица	Мясо	0,025	
				Кожа и жир	0,025	
				Печень	0,025	
				Почки	0,025	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
						пресс-метод определения антибиотиков» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»
42	Флавомицин *Flavomycin* (стрептотрицины)	Флавофосфолипол	Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо	0,7	Контроль будет осуществляться с момента утверждения метода испытаний
				Печень	0,7	
				Почки	0,7	
				Жир (жир-сырец)	0,7	
				Яйца	0,7	
				Молоко	0,7	
43	Флорфеникол *Florfenicol* (флорфениколы)	Сумма флорфеникола и его метаболитов, измеренная в виде флорфениколамина	Крупный и мелкий рогатый скот	Мясо	0,2	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	3	
				Жир-сырец	0,2	
				Почки	0,3	
			Свиньи	Мясо	0,3	
				Печень	2	
			Птица	Мясо	0,1	
				Печень	2,5	
				Почки	0,75	
				Жир, кожа	0,2	
			Пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (в естественной пропорции с кожей)	1	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
			Другие виды продуктивных животных	Мясо	0,1	
				Жир (жир-сырец)	0,2	
				Печень	2	
				Почки	0,3	
44	Флумеквин *Flumequine* (инолоны)		Крупный и мелкий рогатый скот	Мясо	0,2	ГОСТ 32797—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания хинолонов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»
				Печень	0,5	
				Почки	0,3	
				Жир (жир-сырец)	1,5	
				Молоко	0,05	
			Птица	Мясо	0,4	
				Печень	0,8	
				Почки	1,0	
				Жир, кожа	0,25	
			Пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (в естественной пропорции с кожей)	0,6	
			Другие виды продуктивных животных	Мясо	0,2	
				Печень	0,5	
				Почки	1,0	
				Жир (жир-сырец)	0,25	
45	Цефтиофур *Ceftiofur* (цефалоспорины)	Сумма всех остатков, содержащих β-лактамовую структуру, выраженных как дефуроил-цефтиофур	Все виды продуктивных млекопитающих животных, птица	Мясо	1,0	ГОСТ 34137—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания цефалоспоринов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
				Печень	2,0	
				Почки	6,0	
				Жир (жир-сырец)	2,0	
				Молоко	0,1	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
						ГОСТ 31502—12 «Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков»
46	Цефацетрил *Cefacetrile* (цефалоспорины)	При внутривыменном использовании	Крупный рогатый скот	Молоко	0,125	ГОСТ 34137—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания цефалоспоринов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» (**вводится с 01.07.2018**) ГОСТ 31502—12 «Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков»
47	Цефалексин *Cefalexin* (цефалоспорины)		Крупный рогатый скот	Молоко	0,1	ГОСТ 34137—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания цефалоспоринов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим
				Мясо	0,2	
				Жир (жир-сырец)	0,2	
				Почки	1	
				Печень	0,2	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
						детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
48	Цефалоним (Цефалоний) *Cefalonium* (цефалоспорины)		Крупный рогатый скот	Молоко	0,02	ГОСТ 34137—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания цефалоспоринов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)** ГОСТ 31502—12 «Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков»
49	Цефоперазон *Cefoperazone* (цефалоспорины)		Крупный рогатый скот	Молоко	0,05	ГОСТ 34137—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания цефалоспоринов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
50	Цефкином *Cefquinome* (цефалоспорины)		Крупный рогатый скот, свиньи, лошади	Мясо	0,05	ГОСТ 34137—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания цефалоспоринов с помощью
				Кожа	0,05	
				Жир (жир-сырец)	0,05	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
				Шпик со шкурой	0,05	высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием»
				Печень	0,1	
				Почки	0,2	
				Молоко	0,02	
51	Цефапирин *Cefapirin* (цефалоспорины)	Сумма цефапирина и дезацетилцефапирина	Крупный рогатый скот	Мясо	0,05	ГОСТ 31502—12 «Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 34137—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания цефалоспоринов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» **(вводится с 01.07.2018)**
				Жир (жир-сырец)	0,05	
				Почки	0,1	
				Молоко	0,01	
52	Ципрофлоксацин/ Энрофлоксацин/ Пефлоксацин/ Офлоксацин/ Норфлоксацин *Ciprofloxacin/Enrofloxacin/ Pefloxacin /Ofloxacin/ Norfloxacin* (фторхинолоны)	Сумма фторхинолонов	Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо	0,1	ГОСТ 32797—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания хинолонов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 33634—15 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Иммуноферментный метод определения остаточного содержания антибиотиков фторхинолонового ряда»
				Жир (жир-сырец) (*для свиней* – шпик со шкурой)	0,1	
			Мелкий рогатый скот, свиньи, кролики	Молоко	0,1	
				Печень	0,3	
				Почки	0,2	
			Птица	Печень	0,2	
				Почки	0,3	
				Кожа	0,1	

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
53	Эритромицин *Erythromycin* (макролиды)	Эритромицин А	Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения	Мясо (*для продукции аквакультуры* в естественной пропорции с кожей)	0,2	ГОСТ 34136—17 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромутилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием» (**вводится с 01.07.2018**)
				Печень	0,2	
				Почки	0,2	
				Жир (жир-сырец) (*для свиней* – шпик со шкурой)	0,2	
				Молоко	0,04	
				Яйца и жидкие яичные продукты	0,15	
54	Окситетрациклин (син.: Террамицин), Хлортетрациклин, Тетрациклин (тетрациклиновая группа)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения, пчелы	Сырое молоко, сырое обезжиренное молоко, сырые сливки, мясо, в том числе мясо птицы (за исключением диких животных и птицы), субпродукты, в том	Не допускается (< 0,01 мг/кг)	ГОСТ 31694—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания антибиотиков тетрациклиновой группы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков»

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
				числе птичьи, яйца, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения, мёд, сырье для детского питания		
55	Левомицетин (хлорамфеникол)		Все виды продуктивных животных, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения, пчелы	Сырое молоко, сырое обезжиренное молоко, сырые сливки, мясо, в том числе мясо птицы (за исключением диких животных и птицы), субпродукты, в том числе птичьи, яйца, пищевая продукция аквакультуры животного	Не допускается (< 0,0003 мг/кг)	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ Р 54655—11 «Мед натуральный. Метод определения антибиотиков» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков»

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
				происхождения, мёд, сырье для детского питания		
56	Стрептомицин		Все виды продуктивных животных	Сырое молоко, сырое обезжиренное молоко, сырые сливки, сырье для детского питания	Не допускается (< 0,2 мг/кг)	ГОСТ 32798—14 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания аминогликозидов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»
57	Пенициллин		Все виды продуктивных животных	Сырое молоко, сырое обезжиренное молоко, сырые сливки, сырье для детского питания	Не допускается (< 0,004 мг/кг)	ГОСТ Р 54904—12 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» ГОСТ 33526—15 «Молоко и продукты переработки молока. Методика определе-

Продолжение прилож. 1

№ п/п	Фармакологически активное вещество	Индикаторная молекула	Вид продуктивных животных	Вид продуктов	МДУ остатков АВЛС (по индикаторной молекуле) или их метаболитов (мг/кг, не более)	Методика (метод)
						ния содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков» ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков»
58	Бацитрацин		Все виды продуктивных животных (за исключением кроликов), пищевая продукция аквакультуры животного происхождения, пчелы	Мясо, в том числе мясо птицы (за исключением диких животных и птицы), субпродукты, в том числе птичьи, яйца, пищевая продукция аквакультуры животного происхождения, мёд	Не допускается (< 0,02 мг/кг)	ГОСТ 33934—16 «Мясо и мясные продукты. Определение цинкбацитрацина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором» (введен с 01.01.18)

Приложение 2

Методы неселективного скрининга и группового селективного скрининга антибиотиков в пищевых продуктах

№ п/п	Название документа	Область применения	Антибиотик	Предел определения, мг/кг(л)	Норматив, мг/кг(л), не более	Примечание
1	2	3	4	5	6	7
Молоко и молочные продукты						
1	ГОСТ 32254—13 «Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков»	Молоко сырое и термически обработанное	Хлорамфеникол	0,00015	< 0,0003	
			Тетрациклиновая группа	0,01	< 0,01	
			Стрептомицин	0,1	< 0,2	
			Бета-лактамного типа (пенициллин)	0,002	< 0,004	
			Сульфаниламиды	0,1	0,025	
2	ГОСТ 32219—13 «Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков»	Молоко сырое, пастеризованное, стерилизованное и предварительно восстановленное сухое	Амоксициллин	0,002—0,004*	0,004	
			Ампициллин	0,002—0,004*	< 0,004	
			Бензициллин	0,003	< 0,004	
			Дигидрострептомицин	0,05	< 0,2	
			Диклоксациллин	0,002—0,03*	0,03	
			Доксициклин	0,002—0,0025*	нн***	
			Клоксациллин	0,002—0,03*	0,03	
			Левомицетин (хлорамфеникол)	0,0003	< 0,0003	
			Нафциллин	0,0075—0,052*	0,03	
			Оксациллин	0,003—0,032*	0,03	
			Окситетрациклин	0,007—0,01*	< 0,01	
			Пенициллин G	0,001—0,004	< 0,004	
			Пенициллин V	0,003	< 0,004	
			Пиперациллин	0,005—0,006	нн	
			Прокаин-пенициллин	0,002—0,003	< 0,004	
			Стрептомицин	0,15—0,2	< 0,2	

Продолжение прилож. 2

1	2	3	4	5	6	7
			Тетрациклин	0,01	< 0,01	
			Тикарциллин	0,04	нн	
			Хлортетрациклин	0,005—0,026*	< 0,01	
			Цефадроксил	0,005—0,03*	нн	
			Цефазолин	0,005—0,03	нн	
			Цефалексин	0,01—1,0*	0,1	
			Цефалоний	0,003—0,04*	0,02	
			Цефалониум	0,003—0,04*	0,02	
			Цефапирин	0,004—0,011*	0,01	
			Цефацетрил	0,009—0,05*	0,125	
			Цефкином	0,006—0,03*	0,02	
			Цефоксазол	0,05	нн	
			Цефоперазон	0,003—0,05*	0,05	
			Цефотаксим	0,01	нн	
			Цефрадин	0,03	нн	
			Цефтиофур	0,002—0,05*	0,1	
			Цефуроксим	0,01	нн	
3	МУК 4.2.026—95** «Экспресс-метод определения антибиотиков в пищевых продуктах»	Молоко, сливки сырые и термически обработанные жидкие, в том числе восстановленные из сухих; детские молочные смеси жидкие и восстановленные из сухих	Пенициллин	0,0035	< 0,004	
			Тетрациклин	0,0035	< 0,01	
			Стрептомицин	0,0035	< 0,2	
4	ГОСТ 31903—12** «Продукты пищевые. Экспресс-метод определения антибиотиков»	Молоко и сухие молочные продукты пресные	Пенициллин		< 0,004	
			Тетрациклин		< 0,01	
			Стрептомицин		< 0,2	
5	МУ 3049—84** «Определение остаточных количеств антибиотиков в продуктах животноводства»	Молоко и молочные продукты (сметана, творог)	Тетрациклины	0,01	< 0,01	
			Пенициллин	0,005—0,006	< 0,004	
			Стрептомицин	0,5	< 0,2	
			Бацитрацин	0,02	< 0,02	

Продолжение прилож. 2

1	2	3	4	5	6	7
Мясо и мясопродукты						
6	МУК 4.2.026—95 ** «Экспресс-метод определения антибиотиков в пищевых продуктах»	Мясо и субпродукты (печень, почки, язык, легкое и др.) скота и птицы	Пенициллин	0,0035	0,05	
			Тетрациклин	0,0035	< 0,01	
			Стрептомицин	0,0035	0,5	
		Почки всех видов убойных животных	Стрептомицин	0,0035	1,0	
7	МУ 3049—84** «Определение остаточных количеств антибиотиков в продуктах животноводства»	Мясо, мясные продукты, в том числе мясо и субпродукты птицы	Тетрациклины	0,01	< 0,01	
			Бацитрацин	0,02	< 0,02	
8	ГОСТ 31903—12** «Продукты пищевые. Экспресс-метод определения антибиотиков»	Мясо и субпродукты скота и птицы	Пенициллин		< 0,004	
			Тетрациклин		< 0,01	
			Стрептомицин		< 0,2	
9	ГОСТ Р 55481—13 «Мясо и мясные продукты. Качественный метод определения остаточных количеств антибиотиков и других антимикробных химиотерапевтических веществ»	Мясо всех видов убойных животных, мясо птицы, субпродукты	Пенициллин	0,004	0,05	
			Доксициклин	0,01	0,1 (мясо) 0,3 (жир, печень) 0,6 (почки)	
			Цефазолин	0,025	нн	
			Аугментин (амоксициллин + клавулановая кислота)	0,025	0,05 0,1 (мясо) 0,2 (жир) 0,4 (почки)	
Яйца и яйцепродукты						
10	ГОСТ 31903—12** «Продукты пищевые. Экспресс-метод определения антибиотиков»	Яйца и меланж	Пенициллин		нн	
			Тетрациклин		< 0,01	
			Стрептомицин		0,5	

Продолжение прилож. 2

1	2	3	4	5	6	7
11	МУК 4.2.026—95 **«Экспресс-метод определения антибиотиков в пищевых продуктах»	Яйца и меланж	Пенициллин	0,0035	нн	
			Тетрациклин	0,0035	< 0,01	
			Стрептомицин	0,0035	0,5	
12	МУ 3049-84** «Определение остаточных количеств антибиотиков в продуктах животноводства»	Яйца	Тетрациклины	0,01	< 0,01	
			Стрептомицин	0,5	0,5	

* В зависимости от тест-системы,
** Методы относятся к неселективным,
*** «нн» – не нормируется

Приложение 3

Пересчет относительного центробежного ускорения в скорость центрифугирования

Различные модели центрифуг при одинаковых скоростях вращения ротора могут иметь отличающиеся факторы разделения, поэтому эффективность разделения в центробежном поле принято количественно оценивать как величину относительного центробежного ускорения (ОЦУ /RFS), выраженного в единицах g.

Эффективность разделения: фактор разделения F (ОЦУ /RFS) зависит от частоты вращения и радиуса центрифугирования и рассчитывается по следующей формуле:

$$F = 11{,}18 \cdot r \cdot (n^2/1\,000)^2, \text{ где} \quad (1)$$

n – скорость вращения ротора, об./мин;

r – средний радиус вращения столбика жидкости в центрифужной пробирке, см.

Радиус измеряется от оси вращения ротора до середины столбика жидкости в пробирке, когда держатель пробирки (при наличии подвижного держателя) находится в положении центрифугирования (под углом к оси вращения).

Если необходимо обеспечить заданный фактор разделения, то для расчета скорости центрифугирования используют следующую формулу:

$$n = 1\,000 \cdot \sqrt{\frac{F}{11{,}18 \cdot r}} \quad (2)$$

Для облегчения расчета можно использовать номограмму, отражающую зависимость относительного ускорения центрифуги (ОЦУ /RFS) от скорости вращения ротора (n) и радиуса (r) – среднего радиуса вращения столбика жидкости в центрифужной пробирке.

Пример

Необходимо определить скорость вращения центрифуги для достижения относительного центробежного ускорения (фактора разделения) 4 000 g, если средний радиус вращения столбика жидкости в центрифужной пробирке равен 8 см.

Способ 1 – путем расчета по формуле (2):

$$n = 1\,000 \cdot \sqrt{\frac{4\,000}{11{,}18 \cdot 8}} = 6\,687$$

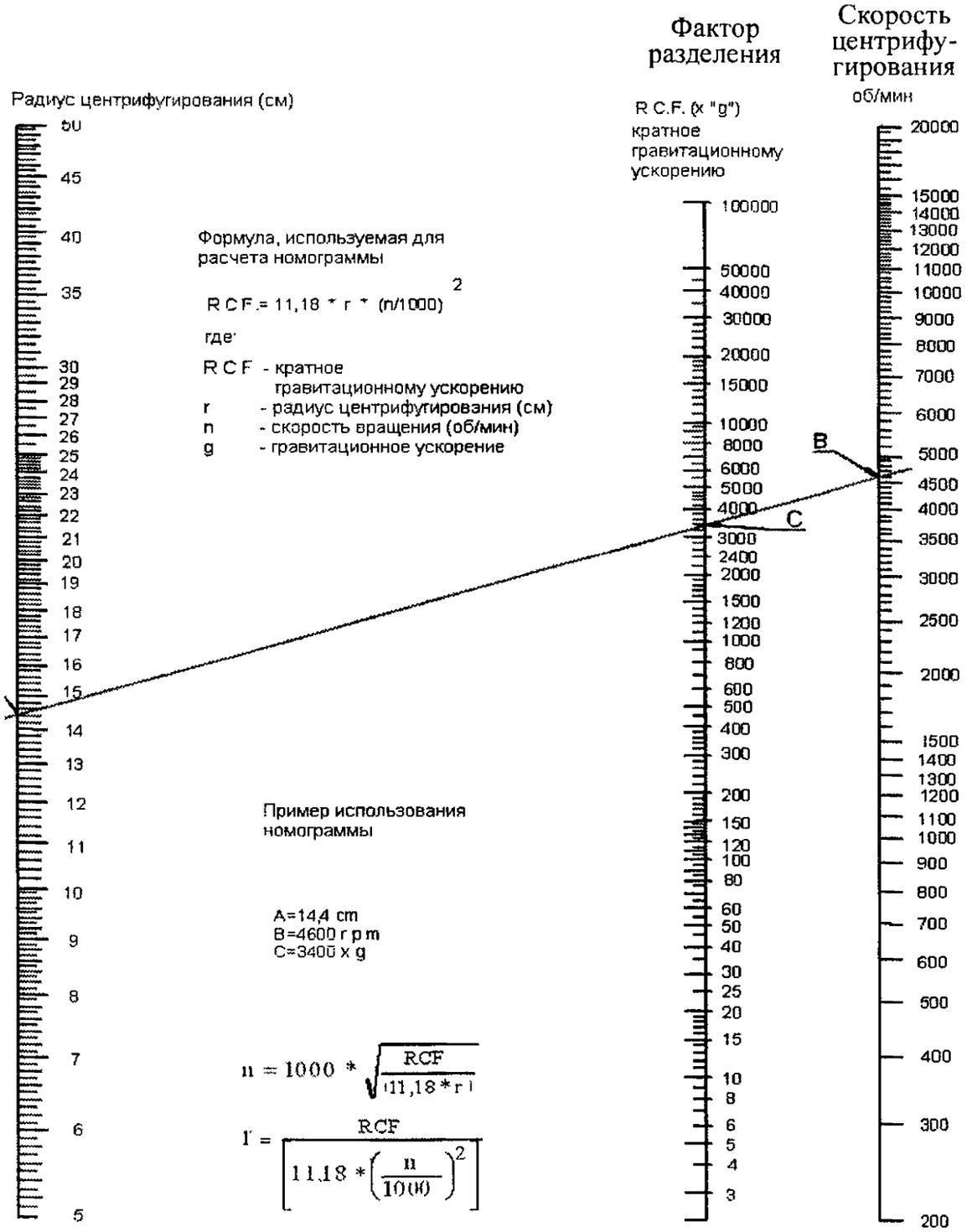
Таким образом, для получения фактора разделения 4 000 g необходимо установить скорость центрифугирования примерно 6 700 об./мин.

Способ 2 – с использованием номограммы.

Проводим прямую линию через точку 8 на шкале «Радиус центрифугирования» и точку 4 000 на шкале «Фактор разделения RFS» до пересечения со шкалой «Скорость центрифугирования», точка пересечения с которой определяет скорость центрифугирования – примерно 6 700 об./мин.

Необходимо отметить, что средний радиус будет меняться в зависимости от высоты столбика жидкости в центрифужной пробирке.

Номограмма для определения скорости центрифугирования при заданном факторе разделения для центрифуг различных моделей



Подготовка проб для проведения исследований по определению остаточных количеств антибиотиков и антимикробных препаратов

Методические указания
МУК 4.1.3534—18

Редактор Л. С. Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 4.05.18

Формат 60x90/16 Печ. л. 6,25
Тираж 100 экз. Заказ 27

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
Федеральным центром гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

УВАЖАЕМЫЙ ЧИТАТЕЛЬ!

Просим Вас учесть следующее изменение в МУК 4.1.3534—18:

Стр.	Абзац	Напечатано	Следует читать
27	2	Если жирного остатка не наблюдается, то растворяют сухой остаток в **1 см^3** моющего буфера …	Если жирного остатка не наблюдается, то растворяют сухой остаток в **0,5 см^3** моющего буфера …

gost.e-ecolog.ru