

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ  
Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора БелГИМ

  
Т.А. Коломиец  
«20» \_\_\_\_\_ 2015 г.



УТВЕРЖДАЮ

Директор государственного  
предприятия  
«НПЦГ»

  
С.И. Сычик  
«30» 04 2015 г.



МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ  
ПЕНИЦИЛЛИНОВ В СЫРЬЕ ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ И  
ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС/МС**

МВИ.МН 5200-2015

Республиканское унитарное предприятие «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)	
Свидетельство №	<u>8831 2015</u>
об аттестации МВИ от	<u>25.09.2015</u> г.

Минск 2015



## АННОТАЦИЯ

Свидетельство об аттестации № 883/2015 от 25 апреля 2015 г.

МВИ.МН 5200-2015

### « ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕНИЦИЛЛИНОВ В СЫРЬЕ ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ И ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС/МС»

#### Принцип метода:

Методика предназначена для идентификации и количественного определения остаточных количеств антибиотиков пенициллиновой группы (амоксициллина, ампициллина, пенициллина G, пенициллина V, оксациллина, клоксациллина, нафциллина, диклоксациллина) в сырье животного происхождения и пищевых продуктах.

Метод основан на выделении пенициллинов из пищевой матрицы при помощи ацетонитрильно-водной смеси, отгонке растворителя, растворении остатка в фосфатном буферном растворе с рН 6,5, обезжиривании раствора с помощью гексана, очистке экстракта, концентрировании аналитов при помощи твердофазной экстракции и количественном анализе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием.

Диапазон определяемых концентраций для каждого пенициллина:

для молока и молочных продуктов - 2,0– 100,0 мкг/кг;

для мяса и мясных продуктов – 10,0 – 800,0 мкг/кг.

### ОСНОВНЫЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1 – Нормативы контроля градуировочных графиков, относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности, расширенной неопределенности методики при доверительной вероятности  $P=0,95$  для молока и молочных продуктов

Наименование антибиотика	K <sub>гр</sub> %		Показатель повторяемости $s_r$ , %	Показатель промежуточной прецизионности $s_{I(ТО)}$ , %	Предел повторяемости $r$ , %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(ТО)}$ , %	Расширенная неопределенность измерения, U, %
	2 – 20 мкг/кг	10 -100 мкг/кг					
Амоксициллин	14	13	8	8	21	23	34
Ампициллин	14	13	7	9	19	24	32
Пенициллин G	12	8	7	8	18	21	31
Пенициллин V	11	9	6	8	16	22	29
Оксациллин	11	9	6	8	17	22	29
Клоксациллин	10	10	7	9	21	24	30
Нафциллин	11	11	7	9	18	24	29
Диклоксациллин	12	11	7	8	18	23	29



Таблица 2 – Нормативы контроля градуировочных графиков, относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности, расширенной неопределенности методики при доверительной вероятности  $P=0,95$  для мяса и мясных продуктов

Наименование антибиотика	K <sub>гр</sub> %		Показатель повторяемости s <sub>r</sub> , %	Показатель промежуточной прецизионности S <sub>I(TO)</sub> , %	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности Γ <sub>I(TO)</sub> , %	Расширенная неопределенность измерения, U, %
	2 – 20 мкг/кг	10 -100 мкг/кг					
Амоксициллин	15	21	5	8	14	21	31
Ампициллин	13	18	6	8	18	22	29
Пенициллин G	11	11	5	6	14	15	27
Пенициллин V	10	13	4	5	12	15	26
Оксациллин	11	14	5	7	13	19	26
Клоксациллин	11	14	4	7	12	21	27
Нафциллин	11	16	6	7	15	19	26
Диклоксациллин	10	13	5	7	14	18	25

При выполнении измерений рекомендуется применение следующего оборудования: Жидкостной хроматограф с масс-спектрометрическим детектором; колонка хроматографическая Колонка хроматографическая Zorbax SB-C18 размером 2,1 мм × 150 мм, зернение 3,5 мкм; весы лабораторные высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г; Картриджи для твердофазной экстракции «Chromabond HR-X», 3см<sup>3</sup>, 200 мг; Реактивы: ацетонитрил для ВЭЖХ 99,9 %, метанол для ВЭЖХ 99,9%, этилацетат для ВЭЖХ 99,5%, гексан для ВЭЖХ 99,9%, стандарты пенициллинов: Ампициллина тригидрат, Амоксициллина тригидрат, Пенициллина V калиевая соль, Пенициллина G калиевая соль, Пенициллина G-d7, N-этилпиперидиновая соль, Оксациллина натриевой соли гидрат, Клоксациллина натревой соли моногидрат, Диклоксациллина натревой соли гидрат, Нафциллина натриевая соль.

**Более подробная информация может быть получена у сотрудников лаборатории хроматографических исследований республиканского унитарного предприятия «Научно-практический центр гигиены» по телефону (+375 17) 379 13 80**