

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
«ВСЕРОССИЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЦЕНТР КАЧЕСТВА И  
СТАНДАРТИЗАЦИИ ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ  
И КОРМОВ»  
ФГБУ «ВГНКИ»**



Методические указания

МУ А-1/130

УТВЕРЖДЕНО  
Заместитель директора  
ФГБУ «ВГНКИ»

А.В. Третьяков



08 2024 г.

на основании доверенности  
от 24.06.2024 № 23)

Методика (метод) измерений

**Методические указания по определению остаточного содержания  
хинолонов в продукции животноводства методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим  
детектированием**

Аттестована:

ФГБУ «ВГНКИ»

(наименование организации,  
осуществлявшей аттестацию по методике)

Регистрационный номер  
в Информационном фонде по  
обеспечению единства измерений

999.1.31.2024.49139

г. Москва

2024

## СВЕДЕНИЯ О РАЗРАБОТКЕ

РАЗРАБОТАНО А.Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов», Б.Институтом молекулярной тераностики Научно-технологического парка биомедицины федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Первый Московский государственный медицинский университет имени И.М.Сеченова» Министерства здравоохранения Российской Федерации (Сеченовский Университет)

---

*(наименование инициатора разработки)*

ИСПОЛНИТЕЛЬ: А.Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов», Б.Институт молекулярной тераностики Научно-технологического парка биомедицины федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Первый Московский государственный медицинский университет имени И.М.Сеченова» Министерства здравоохранения Российской Федерации (Сеченовский Университет)

---

*(полное наименование организации-разработчика)*

А. 123022, г. Москва, Звенигородское ш., 5;  
Б. 119048, г. Москва, ул. Трубецкая, д. 8, стр. 2

---

*(почтовый адрес организации-разработчика)*

А. тел.: +7 (495) 982-50-84, +7 (499) 253-14-91;

E-mail: vgnki@fsvps.gov.ru

Б. Тел: +7 (495) 609-14-00;

E-mail: rectorat@staff.sechenov.ru

---

Руководитель организации-разработчика

---

А. Киш Леонид Карольевич

*(фамилия, имя, отчество)*

---

Б. Носырев Александр Евгеньевич

---

*(фамилия, имя, отчество)*

## СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

АТТЕСТОВАНА: федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский  
государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств  
для животных и кормов»

*(полное наименование юридического лица, аттестовавшего методику (метод) измерений)*

Уникальный номер записи об аккредитации в реестре аккредитованных лиц юридического лица,  
аттестовавшего методику (метод) измерений: РОСС RU.0001.310354

Свидетельство об аттестации методики измерений РОСС RU.0001.310354-0116 /2024

*(номер свидетельства и дата его оформления)*

Руководитель юридического лица,  
аттестовавшего методику (метод) измерений

Киш Леонид Карольевич

*(фамилия, имя, отчество)*

## СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

Регистрационный код методики измерений по Федеральному реестру

99.1.31.2024.49139

СВЕДЕНИЯ О ТОМ, ЧТО МЕТОДИКА (МЕТОД) ИЗМЕРЕНИЙ ВВОДИТСЯ ВПЕРВЫЕ:

ВВЕДЕН (А) ВПЕРВЫЕ

## Содержание

|                                                                                                         |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1 Назначение и область применения                                                                       | 1  |
| 2 Нормативные ссылки                                                                                    | 2  |
| 3 Требования к показателям точности измерения                                                           | 7  |
| 4 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам                | 15 |
| 5 Метод измерений                                                                                       | 5  |
| 6 Требования безопасности, охраны окружающей среды                                                      | 19 |
| 7 Требования к квалификации операторов                                                                  | 20 |
| 8 Требования к условиям измерений                                                                       | 20 |
| 9 Отбор и хранение проб                                                                                 | 20 |
| 10 Подготовка к выполнению измерений                                                                    | 21 |
| 11 Порядок выполнения измерений                                                                         | 40 |
| 12 Обработка результатов измерений                                                                      | 40 |
| 13 Оформление результатов измерений                                                                     | 42 |
| 14 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях внутрिलाбораторной прецизионности | 42 |
| 15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории                        | 51 |
| Приложение А                                                                                            | 55 |
| Приложение Б                                                                                            | 56 |

## **1 Назначение и область применения**

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации хинолонов (надифлоксацина, гатифлоксацина, циноксацина, спарфлоксацина, орбифлоксацина, флероксацина, гемифлоксацина, пазуфлоксацина, эноксацина, грепафлоксацина, ципрофлоксацина, сарафлоксацина, данофлоксацина, оксолиновой кислоты, норфлоксацина, дифлоксацина, офлоксацина, налидиксовой кислоты, энрофлоксацина, пипемидовой кислоты, ломефлоксацина, флюмеквина, марбофлоксацина, пефлоксацина) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием и предназначен для организаций и учреждений, независимо от их организационно-правовой формы, осуществляющих контроль безопасности продукции животноводства, а также мониторинг продукции животноводства по остаточному содержанию лекарственных средств.

Настоящая методика распространяется на непереработанную и переработанную пищевую продукцию животного происхождения: продукты убоя и мясную продукцию (включая жир, шпик, кишки и кишечное сырье), продукты убоя сельскохозяйственной птицы и продукцию их переработки, яйца птицы и продукты их переработки, молоко и молочную продукцию (включая масло), мед, продукты на его основе, пищевую рыбную продукцию животного происхождения из уловов водных биологических ресурсов и объектов аквакультуры, и устанавливает метод определения остаточного содержания хинолонов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ВЭЖХ-МС/МС).

Методика измерений входит в состав Методических указаний по определению остаточного содержания хинолонов в продукции животноводства методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием.

Диапазон измерений массовой концентрации хинолонов представлен в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений массовой концентрации хинолонов в различных матрицах

| Соединение                                       | Диапазон измерения в образцах мяса, иных продуктов убоя (за исключением субпродуктов, кишок и кишечного сырья, шпика, жира) и мясной продукции от всех видов убойных животных и птиц, пищевой рыбной продукции животного происхождения из уловов водных биологических ресурсов и объектов аквакультуры, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Диапазон измерения в образцах субпродуктов всех видов убойных животных и птиц, яиц и яичных продуктов, кишок и кишечного сырья млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Диапазон измерения в образцах молока и молочной продукции, сыра, меда, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Диапазон измерения в образцах масла, шпика, жира, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) |
|--------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|
| Хинолоны за исключением дифлоксацина, флюмеквина | от 1 до 1000                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | от 1 до 1000                                                                                                                                               | от 1 до 1000                                                                                       | от 1 до 1000                                                                  |
| Дифлоксацин, флюмеквин                           | от 1 до 1000                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | от 1 до 2000                                                                                                                                               | от 1 до 1000                                                                                       | от 1 до 2000                                                                  |

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике измерений использованы ссылки на следующие документы в области стандартизации:

OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.0.004-2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019–2017 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 19792–2017 Мед натуральный. Технические условия

ГОСТ 20235.0-74 Мясо кроликов. Методы отбора образцов. Органолептические методы определения свежести

ГОСТ 26809.1-2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26809.1-2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды

ГОСТ 26809.1–2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26809.2–2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 27752-88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28311-2021 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29245-91 Консервы молочные. Методы определения физических и органолептических показателей

ГОСТ 3117-78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 31339 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 31339-2006 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 31467–2012 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ 31654 Яйца куриные пищевые. Технические условия

ГОСТ 31654-2012 Яйца куриные пищевые. Технические условия

ГОСТ 31720–2012 Пищевые продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы. Методы отбора проб и органолептического анализа

ГОСТ 31720-2012 Пищевые продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы. Методы отбора проб и органолептического анализа

ГОСТ 32260-2013 Сыры полутвердые. Технические условия

ГОСТ 32951 Полуфабрикаты мясные и мясосодержащие. Общие технические условия

ГОСТ 32951-2014 Полуфабрикаты мясные и мясосодержащие. Общие технические условия

ГОСТ 33790–2016 Кишки и мочевые пузыри говяжьи. Технические условия

ГОСТ 33791–2016 Кишки и мочевые пузыри свиные. Технические условия

ГОСТ 34037-2016 Упаковка стеклянная для химических реактивов и особо чистых химических веществ. Общие технические условия

ГОСТ 4288-76 Изделия кулинарные и полуфабрикаты из рубленого мяса.

Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 4288–76 Изделия кулинарные и полуфабрикаты из рубленого мяса

ГОСТ 4814-57 Блоки мясные замороженные. Технические условия

ГОСТ 4814-57 Блоки мясные замороженные. Технические условия

ГОСТ 5848-73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 61-75 (СТ СЭВ 5375-85) Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 6995-77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 7269 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7269-2015 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7636–85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа

ГОСТ 8285-91 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания

ГОСТ 8756.0-70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 9792 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 9792-73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ ISO 5555-2016 Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб

ГОСТ Р 51447-99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51447-99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54704-2011 "Блоки из жилованного мяса замороженные. Общие технические условия

ГОСТ Р 55064-2012 Натр едкий технический. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 21748-2021 Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ТУ 2635-002-05015242-2007 Диметилсульфоксид ч., х.ч

ТУ 6-09-06-1092-83 Ацетонитрил ОСЧ (особо чистый)

Примечание – При пользовании настоящим документом на методику измерений целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом на методику измерений следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Требования к показателям точности<sup>1</sup> измерения

Настоящие методические указания имеют показатели точности и обеспечивают получение результатов измерений массовой концентрации хинолонов с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 – Показатели точности методики (значения относительной расширенной неопределенности результатов измерений, относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости).

| Определяемый показатель <sup>2</sup>                                                                                                                                                                                                                                    | Диапазон измерения, млрд <sup>1</sup> (мкг/кг) | Значение относительной расширенной неопределенности* $\pm$ U, % при коэффициенте охвата k=2, % | Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), $\sigma$ , % | Предел повторяемости, r, % (при P=0,95, n=2) |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|
| Мясо, иные продукты убоя (за исключением субпродуктов, кишок и кишечного сырья, шпика, жира) и мясная продукция от всех видов убойных животных и птиц, пищевая рыбная продукция животного происхождения из уловов водных биологических ресурсов и объектов аквакультуры |                                                |                                                                                                |                                                                                             |                                              |
| Гатифлоксацин                                                                                                                                                                                                                                                           | от 1 до 100 включ.                             | 33                                                                                             | 10                                                                                          | 28                                           |
|                                                                                                                                                                                                                                                                         | св. 100 до 1000 включ.                         | 24                                                                                             | 8                                                                                           | 22                                           |
| Гемифлоксацин                                                                                                                                                                                                                                                           | от 1 до 1000 включ.                            | 35                                                                                             | 11                                                                                          | 30                                           |
| Грепафлоксацин                                                                                                                                                                                                                                                          | от 1 до 100 включ.                             | 34                                                                                             | 10                                                                                          | 28                                           |
|                                                                                                                                                                                                                                                                         | св. 100 до 1000 включ.                         | 21                                                                                             | 8                                                                                           | 22                                           |
| Данофлоксацин                                                                                                                                                                                                                                                           | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                             | 12                                                                                          | 33                                           |
|                                                                                                                                                                                                                                                                         | св. 100 до 1000 включ.                         | 24                                                                                             | 9                                                                                           | 25                                           |
| Дифлоксацин                                                                                                                                                                                                                                                             | от 1 до 100 включ.                             | 33                                                                                             | 11                                                                                          | 30                                           |
|                                                                                                                                                                                                                                                                         | св. 100 до 1000 включ.                         | 23                                                                                             | 9                                                                                           | 25                                           |
| Ломефлоксацин                                                                                                                                                                                                                                                           | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                             | 10                                                                                          | 28                                           |

<sup>1</sup> В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности использованы показатели неопределенности измерений

| Определяемый<br>показатель <sup>2</sup> | Диапазон измерения,<br>млрд <sup>1</sup> (мкг/кг) | Значение<br>относительной<br>расширенной<br>неопределенности* $\pm$<br>U, % при<br>коэффициенте<br>охвата k = 2, % | Показатель<br>повторяемости<br>(относительное<br>стандартное<br>отклонение<br>повторяемости), $\sigma$ ,<br>% | Предел<br>повторяемости,<br>r, % (при P =<br>0,95, n = 2) |
|-----------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 24                                                                                                                 | 6                                                                                                             | 17                                                        |
| Марбофлоксацин                          | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 26                                                                                                                 | 6                                                                                                             | 17                                                        |
| Надифлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 23                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Налидиксовая<br>кислота                 | от 1 до 100 включ.                                | 34                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 17                                                                                                                 | 6                                                                                                             | 17                                                        |
| Норфлоксацин                            | от 1 до 100 включ.                                | 33                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 21                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Оксолиновая<br>кислота                  | от 1 до 100 включ.                                | 32                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Орбифлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 21                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Офлоксацин                              | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Пазуфлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 28                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Пефлоксацин                             | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 18                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Пипемидовая<br>кислота                  | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 24                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Сарафлоксацин                           | от 1 до 1000 включ.                               | 33                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Спарфлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 21                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Флероксацин                             | от 1 до 100 включ.                                | 33                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |

| Определяемый показатель <sup>2</sup>                                                   | Диапазон измерения, млрд <sup>1</sup> (мкг/кг) | Значение относительной расширенной неопределенности* $\pm$ U, % при коэффициенте охвата k = 2, % | Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), $\sigma$ , % | Предел повторяемости, r, % (при P = 0,95, n = 2) |
|----------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 25                                                                                               | 7                                                                                           | 19                                               |
| Флюмеквин                                                                              | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 26                                                                                               | 8                                                                                           | 22                                               |
| Циноксацин                                                                             | от 1 до 1000 включ.                            | 35                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
| Ципрофлоксацин                                                                         | от 1 до 100 включ.                             | 34                                                                                               | 9                                                                                           | 25                                               |
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 21                                                                                               | 7                                                                                           | 19                                               |
| Эноксацин                                                                              | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 9                                                                                           | 25                                               |
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 23                                                                                               | 8                                                                                           | 22                                               |
| Энрофлоксацин                                                                          | от 1 до 1000 включ.                            | 35                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
| Субпродукты всех видов животных и птиц, яйца и яичные продукты, кишки и кишечное сырье |                                                |                                                                                                  |                                                                                             |                                                  |
| Гатифлоксацин                                                                          | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 9                                                                                           | 25                                               |
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 20                                                                                               | 7                                                                                           | 19                                               |
| Гемифлоксацин                                                                          | от 1 до 1000 включ.                            | 33                                                                                               | 9                                                                                           | 25                                               |
| Грепафлоксацин                                                                         | от 1 до 1000 включ.                            | 33                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
| Данофлоксацин                                                                          | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 11                                                                                          | 30                                               |
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 20                                                                                               | 7                                                                                           | 19                                               |
| Дифлоксацин                                                                            | от 1 до 500 включ.                             | 35                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
|                                                                                        | св. 500 до 2000 включ.                         | 18                                                                                               | 6                                                                                           | 17                                               |
| Ломефлоксацин                                                                          | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 9                                                                                           | 25                                               |
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 24                                                                                               | 7                                                                                           | 19                                               |
| Марбофлоксацин                                                                         | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 12                                                                                          | 33                                               |
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 21                                                                                               | 9                                                                                           | 25                                               |
| Надифлоксацин                                                                          | от 1 до 100 включ.                             | 33                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
|                                                                                        | св. 100 до 1000 включ.                         | 25                                                                                               | 7                                                                                           | 19                                               |
| Налидиксовая                                                                           | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |

| Определяемый<br>показатель <sup>2</sup> | Диапазон измерения,<br>млрд <sup>1</sup> (мкг/кг) | Значение<br>относительной<br>расширенной<br>неопределенности* $\pm$<br>U, % при<br>коэффициенте<br>охвата k = 2, % | Показатель<br>повторяемости<br>(относительное<br>стандартное<br>отклонение<br>повторяемости), $\sigma$ ,<br>% | Предел<br>повторяемости,<br>r, % (при P =<br>0,95, n = 2) |
|-----------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| кислота                                 | св. 100 до 1000 включ.                            | 23                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Норфлоксацин                            | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 24                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Оксолиновая<br>кислота                  | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 21                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Орбифлоксацин                           | от 1 до 1000 включ.                               | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Офлоксацин                              | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Пазуфлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 34                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 21                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Пефлоксацин                             | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 12                                                                                                            | 33                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Пипемидовая<br>кислота                  | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 23                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Сарафлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 23                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Спарфлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 33                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Флероксацин                             | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Флюомеквин                              | от 1 до 500 включ.                                | 33                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 500 до 2000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Циноксацин                              | от 1 до 1000 включ.                               | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Ципрофлоксацин                          | от 1 до 1000 включ.                               | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Эноксацин                               | от 1 до 100 включ.                                | 33                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |

| Определяемый<br>показатель <sup>2</sup>            | Диапазон измерения,<br>млрд <sup>1</sup> (мкг/кг) | Значение<br>относительной<br>расширенной<br>неопределенности* $\pm$<br>U, % при<br>коэффициенте<br>охвата k = 2, % | Показатель<br>повторяемости<br>(относительное<br>стандартное<br>отклонение<br>повторяемости), $\sigma$ ,<br>% | Предел<br>повторяемости,<br>r, % (при P =<br>0,95, n = 2) |
|----------------------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Энрофлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                                | 33                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 23                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Молоко и молочные продукты (кроме масла), сыр, мёд |                                                   |                                                                                                                    |                                                                                                               |                                                           |
| Гатифлоксацин                                      | от 1 до 1000 включ.                               | 33                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Гемифлоксацин                                      | от 1 до 1000 включ.                               | 33                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Грепафлоксацин                                     | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 28                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Данофлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Дифлоксацин                                        | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 23                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Ломефлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                                | 32                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Марбофлоксацин                                     | от 1 до 1000 включ.                               | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Надифлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Налидиксовая<br>кислота                            | от 1 до 1000 включ.                               | 33                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Норфлоксацин                                       | от 1 до 100 включ.                                | 33                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 21                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Оксолиновая<br>кислота                             | от 1 до 1000 включ.                               | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Орбифлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                            | 20                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |

| Определяемый<br>показатель <sup>2</sup> | Диапазон измерения,<br>млрд <sup>1</sup> (мкг/кг) | Значение<br>относительной<br>расширенной<br>неопределенности* $\pm$<br>U, % при<br>коэффициенте<br>охвата k = 2, % | Показатель<br>повторяемости<br>(относительное<br>стандартное<br>отклонение<br>повторяемости), $\sigma$ ,<br>% | Предел<br>повторяемости,<br>r, % (при P =<br>0,95, n = 2) |
|-----------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| Офлоксацин                              | от 1 до 1000 включ.                               | 33                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
| Пазуфлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 34                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Пефлоксацин                             | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 21                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Пипемидовая<br>кислота                  | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Сарафлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Спарфлоксацин                           | от 1 до 1000 включ.                               | 28                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Флероксацин                             | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 20                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Флюмеквин                               | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 6                                                                                                             | 17                                                        |
| Циноксацин                              | от 1 до 1000 включ.                               | 33                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Ципрофлоксацин                          | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Эноксацин                               | от 1 до 1000 включ.                               | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
| Энрофлоксацин                           | от 1 до 1000 включ.                               | 28                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Масло, шпик, жир                        |                                                   |                                                                                                                    |                                                                                                               |                                                           |
| Гатифлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Гемифлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 8                                                                                                             | 22                                                        |
| Грепафлоксацин                          | от 1 до 1000 включ.                               | 35                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |

| Определяемый<br>показатель <sup>2</sup> | Диапазон измерения,<br>млрд <sup>1</sup> (мкг/кг) | Значение<br>относительной<br>расширенной<br>неопределенности* $\pm$<br>U, % при<br>коэффициенте<br>охвата k = 2, % | Показатель<br>повторяемости<br>(относительное<br>стандартное<br>отклонение<br>повторяемости), $\sigma$ ,<br>% | Предел<br>повторяемости,<br>r, % (при P =<br>0,95, n = 2) |
|-----------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| Данофлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 33                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Дифлоксацин                             | от 1 до 500 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 500 до 2000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Ломефлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 27                                                                                                                 | 7                                                                                                             | 19                                                        |
| Марбофлоксацин                          | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 24                                                                                                                 | 6                                                                                                             | 17                                                        |
| Надифлоксацин                           | от 1 до 1000 включ.                               | 28                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Налидиксовая<br>кислота                 | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 28                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Норфлоксацин                            | от 1 до 1000 включ.                               | 30                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Оксолиновая<br>кислота                  | от 1 до 1000 включ.                               | 30                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
| Орбифлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 22                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |
| Офлоксацин                              | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Пазуфлоксацин                           | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Пефлоксацин                             | от 1 до 100 включ.                                | 35                                                                                                                 | 11                                                                                                            | 30                                                        |
|                                         | св. 100 до 1000 включ.                            | 25                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Пипемидовая<br>кислота                  | от 1 до 1000 включ.                               | 30                                                                                                                 | 10                                                                                                            | 28                                                        |
| Сарафлоксацин                           | от 1 до 1000 включ.                               | 30                                                                                                                 | 9                                                                                                             | 25                                                        |

| Определяемый показатель <sup>2</sup>                                                  | Диапазон измерения, млрд <sup>1</sup> (мкг/кг) | Значение относительной расширенной неопределенности* $\pm$ U, % при коэффициенте охвата k = 2, % | Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), $\sigma$ , % | Предел повторяемости, r, % (при P = 0,95, n = 2) |
|---------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| Спарфлоксацин                                                                         | от 1 до 1000 включ.                            | 30                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
| Флероксацин                                                                           | от 1 до 1000 включ.                            | 32                                                                                               | 12                                                                                          | 33                                               |
| Флюмеквин                                                                             | от 1 до 500 включ.                             | 35                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
|                                                                                       | св. 500 до 2000 включ.                         | 24                                                                                               | 7                                                                                           | 19                                               |
| Циноксацин                                                                            | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 11                                                                                          | 30                                               |
|                                                                                       | св. 100 до 1000 включ.                         | 28                                                                                               | 9                                                                                           | 25                                               |
| Ципрофлоксацин                                                                        | от 1 до 100 включ.                             | 28                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
|                                                                                       | св. 100 до 1000 включ.                         | 20                                                                                               | 7                                                                                           | 19                                               |
| Эноксацин                                                                             | от 1 до 100 включ.                             | 35                                                                                               | 11                                                                                          | 30                                               |
|                                                                                       | св. 100 до 1000 включ.                         | 25                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
| Энрофлоксацин                                                                         | от 1 до 100 включ.                             | 30                                                                                               | 12                                                                                          | 33                                               |
|                                                                                       | св. 100 до 1000 включ.                         | 23                                                                                               | 10                                                                                          | 28                                               |
| *-Соответствует относительному значению точности при доверительной вероятности P=0,95 |                                                |                                                                                                  |                                                                                             |                                                  |

Значения показателя точности (расширенной неопределенности) методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики измерений в лаборатории

## **4 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам**

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы.

### **4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование**

4.1.1 Масс-спектрометр с гибридным квадрупольным анализатором с диапазоном измерений  $m/z$  от 5 до 1200 «6500 QTRAP» (AB SCIEX, Канада, США) и компьютером с установленным программным обеспечением Analyst 1.6.1 (AB SCIEX, Канада, США), регистрационный номер записи в Федеральном информационном фонде № 58075-14.

4.1.2 Система высокоэффективной жидкостной хроматографии, состоящая из бинарного насоса со смесителем, термостата хроматографической колонки, обеспечивающего необходимую для проведения анализа температуру нагрева.

4.1.3 Колонка хроматографическая обращенно-фазная длиной не более 150 мм, с диаметром частиц сорбента не более 5,0 мкм.

4.1.4 Компьютер с установленным программным обеспечением.

4.1.5 Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

4.1.6 Весы специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с поверочным интервалом (e) не более 1 мг и действительной ценой деления (d) не более 0,1 мг. (например: Весы аналитические Discovery DV214C (Ohaus, Швейцария), номер в госреестре 33646-06).

4.1.7 Весы высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с поверочным интервалом (e) не более 0,1 г и действительной ценой деления (d) не более 0,01 г (например: ЕК-300i (A&D Company, Япония), номер в госреестре 25313-06).

4.1.8 Колбы 2-10(100, 250)-1 и цилиндры 1-100(1000)-1 мерные по ГОСТ 1770.

4.1.9 Дозаторы механические автоматические переменной вместимости (2 – 20) мм<sup>3</sup>, (10 – 100) мм<sup>3</sup>, (100 – 1000) мм<sup>3</sup>, (500 – 5000) мм<sup>3</sup> по ГОСТ 28311.

4.1.10 Бутыль стеклянная БВ-1000 по ГОСТ 34037.

4.1.11 Пробирки полипропиленовые вместимостью 15 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками.

4.1.12 Вials (флаконы) стеклянные вместимостью 2 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками 9 мм.

4.1.13 Модуль термостатируемый нагревательный с системой отдувки растворителей инертным газом и обеспечивающий необходимую для проведения анализа температуру термостатирования.

4.1.14 Центрифуга лабораторная рефрижераторная со скоростью вращения не менее 4000 об/мин и диапазоном задаваемых температур от 4 °С до 20 °С, с адаптерами для пробирок вместимостью 15 см<sup>3</sup>.

4.1.15 Баня ультразвуковая с рабочей частотой не менее 20 Гц и объемом не менее 1 дм<sup>3</sup>.

4.1.16 Микроцентрифуга лабораторная рефрижераторная со скоростью вращения не менее 15000 об/мин и диапазоном задаваемых температур от 4 °С до 20 °С, с адаптерами для микроцентрифужных пробирок вместимостью 1,5 см<sup>3</sup>.

4.1.17 Встряхиватель (шейкер) вибрационный для пробирок орбитального типа движения.

4.1.18 Система получения деионизированной воды высокой чистоты.

4.1.19 Холодильник бытовой с цифровым контроллером температуры и рабочим диапазоном температур от 0 °С до 5 °С.

4.1.20 Камера лабораторная морозильная с цифровым контроллером температуры и рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С.

4.1.21 Фильтры нейлоновые мембранные с размером диаметра пор не более 0,2 мкм.

4.1.22 Микроцентрифужные пробирки объемом 1,5 см<sup>3</sup>.

4.1.23 Вакуумное устройство для твердофазной экстракции.

4.1.24 Гомогенизатор лабораторный.

4.1.25 Вставки для виал, объемом 200 – 300 мм<sup>3</sup>.

## **4.2 Реактивы, материалы**

4.2.1 метанол по ГОСТ 6995 , квалификация "х.ч."

4.2.2 ацетонитрил по ТУ 6-09-06-1092-83, квалификация "х.ч."

4.2.3 муравьиная кислота по ГОСТ 5848, квалификация "х.ч."

4.2.4 ацетат аммония по ГОСТ 3117, квалификация «х.ч.».

4.2.5 уксусная кислота по ГОСТ 61, квалификация «х.ч.».

4.2.6 гидрооксид натрия по ГОСТ Р 55064, квалификация «х.ч.».

4.2.7 диметилсульфоксид (ДМСО) по ТУ 2635-002-05015242-2007 квалификация "х.ч.", содержание основного вещества не менее 99,5%

4.2.8 надифлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.9 гатифлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.10 циноксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.11 спарфлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.12 орбифлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.13 флероксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.14 гемифлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.15 пазуфлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.16 эноксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.17 грепафлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.18 ципрофлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.19 сарафлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.20 данофлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.21 оксолиновая кислота, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.22 норфлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.23 дифлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.24 офлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.25 налидиксовая кислота, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.26 энрофлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.27 пипемидовая кислота, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.28 ломефлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.29 флюмеквин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.30 марбофлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.31 пефлоксацин, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.32 оксолиновая кислота-Д5, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.33 гатифлоксацин-Д4, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.34 дифлоксацин-Д3, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.35 эноксацин-Д8, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.36 пазуфлоксацин-Д4, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.37 ципрофлоксацин-Д8, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.38 норфлоксацин-Д5, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.39 энрофлоксацин-Д5, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.40 сарафлоксацин-Д8, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.41 пефлоксацин-Д5, массовая доля основного вещества не менее 90 %.

4.2.42 сульфат магния по ГОСТ 4523, квалификация "х.ч.".

4.2.43 хлорид натрия по ГОСТ 4233, квалификация "х.ч.".

4.2.44 сорбент С18 для дисперсионной твердофазной очистки с размером частиц от 40 до 60 мкм.

Примечание 1 – допускается применение стандартных образцов веществ с отличными от приведенных выше содержаниями основного вещества (при приготовлении точных концентраций исходных растворов стандартных образцов выполняют пересчет массы навески стандартного образца на чистое вещество по формуле 1).

Примечание 2 – допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

## **5 Метод измерений**

Измерения содержания лекарственных средств (хинолонов) выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее - ВЭЖХ) с масс-спектрометрическим детектированием. Детектирование анализируемых веществ проводят в режиме мониторинга выбранных реакций (*MRM*).

Используя полученные с применением метода внутреннего стандарта градуировочные характеристики, по площади пиков идентифицированных соединений находят их количественное содержание.

## **6 Требования безопасности, охраны окружающей среды**

Используемые в работе реактивы содержат вещества, относящиеся к 1 и 2 классам опасности, при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

Помещения, в которых проводят измерения и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

Операции по приготовлению и использованию градуировочных растворов аналитов и их изотопно-меченых аналогов следует проводить в вытяжном шкафу.

В связи с тем, что при работе на хромато-масс-спектрометре используются сжатые газы, следует соблюдать правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением по ГОСТ 12.2.085.

При выполнении измерений на хромато-масс-спектрометре следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.2.007.0 и инструкцией по эксплуатации прибора.

## **7 Требования к квалификации операторов**

К операциям по подготовке проб и проведению измерений методом ВЭЖХ с масс-спектрометрическим детектированием допускают лиц, прошедших соответствующее обучение и освоивших настоящую методику измерений.

## **8 Требования к условиям измерений**

При приготовлении растворов и подготовки проб к измерениям соблюдают следующие внешние условия:

температура воздуха, °C  $20 \pm 5$ ,

атмосферное давление, мм рт.ст. от 630 до 800,

относительная влажность воздуха, % от 20 до 80.

Выполнение измерений на приборах проводят в условиях, рекомендуемых в руководстве по эксплуатации к ним.

## **9 Отбор и хранение проб**

9.1. Отбор проб мяса, мясных продуктов, субпродуктов, шпика со шкурой и без шкуры, – по ГОСТ 7269, ГОСТ 32951, ГОСТ Р 51447, ГОСТ 20235.0, ГОСТ 4814, ГОСТ Р 54704, мясных полуфабрикатов – по ГОСТ 32951, кулинарных изделий и полуфабрикатов из рубленого мяса – по ГОСТ 4288.

9.2. Отбор проб мяса птицы, пищевых субпродуктов и полуфабрикатов из мяса птицы – по ГОСТ 31467.

9.3. Отбор проб колбасных изделий и продуктов из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц – по ГОСТ 9792, консервов – по ГОСТ 8756.0.

9.4. Отбор проб кишечного сырья – по ГОСТ 33790, ГОСТ 33791

9.5 Отбор проб яиц – по ГОСТ 31654, яичных продуктов – по ГОСТ 31720.

9.6 Отбор проб молока и молочной продукции – по ГОСТ 26809.1.

9.7 Отбор проб молочной продукции – по ГОСТ 26809.2.

9.8. Отбор проб консервов молочных – по ГОСТ 29245.

9.9. Отбор проб продуктов переработки животных жиров – по ГОСТ ISO 5555-2016, ГОСТ 8285.

9.10. Отбор проб рыбной продукции из рыбы и водных беспозвоночных – по ГОСТ 31339, ГОСТ 7636.

9.11. Отбор мёда и продукции на его основе - по ГОСТ 19792–2017.

9.12. Отбор проб производится в соответствии с указанными выше документами, а также иными нормативными документами, регламентирующими процедуру отбора проб объектов исследования, действующих и утвержденных, в соответствии с национальным законодательством.

9.13. Отобранные пробы, при отсутствии возможности испытаний в день отбора, хранят при условиях, указанных изготовителем в течение периода, не превышающего срок годности продукции, установленный изготовителем.

Отобранные пробы, при отсутствии возможности испытаний в день доставки в лабораторию, хранят при условиях, указанных изготовителем в течение периода, не превышающего срок годности продукции или при  $-18^{\circ}\text{C}$  (кроме сухих и сыпучих) до трёх месяцев, но не более срока годности.

## **10 Подготовка к выполнению измерений**

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

### **10.1 Приготовление растворов**

#### **10.1.1 Приготовление подвижных фаз**

##### Приготовление подвижной фазы А

В стеклянную бутылку вместимостью  $1000\text{ см}^3$  мерным цилиндром (4.1.8) отмеряют  $995\text{ см}^3$  деионизированной воды, соответствующим дозатором добавляют  $5\text{ см}^3$  муравьиной кислоты, перемешивают и дегазируют на ультразвуковой бане (4.1.15) в течение 5 мин.

Раствор годен к использованию в течение 1 месяца.

##### Приготовление подвижной фазы Б

В стеклянную бутылку вместимостью 1000 см<sup>3</sup> мерным цилиндром отмеряют 970 см<sup>3</sup> метанола, соответствующим дозатором добавляют 20 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты (4.2.5) и 0,2 г ацетата аммония (4.2.4), перемешивают и дегазируют на ультразвуковой бане (4.1.15) в течение 5 мин.

Раствор годен к использованию в течение 1 месяца.

### **10.1.2 Приготовление вспомогательных растворов**

#### 10.1.2.1 Приготовление раствора 2%-ой уксусной кислоты в смеси ацетонитрил-вода (4:1)

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> мерным цилиндром отмеряют 80 см<sup>3</sup> ацетонитрила (4.2.2), доводят водой до метки, перемешивают. Соответствующим дозатором отбрасывают 2 см<sup>3</sup> раствора и добавляют 2 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, перемешивают.

Раствор годен к использованию в течение 1 месяца.

#### 10.1.2.2 Приготовление смеси метанола и диметилсульфоксида (ДМСО) в объемном соотношении 1:1

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> мерным цилиндром отмеряют 50 см<sup>3</sup> метанола и 50 см<sup>3</sup> ДМСО, перемешивают.

Используют свежеприготовленную смесь.

#### 10.1.2.3 Приготовление смеси метанола и воды в объемном соотношении 1:1

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> мерным цилиндром отмеривают 50 см<sup>3</sup> метанола и 50 см<sup>3</sup> воды, перемешивают.

Используют свежеприготовленную смесь.

#### 10.1.2.4 Приготовление смеси метанола и 1 М раствора NaOH в объемном соотношении 1:1

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> взвешивают 2,0 г гидроксида натрия (4.2.6), мерным цилиндром отмеряют 50 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. Затем мерным цилиндром прибавляют 50 см<sup>3</sup> метанола, перемешивают.

Используют свежеприготовленную смесь.

#### 10.1.2.5 Приготовление смеси метанола и 0,5 % муравьиной кислоты в объемном соотношении 1:1

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> мерным цилиндром отмеривают 50 см<sup>3</sup> метанола, 50 см<sup>3</sup> воды и добавляют 0,5 см<sup>3</sup> муравьиной кислоты, перемешивают.

Используют свежеприготовленную смесь.

#### 10.1.2.6 Приготовление раствора 2%-ой муравьиной кислоты в ацетонитриле

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> мерным цилиндром отмеряют 80 см<sup>3</sup> ацетонитрила (4.2.2), соответствующим дозатором добавляют 2 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доводят ацетонитрилом до метки, перемешивают.

Раствор годен к использованию в течение 1 месяца.

### **10.1.3 Приготовление рабочих растворов**

#### *10.1.3.1 Приготовление исходного раствора стандартных образцов хинолонов (C<sub>0</sub>) с массовой концентрацией 1000 мкг/см<sup>3</sup>*

На весах (4.1.6) взвешивают от 8,0 до 12,0 мг стандартных образцов<sup>3</sup> и переносят в отдельные полипропиленовые пробирки вместимостью 15 см<sup>3</sup>. В пробирки весовым методом добавляют растворитель, масса которого рассчитывается по формуле (1):

---

<sup>3</sup> В случае необходимости возможно увеличение навески

$$m_p = \frac{m \cdot Ma \cdot Pa \cdot \rho}{Mc \cdot 100 \cdot C}, \quad (1)$$

где  $m_p$ —масса метанола, г;

$m$ —масса стандартного образца, г;

$Ma$ — молярная масса чистого вещества, г/моль;

$Mc$ —молярная масса соли, г/моль;

$Pa$ — степень чистоты стандартного образца, %;

$\rho$ — плотность метанола/смеси для растворения, г/см<sup>3</sup>;

$C$ — концентрация раствора  $C_o$ , г/см<sup>3</sup>.

Растворители для стандартных образцов хинолонов выбирают в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 – растворители, применяемые для разведения стандартных образцов

| Стандартный образец  | Растворитель | Стандартный образец | Растворитель                            |
|----------------------|--------------|---------------------|-----------------------------------------|
| Пефлоксацин          | Метанол      | Грепафлоксацин      | Смесь ДМСО/метанол<br>(10.1.2.2)        |
| Марбофлоксацин       |              | Пазуфлоксацин       |                                         |
| Флюмеквин            |              | Гемифлоксацин       |                                         |
| Ломефлоксацин        |              | Флероксацин         |                                         |
| Пипемидовая кислота  |              | Орбифлоксацин       |                                         |
| Энрофлоксацин        |              | Спарфлоксацин       |                                         |
| Налидиксовая кислота |              | Циноксацин          |                                         |
| Дифлоксацин          |              | Надифлоксацин       |                                         |
| Норфлоксацин         |              | Офлоксацин          | Смесь вода/метанол<br>(10.1.2.3)        |
| Оксолиновая кислота  |              | Эноксацин           | Смесь 1 М<br>NaOH/метанол<br>(10.1.2.4) |
| Данофлоксацин        |              | Гатифлоксацин       | Смесь 0,5 %<br>муравьиная               |
| Сарафлоксацин        |              |                     |                                         |

| Стандартный образец | Растворитель | Стандартный образец | Растворитель                  |
|---------------------|--------------|---------------------|-------------------------------|
| Ципрофлоксацин      |              |                     | кислота/метанол<br>(10.1.2.5) |

Плотность метанола ( $\rho$ ) указывают в зависимости от температуры воздуха в помещении в соответствии с таблицей 4.

При использовании стандартных образцов с точной заявленной массой, разведение исходного раствора производят непосредственно в таре производителя. Количество растворителя, необходимое для разведения рассчитывают по формуле 1. После растворения жидкий слой переносят в полипропиленовую пробирку вместимостью 15 см<sup>3</sup>.

Таблица 4 – Зависимость плотности метанола от температуры воздуха в помещении.

| Температура воздуха, °С | Плотность метанола ( $\rho$ ), г/см <sup>3</sup> |
|-------------------------|--------------------------------------------------|
| 15,0                    | 0,7961                                           |
| 15,5                    | 0,7956                                           |
| 16,0                    | 0,7952                                           |
| 16,5                    | 0,7947                                           |
| 17,0                    | 0,7942                                           |
| 17,5                    | 0,7938                                           |
| 18,0                    | 0,7933                                           |
| 18,5                    | 0,7928                                           |
| 19,0                    | 0,7924                                           |
| 19,5                    | 0,7919                                           |
| 20,0                    | 0,7914                                           |
| 20,5                    | 0,7909                                           |
| 21,0                    | 0,7905                                           |
| 21,5                    | 0,7900                                           |
| 22,0                    | 0,7895                                           |
| 22,5                    | 0,7891                                           |
| 23,0                    | 0,7886                                           |

|      |        |
|------|--------|
| 23,5 | 0,7881 |
| 24,0 | 0,7877 |
| 24,5 | 0,7872 |
| 25,0 | 0,7867 |

Для определения плотности смеси для растворения стандартных образцов, указанных в таблице 3, в предварительно взвешенную на аналитических весах мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup>, приливают до метки необходимую смесь, измеряют ее массу и рассчитывают плотность, г/см<sup>3</sup>, по формуле

$$\rho = \frac{m}{10}, \quad (2)$$

где m – масса смеси, г.

Рекомендуется проводить данную процедуру при температуре (20 ± 5) °С.

Приготовленные растворы хранят в морозильной камере при температуре минус 20°С в течение 1 года.

#### *10.1.3.2 Приготовление раствора (C<sub>1</sub>) с массовой концентрацией аналитов в растворе 10 мкг/см<sup>3</sup>*

Дозатором переменного объема отбирают по 0,1 см<sup>3</sup> из растворов C<sub>0</sub> в мерную пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup>, доводят до метки метанолом и перемешивают.

Приготовленные растворы хранят в морозильной камере при температуре минус 20°С в течение 6 месяцев.

#### *10.1.3.3 Приготовление раствора (C<sub>2</sub>) с массовой концентрацией аналитов в растворе 1 мкг/см<sup>3</sup>*

Дозатором переменного объема отбирают 1,0 см<sup>3</sup> раствора C<sub>1</sub> в мерную пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup>, доводят до метки метанолом и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят при температуре минус 20 °С в течение 3 месяцев.

*10.1.3.4 Приготовление раствора ( $C_3$ ) с массовой концентрацией аналитов в растворе  $0,1 \text{ мкг/см}^3$*

Дозатором переменного объема отбирают  $1,0 \text{ см}^3$  раствора  $C_2$  в мерную пробирку вместимостью  $10 \text{ см}^3$ , доводят до метки метанолом и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят при температуре минус  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 1 недели.

*10.1.3.5 Приготовление исходных растворов ( $D_0$ ) внутренних стандартов с массовой концентрацией в растворах  $1000 \text{ мкг/см}^3$*

На весах (4.1.6) взвешивают от  $8,0$  до  $12,0 \text{ мг}$  внутренних стандартов аналитов и переносят в отдельные полипропиленовые пробирки вместимостью  $15 \text{ см}^3$ . В пробирки весовым методом добавляют смесь для растворения (выбирают аналогично приготовлению растворов стандартных образцов по таблице 2), масса которой рассчитывается по формуле (1).

Приготовленный раствор хранят в морозильной камере при температуре минус  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 1 года.

*10.1.3.6 Приготовление раствора внутренних стандартов ( $D_1$ ) с массовой концентрацией аналитов в растворе  $10 \text{ мкг/см}^3$*

Дозатором переменного объема отбирают по  $0,1 \text{ см}^3$  растворов  $D_0$  в мерную пробирку вместимостью  $10 \text{ см}^3$ , доводят до метки метанолом и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят при температуре минус  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 6 месяцев.

*10.1.3.7 Приготовление раствора внутренних стандартов ( $D_2$ ) с массовой концентрацией аналитов в растворе  $1 \text{ мкг/см}^3$*

Дозатором переменного объема отбирают  $1,0 \text{ см}^3$  раствора  $D_1$  в мерную пробирку вместимостью  $10 \text{ см}^3$ , доводят до метки метанолом и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят при температуре минус 20 °С в течение 3 месяцев.

#### **10.1.4 Приготовление градуировочных растворов $G_1 - G_6$**

*10.1.4.1 Приготовление образцов субпродуктов, яиц и яичных продуктов, кишок и кишечного сырья с концентрацией хинолонов 4000 нг/см<sup>3</sup> ( $G_6$ )*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца, не содержащего искомых аналитов (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора  $D_2$  (10.1.3.7) и 0,4 см<sup>3</sup> раствора  $C_1$  (10.1.3.2), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.4.2 Приготовление образцов субпродуктов, яиц и яичных продуктов, кишок и кишечного сырья с концентрацией хинолонов 2000 нг/см<sup>3</sup> ( $G_5$ )*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца, не содержащего искомых аналитов (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора  $D_2$  (10.1.3.7) и 0,2 см<sup>3</sup> раствора  $C_1$  (10.1.3.2), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.4.3 Приготовление образцов субпродуктов, яиц и яичных продуктов, кишок и кишечного сырья с концентрацией хинолонов 200 нг/см<sup>3</sup> ( $G_4$ )*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца не содержащего искомых аналитов (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора  $D_2$  (10.1.3.7) и 0,2 см<sup>3</sup>

раствора  $C_2$  (10.1.3.3), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.4.4 Приготовление образцов субпродуктов, яиц и яичных продуктов, кишок и кишечного сырья с концентрацией хинолонов 20 нг/см<sup>3</sup> ( $G_3$ )*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца не содержащего искомым анализом (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора  $D_2$  (10.1.3.7) и 0,2 см<sup>3</sup> раствора  $C_3$  (10.1.3.4), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.4.5 Приготовление образцов субпродуктов, яиц и яичных продуктов, кишок и кишечного сырья с концентрацией хинолонов 10 нг/см<sup>3</sup> ( $G_2$ )*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца, не содержащего искомым анализом (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора  $D_2$  (10.1.3.7) и 0,1 см<sup>3</sup> раствора  $C_3$  (10.1.3.4), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.4.6 Приготовление образцов субпродуктов, яиц и яичных продуктов, кишок и кишечного сырья с концентрацией хинолонов 2 нг/см<sup>3</sup> ( $G_1$ )*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца, не содержащего искомым анализом (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора  $D_2$  (10.1.3.7) и 0,02 см<sup>3</sup>

раствора  $C_3$  (10.1.3.4), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

### **10.1.5 Приготовление градуировочных растворов $S_1 - S_5$**

*10.1.5.1 Приготовление образцов мяса, мясных продуктов, рыбы, молока, молочных продуктов, меда, сыра с концентрацией хинолонов 2000 нг/см<sup>3</sup> ( $S_5$ )*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца, не содержащего искомым анализом (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора  $D_2$  (10.1.3.7) и 0,2 см<sup>3</sup> раствора  $C_1$  (10.1.3.2), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.5.2 Приготовление образцов мяса, мясных продуктов, рыбы, молока, молочных продуктов, меда, сыра с концентрацией хинолонов 200 нг/см<sup>3</sup> ( $S_4$ )*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца не содержащего искомым анализом (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора  $D_2$  (10.1.3.7) и 0,2 см<sup>3</sup> раствора  $C_2$  (10.1.3.3), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.5.3 Приготовление образцов мяса, мясных продуктов, рыбы, молока, молочных продуктов, меда, сыра с концентрацией хинолонов 20 нг/см<sup>3</sup> (S<sub>3</sub>)*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца не содержащего искомым анализом (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора D<sub>2</sub> (10.1.3.7) и 0,2 см<sup>3</sup> раствора C<sub>3</sub> (10.1.3.4), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.5.4 Приготовление образцов мяса, мясных продуктов, рыбы, молока, молочных продуктов, меда, сыра с концентрацией хинолонов 10 нг/см<sup>3</sup> (S<sub>2</sub>)*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца, не содержащего искомым анализом (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора D<sub>2</sub> (10.1.3.7) и 0,1 см<sup>3</sup> раствора C<sub>3</sub> (10.1.3.4), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

*10.1.5.5 Приготовление образцов мяса, мясных продуктов, рыбы, молока, молочных продуктов, меда, сыра с концентрацией хинолонов 2 нг/см<sup>3</sup> (S<sub>1</sub>)*

На весах (4.1.7) взвешивают 2,0 г образца, не содержащего искомым анализом (бланк), помещают в пластиковый флакон вместимостью 15 см<sup>3</sup>. С помощью дозатора к образцу добавляют 0,05 см<sup>3</sup> раствора D<sub>2</sub> (10.1.3.7) и 0,02 см<sup>3</sup> раствора C<sub>3</sub> (10.1.3.4), встряхивают на шейкере-вортексе 1 минуту. Далее проводят пробоподготовку согласно п. 10.4.

Приготовленный образец хранят в холодильнике при температуре 4 °С 1 день.

## 10.2 Подготовка прибора к измерениям

Подготовку хроматографической системы и масс-спектрометрического детектора к работе осуществляют в соответствии с техническим руководством по эксплуатации прибора.

### 10.2.1 Параметры настройки жидкостного хроматографа

температура колонки 40 °С;

скорость потока подвижной фазы 0,3 см<sup>3</sup>/мин;

Разделение проводят в режиме градиентного элюирования: в начальный момент и до 1 минуты концентрация фазы А – 70 %, затем градиентное элюирование к 10 % фазы А до 14 минуты, с 14 по 14,2 минуты переход к 70 %-ой фазе А, с 14,2 по 19 минуту уравнивание колонки в 70 %-ой фазе А.

### 10.2.2 Параметры настройки масс-спектрометрического детектора

Таблица 5 – Параметры в режиме MRM в условиях электрораспыления

| № | Определяемое вещество | Ион-предшественник, m/z | Дочерние ионы, m/z | Энергия столкновений, эВ |
|---|-----------------------|-------------------------|--------------------|--------------------------|
| 1 | Надифлоксацин         | 361,1                   | 343,1              | 29                       |
|   |                       |                         | 283,1              | 50                       |
| 2 | Гатифлоксацин         | 376,2                   | 358                | 25                       |
|   |                       |                         | 332,2              | 22                       |
| 3 | Циноксацин            | 263,2                   | 245,1              | 20                       |
|   |                       |                         | 217,2              | 28                       |
| 4 | Спарфлоксацин         | 393,2                   | 349,2              | 25                       |
|   |                       |                         | 374,8              | 23                       |
| 5 | Орбифлоксацин         | 396,2                   | 378                | 25                       |
|   |                       |                         | 352,2              | 23                       |
| 6 | Флероксацин           | 370,2                   | 326,1              | 21                       |
|   |                       |                         | 352,1              | 22                       |

| №  | Определяемое<br>вещество | Ион-<br>предшественник,<br>m/z | Дочерние<br>ионы, m/z | Энергия<br>столкновений,<br>эВ |
|----|--------------------------|--------------------------------|-----------------------|--------------------------------|
| 7  | Гемифлоксацин            | 390,2                          | 372,1                 | 24                             |
|    |                          |                                | 329,2                 | 23                             |
| 8  | Пазуфлоксацин            | 319,1                          | 301,1                 | 22                             |
|    |                          |                                | 281,2                 | 29                             |
| 9  | Эноксацин                | 321,1                          | 303,2                 | 22                             |
|    |                          |                                | 206,1                 | 40                             |
| 10 | Грепафлоксацин           | 360,1                          | 342,3                 | 24                             |
|    |                          |                                | 316,2                 | 23                             |
| 11 | Ципрофлоксацин           | 332                            | 231                   | 49                             |
|    |                          |                                | 288,1                 | 25                             |
| 12 | Сарафлоксацин            | 386,2                          | 342,1                 | 26                             |
|    |                          |                                | 299,1                 | 38                             |
| 13 | Данофлоксацин            | 358,1                          | 314                   | 26                             |
|    |                          |                                | 96                    | 31                             |
| 14 | Оксолиновая кислота      | 262,1                          | 216,1                 | 35                             |
|    |                          |                                | 244                   | 24                             |
| 15 | Норфлоксацин             | 320,1                          | 276,3                 | 23                             |
|    |                          |                                | 302,3                 | 27                             |
| 16 | Дифлоксацин              | 400,2                          | 356                   | 29                             |
|    |                          |                                | 299                   | 40                             |
| 17 | Офлоксацин               | 362,1                          | 261                   | 25                             |
|    |                          |                                | 318,1                 | 38                             |
| 18 | Налидиксовая кислота     | 233,1                          | 187                   | 35                             |
|    |                          |                                | 215                   | 21                             |
| 19 | Энрофлоксацин            | 360,2                          | 316,1                 | 26                             |
|    |                          |                                | 245,1                 | 35                             |
| 20 | Пипемидовая кислота      | 304,2                          | 286,1                 | 26                             |
|    |                          |                                | 217                   | 30                             |
| 21 | Ломефлоксацин            | 352,2                          | 265,1                 | 32                             |

| №  | Определяемое<br>вещество   | Ион-<br>предшественник,<br>m/z | Дочерние<br>ионы, m/z | Энергия<br>столкновений,<br>эВ |
|----|----------------------------|--------------------------------|-----------------------|--------------------------------|
|    |                            |                                | 308,1                 | 24                             |
| 22 | Флюмеквин                  | 262,1                          | 202                   | 42                             |
|    |                            |                                | 244                   | 22                             |
| 23 | Марбофлоксацин             | 363                            | 345,1                 | 33                             |
|    |                            |                                | 320,1                 | 20                             |
| 24 | Пефлоксацин                | 334,2                          | 316,2                 | 25                             |
|    |                            |                                | 290,2                 | 24                             |
| 25 | Ципрофлоксацин-Д8          | 340                            | 296,1                 | 27                             |
| 26 | Сарафлоксацин-Д8           | 394,2                          | 350,2                 | 30                             |
| 27 | Норфлоксацин-Д5            | 325,2                          | 307,1                 | 31                             |
| 28 | Энрофлоксацин-Д5           | 365,2                          | 321,2                 | 28                             |
| 29 | Оксолиновая кислота-<br>Д5 | 267,1                          | 249                   | 30                             |
| 30 | Дифлоксацин-Д3             | 403,2                          | 299,1                 | 42                             |
| 31 | Пефлоксацин-Д5             | 339                            | 321,1                 | 29                             |
| 32 | Гатифлоксацин-Д4           | 380,1                          | 336,3                 | 25                             |
| 33 | Эноксацин-Д8               | 329,3                          | 311,2                 | 28                             |
| 34 | Пазуфлоксацин-Д4           | 323,2                          | 305,2                 | 24                             |

Напряжение на зонде (IS):

5500 В для положительного режима регистрации ионов;

Разрешение квадруполей Q1/Q3: единичное;

Поток газа для фрагментации (CAD): 6.

### 10.3 Установление и контроль стабильности градуировочной характеристики

10.3.1 Градуировочную характеристику строят заново перед каждой новой серией измерений. Для нахождения градуировочной характеристики используют не менее четырех градуировочных растворов.

Процедура приготовления градуировочных растворов описана в разделе 10.1.4. Для приготовления проводят обработку "чистых" проб (бланков) согласно разделу 10.4, не содержащих действующих веществ, к которым перед обработкой добавляют раствор внутренних стандартов и рабочий раствор аналитов в количестве, необходимом для получения массовых концентраций в соответствующих пределах (10.1.4).

Градуировочную зависимость строят с помощью программы «Analyst» в координатах «отношение площади пика определяемого вещества к площади пика внутреннего стандарта этого вещества» – «концентрация определяемого вещества в градуировочном растворе к площади пика внутреннего стандарта этого вещества». Внутренние стандарты для хинолонов рекомендуется выбирать согласно таблице 6.

Таблица 6 – Соответствие между аналитами и внутренними стандартами

| Наименование аналитов | Наименование внутреннего стандарта аналита |
|-----------------------|--------------------------------------------|
| Пефлоксацин           | Пефлоксацин-Д5                             |
| Марбофлоксацин        | Эноксацин-Д8                               |
| Флюмеквин             | Оксолиновая кислота-Д5                     |
| Ломефлоксацин         | Пазуфлоксацин-Д4                           |
| Пипемидовая кислота   | Эноксацин-Д8                               |
| Энрофлоксацин         | Энрофлоксацин-Д5                           |
| Налидиксовая кислота  | Оксолиновая кислота-Д5                     |
| Дифлоксацин           | Дифлоксацин-Д3                             |
| Норфлоксацин          | Норфлоксацин-Д5                            |

| Наименование аналитов | Наименование внутреннего стандарта аналита |
|-----------------------|--------------------------------------------|
| Оксолиновая кислота   | Оксолиновая кислота-Д5                     |
| Данофлоксацин         | Энрофлоксацин-Д5                           |
| Сарафлоксацин         | Сарафлоксацин-Д8                           |
| Ципрофлоксацин        | Ципрофлоксацин-Д8                          |
| Грепафлоксацин        | Ципрофлоксацин-Д8                          |
| Пазуфлоксацин         | Пазуфлоксацин-Д4                           |
| Гемифлоксацин         | Оксолиновая кислота-Д5                     |
| Флероксацин           | Эноксацин-Д8                               |
| Орбифлоксацин         | Дифлоксацин-Д3                             |
| Спарфлоксацин         | Гатифлоксацин-Д4                           |
| Циноксацин            | Оксолиновая кислота-Д5                     |
| Надифлоксацин         | Оксолиновая кислота-Д5                     |
| Офлоксацин            | Эноксацин-Д8                               |
| Эноксацин             | Эноксацин-Д8                               |
| Гатифлоксацин         | Гатифлоксацин-Д4                           |

При построении градуировочной зависимости используют линейную регрессию, при этом квадрат коэффициента корреляции должен быть не менее 0,98.

Для нахождения градуировочной характеристики анализируют градуировочные растворы. Подвижную фазу, реагенты и матрицу предварительно проверяют на наличие исследуемых аналитов или других соединений, мешающих определению.

### 10.3.2 Контроль стабильности градуировочных характеристик

Контроль стабильности градуировочных характеристик проводят не реже одного раза в неделю, а также в случае использования реактивов новой партии и заново приготовленных растворов. Образцами для контроля стабильности градуировочных характеристик являются рабочие градуировочные растворы. Для

контроля стабильности градуировочных характеристик используют не менее двух рабочих градуировочных растворов. Градуировочные характеристики считают стабильными, если для каждой градуировочной смеси разность между измеренными значениями и значениями массовых концентраций образцов для сравнения не превышает 10 % для всех определяемых компонентов. В случае превышения заданной величины градуировочные зависимости строятся заново.

Если градуировочные характеристики нестабильны, выясняют и устраняют причины, после чего градуировочные характеристики строятся заново.

## **10.4 Подготовка проб**

**10.4.1 Подготовка проб мяса, иных продуктов убоя (за исключением шпика, жира) и мясной продукции от всех видов убойных животных и птиц, пищевой рыбной продукции животного происхождения из уловов водных биологических ресурсов и объектов аквакультуры, субпродуктов от всех видов убойных животных и птиц, яиц и яичных продуктов, кишок и кишечного сырья, молока и молочных продуктов (за исключением масла), сыра**

Пробы от продуктов убоя и мясной продукции предварительно освобождают от костей, хрящей, грубой соединительной ткани, снимают оболочку с изделий и по возможности освобождают от обсыпки, начинки и других ингредиентов, в том числе не мясных компонентов, после чего тщательно измельчают на мясорубке дважды и/или гомогенизируют.

Подготовку мяса птицы, пищевых субпродуктов и полуфабрикатов из мяса птицы проводят по ГОСТ 31467 (раздел 6).

Подготовку проб кулинарных изделий и полуфабрикатов из рубленого мяса проводят по ГОСТ 4288–76 (пункт 2.4.2).

Подготовку проб топленых жиров проводят по ГОСТ 8285-91 (пункт 2.1.7).

Яйца отделяют от скорлупы и тщательно перемешивают на гомогенизаторе до однородной массы. Подготовка проб яичных продуктов – по ГОСТ 31720-2012 (подраздел 4.3).

Подготовку проб молока и молочных продуктов проводят по ГОСТ 26809.1–2014 (раздел 6). Сухие молочные продукты восстанавливают по ГОСТ 29245–91 (пункт 3.4). Концентрированное молоко разводят деионизированной водой по ГОСТ 29245–91 (пункт 3.3).

Подготовку проб молочной продукции проводят по ГОСТ 26809.2–2014 (пункт 5.3.25).

Подготовка проб меда и продуктов на его основе – по ГОСТ 19792–2017 (подраздел 7.2).

Подготовку проб рыбы проводят по ГОСТ 7636–85 (пункт 2.1), водных беспозвоночных – по ГОСТ 7636–85 (пункт 2.9).

100 г пробы измельчают на гомогенизаторе (4.1.24) и взвешивают в полипропиленовой пробирке (4.1.11) 2,0 г образца (сухие молочные продукты восстанавливают по ГОСТ 29245). Дозатором в пробирку вносят 0,05 см<sup>3</sup> раствора внутренних стандартов D<sub>2</sub> (10.1.3.7), помещают пробирку в шейкер на 10 минут для перемешивания. Приливают 10 см<sup>3</sup> раствора 2% уксусной кислоты в смеси ацетонитрила с водой (4:1) (10.1.2) и помещают пробирку на 15 мин в шейкер (4.1.17) для экстракции. Затем центрифугируют при 4000 об/мин в течение 15 мин при температуре 4 °С. Переливают экстракт в новую полипропиленовую пробирку, в которую предварительно взвешивают 1 г ацетата аммония (4.2.4), помещают пробирку на шейкер на 5 минут. Центрифугируют 10 минут на 4000 об/мин при 4 °С. Органический слой переносят в новую пробирку на 15 см<sup>3</sup> и упаривают при 40 °С до 0,1 – 0,2 см<sup>3</sup>. К полученному концентрату добавляют 0,5 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, переносят в микроцентрифужную пробирку (4.1.22) и доводят объем водой до 1 см<sup>3</sup>. Пробирку центрифугируют на 15000 об/мин при 4 °С в течение 10 минут. Раствор фильтруют через мембранные фильтры (4.1.21) в вials (4.1.12) и используют для ВЭЖХ-МС/МС анализа.

#### 10.4.2 Подготовка проб мёда

Отобранную пробу меда тщательно перемешивают. Взвешивают 2,0 г пробы в полипропиленовой пробирке. Механическим дозатором в пробирку вносят 0,05 см<sup>3</sup> раствора внутренних стандартов D<sub>2</sub> (10.1.3.7), помещают пробирку в шейкер на 10 минут для перемешивания. Приливают 10 см<sup>3</sup> раствора 2% уксусной кислоты в смеси ацетонитрила с водой (4:1) (10.1.2) и помещают пробирку на 15 мин в шейкер для экстракции (допускается нагрев пробирки до 40 °С для полного растворения меда). Затем центрифугируют при 4000 об/мин в течение 15 мин при температуре 4 °С. Переносят жидкий слой в новую полипропиленовую пробирку, в которую предварительно взвешивают 1 г ацетата аммония, помещают пробирку на шейкер на 5 минут. Центрифугируют 10 минут на 4000 об/мин при 4 °С. Органический слой переносят в новую пробирку на 15 см<sup>3</sup> и упаривают при 40 °С до 0,1 – 0,2 см<sup>3</sup>. К полученному концентрату добавляют 0,5 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, переносят в микроцентрифужную пробирку (4.1.23) и доводят объем водой до 1 см<sup>3</sup>. Пробирку центрифугируют на 15000 об/мин при 4 °С 10 минут. Раствор фильтруют через мембранные фильтры в вials и используют для ВЭЖХ-МС/МС анализа.

#### 10.4.3 Подготовка проб масла

Взвешивают в полипропиленовой пробирке 2,0 г образца. Дозатором в пробирку вносят 0,05 см<sup>3</sup> раствора внутренних стандартов D<sub>2</sub>, помещают пробирку в шейкер на 10 минут для перемешивания. Приливают 10 см<sup>3</sup> раствора 2% уксусной кислоты в смеси ацетонитрила с водой (4:1), помещают пробирку на 10 мин в УЗБ при температуре не более 40 °С. Далее перемешивают на шейкере 5 минут и центрифугируют при 4000 об/мин в течение 15 мин при температуре 4 °С. Переливают экстракт в новую полипропиленовую пробирку, в которую предварительно взвешивают 1 г ацетата аммония, помещают пробирку на шейкер на 5 минут. Центрифугируют 10 минут на 4000 об/мин при 4 °С. Органический слой переносят в новую пробирку на 15 см<sup>3</sup> и упаривают при 40 °С до 0,1 – 0,2

см<sup>3</sup>. К полученному концентрату добавляют 0,5 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, переносят в микроцентрифужную пробирку и доводят объем водой до 1 см<sup>3</sup>. Пробирку центрифугируют на 15000 об/мин при 4 °С 10 минут. Раствор фильтруют через мембранные фильтры в вials и используют для ВЭЖХ-МС/МС анализа.

#### **10.4.4 Подготовка проб жира, шпика**

Берут навеску гомогенизированного образца  $0,5 \pm 0,05$  г и переносят в полипропиленовую пробирку на 15 мл, добавляют 25 мм<sup>3</sup> внутреннего стандарта D<sub>1</sub> (10.1.3.6) и выдерживают в темном месте 20 мин. Добавляют 0,5 см<sup>3</sup> воды и 2 см<sup>3</sup> 2% муравьиной кислоты в ацетонитриле (10.1.2.6), перемешивают на вортексе 1 мин. Добавляют 350 мг MgSO<sub>4</sub> (4.2.42) и 100 мг NaCl (4.2.43), встряхивают и помещают в ультразвуковую баню на 30 мин при 30°C. Центрифугируют в течении

10 мин при 4000 об/мин. Отбирают 1,5 см<sup>3</sup> надосадочной жидкости в эппендорф на 2 мл и добавляют 100 мг MgSO<sub>4</sub> и 450 мг сорбента C18 (4.2.44), встряхивают на шейкере 10 мин и центрифугируют при 15000 об/мин. Отбирают 1 мл супернатанта в полипропиленовую пробирку и упаривают досуха при 45°C. Реконструируют в 200 мкл метанола, переносят во вставку (4.1.25) для вials и анализируют методом ВЭЖХ-МС/МС.

### **11 Порядок выполнения измерений**

При выполнении измерений в инжектор хроматографа вводят анализируемый раствор, полученный в п. 10.4. Подвижную фазу и реагенты предварительно проверяют на наличие хинолонов или других соединений, мешающих определению. С помощью установленных градуировочных характеристик проводят количественное определение аналитов в анализируемом растворе.

### **12 Обработка результатов измерений**

Результаты измерений обрабатываются с помощью программы Analyst и выдаются в виде массовой концентрации анализируемого вещества в нг/см<sup>3</sup>.

Массовую концентрацию хинолона в пробе, мкг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V_{\text{пр}}}{m}, \quad (3)$$

где  $C$  – массовая концентрация хинолонов, полученная по градуировочному графику (нг/см<sup>3</sup>),

$m$  – масса навески пробы (г),

$V_{\text{пр}}$  – объем раствора пробы (см<sup>3</sup>).

12.1 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (4):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (4)$$

где  $X_1$ ,  $X_2$  – результаты параллельных определений массовой концентрации вещества, мкг/кг,

$r$  – значение предела повторяемости, % (таблица 2).

12.2 Если условие (4) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |X_{\text{max}} - X_{\text{min}}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq CR_{0,95}, \quad (5)$$

где  $X_{\text{max}}$ ,  $X_{\text{min}}$  – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации аналита, мкг/кг;

$CR_{0,95}$  – значение критического диапазона для уровня вероятности  $P = 0,95$  и  $n$  – результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r,$$

для  $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r, \quad (6)$$

где  $\sigma_r$  – показатель повторяемости, % (таблица 2).

12.3 Если условие (5) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

12.5 Если результат превышает верхний предел измерения, то выдают результат в следующей формулировке: «Содержание аналита превышает верхний предел диапазона измерения методики».

### 13 Оформление результатов измерений

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\bar{X}_{k,c} \pm 0,01 \cdot U_{k,c} \cdot \bar{X}_{k,c}, \text{ либо } \bar{X}_{k,c} \pm 0,01 \cdot \delta_{k,c} \cdot \bar{X}_{k,c}, \text{ при } P=0,95$$

где  $\bar{X}_{k,c}$  – среднее арифметическое значение результатов  $n$  определений массовой концентрации аналита по формуле (3), признанных приемлемыми по 12.1, 12.2, мкг/кг;

$U_{k,c}$  – значение относительной расширенной неопределенности, % (таблица 2);

$\delta_{k,c}$  – относительное значение показателя точности методики, % (таблица 2)

### 14 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в одной лаборатории в условиях внутрилабораторной прецизионности, не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности:

$$\left| \bar{X}_1 - \bar{X}_2 \right| \leq 0,01 R_{\text{л}} \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2}{2}, \quad (7)$$

где  $\bar{X}_1$  и  $\bar{X}_2$  – результаты измерений массовой массовой концентрации аналита в одной лаборатории в условиях внутрилабораторной прецизионности – средние арифметические двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, для которых выполняется условие (4, 5);

$R_{\text{л}}$  – предел в внутрилабораторной прецизионности, выраженный в относительных единицах. Относительные значения предела внутрилабораторной прецизионности приведены в таблице 7.

14.2 При выполнении условия (7) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

Таблица 7 – Относительные значения показателя внутрилабораторной прецизионности и пределов внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности  $P=0,95$

| Определяемый показатель                                                                                                                                                                                                                                                 | Диапазон измерения, мг/д <sup>1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_{\text{л}}}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности $P=0,95$ расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_{\text{л}}$ , % |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Мясо, иные продукты убоя (за исключением субпродуктов, кишок и кишечного сырья, шпика, жира) и мясная продукция от всех видов убойных животных и птиц, пищевая рыбная продукция животного происхождения из уловов водных биологических ресурсов и объектов аквакультуры |                                                |                                                                                                                                                             |                                                                                                                                                                                                                     |
| Гатифлоксацин                                                                                                                                                                                                                                                           | от 1 до 100 включ.                             | 14                                                                                                                                                          | 39                                                                                                                                                                                                                  |

| Определяемый показатель | Диапазон измерения, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_i}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности Р=0,95 расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_L$ , % |
|-------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Гемифлоксацин           | от 1 до 1000 включ.                             | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
| Грепафлоксацин          | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                       |
| Данофлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Дифлоксацин             | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Ломефлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Марбофлоксацин          | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Надифлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Налидиксовая кислота    | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 8                                                                                                                                                  | 22                                                                                                                                                                                                       |
| Норфлоксацин            | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                       |
| Оксолиновая кислота     | от 1 до 100 включ.                              | 13                                                                                                                                                 | 36                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Орбифлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                       |
| Офлоксацин              | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |

| Определяемый показатель                                                                        | Диапазон измерения, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_i}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности $P=0,95$ расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_L$ , % |
|------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Пазуфлоксацин                                                                                  | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 13                                                                                                                                                 | 36                                                                                                                                                                                                         |
| Пефлоксацин                                                                                    | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                         |
| Пипемидовая кислота                                                                            | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                         |
| Сарафлоксацин                                                                                  | от 1 до 1000 включ.                             | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
| Спарфлоксацин                                                                                  | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                         |
| Флероксацин                                                                                    | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                         |
| Флюмеквин                                                                                      | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                         |
| Циноксацин                                                                                     | от 1 до 1000 включ.                             | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
| Ципрофлоксацин                                                                                 | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                         |
| Эноксацин                                                                                      | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                         |
| Энрофлоксацин                                                                                  | от 1 до 1000 включ.                             | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
| Субпродукты всех видов убойных животных и птиц, яйца и яичные продукты, кишки и кишечное сырье |                                                 |                                                                                                                                                    |                                                                                                                                                                                                            |
| Гатифлоксацин                                                                                  | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                                                                | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                         |
| Гемифлоксацин                                                                                  | от 1 до 1000 включ.                             | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                         |

| Определяемый показатель | Диапазон измерения, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_i}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности Р=0,95 расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_L$ , % |
|-------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Грепафлоксацин          | от 1 до 1000 включ.                             | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
| Данофлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 8                                                                                                                                                  | 22                                                                                                                                                                                                       |
| Дифлоксацин             | от 1 до 500 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 500 до 2000 включ.                          | 8                                                                                                                                                  | 22                                                                                                                                                                                                       |
| Ломефлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Марбофлоксацин          | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Надифлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Налидиксовая кислота    | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Норфлоксацин            | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Оксолиновая кислота     | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                       |
| Орбифлоксацин           | от 1 до 1000 включ.                             | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
| Офлоксацин              | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Пазуфлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Пефлоксацин             | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |

| Определяемый показатель                            | Диапазон измерения, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_i}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности $P=0,95$ расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_L$ , % |
|----------------------------------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                         |
| Пипемидовая кислота                                | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                         |
| Сарафлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                         |
| Спарфлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                         |
| Флероксацин                                        | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                         |
| Флюомеквин                                         | от 1 до 500 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                    | св. 500 до 2000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                         |
| Циноксацин                                         | от 1 до 1000 включ.                             | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                         |
| Ципрофлоксацин                                     | от 1 до 1000 включ.                             | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
| Эноксацин                                          | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                         |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                         |
| Энрофлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                         |
| Молоко и молочные продукты (кроме масла), сыр, мёд |                                                 |                                                                                                                                                    |                                                                                                                                                                                                            |
| Гатифлоксацин                                      | от 1 до 1000 включ.                             | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
| Гемифлоксацин                                      | от 1 до 1000 включ.                             | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                         |
| Грепафлоксацин                                     | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                                                    | св. 100 до 1000 включ.                          | 13                                                                                                                                                 | 36                                                                                                                                                                                                         |
| Данофлоксацин                                      | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |

| Определяемый показатель | Диапазон измерения, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_i}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности $P=0,95$ расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_L$ , % |
|-------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                         |
| Дифлоксацин             | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                         |
| Ломефлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                         |
| Марбофлоксацин          | от 1 до 1000 включ.                             | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
| Надифлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                         |
| Налидиксовая            | от 1 до 1000 включ.                             | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                         |
| Норфлоксацин            | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                         |
| Оксолиновая кислота     | от 1 до 1000 включ.                             | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
| Орбифлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                         |
| Офлоксацин              | от 1 до 1000 включ.                             | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                         |
| Пазуфлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                         |
| Пефлоксацин             | от 1 до 100 включ.                              | 13                                                                                                                                                 | 36                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                         |
| Пипемидовая кислота     | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                         |
| Сарафлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |

| Определяемый показатель | Диапазон измерения, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_i}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности Р=0,95 расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_L$ , % |
|-------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Спарфлоксацин           | от 1 до 1000 включ.                             | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Флероксацин             | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                       |
| Флюомеквин              | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Циноксацин              | от 1 до 1000 включ.                             | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
| Ципрофлоксацин          | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Эноксацин               | от 1 до 1000 включ.                             | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
| Энрофлоксацин           | от 1 до 1000 включ.                             | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Масло, шпик, жир        |                                                 |                                                                                                                                                    |                                                                                                                                                                                                          |
| Гатифлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                       |
| Гемифлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Грепафлоксацин          | от 1 до 1000 включ.                             | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
| Данофлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Дифлоксацин             | от 1 до 500 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 500 до 2000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                       |
| Ломефлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |

| Определяемый показатель | Диапазон измерения, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_i}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности Р=0,95 расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_L$ , % |
|-------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Марбофлоксацин          | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Надифлоксацин           | от 1 до 1000 включ.                             | 13                                                                                                                                                 | 36                                                                                                                                                                                                       |
|                         | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Норфлоксацин            | от 1 до 1000 включ.                             | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Оксолиновая кислота     | от 1 до 1000 включ.                             | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Орбифлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 10                                                                                                                                                 | 28                                                                                                                                                                                                       |
| Офлоксацин              | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |
| Пазуфлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Пефлоксацин             | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Пипемидовая кислота     | от 1 до 1000 включ.                             | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Сарафлоксацин           | от 1 до 1000 включ.                             | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                       |
| Спарфлоксацин           | от 1 до 1000 включ.                             | 13                                                                                                                                                 | 36                                                                                                                                                                                                       |
| Флероксацин             | от 1 до 1000 включ.                             | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                       |
| Флюомеквин              | от 1 до 500 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                       |
|                         | св. 500 до 2000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                       |

| Определяемый показатель | Диапазон измерения, млрд <sup>-1</sup> (мкг/кг) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{R_i}$ , % | Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое для принятой вероятности $P=0,95$ расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_L$ , % |
|-------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Циноксацин              | от 1 до 100 включ.                              | 16                                                                                                                                                 | 44                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 13                                                                                                                                                 | 36                                                                                                                                                                                                         |
| Ципрофлоксацин          | от 1 до 100 включ.                              | 13                                                                                                                                                 | 36                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 9                                                                                                                                                  | 25                                                                                                                                                                                                         |
| Эноксацин               | от 1 до 100 включ.                              | 15                                                                                                                                                 | 42                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 12                                                                                                                                                 | 33                                                                                                                                                                                                         |
| Энрофлоксацин           | от 1 до 100 включ.                              | 14                                                                                                                                                 | 39                                                                                                                                                                                                         |
|                         | св. 100 до 1000 включ.                          | 11                                                                                                                                                 | 30                                                                                                                                                                                                         |

## 15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2.

Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

### 15.1 Оперативный контроль процедуры измерений

Оперативный контроль процедуры измерений проводит исполнитель измерений с целью проверки готовности лаборатории к проведению измерений

рабочих проб или оперативной оценки качества результатов измерений, полученных совместно с результатом контрольного измерения. Оперативный контроль проводят в следующих случаях:

- при внедрении методики;
- при появлении факторов, которые могут повлиять на стабильность результатов измерений (смена реактивов, использование средств измерений после ремонта и т.д.);
- при получении двух из трёх последовательных результатов измерений рабочих проб в виде медианы.

Оперативный контроль процедуры измерений проводит непосредственно исполнитель измерений на основе оценки отдельно взятой контрольной процедуры ( $K_k$ ) и сравнения результата процедуры с нормативом контроля ( $K$ ).

Оперативный контроль процедуры измерений проводят по следующей схеме:

- проведение контрольного измерения и получение результата контрольной процедуры;
- расчёт результата контрольной процедуры ( $K_k$ );
- расчет норматива контроля ( $K$ ).

Реализация решающего правила контроля – сопоставление результата контрольной процедуры с нормативом контроля и выводы по результатам контроля.

Оперативный контроль процедуры измерений может быть проведён с применением метода добавок (по 15.2).

Применение метода добавок используют при наличии условий для создания проб с введенными добавками, адекватных анализируемым пробам и при отсутствии образцов для контроля.

При организации контроля исполнитель анализа в соответствии с выбранным алгоритмом проведения контрольной процедуры анализа выбирает (при необходимости готовит) средства контроля.

Результаты контрольных измерений, полученные при оперативном контроле процедуры анализа, проводимом с каждой серией рабочих проб, могут быть использованы при реализации любой из форм контроля стабильности результатов анализа.

## 15.2 Оперативный контроль процедуры измерений с применением метода добавок

Средствами контроля являются:

- пробы, исследуемые по методике (рабочие пробы);
- пробы продукции, исследуемые по методике с известной добавкой индивидуальных веществ хинолонов (рабочие пробы с добавкой).

Рабочие пробы для проведения оперативного контроля выбирают таким образом, чтобы массовая концентрация хинолонов в пробе с добавкой не превышала верхней границы диапазона измерений. Анализируемую пробу делят на 2 равные части. Одну часть оставляют без изменения, во вторую делают добавку хинолонов  $C_0$ , в зависимости от показателя внутрилабораторной прецизионности.

В соответствии с данной методикой в условиях повторяемости получают результаты контрольных измерений массовой концентрации хинолонов в рабочей пробе –  $X_n$  и в рабочей пробе с внесённой известной добавкой индивидуальных веществ хинолонов –  $X_{n+\partial}$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = X_{n+\partial} - X_n - C_0, \text{ мкг/кг} \quad (8)$$

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{\text{Л } X_{n+\partial}}^2 + \Delta_{\text{Л } X_n}^2}, \text{ мкг/кг} \quad (9)$$

где  $\pm \Delta_{\text{Л } X_{n+\partial}}$  – характеристика погрешности результатов контрольного измерения, соответствующая массовой концентрации индивидуального вещества хинолонов в пробе с добавкой, рассчитанная по формуле:

$$\Delta_{LX_{n+\delta}} = 0,01\delta_{Ll} X_{n+\delta}, \text{ мкг/кг} \quad (10)$$

$\pm \Delta_{LX_{n+\delta}}$  – характеристика погрешности результатов контрольного измерения, соответствующая массовой концентрации индивидуального вещества хинолонов в пробе, рассчитанная по формуле:

$$\Delta_{LX_n} = 0,01\delta_{Ll} X_n, \text{ мкг/кг}, \quad (11)$$

$\pm \delta_{Ll}$  – относительное значение характеристики погрешности результатов измерений.

Реализация решающего правила контроля.

$$|K_k| \leq K \quad (12)$$

При невыполнении этого условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (12) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительному результату, и принимают меры к их устранению.

Примечание – Если в рабочей пробе установлено отсутствие хинолонов на уровне нижней границы диапазона измерений, установленного методикой измерений, то эта рабочая проба с введённой добавкой индивидуального вещества хинолонов  $C_\delta$  может служить образцом для контроля с аттестованным значением  $C_\delta$ . В этом случае результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

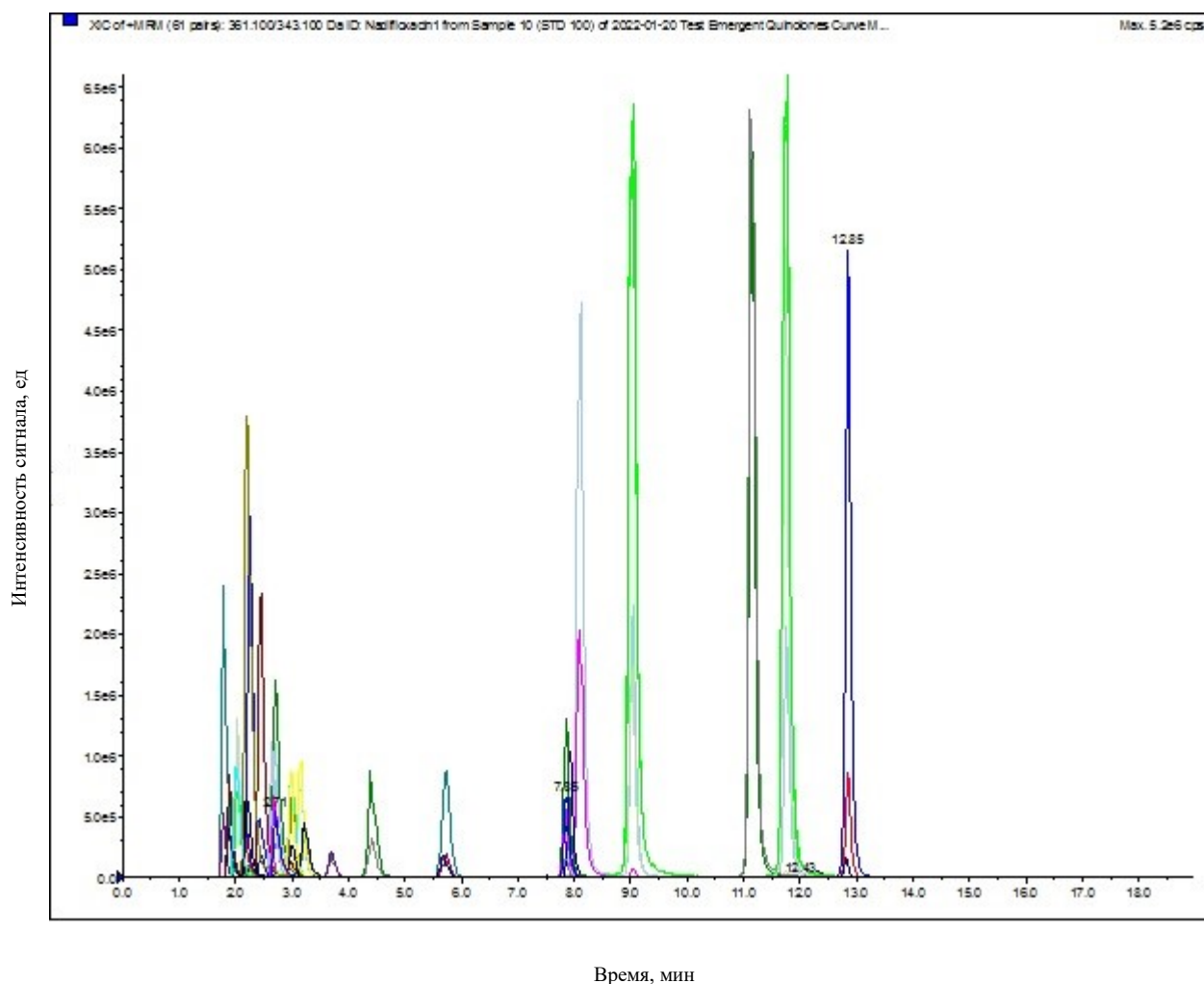
$$K_k = X - C_\delta, \text{ мкг/кг}, \quad (13)$$

где  $X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации индивидуальных веществ хинолонов в образце для контроля;

$C_\delta$  – массовая концентрация введенной добавки, мкг/кг.

**Приложение А**  
**(информационное)**

**Хроматограмма смеси хинолонов с концентрацией 100 нг/см<sup>3</sup>**



**Приложение Б**  
**(информационное)**

**Библиография**

- [1] Р 50.2.003-2000 ГСИ «Внутренний оперативный контроль качества. Пакет программ Qcontrol».
- [2] РМГ 76-2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

МУ А-1/130

(обозначение документа,  
регламентирующего методику измерений)**Ключевые слова:**

Хинолоны, продукция животного происхождения, мясо, мясная продукция,  
мясо птицы, продуктов из мяса птицы, молоко, молочная продукция,  
субпродукты, яйца, рыба, кишечное сырье, жировая ткань

**Руководитель разработки:**

Заместитель директора  
ФГБУ «ВГНКИ»  
(должность)



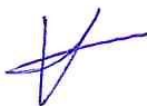
(личная подпись)

А.В. Третьяков  
(инициалы, фамилия)

**Исполнители:**

(в части разработки: мясо и  
мясная продукция, мясо птицы и  
продукты из мяса птицы, молоко  
и молочная иные продукты от всех  
видов убойных животных и птиц,  
молоко и молочная продукция,  
рыбная продукция, мёд и продукты  
на его основе, субпродукты всех  
видов убойных животных и птиц,  
яйца птицы и продукты их  
переработки, кишечное сырье)

Старший научный  
сотрудник отдела  
безопасности пищевой  
и кормовой продукции  
(должность)



(личная подпись)

И.В. Батов  
(инициалы, фамилия)

(в части разработки: масло,  
шпик, жировая ткань)

Директор института  
молекулярной  
тераностики  
(должность)



(личная подпись)

А.Е. Носырев  
(инициалы, фамилия)

