

Изменение № 2 ГОСТ Р 51600—2000 Молоко. Методы определения наличия антибиотиков

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23.01.2008 № 1-ст

Дата введения 2008-07-01

Раздел 1. Заменить слова: «иммуноферментный» на «рецепторные».

Раздел 2 дополнить ссылкой:

«ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная.

Пипетки с одной отметкой».

Подпункт 4.2.1 после слова «Термостат» дополнить словами: «или блок термостатируемых ячеек».

Пункт 4.2 дополнить подпунктами — 4.2.10, 4.2.11:

«4.2.10 Тестовый набор «Copan Test®» — комплект, включающий герметично укупоренные пробирки, собранные в блоки, и содержащие споры *Bac. stearothermophilus* var. *calidolactis*, помещенные в агар с питательными веществами и индикатором бромкрезолпурпуром; пипетки мерные вместимостью 0,1 см³ одноразового использования и цветовую шкалу [3].

4.2.11 Пипетки вместимостью 0,1 см³ для отбора образцов молока для исследования по ГОСТ 29169».

Подпункты 4.4.2, 4.4.4 изложить в новой редакции:

«4.4.2 Осторожно, не повреждая упаковки, отрезают от блока необходимое число ампул или пробирок (с учетом контрольной пробы) и маркируют. Оставшиеся ампулы или пробирки хранят в холодильнике при температуре $(6 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

4.4.4 Подготовка к анализу ампул или пробирок — по 4.2.9 или 4.2.10.

Осторожно, не повреждая упаковки, отрезают от блока необходимое число ампул или пробирок (с учетом контрольной пробы) и маркируют. Оставшиеся ампулы или пробирки хранят в холодильнике при температуре $(6 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

(Продолжение см. с. 28)

Пункт 4.5 изложить в новой редакции:

«4.5 Проведение анализа»

4.5.1 Проведение анализа с использованием ампул «Delvotest® SP», «Delvotest® SP-NT» или «Delvotest® SP MINI-NT»

4.5.1.1 Соединительной частью шприца прокалывают укупорку ампул по 4.2.3 или 4.2.9.

4.5.1.2 В каждую открытую ампулу по 4.2.3 пинцетом помещают по одной таблетке питательной среды «Delvotest® SP», взятой из колпачка бутылочки по 4.4.3. Затем бутылочку плотно закрывают колпачком и хранят при температуре $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

4.5.1.3 Шприцем-дозатором отбирают $0,1 \text{ см}^3$ анализируемого молока и вносят в каждую ампулу по 4.5.1.2 или 4.2.9. Для каждой пробы анализируемого молока используют новый наконечник. Оставшееся молоко сохраняют до конца анализа в холодильнике при температуре $(6 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

4.5.1.4 Ампулы помещают в термостат и выдерживают при температуре $(64,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ в течение 3 ч.

4.5.2 Проведение анализа с использованием тестового набора «Coran Test®»

4.5.2.1 Одноразовой мерной пипеткой отбирают $0,1 \text{ см}^3$ анализируемого молока и вносят в пробирку с приоткрытой фольгой по 4.2.10. Оставшееся молоко сохраняют до конца анализа в холодильнике при температуре $(6 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

4.5.2.2 Пробирки с анализируемым молоком закрывают фольгой и помещают в блок термостатируемых ячеек и выдерживают при температуре $(64,5 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ в течение 3 ч.

4.5.2.3 Контрольное определение проводят в соответствии с 4.5.1, 4.5.2. В ампулу или пробирку вносят $0,1 \text{ см}^3$ предварительно восстановленного по ГОСТ 23454 препарата СКИВ».

Подпункт 4.6.1 изложить в новой редакции:

«4.6.1 Ампулы или пробирки извлекают из термостата или блока термостатируемых ячеек и определяют цвет содержимого».

Подпункты 4.6.2, 4.6.3 после слова «ампул» дополнить словами: «или пробирок».

Подпункт 4.7.1 и таблицу 2 изложить в новой редакции:

«4.7.1 Наименьшие пределы определения антибиотиков представлены в таблице 2.

(Продолжение см. с. 29)

Т а б л и ц а 2

Наименование антибиотика	Наименьший предел определения, Ед/г (мкг/г), с использованием	
	Copan Test® (CH-ATK)	Delvotest® SP-NT, Delvotest® SP MINI-NT
ДН-Стрептомицин	<1,0	—
Амоксициллин	0,002	0,003
Ампициллин	<0,002	0,003
Бензилпенициллин	—	0,0025
Гентамицин	0,1	0,400
Дапсон	0,002	—
Дигидрострептомицин	—	2,500
Диклоксациллин	0,01	0,010
Доксициклин	0,15	—
Клоксациллин	0,01	0,020
Левомецетин (хлорам- феникол)	—	7,500
Линкомицин	—	0,300
Нафциллин	0,005	0,010
Неомицин	0,5	0,400
Оксациллин	0,005	0,010
Окситетрациклин	0,25	0,400
Пенициллин	0,001	—
Спектиномицин	>0,3	—
Спирамицин	>0,2	—
Стрептомицин	<1,0	—
Сульфадиазин	0,05	—
Сульфалиметоксин	0,05	—
Сульфадоксин	0,1	—
Сульфаметазин	0,1	—
Сульфаметоксазол	<0,05	—
Сульфанометозин	<0,05	—

(Продолжение см. с. 30)

Окончание табл. 2

Наименование антибиотика	Наименьший предел определения, Ед/г (мкг/г), с использованием	
	Copan Test® (CH-ATK)	Delvotest® SP-NT, Delvotest® SP MINI-NT
Сульфатиозол	0,05	—
Тетрациклин	0,25	0,300
Тиамфеникол	>0,1	—
Тилозин	0,05	0,100
Тилмикозин	0,75	—
Триметроприм	0,1	—
Хлорамфеникол	>5,0	—
Хлортетрациклин	0,25	0,300
Цефазолин	0,05	—
Цефалексин	>0,045	0,060
Цефалониум	0,025	0,015
Цефоперазон	0,025	0,060
Цефепим	0,0025	0,005
Цефтриаксон	—	0,020
Цефтриаксон	0,03	—
Цефтиофур	0,05	—
Цефуроксим	0,06	—
Эритромицин	>0,2	0,250

Стандарт после таблицы 2 дополнить наименованием раздела 5: «5 Рецепторные методы».

Раздел 5. Заменить номера пунктов и подпунктов: 5 на 5.1; 5.1 на 5.1.1; 5.2 на 5.1.2; 5.2.1 на 5.1.2.1; 5.2.2 на 5.1.2.2; 5.2.3 на 5.1.2.3; 5.2.4 на 5.1.2.4; 5.3 на 5.1.3; 5.3.1 на 5.1.3.1; 5.4 на 5.1.4; 5.4.1 на 5.1.4.1; 5.4.2 на 5.1.4.2; 5.5 на 5.1.5; 5.5.1 на 5.1.5.1; 5.5.2 на 5.1.5.2; 5.5.3 на 5.1.5.3; 5.5.4 на 5.1.5.4; 5.5.5 на 5.1.5.5; 5.5.6 на 5.1.5.6; 5.6 на 5.1.6; 5.6.1 на 5.1.6.1; 5.6.2 на 5.1.6.2; 5.6.3 на 5.1.6.3.

Пункт 5.1 Заменить слово: «Метод» на «Рецепторный метод».

Подпункт 5.1.1. Заменить слова: «иммобилизованными специфическими антителами» на «специфическими белковыми рецепторами».

(Продолжение см. с. 31)

Подпункт 5.1.4.2. Заменить слова: «в пробирке по 5.2.4» на «в пробирке по 5.1.2.4».

Подпункт 5.1.5.1. Заменить слова: «пипетку по 5.2.4» на «пипетку по 5.1.2.4».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.2:

«5.2 Рецепторный метод с коллоидным золотом»

5.2.1 Сущность метода

5.2.1.1 Метод основан на проведении реакции комплексообразования антибиотиков бета-лактамного типа со специфическими белковыми рецепторами, мечеными коллоидным золотом, и последующем визуальном выявлении оставшихся свободными меченых рецепторов путем хроматографии на полосках хроматографической бумаги, содержащих в виде соответствующих линий реакционную и контрольную зоны.

5.2.2 Аппаратура, материалы и реактивы

5.2.2.1 Термостат или блок термостатируемых ячеек, позволяющий поддерживать температуру $(47,5 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$.

5.2.2.2 Холодильник бытовой по ГОСТ 16317.

5.2.2.3 Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

5.2.2.4 Тест-набор «Beta Star®» [4], включающий флаконы со специфическими рецепторами, мечеными коллоидным золотом; полоски хроматографической бумаги с зоной исследуемого молока и контрольной зоной; шприц-дозатор вместимостью $0,2 \text{ см}^3$ с наконечниками.

5.2.3 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 9225. Пробы хранят в холодильнике в течение 24 ч при температуре $(6 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

5.2.4 Подготовка к анализу

5.2.4.1 Термостат или блок термостатируемых ячеек нагревают до температуры $(47,5 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре не менее 5 мин.

5.2.4.2 Флакон встряхивают для осаждения содержимого в нем на дно.

5.2.5 Проведение анализа

5.2.5.1 Шприцем-дозатором с наконечником отбирают $0,2 \text{ см}^3$ анализируемого молока и переливают во флакон по 5.2.4.2. Флакон закрывают крышкой и встряхивают до полного растворения сухих веществ без образования пены.

5.2.5.2 Помещают флакон в термостат или блок термостатируемых ячеек по 5.2.2.1.

5.2.5.3 Не менее чем через 3 мин термостатирования во флакон, находящийся в термостате или в блоке термостатируемых ячеек, помещают входящую в комплект полоску хроматографической бумаги.

5.2.5.4 Хроматографирование проводят в течение 2 мин. Затем полоску хроматографической бумаги извлекают из флакона.

(Продолжение см. с. 32)

5.2.6 Обработка результатов

5.2.6.1 Сравнивают интенсивность цвета окрашенных в красный цвет зон, появляющихся после проведения процедуры по 5.2.5.4 в виде линий на полосках хроматографической бумаги.

5.2.6.2 Зона на верхней части полоски является контрольной. Если ее окрашивания не произошло после выполнения требований по 5.2.5.3, 5.2.5.4, то повторяют все процедуры в соответствии с 5.2.

5.2.6.3 Зона исследуемого молока расположена под контрольной зоной. Большая или равная интенсивность цвета контрольной зоны, а также отсутствие окраски зоны образца является признаком наличия антибиотиков бета-лактачного типа в молоке.

5.2.6.4 Меньшая интенсивность цвета контрольной зоны, по сравнению с интенсивностью цвета зоны под ней, является признаком отсутствия антибиотиков.

5.2.6.5 Контрольное определение проводят в соответствии с 5.1 и 5.2. В ампулу или пробирку вносят 0,1 см³ предварительно восстановленного по ГОСТ 23454 препарата СКИВ®.

Пункт 5.7. Заменить номер пункта: 5.7 на 5.3.

Пункт 5.3 изложить в новой редакции:

«5.3 Метрологические характеристики»

Наименьшие пределы определения антибиотиков бета-лактачного типа представлены в таблице 3.

Т а б л и ц а 3

Наименование антибиотика	Наименьший предел определения, Ед/г (мкг/г), с использованием	
	Бета-лактам «Snap®»	Beta Star®
Амоксициллин	0,007	0,002
Ампициллин	0,005	0,002
Диклоксациллин	0,02	0,005
Клоксациллин	0,03	0,005
Нафциллин	0,07	0,008
Оксациллин	0,04	0,005
Пенициллин	0,003*	—
Пенициллин G	—	0,002
Цефазолин	0,02	—
Цефалексин	0,025	—

(Продолжение см. с. 33)

Окончание табл. 3

Наименование антибиотика	Наименьший предел определения, Ед/г (мкг/г), с использованием	
	Бета-лактам «Snar®»	Beta Star®
Цефалониум	0,04	0,007
Цефалеперазон	0,01	0,005
Цефалпирин	0,011	0,008
Цефалетрил	0,05	—
Цефкуинном	0,02	—
Цефтиофур	0,006	0,075
* 0,003 мкг активного вещества равно 0,005 Ед активности.		

Приложение А. Библиографию дополнить позициями — [3], [4]:

«[3] Тестовый набор «Sнар Test®» Дания, CHR HANSEN. Российское представительство: Россия, 105318 Москва, ул. Щербаковская, 53, корп. 17, 3 этаж, ООО «Хр. Хансен».

[4] Тест-набор «Beta Star®» Дания, CHR HANSEN. Российское представительство: Россия, 105318 Москва, ул. Щербаковская, 53, корп. 17, 3 этаж, ООО «Хр. Хансен».

Библиографические данные. Ключевые слова после слов «антибиотики бета-лактамного типа» дополнить словами: «сульфаниламидные препараты».

(ИУС № 4 2008 г.)