ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72580— 2026

МЕД

Методика определения содержания С-4 сахаров в меде методом масс-спектрометрии изотопных отношений углерода

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением Федеральный центр охраны здоровья животных (ФГБУ «ВНИИЗЖ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 432 «Пчеловодство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 марта 2026 г. № 207-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕД

Методика определения содержания С-4 сахаров в меде методом масс-спектрометрии изотопных отношений углерода

Bee products.
Method for determining the content of C-4 sugars by the carbon isotope ratios by mass spectrometry

Дата введения — 2026—12—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику определения фальсификации меда сахарами С-4 растений (кукурузы или сахарного тростника) и их оценочного содержания методом масс-спектрометрии изотопных отношений углерода.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

ГОСТ 12.2.085 Арматура трубопроводная. Клапаны предохранительные. Выбор и расчет пропускной способности

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 8050 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия

ГОСТ 18289 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 19792 Мед натуральный. Технические условия

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

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному 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 заменен ссылочный стандарт,

Издание официальное

на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **Венский стандарт Белемнита (Vienna Pee Dee Belemnite, VPDB):** Эталон, используемый для приведения результатов определения изотопных отношений углерода к единой шкале.

3.2 **индекс содержания:** Индекс содержания сахаров С-4 растений является безразмерной расчетной величиной, выраженной в процентах.

Примечание — В зависимости от полученной пары значений $\delta^{13}C$ в цельном меде и его белковой фракции индекс может принимать значения в диапазоне от 0,0 до 100 %.

3.3 **изотопное отношение углерода (соотношение изотопов углерода):** Изотопный состав углерода, выраженный отношением 13C/12C (соотношение изотопов углерода с массами 13 и 12 в анализируемом образце (фракции)) или $\delta^{13}C$.

Примечание — Изотопный состав углерода вычисляют по формуле

$$\delta^{13}C, ‰ = 1000 \cdot \left(\frac{R_{образец}}{R_{стандарт}} - 1 \right), \quad (1)$$

где R = 13C/12C.

3.4 **белковая фракция меда:** Вся деструктированная (осажденная и выделенная в процессе проведения пробоподготовки с применением вольфрамата натрия) белковая фракция, в основном состоящая из белковых ферментов, входящих в состав исходного меда.

4 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ГОСТ 19792.

5 Сущность метода

Метод основан на определении соотношений стабильных изотопов углерода в составе цельного меда и белковой фракции, выделенной из меда. Разница между данными показателями, выраженная в процентах, является индексом содержания сахаров С-4 растений в меде.

Анализы меда и белковой фракции должны производиться с помощью одного и того же оборудования.

6 Условия выполнения измерений и требования безопасности

6.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (22 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха ..... не более 80 %.

6.2 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го классов опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными и едкими веществами по ГОСТ 12.1.005.

6.3 Помещения, в которых проводят подготовку образцов, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

6.4 При проведении испытаний соблюдают правила безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением, в соответствии с ГОСТ 12.2.085.

6.5 При выполнении измерений также следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.2.007.0, пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018 и инструкции по эксплуатации прибора.

6.6 К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих высшее специальное образование, владеющих техникой изотопной масс-спектрометрии и освоивших настоящую методику измерений.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Масс-спектрометр для определения содержания стабильных изотопов легких элементов (H/D, 13C/12C, 15N/14N, 18O/16O, 34S/32S) в конфигурации с элементным анализатором, диапазон сканирования масс 1—70 а.е.м.

Весы с действительной ценой деления шкалы не более 0,1 мг.

Микровесы с действительной ценой деления шкалы не более 1 мкг.

Дозаторы одноканальные переменного объема 100—1000, 500—5000 мм^3 по ГОСТ 28311.

Колбы мерные 2-50-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-50-2 по ГОСТ 1770.

Центрифуга лабораторная с возможностью работать при относительном ускорении 1500g[1)].

Водяная баня, с температурным диапазоном 30 °С—80 °С.

Сито с полиамидным волокном, с размером ячейки сетки не более 0,150 мм.

Аппарат сублимационной сушки.

Пинцеты остроконечные изогнутые, без зубца.

Пробирки одноразовые градуированные объемом 50 мл из полипропилена, с коническим дном и закручивающейся крышкой.

Капсулы оловянные[2)].

Реактор окислительный, набивной[3)].

Палочки стеклянные.

Вольфрамат натрия 2-водный по ГОСТ 18289, ч.д.а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Вода лабораторная, деионизованная.

Гелий газообразный под давлением, марка 4,6.

Кислород газообразный под давлением, осч.

Двуокись углерода жидкая высокого давления по ГОСТ 8050.

Стандартный образец со значением δ^{13}C от –10,00 ‰ до –20,00 ‰[4)].

Стандартный образец со значением δ^{13}C от –20,00 ‰ до –30,00 ‰[5)].

Стандартный образец со значением δ^{13}C от –30,00 ‰ до –40,00 ‰[6)].

Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также вспомогательного оборудования, реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Приготовление раствора вольфрамата натрия

Вольфрамат натрия массой (5,00 ± 0,01) г растворяют в деионизированной воде в мерной колбе объемом 50 см^3. Объем раствора в колбе доводят деионизированной водой до метки и перемешивают. Раствор допускается хранить при комнатных условиях в пробирках из полипропилена в течение одной недели.

---

1) В случае отсутствия возможности установки режима центрифугирования в единицах относительного центробежного ускорения ротора g следует произвести расчет скорости вращения, об/мин, для конкретной центрифуги при указанном значении относительного центробежного ускорения g.

2) Например: Thermo Fisher Scientific 8 × 5 мм кат. номер: 24006400.

3) Например: Thermo Fisher Scientific кат. номер: 46802009.

4) Например: USGS 62 с установленным (приписанным) значением δ^{13}C = (–14,79 ± 0,04) ‰.

5) Например: IAEA 600 с установленным (приписанным) значением δ^{13}C = (–27,771 ± 0,043) ‰.

6) Например: USGS 61 с установленным (приписанным) значением δ^{13}C = (–35,05 ± 0,04) ‰.

8.2 Приготовление раствора серной кислоты

В мерную колбу на 250 см^3 приливают 40—50 см^3 деионизированной воды и аккуратно приливают (8,23 ± 0,01) см^3 концентрированной серной кислоты. Полученный раствор перемешивают, доводят до метки деионизованной водой. Раствор серной кислоты хранят в закрытом стеклянном сосуде, срок годности 3 мес.

8.3 Подготовка исследуемого образца

Закристаллизованный мед размягчают на водяной бане при температуре 30 °С—40 °С. Образец охлаждают до комнатной температуры и процеживают через сито. Крупные механические частицы удаляют вручную. Сотовый мед отделяют от сот при помощи сита без нагревания.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Выделение белковой фракции

Навеску меда, в том числе подготовленного по 8.3, массой (11 ± 1) г взвешивают на аналитических весах в пробирке объемом 50 см^3, добавляют 10 см^3 деионизированной воды, плотно завинчивают крышку и растворяют содержимое встряхиванием. В полученный раствор меда добавляют предварительно подготовленную смесь: 2 см^3 раствора вольфрамата натрия (см. 8.1) и 2 см^3 раствора серной кислоты (см. 8.2) — и ставят на водяную баню при температуре (75 ± 5) °С. Содержимое медленно перемешивают стеклянной палочкой до образования видимого осадка с прозрачной надосадочной жидкостью.

Если осадок не образуется или если надосадочная жидкость остается непрозрачной, добавляют 2 см^3 раствора серной кислоты (см. 8.2) с повторным нагреванием между добавлениями. Данную процедуру повторяют до образования видимого осадка с прозрачной надосадочной жидкостью.

После формирования осадка содержимое пробирки доводят деионизированной водой до объема 50 см^3, перемешивают и центрифугируют в течение 5 мин при относительном ускорении 1500g. Надосадочную жидкость сливают, а этапы промывки (добавления воды), перемешивания и центрифугирования повторяют пять раз, используя примерно 50 см^3 порции воды, каждый раз тщательно растворяя осадок.

На последнем этапе промывки надосадочную жидкость сливают, пробирку с выделенной белковой фракцией подвергают сублимационной сушке.

9.2 Подготовка масс-спектрометра

Масс-спектрометр вводится в режим измерения изотопов углерода C12/C13 в соответствии с рабочей инструкцией на оборудование.

9.3 Подготовка элементного анализатора

Элементный анализатор подготавливают в соответствии с рабочей инструкцией на оборудование, рекомендуемые рабочие параметры представлены в таблице 1.

Таблица 1 — Рекомендуемые рабочие параметры элементного анализатора

Параметр	Значение
Температура окислительного реактора, °С	1020
Основной поток гелия, мл/мин	90
Напуск кислорода, с	5

9.4 Взвешивание и упаковка образцов

Навески образцов меда, выделенной белковой фракции, подготовленной по 9.1, и стандартных образцов взвешивают на микровесах в количествах, указанных в таблице 2.

Таблица 2 — Значения навесок

Образец	Масса навески, мкг
Образец меда	400—460
Белковая фракция (см. 9.1)	300—350
Стандартный образец со значением $\delta^{13}C$ от –10,00 ‰ до –20,00 ‰	300—350
Стандартный образец со значением $\delta^{13}C$ от –20,00 ‰ до –30,00 ‰	300—350
Стандартный образец со значением $\delta^{13}C$ от –30,00 ‰ до –40,00 ‰	300—350

Взвешивание образцов проводят непосредственно в оловянных капсулах размером 8 × 5 мм, запаковывают с помощью пинцета. Упакованные капсулы с образцами переносят в автоматический пробоотборник элементного анализатора.

9.5 Проведение измерений

Стандартные образцы измеряют в начале и в конце каждой серии исследуемых образцов. Каждый исследуемый образец и белковую фракцию измеряют три раза (три отдельные навески) в условиях повторяемости.

10 Обработка результатов измерений

Определение изотопных отношений углерода $\delta^{13}C_m$ проводят с помощью программного обеспечения прибора. Процедура обработки данных включает следующе этапы, приведенные в 10.1—10.2.

10.1 Построение калибровочного графика и расчет коэффициентов линейного уравнения

Построение калибровочного графика и расчет коэффициентов линейного уравнения проводят на данных, полученных для стандартных образцов со значением, установленным на основе VPDB. На оси абсцисс откладывают измеренные значения $\delta^{13}C$, на оси ординат — приписанные. Строят линейную аппроксимацию вида $y = kx + b$, рассчитывают коэффициенты линейной модели.

10.2 Расчет значений $\delta^{13}C$ по уравнению аппроксимации калибровочного графика

Расчет выполняют путем подстановки измеренного в образце $\delta^{13}C_m$, ‰, в уравнение:

$$\delta^{13}C = k \cdot \delta^{13}C_m + b \quad (2)$$

где k, b — коэффициенты линейной аппроксимации из калибровочного графика.

Пересчет значений проводят отдельно для образца меда $\delta^{13}C_H$, ‰, и для белковой фракции $\delta^{13}C_p$, ‰, округление проводят до второго десятичного знака.

За результат измерений принимается среднеарифметическое значение результатов трех измерений, выполненных в условиях повторяемости.

Проверку приемлемости результатов определения изотопных отношений, полученных в условиях повторяемости, проводят в соответствии с формулой

$$|X_{max} - X_{min}| \le r, \quad (3)$$

где X_{max}, X_{min} — максимальное и минимальное значения результатов трех последовательных определений $\delta^{13}C_H$, $\delta^{13}C_p$, полученных в условиях повторяемости, ‰;

r — предел повторяемости (см. таблицу 3).

Таблица 3 — Метрологические характеристики методики

Материал	Диапазон измерения $\delta^{13}C$, ‰	Предел повторяемости $r_{абс}$, ‰	Предел воспроизводимости $R_{абс}$, ‰	Расширенная неопределенность (коэффициент охвата к = 2) $U_{абс}$, ‰
Цельный мед	От –40,00 до –10,00	0,28	0,16	0,26
Белковая фракция (меда)	От –40,00 до –10,00	1,15	0,78	0,84

11 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Процедуры и периодичность контроля качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории регламентируют в руководстве по качеству лаборатории с учетом требований ГОСТ ISO/IEC 17025 и ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12 Оформление результатов измерений

Индекс содержания сахаров С-4 растений C_4 сахара, %, определяют по формуле:

$$C_4\text{сахара}, = \frac{\delta^{13}C_p - \delta^{13}C_H}{\delta^{13}C_p - (-9{,}7)} \cdot 100, \quad (4)$$

где $\delta^{13}C_H$, $\delta^{13}C_p$, соответствуют средним значениям $\delta^{13}C$ в цельном меде и белковой фракции, полученным по формуле (2);

–9,7 — среднее значение δ^{13} для кукурузного сиропа.

Результат округляют до первого десятичного знака.

При получении отрицательного значения индекса конечному результату приписывают значение равное 0 %.

При индексе содержания сахаров С-4 растений менее 7 % результат испытаний представляют в виде: «фальсификация сахарами С-4 растений не выявлена (индекс содержания С-4 растений равен … %)».

При индексе содержания сахаров С-4 растений равном или более 7 % результат испытаний представляют в виде: «фальсификация сахарами С-4 растений выявлена (индекс содержания С-4 растений равен … %)».

УДК 638.16:006.354 ОКС 65.140

Ключевые слова: мед, соотношение стабильных изотопов углерода, индекс содержания сахаров С-4 растений

Редактор *Е.Ю. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 13.03.2026. Подписано в печать 30.03.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru