

---

---

**Фрукты, овощи и продукты их  
переработки. Определение содержания  
сорбиновой кислоты**

*Fruits, vegetables and derived products — Determination of sorbic acid  
content*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5519:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de21981c-c289-44cb-befa-cc5aeb98fcf1/iso-5519-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 5519:2008(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5519:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de21981c-c289-44cb-befa-cc5aeb98fcf1/iso-5519-2008>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO или IDF, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Отпечатано в Швейцарии

## Содержание

Страница

1	Область применения .....	1
2	Принцип .....	1
3	Реактивы .....	1
4	Оборудование .....	2
5	Проба .....	3
6	Методика .....	3
7	Расчет и представление результатов .....	7
8	Повторяемость .....	7
9	Протокол испытания.....	8
	Приложение А (нормативное) Аппарат для перегонки с водяным паром.....	9

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 5519:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de21981c-c289-44cb-befa-cc5aeb98fcf1/iso-5519-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de21981c-c289-44cb-befa-cc5aeb98fcf1/iso-5519-2008>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов – разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 5519 был разработан Техническим комитетом ISO/TC 34 “*Пищевые продукты*”, Подкомитетом SC 3 “*Фруктовоовощные продукты*”.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 5519:1978), которое было технически пересмотрено.

[ISO 5519:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de21981c-c289-44cb-befa-cc5aeb98fcf1/iso-5519-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de21981c-c289-44cb-befa-cc5aeb98fcf1/iso-5519-2008>

## Введение

Определение содержания сорбиновой кислоты в овощах, фруктах и продуктах их переработки исследовалось многочисленных проектах, связанных с использованием кислоты в качестве фунгицида, в частности, в винах. Из-за большой летучести (весьма схожа с уксусной кислотой) наиболее простым способом экстракции является увлечение кислоты паром. Преимущество этого метода заключается в производстве почти чистого водного раствора сорбиновой кислоты.

В настоящем международном стандарте описаны два метода определения количества сорбиновой кислоты в этом растворе, а именно:

- Метод А: спектрофотометрия в ультрафиолетовом диапазоне, проводимая после окисления диоксида серы, которая может стать помехой. Окисление происходит спонтанно в течение нескольких минут на воздухе после добавления медного катализатора.
- Натуральные эфирные масла цитрусовых плодов не являются помехой определению при условии, что они присутствуют в малых количествах в соке, не обогащенном эфирными маслами. Если количество эфирных масел значительно, их можно заранее удалить тем же способом, который описан в методе В.
- Метод В: колориметрия на основе реакции Шмидта, для которой требуется исключение этанола и эфирных масел путем выпаривания аликвотной доли дистиллята. Этот метод не такой быстрый, как метод А, но выдавая сопоставимые результаты, может применяться, когда нет спектрофотометра, позволяющего проводить измерения в ультрафиолетовом диапазоне.

Интерференцию, вызываемую эфирными маслами чеснока, лука или лука-порей, можно устранить, используя метод выпаривания аликвотной доли дистиллята.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de21981c-c289-44cb-befa-cc5aeb98fcf1/iso-5519-2008>



# Фрукты, овощи и продукты их переработки. Определение содержания сорбиновой кислоты

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод экстрагирования сорбиновой кислоты, которая содержится во фруктах, овощах и продуктах их переработки, и два метода определения экстрагированной сорбиновой кислоты.

## 2 Принцип

Гомогенизация продукта, за которой следует количественное увлечение паром сорбиновой кислоты, присутствующей в плодах. Определение содержания этой кислоты в полученном дистилляте либо с помощью спектрофотометрии в ультрафиолетовом диапазоне (метод А), либо измерением с помощью фотоколориметрии или спектрофотометрии раствора розового цвета, полученного после окисления хромовой кислотой, и затем обработка тиобарбитуровой кислотой (метод В).

## 3 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

**3.1 Винная кислота**  $[\text{COOH}(\text{CH}(\text{OH})_2\text{COOH})]$ , кристаллическая.

**3.2 Сорбиновая кислота**  $[\text{CH}_3(\text{CH}:\text{CH})_2\text{COOH}]$ , 0,010 г/л стандартного раствора, приготовленного одним из следующих методов (3.2.1 или 3.2.2).

**3.2.1** Растворяют 0,100 г сорбиновой кислоты в 10–12 мл раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 Н. Переносят частями в 1000 мл мерную колбу и разводят водой до метки. Вносят 100 мл полученного раствора во вторую 1000 мл мерную колбу и разводят водой до метки.

**3.2.2** Растворяют 0,134 г сорбата калия  $[\text{CH}_3(\text{CH}:\text{CH})_2\text{COOK}]$  (предварительно рекристаллизованного и высушенного до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 105°C или в эксикаторе в присутствии концентрированной серной кислоты) в воде в 1 000 мл мерной колбе и разбавляют водой до метки. Вносят 100 мл полученного раствора во вторую 1 000 мл мерную колбу и разбавляют водой до метки.

**3.3 Гидроксид кальция**  $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$  (если требуется), раствор концентрацией приблизительно 0,04 Н (1,48 г/л).

**3.4 Уксусная кислота**  $[\text{CH}_3\text{COOH}]$ , раствор концентрацией 0,1 Н.

**3.5 Молочная (α-оксипропионовая) кислота**  $[\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}]$ , раствор концентрацией 1 Н.

**3.6 Медь**, раствор катализатора, для метода А.

В 1 000 мл мерной колбе растворяют в небольшом количестве воды 0,5 г бикарбоната натрия  $[\text{NaHCO}_3]$  и 0,001 г пентагидрата сульфата чистой меди (II)  $[\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ . Разбавляют водой до метки.

### 3.7 Раствор хромовой/серной кислоты, (для метода В).

Растворяют 0,050 г бихромата калия [ $K_2Cr_2O_7$ ] в приблизительно 90 мл воды. Переносят частями в 200 мл мерную колбу. Добавляют 100 мл серной кислоты [ $H_2SO_4$ ] концентрацией 0,3 Н. Разбавляют водой до метки.

1 л раствора серной кислоты концентрацией 0,3 Н содержит 14,7 г серной кислоты, т.е. 8,4 мл серной кислоты,  $\rho = 1,84$  г/мл.

### 3.8 Раствор тиобарбитуровой кислоты

Растворяют 0,500 г тиобарбитуровой кислоты [ $C_4H_4N_2O_2S$ ] в 50 мл воды, в которую было добавлено 10 мл раствора гидроксида натрия [NaOH] концентрацией 1 Н. Переносят частями в 100 мл мерную колбу и добавляют 11 мл раствора соляной кислоты [HCl] концентрацией 1 Н. Разбавляют водой до метки.

Этот раствор неустойчив и должен быть использован в течение 5 ч после приготовления.

## 4 Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

### 4.1 Аналитические весы.

### 4.2 Гомогенизатор или ступка, что подходит.

### 4.3 Кипящая водяная баня.

### 4.4 Аппарат для перегонки с водяным паром (см. Рисунок 1), состоит из частей, указанных в 4.4.1 – 4.4.5.

#### 4.4.1 Колба-парогенератор, вместимостью от 1 000 до 1 500 мл.

**4.4.2 Барботер**, состоит из цилиндрической трубки диаметром 30 мм и высотой 270 мм, нижняя часть которой закрыта и переходит в сферу диаметром 60 мм. Конец трубки для подачи пара должен быть на 10 мм выше дна барботера. Сферическая часть, в которую помещают продукт, может нагреваться либо электричеством, либо пламенем. В последнем случае отработавшие газы должны отклоняться металлическим диском диаметром 150 мм и с отверстием в центре диаметром приблизительно 40 мм, в которое входит дно барботера. Это устройство позволяет избежать пирогазации материалов, экстрагируемых из продукта. Дополнительный нагрев должен регулироваться так, чтобы во время дистилляции объем продукта в барботере ни уменьшался, ни увеличивался более чем на 5 мл.

**4.4.3 Ректификационная колонка**, через которую проходит пар, содержащий летучие кислоты. Она может состоять из

- цилиндрической трубки диаметром 20 мм и высотой 500 мм, содержащей рифленую спираль из стальной нержавеющей сетки № 100 с шагом 15 мм, или
- колонны диаметром 20 мм и высотой 600 мм, имеющей внутри стеклянные точки, или
- любого другого устройства, имеющего ту же эффективность ректификации.

Ректификация пара необходима для сохранения гидроксиметилфурфурола, если он присутствует. Это вещество и продукты его гидролиза поглощают ультрафиолетовое излучение на длине волны 256 нм. Ректификационная колонка можно уменьшить до высоты 200 мм или заменить колбой Кьельдаля, если продукт не содержит гидроксиметилфурфурол.

**4.4.4 Конденсатор**, типа West, эффективной длиной 400 мм, размещенный вертикально для обеспечения конденсации пара и полного охлаждения дистиллята.

**4.4.5 Колбы-приемники**, вместимостью 200 мл или 500 мл:

- жидкие продукты: 200 мл колба с отметкой на 200 мл;
- густые или твердые продукты: 500 мл колба.

**4.4.6 Проверка эффективности аппарата для перегонки с водяным паром.**

Перегонный аппарат позволяет собрать 300 мл дистиллята в течение 12–15 мин, и должен соответствовать следующим минимальным условиям:

- a) в обычных условиях перегонки, 99,5 % установленного количества уксусной кислоты, добавляемой к пробе, должно быть обнаружено в дистилляте объемом 200 мл. Для этого испытания используют раствор уксусной кислоты объемом 20 мл и концентрацией 0,1 Н (3.4).
- b) в тех же условиях перегонки, не более 5 частей на тысячу установленного количества молочной кислоты, добавляемой к пробе, должно быть обнаружено в дистилляте объемом 200 мл. Для этого испытания используют раствор молочной кислоты 20 мл и концентрацией 1 Н (3.5).

**4.5 Пипетки**, вместимостью 10 мл, 20 мл и 25 мл.

**4.6 Градуированные пипетки**, соответствующей вместимостью.

**4.7 Выпарная чашка.**

**4.8 Конические колбы**, вместимостью 50 мл, для метода А.

**4.9 Спектрофотометр**, для метода А, позволяющий проводить измерения на длине волны 256 нм (ультрафиолет), с кварцевыми кюветами и оптической длиной пути 10 мм.

**4.10 Мерные колбы**, вместимостью 25 мл, для метода В.

**4.11 Фотоколориметр**, снабженный зеленым фильтром, или **спектрофотометр**, позволяющий проводить измерения на длине волны 532 нм, для метода В

## 5 Проба

Важно, чтобы в лабораторию поступила действительно репрезентативная проба, которая не была повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

## 6 Методика

### 6.1 Приготовление пробы для испытания

**6.1.1 Жидкие продукты** (соки, жидкие продукты с мякотью, сиропы и т.д.).

Тщательно перемешивают лабораторную пробу.

**6.1.2 Густые продукты** (мармелад, джемы и т.д.).

Гомогенизируют лабораторную пробу после тщательного перемешивания.

### 6.1.3 Твердые продукты (фрукты, овощи)

Разрезают часть лабораторной пробы на маленькие кусочки, удаляют семена, плодоножку и пестичную клетку, при необходимости смешивают продукт с жидкостью и тщательно гомогенизируют приблизительно 40 г пробы.

### 6.1.4 Замороженные продукты или продукты глубокой заморозки

После размораживания пробы в закрытом контейнере и удаления, при необходимости, семян, плодоножек и пестичных клеток, смешивают продукт с жидкостью, образовавшейся при размораживании, и продолжают приготовление, как указано в 6.1.1, 6.1.2 или 6.1.3, что более подходит.

## 6.2 Проба для анализа

### 6.2.1 Жидкие продукты

С помощью пипетки (4.5) отбирают 10 мл пробы для испытания (6.1) и вводят ее в барботер (4.4.2).

Пробу для анализа можно также отбирать по массе, взвесив с точностью до 0,01 г, приблизительно 10 г пробы для испытания.

### 6.2.2 Густые или твердые продукты

Взвешивают с точностью до 0,01 г приблизительно 10 г пробы для испытания (6.1) и вводят ее в барботер (4.4.2) с минимальным количеством воды, необходимым для увлечения всей пробы для анализа и образования достаточно жидкой смеси.

**ПРИМЕЧАНИЕ** В некоторых случаях необходимо оставить пробу для анализа в воде для вымачивания в течение 1 – 2 ч.

## 6.3 Перегонка

### 6.3.1 Общие требования

Вводят 0,5 г винной кислоты (3.1) в барботер (4.4.2), содержащий пробу для анализа (6.2). Соединяют барботер с колбой-парогенератором (4.4.1) и с конденсатором (4.4.4) и одновременно нагревают колбу и барботер. Затем проводят перегонку, убедившись, что объем содержимого барботера остается постоянным в пределах 5 мл.

### 6.3.2 В случае жидких продуктов (6.2.1)

Собирают дистиллят в 200 мл колбу-приемник (4.4.5), остановив перегонку, когда будет достигнута метка 200 мл.

### 6.3.3 В случае густых или твердых продуктов (6.2.2)

Собирают в 500 мл колбу (4.4.5) объем дистиллята, по крайней мере, в 20 раз больше, чем объем содержимого барботера. Измеряют полученный объем ( $V$ ) с помощью градуированного цилиндра.

## 6.4 Метод А: определение с помощью спектрофотометрии в ультрафиолетовой области спектра

### 6.4.1 Определение

6.4.1.1 Если начальный продукт содержит эфирные масла чеснока, лука или лука-порей, их присутствие является причиной значительной оптической плотности, особенно в случае с чесноком.