ГОСТ 12280—75

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВИНА, ВИНОМАТЕРИАЛЫ, КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЬДЕГИДОВ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

к ГОСТ 12280—75 Вина, виноматериалы, коньячные и плодовые спирты. Метод определения альдегидов

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Вводная часть. Первый абзац	вина и виноматериалы, коньячные спирты и плодовые спирты	вина и виноматериалы, коньяки, кальвадосы, коньячные спирты и плодовые спирты
Пункт 3.1	виноматериала, коньячного	виноматериала, коньяка, кальвадоса, коньячного
примечание 1	при анализе коньячных	при анализе коньяков, кальвадосов, коньячных
Пункт 4.2	При анализе коньячных	При анализе коньяков, кальвадосов, коньячных
Пункт 5.2. Первый абзац	альдегидов в коньячных	альдегидов в коньяках, кальвадосах, коньячных
экспликация к формуле. Третий, пятый абзацы	коньячного	коньяка, кальвадоса, коньячного
последний абзац	коньячном	коньяке, кальвадосе, коньячном

(ИУС № 5 2007 г.)

УДК 663.24:547.281.06:006.354 Группа Н79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВИНА, ВИНОМАТЕРИАЛЫ, КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ

Метод определения альдегидов

ГОСТ 12280—75

Wines, winematerials, cognac and fruit spirits.
Method for the determination of aldehydes

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на виноградные, плодовые, шампанские, игристые вина и виноматериалы, коньячные спирты и плодовые спирты с объемной долей этилового спирта не менее 40% и устанавливает йодометрический метод определения альдегидов. Стандарт не распространяется на ректификованный плодовый спирт.

Метод основан на связывании альдегидов бисульфитом, окислении избытка бисульфита йодом, разрушении альдегидсернистого соединения щелочью и йодометрическим титровании выделившегося сульфита.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14137*.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытаний применяют:

весы по ГОСТ 24104** с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности и 1 кг, 3-го класса точности;

колбы 2—1000—2 или 1—1000—2; 2—100—2 или 1—100—2 по ГОСТ 1770;

пипетки вместимостью 1, 5, 10, 20, 25 $см^3$;

бюретки вместимостью 25 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$;

колбы К-250 или П-250 по ГОСТ 25336;

холодильники по ГОСТ 25336;

колбы Кн-250 по ГОСТ 25336;

капельницы по ГОСТ 25336;

цилиндры 1—10; 1—25 или 3—25; 1—100 или 3—100 по ГОСТ 1770;

калий сернистокислый пиро (бисульфит мета) по ТУ 6—09—5312 или натрий сернистокислый пиро (бисульфит мета) по ТУ 6—09—4377;

кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор *с* (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198;

натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363 раствор *с* (NaOH или KOH) = 1 моль/$дм^3$;

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51144—98.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 2002

крахмал по ГОСТ 10163, раствор готовят по ГОСТ 4919.1;

йод, растворы *с* $(1/2J_2)$ = 0,1 моль/дм^3 и *с* $(1/2J_2)$ = 0,01 моль/дм^3;

раствор *с* $(1/2J_2)$ = 0,1 моль/дм^3, готовят из стандарт-титра, раствор *с* $(1/2J_2)$ = 0,01 моль/дм^3, готовят ежедневно разбавлением раствора *с* $(1/2J_2)$ = 0,1 моль/дм^3;

натрий серноватистокислый (тиосульфат), раствор *с* $(Na_2S_2O_3)$ = 0,01 моль/дм^3; готовят ежедневно из раствора *с* $(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/дм^3, который готовят из стандарт-титра (фиксанала);

кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор 1:1 по объему;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*;

фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, раствор готовят по ГОСТ 4919.1;

кислоту борную по ГОСТ 9656;

натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199;

этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты динатриевую соль, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652;

бумагу универсальную индикаторную;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

буферный раствор *с* pH9; готовят следующим образом: к навеске тетраборнокислого натрия массой 25,00 г приливают 25 см^3 раствора серной кислоты и объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3;

буферный раствор *с* pH7; готовят следующим образом: навески фосфорнокислого двузамещенного натрия массой 15,00 г, фосфорнокислого однозамещенного калия массой 3,35 г и трилона Б массой 4,50 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и объем доводят до метки;

раствор метабисульфита натрия или калия; готовят следующим образом: к навеске метабисульфита натрия или калия массой 9,50 г приливают 50—100 см^3 дистиллированной воды, 75 см^3 раствора серной кислоты и доводят объем до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3; на 5 см^3 полученного раствора должно расходоваться при титровании не менее 6 см^3 раствора йода *с* $(1/2J_2)$ = 0,1 моль/дм^3;

щелочный раствор бората натрия; готовят следующим образом: навески борной кислоты массой 60,0 г и гидроокиси натрия массой 80,0 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и объем доводят до метки.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. 25 см^3 вина, виноматериала, коньячного или плодового спирта отмеривают в перегонную колбу (круглодонную или плоскодонную), нейтрализуют раствором гидроокиси натрия или калия в присутствии одной-двух капель раствора фенолфталеина и вносят 20 см^3 буферного раствора *с* pH 9. Приемником служит коническая колба, в которую наливают 5 см^3 раствора метабисульфита натрия или калия и 20 см^3 буферного раствора *с* pH 7. Приемную колбу помещают в лед или холодную воду со льдом. К нижнему концу холодильника присоединяют стеклянную трубку с оттянутым концом так, чтобы конец трубки был погружен в раствор, находящийся в приемной колбе, и начинают перегонку при умеренном нагревании. Перегонку прекращают, когда объем раствора в приемной колбе достигнет 50 см^3, затем промывают холодильник 5—7 см^3 дистиллированной воды.

Примечания:

1. При анализе хересов в перегонную колбу отмеривают 5 см^3 испытуемой пробы и 20 см^3 дистиллированной воды, при анализе коньячных или плодовых спиртов массовой концентрацией альдегидов более 25 мг в 100 см^3 безводного спирта — 10 см^3 испытуемой пробы и 15 см^3 дистиллированной воды.
2. При анализе красных вин или виноматериалов нейтрализацию раствором гидроокиси натрия или калия проводят по универсальной индикаторной бумаге.

3.2. Подготовку к анализу бесцветного коньячного или плодового спирта массовой концентрацией альдегидов более 4 мг в 100 см^3 безводного спирта проводят без перегонки. В коническую колбу, помещенную в лед или холодную воду со льдом, наливают 5 см^3 раствора метабисульфита натрия или калия, 20 см^3 буферного раствора *с* pH 7, вносят 25 см^3 бесцветного коньячного или

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

плодового спирта или 10 см^3 коньячного или плодового спирта и 15 см^3 дистиллированной воды, осторожно перемешивают и оставляют на 15 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. При анализе вин или виноматериалов в подготовленный по п. 3.1 испытуемый раствор вносят 5 см^3 раствора соляной кислоты, 1 см^3 раствора крахмала и удаляют избыток бисульфита, добавляя сначала раствор йода c (1/2J$_2$) = 0,1 моль/дм^3, перед окончанием реакции — раствор йода c (1/2J$_2$) = 0,01 моль/дм^3 до появления голубой окраски, а затем вносят не более одной или двух капель раствора тиосульфата натрия до исчезновения голубой окраски. После этого добавляют две-три капли раствора фенолфталеина, приливают щелочной раствор бората натрия до появления слабо-розового окрашивания (избытка щелочного раствора следует избегать) и титруют раствором йода c (1/2J$_2$) = 0,01 моль/дм^3 до появления фиолетово-голубого окрашивания, не исчезающего 15 с.

4.2. При анализе коньячных или плодовых спиртов для удаления избытка бисульфита в подготовленный по пп. 3.1 или 3.2 испытуемый раствор вносят сначала 1 см^3 раствора крахмала, затем 5 см^3 раствора соляной кислоты и сразу же (во избежание гидролиза ацеталей) приливают раствор йода c (1/2J$_2$) = 0,1 моль/дм^3 до появления фиолетовой окраски; избыток йода удаляют, добавляя по каплям раствор тиосульфата натрия до обесцвечивания испытуемого раствора. После этого вносят две-три капли раствора фенолфталеина, приливают щелочной раствор бората натрия до появления слабо-розового окрашивания (избытка щелочного раствора следует избегать), вносят еще 1 см^3 раствора крахмала и титруют раствором йода c (1/2J$_2$) = 0,01 моль/дм^3 до появления фиолетового окрашивания, не исчезающего 15 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовая концентрация альдегидов в винах и виноматериалах (X) в пересчете на уксусный альдегид в мг/1000 см^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}22 \cdot V \cdot 1000}{V_1},$$

где 0,22 — масса уксусного альдегида, соответствующая 1 см^3 раствора йода c (1/2J$_2$) = = 0,01 моль/дм^3, мг;

V — объем раствора йода c (1/2J$_2$) = 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

1000 — коэффициент пересчета на 1000 см^3;

V_1 — объем вина или виноматериала, взятый для определения, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.1.1. Вычисление проводят до первого десятичного знака. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют до целого числа.

5.1.2. Допускаемое относительное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать 2,5%.

5.1.3. Допускаемое относительное расхождение между результатами двух измерений, полученных для одной партии в разных лабораториях, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать 5,0%.

5.1.1. — 5.1.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5.2. Массовая концентрация альдегидов в коньячных или плодовых спиртах (X_1) в пересчете на уксусный альдегид в мг/100 см^3 безводного спирта, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}22 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{V_3 \cdot C},$$

где 0,22 — масса уксусного альдегида, соответствующая 1 см^3 раствора йода c (1/2J$_2$) = = 0,01 моль/дм^3, мг;

V_2 — объем раствора йода c (1/2J$_2$) = 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

100 — коэффициент пересчета на 100 см^3 коньячного или плодового спирта;

100 — коэффициент пересчета на 100 см^3 безводного спирта;

V_3 — объем коньячного или плодового спирта, взятый для определения, см^3;

C — объемная доля этилового спирта в коньячном или плодовом спирте, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2.1. Вычисление проводят до первого десятичного знака. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют до первого десятичного знака.

5.2.2. Допускаемое относительное расхождение результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 2,9%.

5.2.3. Допускаемое относительное расхождение результатов двух измерений, полученных для одной партии в разных лабораториях, при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 6,4%.

5.2.1. — 5.2.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Минпищепромом СССР**
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР 30.12.75 № 4075**
3. **ВЗАМЕН ГОСТ 12280—69**
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4172—76	2.1
ГОСТ 4198—75	2.1
ГОСТ 4199—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 4919.1—77	2.1
ГОСТ 5962—67	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 9656—75	2.1
ГОСТ 10163—76	2.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 14137—74	1.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 24363—80	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ТУ 6—09—4377—78	2.1
ТУ 6—09—5312—86	2.1
ТУ 6—09—5360—87	2.1

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 16.12.91 № 1959**
6. **ИЗДАНИЕ (декабрь 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1984 г., декабре 1991 г. (ИУС 1—85, 3—92)**

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прускакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 17.12.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55.
Тираж 82 экз. С 8812. Зак. 362.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru