ГОСТ 3627—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.1:546.33'131.06:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения хлористого натрия

Milk products.
Methods for determination of sodium chloride

ГОСТ 3627—81

Взамен ГОСТ 3627—57

МКС 67.100.10
ОКСТУ 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 июня 1981 г. № 3194 дата введения установлена

с 01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на сыр и сырные продукты, брынзу, соленые творожные продукты, сливочное масло и масляную пасту и устанавливает методы определения массовой доли хлористого натрия (поваренной соли).

Настоящий стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1735—79, СТ СЭВ 1737—79.

(Поправка)*.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб молочных продуктов и подготовка их к анализу — по ГОСТ 3622—68, ГОСТ 26809—86.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ В СЫРАХ, БРЫНЗЕ И СОЛЕНЫХ ТВОРОЖНЫХ ИЗДЕЛИЯХ МЕТОДОМ С АЗОТНОКИСЛЫМ СЕРЕБРОМ

Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

2.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 2-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления не более 0,001 г по ГОСТ 24104—88**;

колба коническая вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

пипетки исполнения 6, 7 вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29169—91;

цилиндры исполнения 1 вместимостью 10, 25 и 100 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

бюретки с ценой наименьшего деления 0,1 $см^3$ по ГОСТ 29251—91;

плитка электрическая по ГОСТ 14919—83;

шкаф вытяжной;

стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336—82 или стекло часовое;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76;

---

* Действует только на территории Российской Федерации.

** С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание (август 2009 г.) с Изменением № 1, утвержденным в августе 1986 г. (ИУС 11—86), Поправкой (ИУС 8—2009).

© Издательство стандартов, 1981
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

подставки сетчатые;

терка;

ступка фарфоровая;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а. с ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3;

калий роданистый по ГОСТ 4139—75, ч. д. а. с (KCNS) = 0,1 моль/дм^3 или аммоний роданистый, ч. д. а. 0,1 моль/дм^3 по нормативно-технической документации;

квасцы железоаммонийные [$Fe(NH_4)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$] по нормативному документу ч. д. а., насыщенный раствор с добавлением азотной кислоты до появления коричневой окраски;

кислота азотная (HNO_3) по ГОСТ 4461—77, ч. д. а. плотностью от 1,39 до 1,42 г/см^3;

калий марганцовокислый ($KMnO_4$) по ГОСТ 20490—75, ч. д. а. насыщенный раствор (около 75 г/дм^3);

кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76 ч. д. а. или глюкоза по ГОСТ 975—88 (около 100 г/дм^3);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

секундомер.

2.2. Подготовка к анализу

С сычужного сыра срезают поверхностный слой толщиной до 10 мм, в случае бескоркового — до 2 мм. Рассольный сыр при необходимости помещают на сетчатую подставку или фильтровальную бумагу, покрывают крышкой и выдерживают в зависимости от вида сыра 2—4 ч при температуре (20 ± 5) °С.

Пробу протирают через терку, помещают в фарфоровую ступку и тщательно перемешивают.

Плавленый сыр при необходимости протирают через терку, помещают в фарфоровую ступку и тщательно перемешивают.

Пробы соленых творожных изделий растирают в ступке до получения однородной консистенции.

2.3. Проведение анализа

На часовом стекле или в бюксе взвешивают от 1,8 до 2,2 г сыра, брынзы или соленых творожных изделий с погрешностью не более 0,001 г и переносят в коническую колбу.

В колбу пипеткой добавляют 25 см^3 раствора азотнокислого серебра, затем при помощи градуированного цилиндра приливают 25 см^3 азотной кислоты и тщательно перемешивают.

Смесь нагревают в вытяжном шкафу до кипения, добавляют 10 см^3 раствора марганцовокислого калия и поддерживают реагирующую смесь в слабокипящем состоянии.

Если реагирующая смесь изменяет окраску от темно-коричневой до светло-желтой или бесцветной, то добавляют еще раствор марганцовокислого калия в объеме от 5 до 10 см^3. Наличие излишнего количества марганцовокислого калия (коричневая окраска смеси) показывает, что произошло полное разложение органического вещества. Удаляют избыточное количество марганцовокислого калия, добавляя щавелевую кислоту или глюкозу до исчезновения коричневой окраски.

Затем в колбу со смесью приливают 100 см^3 дистиллированной воды и 2 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и тщательно перемешивают.

Избыточное количество азотнокислого серебра титруют раствором роданистого калия или аммония до тех пор, пока не появится окраска красно-коричневого цвета, не исчезающая в течение 30 с.

Параллельно проводят контрольный опыт при использовании 2 см^3 дистиллированной воды вместо 2 г сыра, брынзы или соленых творожных изделий.

2.4. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия в сыре, брынзе или соленых творожных изделиях X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{5{,}85 \cdot c \cdot (V_0 - V_1)}{m},$$

где 5,85 — коэффициент для выражения результатов в виде процентного содержания хлористого натрия;

c — молярная концентрация титрованного раствора роданистого калия или роданистого аммония моль/дм^3;

V_0 — объем раствора роданистого калия, использованный в контрольной пробе, см^3;

V_1 — объем раствора роданистого калия, использованный при анализе продукта, см^3;

m — масса навески калия, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,07 %.

2.1—2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ В СЫРАХ, БРЫНЗЕ И СОЛЕНЫХ ТВОРОЖНЫХ ИЗДЕЛИЯХ МЕТОДОМ С КАТИОНИТОМ

3.1. Аппаратура, материалы, реактивы

стаканы химические по ГОСТ 25336—82;

бюретки с ценой наименьшего деления 0,1 $см^3$ по ГОСТ 29251—91;

тигель фарфоровый;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

колба коническая по ГОСТ 25336—82;

капельница лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336—82;

плитка электрическая по ГОСТ 14919—83;

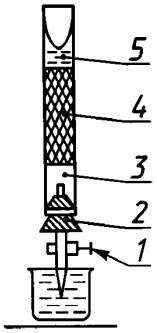
фильтры бумажные по ГОСТ 12026—76;

палочки стеклянные;

вата стеклянная;

катионообменная колонка (см. чертеж);

Катионообменная колонка



1 — кран или зажим винтовой; *2* — пробка; *3* — вата стеклянная; *4* — катионит; *5* — трубка стеклянная

катионит КУ-2 по ГОСТ 5696—74;

кислота соляная (HCl) по ГОСТ 3118—77, ч. д. а. растворы 50 и 70 г/$дм^3$;

натр едкий очищенный по ГОСТ 11078—78 или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а. с (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$;

метиловый оранжевый, водный раствор — 1 г/$дм^3$;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, ч. д. а. с (NaCl) = 0,1 моль/$дм^3$;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а. с ($AgNO_3$) = 0,1 моль/$дм^3$;

кислота азотная (HNO_3) по ГОСТ 4461—77, ч. д. а. плотностью от 1,39 до 1,42 г/$см^3$;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

весы лабораторные 4-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104—88;

шкаф сушильный;

термометр стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498—90;

пипетки исполнения 2, 3, 2-го класса точности, вместимостью 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29169—91;

пробирки типов П1, П2, диаметром 14 мм, высотой 120 мм и диаметром 16 мм, высотой 150 мм по ГОСТ 25336—82;

цилиндры исполнения 1 вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770—74.

3.2. Подготовка к анализу

15 г катионита КУ-2 (в пересчете на безводный катионит), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают на 5 ч в химический стакан с дистиллированной водой. Набухший катионит переносят в стеклянную трубку длиной 700—800 мм с внутренним диаметром 12—15 мм или в бюретку вместимостью 50 $см^3$, на дно которых кладут стеклянную вату или другой пористый материал.

Через колонку пропускают 100 $см^3$ раствора соляной кислоты (70 г/$дм^3$) со скоростью 2—3 капли в секунду, что регулируется с помощью крана. Затем катионит промывают с той же скоростью дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

Каждую последующую порцию жидкости необходимо приливать, как только уровень ее в колонке достигнет верхнего края катионита.

Необходимо следить, чтобы мениск жидкости никогда не опускался ниже верхнего края катионита.

Регенерация ионообменной колонки производится пропусканием через нее 50 $см^3$ раствора соляной кислоты (50 г/$дм^3$) со скоростью 2—3 капли в секунду, с последующим промыванием дистиллированной водой с той же скоростью, до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

Между двумя процессами регенерации допускается катионирование 20 проб. В случае меньшего числа определений колонку следует регенерировать ежедневно.

Пригодность катионита для проведения анализа проверяется периодически или при возникновении разногласия в оценке качества. Проверка производится пропусканием через катионообменную колонку 5 $см^3$ раствора хлористого натрия с последующим промыванием катионита дистиллированной водой в количестве 50 $см^3$.

Фильтр вместе с промывными водами титруют раствором гидроокиси натрия.

Объем гидроокиси натрия, пошедший на титрование, может отличаться не более, чем на 0,2 $см^3$ от взятых 5 $см^3$ раствора хлористого натрия.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

Взвешивают 2 г продукта с погрешностью не более 0,01 г в фарфоровом тигле, предварительно высушенном. Тигель с продуктом предварительно высушивают в сушильном шкафу при постепенном повышении температуры до 120—140 °С.

Высушенную массу осторожно обугливают при постоянном повышении температуры. По окончании выделения дыма нагревание усиливают и обугливание продолжают до получения остатка темно-серого цвета.

Обугленную массу осторожно измельчают стеклянной палочкой и обрабатывают 4—5 порциями дистиллированной воды, нагретой до 80—90 °С.

Жидкую часть осторожно переводят по стеклянной палочке на бумажный фильтр и фильтруют в коническую колбу. Остаток в тигле и на фильтре промывают дистиллированной водой с температурой 70—80 °С, до прекращения реакции последних порций фильтрата с азотнокислым серебром. Для этого небольшую порцию фильтрата в пробирке подкисляют 1—2 каплями азотной кислоты и прибавляют 1—2 капли раствора азотнокислого серебра.

Вытяжку переносят в подготовленную катионообменную колонку и пропускают со скоростью 3—4 капли в секунду. После этого колонку промывают 50 $см^3$ дистиллированной воды. Фильтрат вместе с промывными водами титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии 2—3 капель метилового оранжевого до соломенно-желтого окрашивания.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия в сыре, брынзе и соленых творожных изделиях X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = V \cdot 0{,}292,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,292 — титр раствора гидроокиси натрия, пересчитанный на хлористый натрий, умноженный на 100 и деленный на величину массы навески продукта.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ В СОЛЕНЫХ ТВОРОЖНЫХ ИЗДЕЛИЯХ МЕТОДОМ С АЗОТНОКИСЛЫМ СЕРЕБРОМ БЕЗ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ОЗОЛЕНИЯ

4.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

стаканы химические по ГОСТ 25336—82;

бюретка с ценой наименьшего деления 0,1 $см^3$ по ГОСТ 29251—91;

тигель фарфоровый;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

колба коническая по ГОСТ 25336—82;

колба мерная вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

капельница лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336—82;

плитка электрическая по ГОСТ 14919—83;

фильтры бумажные по ГОСТ 12026—76;

палочки стеклянные;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75 ч. д. а.;

калий хромовокислый (K_2CrO_4) по ГОСТ 4459—75, ч. д. а. раствор 100 г/$дм^3$;

натрий хлористый (NaCl) по ГОСТ 4233—77, ч. д. а. раствор 10 г/$дм^3$;

кислота азотная (HNO_3) по ГОСТ 4461—77, ч. д. а. раствор 100 г/$дм^3$;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

весы лабораторные 2-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления не более 0,001 г по ГОСТ 24104—88;

весы лабораторные 4-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, цена поверочного деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104—88;

термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498—90;

цилиндры исполнения 1 вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770—74;

пипетки исполнения 2, 3 вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 29169—91.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Подготовка к анализу

4.2.1. *Приготовление раствора азотнокислого серебра*

Раствор готовят следующим образом:

2,906 г азотнокислого серебра, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, переносят небольшими порциями в мерную колбу вместимостью 100 см^3, заполняют колбу дистиллированной водой приблизительно до $^2/_3$ объема, вращением колбы перемешивают ее содержимое до полного растворения реактива, доливают колбу дистиллированной водой до метки и вновь тщательно перемешивают. Титр раствора уточняют по хлористому натрию. 1 см^3 раствора должен соответствовать 0,01 г хлористого натрия.

4.3. Проведение анализа

5 г продукта, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан с носиком, вместимостью 100 см^3, приливают 50 см^3 дистиллированной воды, нагретой до 90 °С. Продукт хорошо растирают стеклянной палочкой и содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 посредством дистиллированной воды, нагретой до 70—80 °С.

Мерную колбу с содержимым охлаждают до 20 °С, доливают дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в чистую, сухую колбу. Если фильтрат получается мутный, его переливают обратно в мерную колбу и фильтрование повторяют.

В коническую колбу пипеткой приливают 50 см^3 фильтрата, прибавляют 5—8 капель раствора хромовокислого калия и фильтрат титруют раствором азотнокислого серебра при постоянном взбалтывании до появления слабого кирпично-красного окрашивания, не исчезающего при взбалтывании и измельчении палочкой крупных частиц осадка.

4.4. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия в соленых творожных изделиях X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 100}{m \cdot 50},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра, 1 см^3 которого соответствует точно 0,01 г хлористого натрия, израсходованный на титрование 50 см^3 фильтрата, см^3;

m — масса навески продукта, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

4.2.1—4.4 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ В СЛИВОЧНОМ МАСЛЕ МЕТОДОМ С АЗОТНОКИСЛЫМ СЕРЕБРОМ

Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

5.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 2-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г; цена поверочного деления не более 0,001 г по ГОСТ 24104—88;

колбы конические, вместимостью 250 см^3, по ГОСТ 25336—82;

бюретка с ценой наименьшего деления 0,1 см^3 по ГОСТ 29169—91;

баня водяная;

шпатель;

мешалка механическая;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а. с ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3;

калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75, ч. д. а. раствор 50 г/дм^3;
кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, ч. д. а. свободный от хлоридов;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
пипетки исполнения 2, 3 вместимостью 2 и 5 см^3 по ГОСТ 29169—91;
секундомер;
термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498—90;
цилиндры исполнения 1 вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770—74.

5.2. Подготовка к анализу

Пробу нагревают до температуры не выше 30 °С, обеспечивающей гомогенное состояние при смешивании механической мешалкой или вручную. Затем охлаждают до температуры (20 ± 5) °С при постоянном перемешивании.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.3. Проведение анализа

Взвешивают около 5 г приготовленной пробы с погрешностью не более 0,001 г в коническую колбу.

Осторожно добавляют к пробе 100 см^3 кипящей дистиллированной воды. Дают постоять от 5 до 10 мин, перемешивают круговыми движениями.

После охлаждения до температуры 50—55 °С добавляют 2 см^3 раствора хромовокислого калия и перемешивают содержимое несколько раз. Если масло кислосливочное (pH менее 6,5), то перед титрованием добавляют на кончике шпателя углекислого кальция и размешивают круговыми движениями. Титруют раствором азотнокислого серебра при непрерывном перемешивании до тех пор, пока не появится окраска оранжево-коричневого цвета, не исчезающая в течение 30 с.

Параллельно проводят контрольный опыт при использовании 5 см^3 дистиллированной воды, вместо 5 г сливочного масла.

5.4. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия в сливочном масле X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{5{,}85 \cdot c \cdot (V_1 - V_0)}{m},$$

где 5,85 — коэффициент для выражения результатов в виде процентного содержания хлористого натрия;

c — молярная концентрация титрованного раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование при анализе сливочного масла, см^3;

m — масса навески сливочного масла, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ В СЛИВОЧНОМ МАСЛЕ МЕТОДОМ С КАТИОНИТОМ

6.1. Аппаратура, материалы, реактивы — по п. 3.1.

6.2. Подготовка к анализу — по п. 3.2.

Между двумя процессами регенерации допускается катионирование 100 проб сливочного масла.

6.3. Проведение анализа

Взвешивают 5 г сливочного масла с погрешностью не более 0,01 г в стакане, вместимостью 100 см^3. Затем пипеткой приливают в стакан 50 см^3 дистиллированной воды. Содержимое стакана нагревают до расплавления сливочного масла, тщательно перемешивают и оставляют в покое до поднятия жира наверх и его застывания. При необходимости охлаждения, стакан после поднятия наверх слоя жира помещают в холодную дистиллированную воду.

Стеклянной палочкой делают в слое сливочного масла отверстие, через которое пипеткой отбирают 10 $см^3$ вытяжки и переносят в колонку, фильтруют со скоростью 3—4 капли в секунду. С той же скоростью колонку промывают 50 $см^3$ дистиллированной воды. Фильтрат вместе с промывными водами титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии 2—3 капель метилового оранжевого до соломенно-желтого цвета.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.4. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия в сливочном масле X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = V \cdot 0{,}585,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,585 — титр раствора гидроокиси натрия, пересчитанный на хлористый натрий и умноженный на 100.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

gost.e-ecolog.ru