

ГОСТ 3627—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭиФ КР
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения хлористого натрия

Milk products.

Methods for determination of sodium chloride

ГОСТ
3627—81Взамен
ГОСТ 3627—57МКС 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 СОЛЕННЫХ ТВОРОЖНЫХ ИЗДЕЛИЯХ МЕТОДОМ С АЗОТНОКИСЛЫМ СЕРЕБРОМ

Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

2.1. А п п а р а т у р а, м а т е р и а л ы, р е а к т и в ы:

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 см³ по ГОСТ 25336—82;

пипетки исполнения 6, 7 вместимостью 25 см³ по ГОСТ 29169—91;

цилиндры исполнения 1 вместимостью 10, 25 и 100 см³ по ГОСТ 1770—74;

бюретки с ценой наименьшего деления 0,1 см³ 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.



подставки сетчатые;
 терка;
 ступка фарфоровая;
 серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а. с (AgNO_3) = 0,1 моль/дм³;
 калий роданистый по ГОСТ 4139—75, ч. д. а. с (KCNS) = 0,1 моль/дм³ или аммоний роданистый, ч. д. а. 0,1 моль/дм³ по нормативно-технической документации;
 квасцы железоаммонийные $[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 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/см³;
 калий марганцовокислый (KMnO_4) по ГОСТ 20490—75, ч. д. а. насыщенный раствор (около 75 г/дм³);
 кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76 ч. д. а. или глюкоза по ГОСТ 975—88 (около 100 г/дм³);
 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 $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

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

Плавленный 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 см³ раствора азотнокислого серебра, затем при помощи градуированного цилиндра приливают 25 см³ азотной кислоты и тщательно перемешивают.

Смесь нагревают в вытяжном шкафу до кипения, добавляют 10 см³ 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 см³. 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 см³ дистиллированной воды и 2 см³ 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 см³ 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/дм³;

V_0 — объем раствора роданистого калия, использованный в контрольной пробе, см³;

V_1 — объем раствора роданистого калия, использованный при анализе продукта, см³;

m — масса навески калия, г.

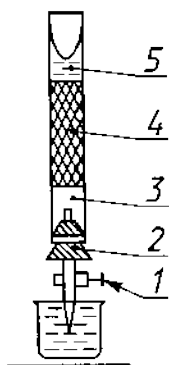
За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,07 %.

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

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

3.1. А п п а р а т у р а, м а т е р и а л ы, р е а к т и в ы
 стаканы химические по ГОСТ 25336—82;
 бюретки с ценой наименьшего деления 0,1 см³ 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/дм³;
 натр едкий очищенный по ГОСТ 11078—78 или натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, ч. д. а. с (NaOH) = 0,1 моль/дм³;
 метиловый оранжевый, водный раствор — 1 г/дм³;
 натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, ч. д. а. с (NaCl) = 0,1 моль/дм³;
 серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а. с (AgNO₃) = 0,1 моль/дм³;
 кислота азотная (HNO₃) по ГОСТ 4461—77, ч. д. а. плотностью от 1,39 до 1,42 г/см³;
 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 см³ 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 см³ 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 см³, на дно которых кладут стеклянную вату или другой пористый материал.

Через колонку пропускают 100 см³ раствора соляной кислоты (70 г/дм³) 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 см³ раствора соляной кислоты (50 г/дм³) 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 см³ раствора хлористого натрия с последующим промыванием катионита дистиллированной водой в количестве 50 см³.