

## МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения хлористого натрия

Milk products

Methods for determination of sodium chloride

ГОСТ  
3627—81\*Взамен  
ГОСТ 3627—57

ОКСТУ 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 июня 1981 г. № 3194 срок введения установлен

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 сыры, брынзу, соленые творожные изделия и сливочное масло и устанавливает методы определения массовой доли хлористого натрия (поваренной соли).  
Настоящий стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1735—79, СТ СЭВ 1737—79.

## 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. 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<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

пипетки исполнения 6, 7 вместимостью 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169—91;

цилиндры исполнения 1 вместимостью 10, 25 и 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

бюретки с ценой наименьшего деления 0,1 см<sup>3</sup> 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;

подставки сетчатые;

терка;

ступка фарфоровая;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а. с (AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

\* Издание с Изменением № 1, утвержденным в августе 1986 г. (ИУС 11—86).

калий роданистый по ГОСТ 4139—75, ч. д. а. с (KCNS) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> или аммоний роданистый, ч. д. а. 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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 ( $\text{HNO}_3$ ) по ГОСТ 4461—77, ч. д. а. плотностью от 1,39 до 1,42 г/см<sup>3</sup>;

калий марганцовокислый ( $\text{KMnO}_4$ ) по ГОСТ 20490—75, ч. д. а. насыщенный раствор (около 75 г/дм<sup>3</sup>);

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

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 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, затем при помощи градуированного цилиндра приливают 25 см<sup>3</sup> азотной кислоты и тщательно перемешивают.

Смесь нагревают в вытяжном шкафу до кипения, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> дистиллированной воды и 2 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора роданистого калия, использованный в контрольной пробе, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора роданистого калия, использованный при анализе продукта, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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. Аппаратура, материалы, реактивы

стаканы химические по ГОСТ 25336—82;  
 бюретки с ценой наименьшего деления 0,1 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251—91;  
 тигель фарфоровый;  
 воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;  
 колба коническая по ГОСТ 25336—82;  
 каплеуловитель 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);  
 катионит КУ-2 по ГОСТ 5696—74;  
 кислота соляная (HCl) по ГОСТ 3118—77, ч. д. а. растворы 50 и 70 г/дм<sup>3</sup>;  
 натр едкий очищенный по ГОСТ 11078—78 или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а. с (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;  
 метиловый оранжевый, водный раствор — 1 г/дм<sup>3</sup>;  
 натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, ч. д. а. с (NaCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;  
 серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а. с (AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;  
 кислота азотная (HNO<sub>3</sub>) по ГОСТ 4461—77, ч. д. а. плотностью от 1,39 до 1,42 г/см<sup>3</sup>;  
 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, на дно которых кладут стеклянную вату или другой пористый материал.

Через колонку пропускают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (70 г/дм<sup>3</sup>) 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.

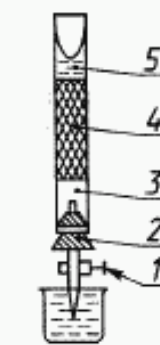
Необходимо следить, чтобы мениск жидкости никогда не опускался ниже верхнего края катионита.

Регенерация ионообменной колонки производится пропусканием через нее 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (50 г/дм<sup>3</sup>) 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<sup>3</sup> раствора хлористого натрия с последующим промыванием катионита дистиллированной водой в количестве 50 см<sup>3</sup>.

Катионообменная колонка



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

Фильтр вместе с промывными водами титруют раствором гидроокиси натрия.

Объем гидроокиси натрия, пошедший на титрование, может отличаться не более, чем на 0,2 см<sup>3</sup> от взятых 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

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 СОЛЕННЫХ 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<sup>3</sup> по ГОСТ 29251—91;

тигель фарфоровый;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

колба коническая по ГОСТ 25336—82;

колба мерная вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

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

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

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<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

пипетки исполнения 2, 3 вместимостью 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, заполняют колбу дистиллированной водой приблизительно до  $\frac{2}{3}$  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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагретой до 90 °С. Продукт хорошо растирают стеклянной палочкой и содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> которого соответствует точно 0,01 г хлористого натрия, израсходованный на титрование 50 см<sup>3</sup> фильтрата, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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<sup>3</sup>, по ГОСТ 25336—82;

бюретка с ценой наименьшего деления 0,1 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169—91;

баня водяная;

шпатель;

мешалка механическая;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а. с ( $\text{AgNO}_3$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;

калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75, ч. д. а. раствор 50 г/дм<sup>3</sup>;  
 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<sup>3</sup> по ГОСТ 29169—91;  
 секундомер;  
 термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 215—73;  
 цилиндры исполнения 1 вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды. Дают постоять от 5 до 10 мин, перемешивают круговыми движениями.

После охлаждения до температуры 50—55 °С добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора хромовокислого калия и перемешивают содержимое несколько раз. Если масло кисломолочное (рН 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование при анализе сливочного масла, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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<sup>3</sup>. Затем пипеткой приливают в стакан 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> вытяжки и переносят в колонку, фильтруют со скоростью 3—4 капли в секунду. С той же скоростью колонку промывают 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
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 %.