ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52177— 2003

АРОМАТИЗАТОРЫ ПИЩЕВЫЕ

Общие технические условия

Издание официальное

БЗ 2—2004/286

Москва
ИПК Издательство стандартов
2004

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Задачи, основные принципы и правила проведения работ по государственной стандартизации в Российской Федерации установлены ГОСТ Р 1.0—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Основные положения» и ГОСТ Р 1.2—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Порядок разработки государственных стандартов»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей (ГУ ВНИИПАКК) Российской академии сельскохозяйственных наук

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые кислоты, эссенции ароматические и ароматизаторы, красители пищевые синтетические»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 декабря 2003 г. № 407-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст этих изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© ИПК Издательство стандартов, 2004

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АРОМАТИЗАТОРЫ ПИЩЕВЫЕ

Общие технические условия

Food flavours.
General specifications

Дата введения — 2005—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые ароматизаторы, представляющие собой пищевые добавки, предназначенные для пищевой промышленности.

Коды продукции ОКП, на которую распространяется стандарт, приведены в приложении А.

Настоящий стандарт не распространяется на ароматизаторы для табачных изделий.

Документация, в соответствии с которой изготовляют ароматизатор конкретного наименования, должна содержать требования не ниже установленных настоящим стандартом.

Требования по безопасности изложены в 5.1.10—5.1.14; 5.2.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.044—89 (ИСО 4589—84) Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3639—79 Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10146—74 Ткани фильтровальные из стеклянных крученых комплексных нитей. Технические условия

ГОСТ 10444.12—88 Продукты пищевые. Метод определения дрожжей и плесневых грибов

ГОСТ 10444.15—94 Продукты пищевые. Методы определения количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13358—84 Ящики дощатые для консервов. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 13516—86 Ящики из гофрированного картона для консервов, пресервов и пищевых жидкостей. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14618.6—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения воды

ГОСТ 14618.10—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения плотности и показателя преломления

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 15113.2—77 Концентраты пищевые. Методы определения примесей и зараженности вредителями хлебных запасов

ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 20477—86 Лента полиэтиленовая с липким слоем. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26668—85 Продукты пищевые и вкусовые. Методы отбора проб для микробиологических анализов

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения ртути

ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29185—91 Продукты пищевые. Методы выявления и определения сульфитредуцирующих клостридий

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-адсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ 30518—97/ ГОСТ Р 50474—93 Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий)

ГОСТ 30519—97/ ГОСТ Р 50480—93 Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р 50779.10—2000 (ИСО 3534-1—93) Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения

ГОСТ Р 51474—99 Упаковка. Маркировка, указывающая на способ обращения с грузами

ГОСТ Р 51650—2000 Продукты пищевые. Методы определения массовой доли бенз(а)пирена

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51760—2001 Тара потребительская. Общие технические условия

ОК 005—93 Общероссийский классификатор продукции

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

ароматизатор пищевой: Пищевая добавка, вносимая в пищевой продукт для улучшения его

аромата и вкуса и представляющая собой смесь вкусоароматических веществ или индивидуальное вкусоароматическое вещество (вкусоароматическая часть) с растворителем или сухим носителем (наполнителем) или без них.

Примечание — В состав ароматизатора может входить пищевое сырье, пищевые красители, замутнители, консерванты, антиокислители и другие пищевые добавки и вещества, разрешенные уполномоченным органом.

ароматизатор натуральный: Ароматизатор, вкусоароматическая часть которого содержит только натуральные вкусоароматические вещества.

ароматизатор идентичный натуральному: Ароматизатор, вкусоароматическая часть которого содержит одно или несколько вкусоароматических веществ идентичных натуральным, может содержать также натуральные вкусоароматические вещества.

ароматизатор искусственный: Ароматизатор, вкусоароматическая часть которого содержит одно или несколько искусственных вкусоароматических веществ, может содержать также натуральные и идентичные натуральным вкусоароматические вещества.

ароматизатор технологический (реакционный): Ароматизатор, полученный взаимодействием аминосоединений и редуцирующих сахаров.

ароматизатор коптильный (дымовой): Ароматизатор, полученный на основе очищенных дымов, применяемых в традиционном копчении.

вещество вкусоароматическое: Органическое вещество с характерным запахом, предназначенное для производства пищевых ароматизаторов.

вещество вкусоароматическое натуральное: Вкусоароматическое вещество (или их смесь), выделенное из сырья растительного или животного происхождения, в том числе переработанного традиционными способами приготовления пищевых продуктов, с помощью физических или биотехнологических методов.

вещество вкусоароматическое идентичное натуральному: Вкусоароматическое вещество, идентифицированное в сырье растительного или животного происхождения, полученное с помощью химических методов; смесь веществ, выделенная из дымов, применяемых в традиционном копчении, или полученное в результате взаимодействия аминосоединений и редуцирующих сахаров.

вещество вкусоароматическое искусственное: Вкусоароматическое вещество, не идентифицированное в сырье растительного или животного происхождения и полученное методами химического синтеза.

4 Классификация

4.1 В зависимости от назначения пищевые ароматизаторы (далее ароматизаторы) подразделяют:
- для кондитерских и хлебопекарных (хлебобулочных) изделий;
- для безалкогольных напитков;
- для маргариновой продукции;
- для прочих пищевых продуктов.

4.2 В зависимости от типа применяемых вкусоароматических веществ ароматизаторы подразделяют на:
- натуральные;
- идентичные натуральным;
- искусственные.

Примечание — Растворители и сухие носители, а также другие ингредиенты, не являющиеся вкусоароматическими веществами, не определяют тип ароматизатора.

4.3 В зависимости от формы выпуска ароматизаторы подразделяют на:
- жидкие: в виде растворов и эмульсий (эмульсионные);
- сухие: порошкообразные и гранулированные;
- пастообразные.

5 Общие технические требования

5.1 Характеристики

5.1.1 Ароматизаторы должны производиться в соответствии с требованиями настоящего стандарта, документа, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования, и

технологической документации на ароматизатор конкретного наименования, утвержденными в установленном порядке, с соблюдением санитарных норм и правил.

5.1.2 Жидкие ароматизаторы по внешнему виду представляют собой бесцветные или окрашенные, прозрачные или непрозрачные жидкости.

5.1.3 Сухие ароматизаторы по внешнему виду представляют собой однородную порошкообразную или гранулированную смесь, окрашенную или неокрашенную.

5.1.4 Пастообразные ароматизаторы по внешнему виду представляют собой однородную массу, окрашенную или неокрашенную.

5.1.5 Характеристику внешнего вида и цвета устанавливают в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

5.1.6 Запах должен быть характерным для ароматизатора конкретного наименования.

5.1.7 Плотность и показатель преломления жидкого ароматизатора должны соответствовать нормам, установленным в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

Примечание — Для ароматизаторов с красителями, эмульсионных и пастообразных ароматизаторов показатель преломления не устанавливают.

5.1.8 Объемная доля этилового спирта, объемная доля 1,2-пропиленгликоля в жидких спиртосодержащих ароматизаторах являются справочными показателями, которые приводят в документе, в соответствии с которым изготовляют спиртосодержащий ароматизатор конкретного наименования.

5.1.9 Массовая доля влаги в сухих и пастообразных ароматизаторах должна соответствовать нормам, установленным в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

5.1.10 По микробиологическим показателям сухие, жидкие эмульсионные и пастообразные ароматизаторы должны соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Микробиологические показатели

Ароматизаторы	КМА·ФА и М, КОЕ/г, не более	Масса продукта, г, в которой не допускаются		Плесени, КОЕ/г, не более	Дрожжи, КОЕ/г, не более	Примечание
		БГКП (колиформы)	Патогенные, в т.ч. сальмонеллы			
Жидкие и пастообразные на водной основе	$5 \cdot 10^2$	1,0	25	100		Плесени и дрожжи в сумме
Сухие на основе сахаров, камедей, соли и др.	$5 \cdot 10^3$	0,1	25	100	100	
Сухие на основе крахмала и пряностей	$5 \cdot 10^5$	0,01	25	500	100	Для пряностей сульфитредуцирующие клостридии не допускаются в 0,01 г
Примечание — Микробиологические показатели не устанавливают для ароматизаторов с массовой долей этилового спирта или пропиленгликоля более 10 % или с водородным показателем (pH) менее 4,0.						

5.1.11 Содержание токсичных элементов в ароматизаторе не должно превышать допустимые уровни, мг на 1 кг продукта:

1,0 ..... ртуть
1,0 ..... кадмий
5,0 ..... свинец
3,0 ..... мышьяк

5.1.12 Присутствие металломагнитных примесей в сухих ароматизаторах не допускается.

5.1.13 Содержание бенз(а)пирена в коптильных ароматизаторах должно быть не более 2 мкг на кг.

5.1.14 Содержание биологически активных веществ: агариковой кислоты, алоина, бетаазарона, берберина, кумарина, синильной кислоты, гиперицина, пулегона, квассина, хинина, сафлора, изосафлора, сантонина, альфа-туйона и бета-туйона в ароматизаторах, изготовленных с использованием растительного ароматического сырья или экстрактов и эфирных масел, изготовитель обязан декларировать в установленном порядке.

5.2 Требования к сырью

5.2.1 Сырье должно соответствовать требованиям [1] и требованиям документов, в соответствии с которыми его изготовляют, и быть разрешенным для производства ароматизаторов уполномоченным органом.

5.2.2 Ингредиентный состав ароматизаторов, в том числе вкусоароматические вещества, должен быть согласован уполномоченным органом.

5.2.2.1 В качестве растворителей используют этиловый спирт, воду, 1,2-пропиленгликоль, триацетин, растительные масла и другое сырье, пищевые продукты и вещества, разрешенные уполномоченным органом.

5.2.2.2 В качестве носителей (наполнителей) для сухих ароматизаторов используют углеводы и продукты их переработки, камеди, соль, пряности и другое сырье, пищевые продукты и вещества, разрешенные уполномоченным органом.

5.2.3 Для производства спиртосодержащих ароматизаторов должен применяться этиловый ректификованный спирт из пищевого сырья со степенью очистки не ниже высшей по ГОСТ Р 51652.

5.3 Упаковка

5.3.1 Жидкие ароматизаторы упаковывают:

- в полиэтиленовые канистры с крышками, соответствующие требованиям ГОСТ Р 51760, в том числе импортного производства, изготовленные из материала, разрешенного уполномоченным органом;
- в стеклянную тару для пищевых продуктов;
- в другую тару, изготовленную из материала, разрешенного уполномоченным органом.

5.3.2 При фасовании жидких ароматизаторов в каждой единице тары должно быть оставлено не менее 5 % свободного пространства от полной вместимости тары.

5.3.3 Сухие и пастообразные ароматизаторы упаковывают в полиэтиленовые конические банки с зажимной крышкой и ручкой, соответствующие требованиям ГОСТ Р 51760, с использованием пленочных мешков-вкладышей по ГОСТ 19360, изготовленных из материалов, разрешенных уполномоченным органом.

5.3.4 Допускается использование других видов упаковки, обеспечивающих сохранность сухих и пастообразных ароматизаторов при хранении и транспортировании, и изготовленных из материалов, разрешенных уполномоченным органом.

5.3.5 Отрицательное отклонение содержимого нетто упаковочной единицы от номинального количества ароматизатора должно соответствовать ГОСТ 8.579.

5.3.6 Партия фасованных ароматизаторов в упаковках должна отвечать требованиям ГОСТ 8.579.

5.3.7 При перевозке железнодорожным транспортом полиэтиленовые канистры с жидкими ароматизаторами упаковывают в дощатые ящики по ГОСТ 13358 или обрешетки, при перевозке воздушным транспортом — в ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13516.

Примечание — Полиэтиленовые канистры допускается переводить автомобильным транспортом без упаковывания в транспортную тару.

5.3.8 При перевозке железнодорожным и воздушным транспортом полиэтиленовые банки с сухими и пастообразными ароматизаторами упаковывают в ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13516.

Примечание — Полиэтиленовые банки допускается перевозить автомобильным транспортом без упаковывания в транспортную тару.

5.3.9 Стеклянную тару с жидкими ароматизаторами упаковывают в ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13516 или дощатые ящики по ГОСТ 13358 с применением вспомогательных упаковочных материалов в соответствии с правилами перевозки грузов на соответствующем виде транспорта.

5.3.10 Клапаны ящиков из гофрированного картона оклеивают в продольном и поперечном направлениях полиэтиленовой лентой с липким слоем по ГОСТ 20477 или используют другие упаковочные материалы, обеспечивающие сохранность продукции и целостность тары при транспортировании.

5.3.11 Ароматизаторы, отправляемые в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

5.4 Маркировка

5.4.1 На каждую единицу транспортной тары наносят маркировку или наклеивают этикетку, содержащую следующие данные:

- наименование и местонахождение (адрес) изготовителя, наименование страны;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- полное наименование ароматизатора;
- тип ароматизатора (натуральный, идентичный натуральному, искусственный);
- номер партии;
- массу нетто;
- массу брутто;
- дату изготовления;
- срок и условия хранения;
- обозначение документа, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования;
- предупредительную надпись: «Предназначен только для производственного применения. При случайном проглатывании следует вызвать рвоту, промыть желудок и обратиться за медицинской помощью» и надпись по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков по ГОСТ Р 51474 и знаков, характеризующих вид опасности груза, — по ГОСТ 19433, указанных в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

6 Требования безопасности и охрана окружающей среды

6.1 В соответствии с ГОСТ 12.1.007 по степени воздействия на организм ароматизаторы и их компоненты относят к третьему (вещества умеренно опасные) и четвертому (вещества малоопасные) классам опасности.

Предельно допустимую концентрацию в воздухе рабочей зоны основных (по массе) компонентов ароматизаторов — растворителей — приводят в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

Размер санитарно-защитной зоны при организации производства ароматизаторов согласовывают с уполномоченным органом.

6.2 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляют по методикам, утвержденным в установленном порядке, с периодичностью, определенной требованиями ГОСТ 12.1.005 и согласованной с уполномоченным органом в установленном порядке.

6.3 Жидкие ароматизаторы относят к легковоспламеняющимся (ЛВЖ), горючим (ГЖ) или негорючим жидкостям, сухие — к горючим материалам в соответствии с ГОСТ 12.1.044. Показатель пожаровзрывоопасности жидких ароматизаторов — температуру вспышки — приводят в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

6.4 При отборе проб, проведении анализов, хранении и применении ароматизаторов соблюдают правила охраны труда и правила пожарной безопасности, принятые при работе с легковоспламеняющимися, горючими (ГОСТ 12.1.004, [2]), вредными веществами (ГОСТ 12.1.007).

6.5 Средства пожаротушения: распыленная вода, воздушно-механическая пена, порошки, для малых очагов загорания — кошма, порошковые огнетушители.

6.6 При попадании ароматизатора на кожу его следует смыть водой, промыть с мылом, при попадании в глаза — промыть большим количеством воды.

При случайном проглатывании ароматизатора следует вызвать рвоту, провести промывание желудка и обратиться за медицинской помощью.

6.7 При хранении и транспортировании ароматизаторов защиту окружающей среды обеспечивают герметизацией тары. При ее нарушении и попадании ароматизатора в окружающую среду его необходимо собрать и утилизировать.

6.8 При хранении, транспортировании, применении и утилизации ароматизаторов для предупреждения нанесения вреда окружающей природной среде, здоровью и генетическому фонду человека не допускать загрязнения почвы, поверхностных и грунтовых вод.

6.9 Ароматизаторы хранят в соответствии с требованиями [3].

6.10 Охрану почвы от загрязнения осуществляют в соответствии с требованиями [4].

7 Правила приемки

7.1 Ароматизаторы принимают партиями. Партией считают любое количество ароматизаторов одного наименования, изготовленное в течение определенного интервала времени, по одной и той же технологической документации, одинаково упакованное, предназначенное к одновременной сдаче-приемке и оформленное одним удостоверением о качестве и безопасности с указанием:

- номера удостоверения и даты его выдачи;
- наименования и местонахождения (адрес) изготовителя, наименования страны;
- полного наименования ароматизатора;
- типа ароматизатора (натурального, идентичного натуральному, искусственного);
- номера партии;
- даты изготовления;
- массы нетто партии;
- количества единиц транспортной тары;
- данных результатов испытаний;
- содержания биологически активных веществ (при наличии);
- срока и условий хранения;
- вида растворителя или сухого носителя (наполнителя);
- назначения ароматизатора;
- обозначения документа, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

7.2 Для контроля качества и приемки ароматизаторов устанавливают следующие категории испытаний:

- приемосдаточные;
- периодические.

7.3 Приемосдаточные испытания проводят для каждой партии ароматизатора по органолептическим и физико-химическим показателям, качеству упаковки и маркировки с применением выборочного контроля. Для этого произвольно отбирают от партии 10 % упаковочных единиц, но не менее трех. При числе единиц упаковки менее трех контролю подвергают каждую единицу упаковки.

Для проведения испытаний из упаковочных единиц, попавших в выборку, отбирают мгновенные, суммарную, лабораторную пробы и пробы для анализа по ГОСТ Р 50779.10 в соответствии с разделом 8.

7.4 Результаты приемосдаточных испытаний оформляют протоколом испытаний по форме, принятой у изготовителя, или отражают в журнале.

7.5 При отрицательных результатах приемосдаточных испытаний хотя бы по одному показателю качества по этому показателю проводят повторные испытания на удвоенной выборке от этой же партии. Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

7.6 При неудовлетворительных результатах повторных испытаний хотя бы по одному показателю всю партию ароматизатора бракуют.

7.7 Периодические испытания проводят по показателям безопасности (содержанию токсичных элементов, бенз(а)пирена, биологически активных веществ, микробиологическим показателям) с периодичностью и в порядке, установленными изготовителем по согласованию с территориальными уполномоченными органами.

7.8 Показатель «запах» ароматизатора по 8.7 контролирует только изготовитель.

7.9 Основанием для принятия решения о приемке партии ароматизатора являются положительные результаты приемосдаточных испытаний и предшествующих им периодических испытаний, проведенных в установленные сроки.

8 Методы контроля

8.1 Контроль соответствия упаковки и маркировки ароматизаторов требованиям настоящего стандарта проводят внешним осмотром каждой упаковочной единицы продукции из выборки по 7.3.

8.2 Для проверки качества ароматизаторов по органолептическим, физико-химическим и показателям безопасности из единиц продукции, попавших в выборку по 7.3, отбирают мгновенные пробы, из которых формируют суммарную и лабораторную пробы.

Для проведения микробиологических анализов отбор проб — по ГОСТ 26668.

8.3 Отбор мгновенных проб, получение суммарной пробы и выделение лабораторной пробы и пробы для анализа

8.3.1 Мгновенные пробы по объему (массе) должны быть равными. Сумма всех мгновенных проб по объему (массе) должна быть в 1,5—2,0 раза больше объема (массы) лабораторной пробы.

Объем (масса) лабораторной пробы и пробы для анализа ароматизатора определяется документом, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

8.3.2 Количество мгновенных проб жидкого ароматизатора зависит от занимаемого ароматизатором объема. Отбирают по одной мгновенной пробе по всей высоте слоя ароматизатора, если его объем до 1 дм^3 включительно, по две мгновенные пробы на глубину 1/3 и 2/3 от верхнего уровня, если объем больше 1 дм^3, но не превышает 10 дм^3, по три мгновенные пробы (из верхнего, среднего и нижнего слоев) во всех случаях, когда объем ароматизатора свыше 10 дм^3.

8.3.3 Мгновенные пробы жидкого ароматизатора отбирают пробоотборной трубкой с оттянутым нижним концом, диаметром от 6 до 15 мм, длиной, превышающей на несколько сантиметров высоту тары.

Верхнее отверстие трубки закрывают большим пальцем или пробкой, погружают на требуемую глубину, открывают трубку на короткое время для заполнения, затем опять закрывают и извлекают трубку с пробой.

8.3.4 Мгновенные пробы пастообразного ароматизатора отбирают пробоотборной трубкой, которую опускают вертикально до дна емкости, затем наклоняют и медленно извлекают, чтобы содержимое трубки полностью сохранилось.

При использовании щупа его погружают (ввинчивая) на всю глубину тары по вертикальной оси. Затем щуп извлекают.

8.3.5 Мгновенные пробы сухого ароматизатора отбирают щупом, погружая его на всю глубину тары по вертикальной оси.

8.3.6 Отбор мгновенных проб продукции на стадии сдачи — приемки ее на склад проводят перед укупоркой тары.

8.3.7 Все мгновенные пробы помещают в сосуд для проб, тщательно перемешивают и получают суммарную пробу.

8.3.8 Выделение лабораторной пробы

8.3.8.1 Лабораторную пробу жидкого и пастообразного ароматизатора получают после тщательного перемешивания суммарной пробы и простого сокращения ее до объема лабораторной пробы.

8.3.8.2 Лабораторную пробу сухого ароматизатора получают путем сокращения суммарной пробы методом квартования.

8.3.8.3 Лабораторной пробой для партий ароматизаторов малых объемов может служить суммарная проба, при этом общий объем или масса мгновенных проб должны быть не менее объема или массы, необходимых для проведения испытаний.

8.4 Маркировка лабораторных проб

Выделенную лабораторную пробу ароматизатора снова тщательно перемешивают, делят на две равные части и помещают в чистые сухие стеклянные сосуды. Сосуды плотно закрывают корковыми или полиэтиленовыми пробками и маркируют с указанием:

- наименования ароматизатора;
- наименования изготовителя;
- вида растворителя (носителя);
- номера и массы партии;
- даты изготовления;
- даты и места отбора проб;
- фамилии и подписи лица, отобравшего пробу;
- обозначения документа, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

Одну часть лабораторной пробы используют для проведения испытаний, вторую опечатывают и хранят в течение установленного срока хранения на случай разногласий в оценке качества ароматизатора для повторного анализа.

Для партии жидких ароматизаторов малых объемов допускается оставлять на хранение лабораторную пробу ароматизатора, используемую для испытаний.

Лабораторные пробы хранят в защищенном от света месте при температуре не выше 25 °С (если иное не указано в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования), лабораторные пробы сухих ароматизаторов — при относительной влажности не более 75 %.

8.5 Определение внешнего вида и цвета ароматизаторов

8.5.1 Внешний вид и цвет жидкого и пастообразного ароматизатора определяют просмотром пробы для анализа в количестве от 30 до 50 $см^3$ в стакане В-1(2)-50(100) по ГОСТ 25336 на фоне листа белой бумаги в проходящем или отраженном свете.

8.5.2 Внешний вид и цвет сухого ароматизатора определяют просмотром пробы для анализа массой от 30 до 50 г, помещенной на лист белой фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026, при рассеянном дневном освещении или при свете люминесцентных ламп типа ЛД по ГОСТ 6825.

8.5.3 Ароматизатор считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если внешний вид и цвет пробы для анализа соответствуют требованиям документа, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

8.6 Определение запаха

Метод заключается в органолептическом сравнении пробы для анализа ароматизатора с контрольным образцом (эталоном) ароматизатора данного наименования.

За контрольный образец (эталон) принимают образец ароматизатора данного наименования, запах которого одобрен дегустационным советом изготовителя.

Для контрольного образца отбирают лабораторную пробу объемом (массой) не менее 250 $см^3$ (г) ароматизатора, изготовленного в производственных условиях. Контрольный образец хранят в герметично закрытой таре в течение срока хранения, установленного в документе, в соответствии с которым изготовлен ароматизатор конкретного наименования.

8.6.1 Определение запаха жидкого ароматизатора

Полоски фильтровальной бумаги 10 × 160 мм по ГОСТ 12026 одновременно смачивают (приблизительно на 3 см) в контрольном образце и пробе для анализа и сравнивают их запах.

Ароматизатор считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если запах «влажных» полосок пробы для анализа и контрольного образца одинаков.

8.6.2 Определение запаха сухого и пастообразного ароматизатора

Пробу для анализа ароматизатора и контрольного образца массой от 30 до 50 г помещают на листе белой фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026 и оценивают их запах.

Ароматизатор считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если запах пробы для анализа и контрольного образца одинаков.

8.7 Определение показателя преломления жидких ароматизаторов — по ГОСТ 14618.10 (раздел 4).

8.8 Определение плотности жидких ароматизаторов — по ГОСТ 14618.10 (раздел 2 или раздел 3).

8.9 Определение объемной доли этилового спирта в жидких спиртосодержащих ароматизаторах проводят по методике (приложение Б).

Примечание — Метод не является арбитражным.

8.10 Определение объемной доли 1,2-пропиленгликоля в жидких спиртосодержащих ароматизаторах проводят по методике (приложение В).

Примечание — Метод не является арбитражным.

8.11 Определение массовой доли влаги в сухих и пастообразных ароматизаторах — по ГОСТ 14618.6 или по методике (приложение Г).

8.12 Определение микробиологических показателей ароматизаторов:

- количество мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов — по ГОСТ 10444.15;
- количество бактерий групп кишечных палочек — по ГОСТ 30518;
- дрожжи и плесневые грибы — по ГОСТ 10444.12;
- бактерии типа сальмонелл — по ГОСТ 30519;
- количество сульфитредуцирующих клостридий — по ГОСТ 29185.

8.13 Определение содержания токсичных элементов:

- мышьяка — по ГОСТ 26930;
- свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178;
- кадмия — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178;
- ртути — по ГОСТ 26927 и [5].

8.14 Определение металломагнитных примесей — по ГОСТ 15113.2.

8.15 Определение бенз(а)пирена — по ГОСТ Р 51650.

8.16 Определение температуры вспышки жидких ароматизаторов — по ГОСТ 12.1.044 (подраздел 4.4).

8.17 Допускается использование других методик выполнения измерений, прошедших аттестацию в Государственных метрологических научных центрах Госстандарта России в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

9 Транспортирование и хранение

9.1 Ароматизаторы транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

9.2 Жидкие ароматизаторы хранят в закрытых и затемненных помещениях при температуре не выше 25 °С, если иное не установлено в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

Примечание — При хранении жидких ароматизаторов допускается опалесценция и выпадение осадка, если это предусмотрено в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

9.3 Сухие ароматизаторы хранят в сухих хорошо проветриваемых помещениях при температуре не выше 25 °С и относительной влажности не более 75 %, если иное не установлено в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

Примечание — При хранении сухих ароматизаторов допускаются неплотно слежавшиеся комочки (легко рассыпающиеся).

9.4 Не допускается транспортирование и хранение ароматизаторов совместно с химикатами и резко пахнущими продуктами и материалами.

9.5 Срок хранения ароматизаторов устанавливают в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

10 Указания по применению

Область применения ароматизаторов и их максимальные дозировки в пищевых продуктах устанавливаются изготовителем, регламентируются в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования и согласовывают с уполномоченным органом.

Приложение А
(обязательное)

Коды продукции по ОК 005

Код ОКП	Наименование продукции
91 4560	Ароматизаторы для пищевых продуктов
91 4561	- для маргариновой продукции
91 4562	- для различных продуктов пищевой промышленности
91 5430	Ароматизаторы пищевые
91 5431	- для кондитерских и хлебопекарных изделий
91 5432	- для безалкогольных напитков
91 5434	- для прочих пищевых изделий

Приложение Б
(рекомендуемое)

Определение объемной доли этилового спирта в жидких пищевых ароматизаторах

Определение объемной доли этилового спирта в жидких пищевых ароматизаторах (далее — ароматизаторах) выполняют хроматографическим методом на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Диапазон измеряемых объемных долей этилового спирта от 1,0 % до 85,0 % включительно.

Б.1 Сущность метода

Метод основан на использовании варианта газо-адсорбционной хроматографии в сочетании с «холодным» вводом пробы для анализа и особыми свойствами сорбента «Полисорб-1» по отношению к этиловому спирту. «Холодный ввод» (ввод пробы для анализа при температуре ниже температуры кипения анализируемого вещества) позволяет полностью отделить этиловый спирт от легкокипящих и высококипящих компонентов ароматизаторов.

Б.2 Аппаратура, средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Для проведения испытаний используют следующее лабораторное оборудование:

- газовый хроматограф, оснащенный пламенно-ионизационным детектором с чувствительностью по нонану не менее $1 \cdot 10^{-11}$ г/см^3;
- компьютер или интегратор, имеющий программное обеспечение для базового набора операций по автоматизации хроматографии;
- весы лабораторные специального класса точности, ценой поверочного деления (e) 0,5 мг, наибольшим пределом взвешивания 200 г, пределом допускаемой погрешности в эксплуатации ± 3,0 e по ГОСТ 24104;
- набор гирь (10 г — 500 г) F_1 по ГОСТ 7328;
- секундомер 2 класса точности с емкостью шкалы счетчика 30 мин, ценой деления 0,20 с, погрешностью ± 0,60 с;
- термометр ТЛ-31-А, пределы измерения от 0 °С до 250 °С по ГОСТ 28498;
- микрошприц вместимостью 0,5 мм^3 фирмы Agilent Technologies (№ 5183-4580 по каталогу от 2000/2001 г.) или аналогичный;
- посуда мерная стеклянная по ГОСТ 1770;
- пипетки 2-1-5, 2-1.10, 2-1-20, 2-1-25, 4-2-1 по ГОСТ 29227;
- колонка хроматографическая насадочная из нержавеющей стали, длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм. При необходимости допускается использование колонки большей длины и повышение температуры термостата колонок при увеличении времени анализа;
- насос водоструйный вакуумный по ГОСТ 25336;
- флаконы стеклянные вместимостью от 5 до 15 см^3 с пробками из силиконовой резины;
- стекловолокно по ГОСТ 10146;
- азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293;
- водород технический марки А по ГОСТ 3022. Допускается использование генератора водорода;
- воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать компрессоры любого типа, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- «Полисорб-1», фракция 0,25—0,50 мм;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Допускается применение других средств измерения, материалов и реактивов с метрологическими характеристиками и по качеству не ниже указанных, кроме сорбента «Полисорб-1».

Б.3 Подготовка к выполнению измерений

Б.3.1 Условия измерения

При подготовке к измерению и при проведении измерения соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 2) °С
- атмосферное давление ..... от 95,0 до 106,7 кПа (от 720 до 800 мм рт. ст.)
- относительная влажность воздуха ..... от 20 % до 90 %
- напряжение в электросети ..... (220 ± 20) В
- частота тока в электросети ..... (50 ± 2) Гц

Б.3.2 Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку промывают последовательно водой, этиловым спиртом, ацетоном, высушивают в токе воздуха и заполняют насадкой.

Заполненную колонку помещают в термостат хроматографа, подключают к испарителю, не присоединяя к детектору. Колонку кондиционируют с газом-носителем (азотом) со скоростью 40 $см^3$/мин в режиме программирования температуры со скоростью от 4 °С/мин до 6 °С/мин до 170 °С и еще от 0,5 до 1,0 ч при этой температуре. После охлаждения выходной конец колонки подсоединяют к детектору и проверяют стабильность нулевой линии при рабочей температуре термостата колонок.

Б.3.3 Подготовка измерительной аппаратуры

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации, прилагаемой к прибору.

Прибор градуируют по градуировочным растворам.

Б.3.4 Приготовление градуировочных растворов

В качестве градуировочных растворов используют растворы этилового спирта в дистиллированной воде с концентрациями, близкими к заданному диапазону измерений.

Перед приготовлением растворов определяют по ГОСТ 3639 содержание основного вещества в используемом этиловом спирте.

В семь мерных колб с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают от 20 до 30 $см^3$ дистиллированной воды, вносят последовательно пипетками по 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 25,0 $см^3$ и цилиндрами 50,0; 85,0 $см^3$ этилового спирта. Содержимое колб перемешивают и доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой (градуировочные растворы № 1-7).

Объемную долю этилового спирта $Q_{гр}$, %, в градуировочных растворах определяют по плотности, определенной после выдержки растворов в течение от 2 до 3 ч пикнометром по ГОСТ 3639 (раздел 3) с последующим переводом плотности водно-спиртового раствора на содержание спирта в процентах (по объему) по [8].

Б.4 Выполнение измерений

Б.4.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

- температура термостата колонки ..... 80 °С
- температура испарителя (инжектора) ..... (50 ± 5) °С
- температура переходной камеры ..... 80 °С
- расход газа-носителя азота ..... от 30 до 40 $см^3$/мин
- расход водорода ..... 30 $см^3$/мин
- расход воздуха ..... 300 $см^3$/мин
- объем пробы для анализа ..... 0,2 $мм^3$

После анализа 20—30 проб для анализа повышают температуру испарителя, термостата колонки и переходной камеры до 150 °С и поддерживают ее в течение от 30 до 40 мин для очистки хроматографической системы от высококипящих соединений.

Б.4.2 Установление градуировочной характеристики

Градуировку пламенно-ионизационного детектора хроматографа выполняют методом абсолютной градуировки.

Для определения градуировочного коэффициента хроматографируют не менее четырех градуировочных растворов с содержанием этилового спирта и соответствующих всему диапазону измерений. Каждую градуировочную смесь анализируют не менее трех раз.

Зависимость объемной доли вещества от площади пика выражают уравнением

$$Q = K_j A, \qquad (Б.1)$$

где Q — объемная доля этилового спирта в лабораторной пробе, %;

A — площадь хроматографического пика, ед. счета;

K — градуировочный коэффициент, % / ед. счета.

Значение градуировочного коэффициента для каждого j-го градуировочного раствора вычисляют по формуле

$$K_j = \frac{Q_j}{A_j}, \qquad (Б.2)$$

$$A_j = \frac{A_{j1} + A_{j2} + A_{j3}}{3}, \quad (Б.3)$$

где A_{j1}, A_{j2}, A_{j3} — площади хроматографических пиков трех параллельных проб для анализа, ед. счета;

Q_j — объемная доля этилового спирта в j-ом градуировочном растворе, %;

Рассчитывают среднее значение $\overline{K}$ по формуле

$$\overline{K} = \frac{\sum_{j=1}^{n} K_j}{n}, \quad (Б.4)$$

где n — количество градуировочных растворов.

Процедуру градуировки проводят при постановке методики на хроматограф, после ремонта хроматографа, после отрицательного результата контроля.

Периодический контроль градуировочных коэффициентов проводят в соответствии с Б.6.4.

Проверку градуировочной характеристики по одной из точек диапазона измеряемых концентраций проводят ежедневно в соответствии с Б.6.5.

Б.4.3 Газохроматографический анализ лабораторной пробы ароматизатора

После установления рабочих параметров, включения системы автоматизации анализа для записи хроматограмм и обработки полученных данных, стабильной нулевой линии на рабочей шкале детектора приступают к анализу.

Для определения объемной доли этилового спирта исследуемого ароматизатора в испаритель хроматографа вводят микрошприцем дважды по 0,2 мм^3, взятых из лабораторной пробы ароматизатора.

При градуировке и анализе используют один и тот же шприц.

Б.5 Обработка результатов

Б.5.1 Обработку результатов выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

Б.5.2 Объемную долю этилового спирта в лабораторной пробе ароматизатора X, %, вычисляют по формуле:

$$X = K\overline{A}, \quad (Б.5)$$

где $\overline{K}$ — среднеарифметическое значение градуировочного коэффициента этилового спирта, % / ед. счета;

$\overline{A}$ — среднее значение площади пика этилового спирта трех параллельных определений, ед. счета.

Б.5.3 Результат определения объемной доли этилового спирта в ароматизаторе представляют в виде

$$X \pm 0{,}01\delta X, \quad (Б.6)$$

где X — объемная доля этилового спирта в ароматизаторе;

δ — относительная погрешность определения объемной доли этилового спирта, %.

Б.5.4 Допускаемая относительная погрешность δ определения объемной доли этилового спирта в ароматизаторах при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ составляет ± 15 %.

Б.6 Контроль точности результатов измерений

При проведении контроля точности измерения по данной методике выполняют следующие операции:

Б.6.1 Контроль стабильности нулевой линии хроматографа

Контроль осуществляют постоянно в процессе анализа ароматизаторов. Положительный дрейф нулевой линии, определяемый как наибольшее смещение сигнала нулевой линии за 20 мин от начала анализа, не должен превышать 20 % от высоты пика, соответствующего объемной доле этилового спирта 1 % (градуировочный раствор № 1). При превышении указанного значения или появлении побочных пиков поднимают температуру колонки, испарителя и переходной камеры до 150 °С и поддерживают в течение от 30 до 40 мин для ускоренного элюирования высококипящих компонентов анализируемых смесей.

Б.6.2 Контроль сходимости выходных сигналов хроматографа

Контролируемым параметром является относительный размах выходных сигналов хроматографа. Контроль осуществляют при проведении градуировки и при периодическом контроле градуировочных коэффициентов.

Результат контроля признают положительным при выполнении условия

$$\frac{A_{max} - A_{min}}{\overline{A}} \cdot 100 \le 10\ \%, \quad (Б.7)$$

где A_{max} — максимальная площадь хроматографического пика, ед. счета;

A_{min} — минимальная площадь хроматографического пика, ед. счета;

$\overline{A}$ — среднеарифметическое значение площадей пиков, полученных при параллельных вводах проб для анализа, ед. счета.

Б.6.3 Контроль правильности построения градуировочной характеристики

Контролируемым параметром является размах градуировочных коэффициентов относительно среднего значения. Качество градуировки считают удовлетворительным при выполнении условия

$$\frac{K_{max} - K_{min}}{K} \cdot 100 \le 15\%, \qquad (Б.8)$$

где K_{max} — максимальное значение градуировочного коэффициента этилового спирта в диапазоне исследуемых концентраций, % / ед. счета;

K_{min} — минимальное значение градуировочного коэффициента этилового спирта в диапазоне исследуемых концентраций, % / ед. счета;

K — среднеарифметическое значение градуировочного коэффициента этилового спирта, % / ед. счета.

Контроль проводят каждый раз при построении градуировочной зависимости. Если условие (Б.8) не выполняется, то проводят повторную градуировку прибора.

Б.6.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводят не реже одного раза в квартал, а также при смене колонки, промывке детектора и т. п. Частота контроля может быть увеличена при большей интенсивности работы прибора. Контроль проводят по свежеприготовленным по Б.3.4 градуировочным растворам. Используют три раствора — в начале, середине и конце рабочего диапазона измерений. Ввод проб для анализа в хроматограф осуществляют микрошприцем.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия

$$\frac{|K - \overline{K}|}{K} \cdot 100 \le 20\ \%, \qquad (Б.9)$$

где K — ранее установленное значение градуировочного коэффициента;

$\overline{K}$ — среднее значение градуировочного коэффициента, вычисленное по Б.4.2.

При отрицательных результатах контроля проводят градуировку прибора в соответствии с Б.4.2.

Б.6.5 Ежедневный контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводят ежегодно в начале рабочего дня по градуировочному раствору, близкому по значению определяемой доли этилового спирта. Ввод проб для анализа в хроматограф осуществляют микрошприцем.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия

$$\frac{|K_i - K|}{K} \cdot 100 \le 15\ \%, \qquad (Б.10)$$

где K — градуировочный коэффициент, установленный ранее, % / ед. счета;

K_i — градуировочный коэффициент i-го градуировочного раствора, используемого для контроля, % / ед. счета.

K_i вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{Q_i}{A_i}, \qquad (Б.11)$$

где Q_i — объемная доля этилового спирта в i-й пробе для анализа, %;

A_i — площадь хроматографического пика этилового спирта в i-й пробе для анализа, ед. счета.

При отрицательных результатах контроля проводят градуировку прибора в соответствии с Б.4.2.

Б.7 Требования безопасности

Б.7.1 При работе на газовом хроматографе необходимо соблюдать требования охраны труда и правила безопасности в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Б.7.2 Помещение, в котором производится измерение, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией.

Приложение В
(рекомендуемое)

Определение объемной доли 1,2-пропиленгликоля в жидких пищевых ароматизаторах

Определение объемной доли 1,2-пропиленгликоля в жидких пищевых ароматизаторах (далее — ароматизаторах) выполняют хроматографическим методом.

Диапазон измеряемых объемных долей 1,2-пропиленгликоля от 1,0 % до 92,0 % включительно.

В.1 Сущность метода

Метод основан на газохроматографическом разделении компонентов ароматизаторов на приборе с пламенно-ионизационным детектором и использовании двух вариантов хроматографии: газо-адсорбционной и газожидкостной.

В.2 Аппаратура, средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Для проведения испытаний используют следующее лабораторное оборудование:

- газовый хроматограф, оснащенный пламенно-ионизационным детектором с чувствительностью по нонану не менее $1 \cdot 10^{-11}$ г/см^3;
- компьютер или интегратор, имеющий программное обеспечение для базового набора операций по автоматизации хроматографии;
- весы лабораторные специального класса точности, ценой поверочного деления (e) 0,5 мг, наибольшим пределом взвешивания 200 г, пределом допускаемой погрешности в эксплуатации ± 3,0 e по ГОСТ 24104;
- набор гирь (10 г — 500 г) F_1 по ГОСТ 7328;
- секундомер 2 класса точности с емкостью шкалы счетчика 30 мин, ценой деления 0,20 с, погрешностью ± 0,60 с;
- термометр ТЛ-31-А, пределы измерения от 0 °С до 250 °С по ГОСТ 28498;
- микрошприц вместимостью 0,5 мм^3 фирмы Agilent Technologies (№ 5183—4580 по каталогу 2000/2001 г.) или аналогичный;
- посуда мерная стеклянная по ГОСТ 1770;
- пипетки 2-1-5, 2-1-10, 2-1-20, 2-1-25, 4-2-1 по ГОСТ 29227;
- колонка хроматографическая насадочная из нержавеющей стали, длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм. При необходимости допускается использование колонки большей длины и повышение температуры термостата колонок при увеличении времени анализа;
- насос водоструйный вакуумный по ГОСТ 25336;
- флаконы стеклянные вместимостью от 5 до 15 см^3 с пробками из силиконовой резины;
- стекловолокно по ГОСТ 10146;
- азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293;
- водород технический марки А по ГОСТ 3022. Допускается использование генератора водорода;
- воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать компрессоры любого типа, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- «Полисорб-1», фракция 0,25—0,50 мм (для газо-адсорбционной хроматографии);
- 15 % «Карбовакс 20М» на сорбенте «Хроматон N-AW HMDS», фракция от 0,20 до 0,36 мм (для газожидкостной хроматографии);
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Допускается применение других средств измерения, материалов и реактивов с метрологическими характеристиками и по качеству не ниже указанных, кроме неподвижных фаз.

В.3 Подготовка к выполнению измерений

В.3.1 Условия измерения

При подготовке к измерению и при проведении измерения соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 2) °С
- атмосферное давление ..... от 95,0 до 106,7 кПа (от 720 до 800 мм рт. ст.)
- относительная влажность воздуха ..... от 20 % до 90 %
- напряжение в электросети ..... (220 ± 20) В
- частота тока в электросети ..... (50 ± 2) Гц

В.3.2 Подготовка хроматографической колонки

Хроматографические колонки промывают последовательно водой, этиловым спиртом, ацетоном, высушивают в токе воздуха и заполняют насадкой.

Заполненные колонки помещают в термостат хроматографа, подключают к испарителю, не присоединяя к детектору. Колонку кондиционируют с газом-носителем (азотом) со скоростью 40 $см^3$/мин в режиме программирования температуры со скоростью от 4 °С/мин до 6 °С/мин до 170 °С и выдерживают в течение от 0,5 до 1,0 ч при этой температуре.

После охлаждения выходной конец колонок подсоединяют к детектору и проверяют стабильность нулевой линии при рабочей температуре термостата колонок.

В.3.3 Подготовка измерительной аппаратуры

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации, прилагаемой к прибору.

Прибор градуируют по градуировочным растворам.

В.3.4 Приготовление градуировочных растворов

В качестве градуировочных растворов используют растворы 1,2-пропиленгликоля в дистиллированной воде с концентрациями, близкими к заданному диапазону измерений.

Растворы готовят, используя 1,2-пропиленгликоль с объемной долей основного вещества не менее 99,0 %.

В восемь мерных колб с пришлифованной пробкой вместимостью 50 $см^3$ наливают от 20 до 30 $см^3$ дистиллированной воды, вносят последовательно пипетками по 0,5; 5,0; 10,0; 20,0 $см^3$ и цилиндрами 30; 40; 46 $см^3$ 1,2-пропиленгликоля. Содержимое колб перемешивают и доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой (градуировочные растворы № 1—№ 8).

Объемную долю 1,2-пропиленгликоля, %, в градуировочных растворах определяют по формуле

$$Q_{гр} = \frac{V_{гр}\, Q_{исх}}{50}, \qquad (В.1)$$

где $V_{гр}$ — аликвотная доля 1,2-пропиленгликоля, $см^3$;

$Q_{исх}$ — объемная доля основного вещества в 1,2-пропиленгликоле, %;

50 — объем градуировочного раствора, $см^3$.

В.4 Выполнение измерений

В.4.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа для газо-адсорбционной хроматографии:

- температура термостата колонки ..... 170 °С
- температура испарителя (инжектора) ..... (170 ± 5) °С
- температура переходной камеры ..... 170 °С
- расход газа-носителя азота ..... от 30 до 40 $см^3$/мин
- расход водорода ..... 30 $см^3$/мин
- расход воздуха ..... 300 $см^3$/мин
- объем пробы для анализа ..... от 0,1 до 0,5 $мм^3$

для газожидкостной хроматографии:

- температура термостата колонки ..... 150 °С
- температура испарителя (инжектора) ..... (200 ± 5) °С
- температура переходной камеры ..... 150 °С
- расход газа-носителя азота ..... от 30 до 40 $см^3$/мин
- расход водорода ..... 30 $см^3$/мин
- расход воздуха ..... 300 $см^3$/мин
- объем пробы для анализа ..... от 0,1 до 0,5 $мм^3$

В.4.2 Установление градуировочной характеристики

Градуировку пламенно-ионизационного детектора хроматографа выполняют методом абсолютной градуировки.

Для определения градуировочного коэффициента хроматографируют не менее четырех градуировочных растворов с содержанием 1,2-пропиленгликоля, соответствующим рабочему диапазону измерений.

Микрошприцем вместимостью 1,0 $мм^3$, промытым 8—10 раз анализируемым градуировочным раствором 1,2-пропиленгликоля, отбирают от 0,1 до 0,5 $мм^3$ лабораторной пробы и вводят ее в испаритель хроматографа.

Каждую градуировочную смесь анализируют не менее трех раз.

Зависимость объемной доли 1,2-пропиленгликоля от площади пика выражают уравнением

$$Q = KA, \tag{В.2}$$

где Q — объемная доля 1,2-пропиленгликоля в пробе для анализа, %;

K — градуировочный коэффициент, %/ед. счета;

A — площадь хроматографического пика, ед. счета;

Значение градуировочного коэффициента для каждого j-го градуировочного раствора вычисляют по формуле

$$K_j = \frac{Q_j}{A_j}, \tag{В.3}$$

$$A_j = \frac{A_{j1} + A_{j2} + A_{j3}}{3}, \tag{В.4}$$

где A_{j1}, A_{j2}, A_{j3} — площади хроматографических пиков трех параллельных измерений j-ого градуировочного раствора, ед. счета

Q_j — объемная доля 1,2-пропиленгликоля в j-й пробе для анализа, %.

Среднее значение градуировочного коэффициента рассчитывают по формуле

$$\overline{K} = \frac{\sum_{j=1}^{n} K_j}{n}, \tag{В.5}$$

где n — количество градуировочных растворов.

Процедуру градуировки проводят при постановке методики на хроматограф, после ремонта хроматографа, после отрицательного результата контроля.

Периодический контроль градуировочных коэффициентов проводят в соответствии с В.6.4.

Проверку градуировочной характеристики по одной из точек диапазона измеряемых концентраций проводят ежедневно в соответствии с В.6.5.

В.4.3 Газохроматографический анализ лабораторной пробы ароматизатора

При градуировке и анализе используют один и тот же шприц.

После установления рабочих параметров, включения системы автоматизации анализа для записи хроматограмм и обработки полученных данных, стабильной нулевой линии на рабочей шкале детектора приступают к проведению анализа.

Для определения объемной доли 1,2-пропиленгликоля исследуемого ароматизатора в испаритель хроматографа вводят микрошприцем трижды от 0,1 до 0,5 мм^3, взятых из лабораторной пробы ароматизатора, используя хроматографическую колонку, обеспечивающую оптимальное отделение 1,2-пропиленгликоля от других компонентов ароматизатора.

По полученным хроматограммам измеряют площади пиков и вычисляют среднее значение площади пика 1,2-пропиленгликоля.

В.5 Обработка результатов

В.5.1 Обработку результатов выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора, в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

В.5.2 Объемную долю 1,2-пропиленгликоля в лабораторной пробе ароматизатора X, %, вычисляют по формуле

$$X = K\overline{A}, \tag{В.6}$$

где K — среднеарифметическое значение градуировочного коэффициента 1,2-пропиленгликоля, %/ед. счета;

$\overline{A}$ — среднее значение площади пика 1,2-пропиленгликоля трех параллельных определений, ед. счета.

В.5.3 Результат измерений объемной доли 1,2-пропиленгликоля в ароматизаторе представляют в виде

$$X \pm 0{,}01\delta X, \tag{В.7}$$

где X — объемная доля 1,2-пропиленгликоля в ароматизаторе %;

δ — относительная погрешность измерения объемной доли 1,2-пропиленгликоля, %.

В.5.4 Относительная погрешность δ измерения объемной доли 1,2-пропиленгликоля в ароматизаторах при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляет для ароматизаторов с объемной долей 1,2-пропиленгликоля:

- от 1 % до 15 % включительно ..... ± 15 %

св. 15 % до 92 % включительно ..... ± 8 %

В.6 Контроль точности результатов измерений

При проведении контроля точности измерения по данной методике выполняют следующие операции:

В.6.1 Контроль стабильности нулевой линии хроматографа

Контроль осуществляют постоянно в процессе анализа пищевых ароматизаторов. Положительный дрейф нулевой линии, определяемый как наибольшее смещение сигнала нулевой линии за 20 мин от начала анализа, не должен превышать 20 % от высоты пика, соответствующего объемной доле 1,2-пропиленгликоля 1 % (градуировочный раствор № 1). При превышении указанного значения или появления побочных пиков поднимают температуру колонки, испарителя и переходной камеры до 200 °С и поддерживают в течение от 30 до 40 мин для ускоренного элюирования высококипящих компонентов анализируемых смесей.

В.6.2 Контроль сходимости выходных сигналов хроматографа

Контролируемым параметром является относительный размах выходных сигналов хроматографа. Контроль осуществляют при проведении градуировки и при периодическом контроле градуировочных коэффициентов. Результат контроля признается положительным при выполнении условия

$$\frac{A_{max} - A_{min}}{\overline{A}} \cdot 100 \le M, \qquad (В.8)$$

где A_{max} — максимальная площадь хроматографического пика, ед. счета;

A_{min} — минимальная площадь хроматографического пика, ед. счета;

$\overline{A}$ — среднеарифметическое значение площадей пиков, полученных при параллельных вводах проб для анализа, ед. счета;

M — относительный размах выходного сигнала хроматографа, %.

Значения величины M в зависимости от значения объемной доли 1,2-пропиленгликоля приведены в таблице В.1

Таблица В.1

В процентах

Объемная доля 1,2-пропиленгликоля	Значения контролируемых параметров			
	M	*B*	*L*	*N*
От 1 до 15 включ.	10	12	9	12
Св. 15 до 92 включ.	7	10	5	7

В.6.3 Контроль правильности построения градуировочной характеристики

Контролируемым параметром является размах градуировочных коэффициентов относительно среднего значения.

Качество градуировки считают удовлетворительным при выполнении условия

$$\frac{K_{max} - K_{min}}{\overline{K}} \cdot 100 \le B, \qquad (В.9)$$

где K_{max} — максимальное значение градуировочного коэффициента 1,2-пропиленгликоля в диапазоне исследуемых концентраций, %/ед. счета;

K_{min} — минимальное значение градуировочного коэффициента 1,2-пропиленгликоля в диапазоне исследуемых концентраций, %/ед. счета;

$\overline{K}$ — среднее значение градуировочного коэффициента 1,2-пропиленгликоля, %/ед. счета;

B — размах градуировочного коэффициента, %.

Значения величины B в зависимости от значения объемной доли 1,2-пропиленгликоля приведены в таблице В.1.

Контроль проводят каждый раз при построении градуировочной зависимости. Если условие (В.9) не выполняется, то проводят повторную градуировку прибора.

В.6.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводят не реже одного раза в квартал, а также при смене колонки, промывке детектора и т. п. Частота контроля может быть увеличена при большей интенсивности работы прибора. Контроль проводят по свежеприготовленным по В.3.4 градуировочным растворам. Используют три раствора в начале, середине и конце рабочего диапазона измерений. Ввод проб для анализа в хроматограф осуществляют микрошприцем.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия:

$$\frac{|K - \overline{K}|}{K} \cdot 100 \le L, \qquad (В.10)$$

где K — ранее установленное значение градуировочного коэффициента;

$\overline{K}$ — среднее значение градуировочного коэффициента, вычисленное по формуле (В.5);

L — норматив периодического контроля стабильности градуировочной характеристики, %.

Значения величины L в зависимости от значения объемной доли 1,2-пропиленгликоля приведены в таблице В.1.

При отрицательных результатах контроля проводят градуировку прибора в соответствии с В.4.2.

В.6.5 Ежедневный контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводят ежедневно в начале рабочего дня по градуировочному раствору, близкому по значению определяемой доли 1,2-пропиленгликоля. Ввод пробы для анализа в хроматограф осуществляют микрошприцем.

Результаты контроля считают положительными, при выполнении условия:

$$\frac{|K_i - K|}{K} \cdot 100 \le N, \qquad (В.11)$$

где K — градуировочный коэффициент, установленный ранее, % / ед. счета;

K_i — градуировочный коэффициент i-го градуировочного контролируемого раствора, % / ед. счета;

K_i — вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{Q_i}{A_i}, \qquad (В.12)$$

где Q_i — объемная доля 1,2-пропиленгликоля в i-ой пробе для анализа, %;

A_i — площадь хроматографического пика 1,2-пропиленгликоля в пробе для анализа, ед. счета;

N — норматив ежедневного контроля стабильности градуировочной характеристики, %.

Значения величины N в зависимости от объемной доли 1,2-пропиленгликоля приведены в таблице В.1.

При отрицательных результатах контроля проводят градуировку прибора в соответствии с В.4.2.

В.7 Требования безопасности

В.7.1 При работе на газовом хроматографе необходимо соблюдать требования охраны труда и правила безопасности в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

В.7.2 Помещение, в котором производится измерение, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией.

Приложение Г
(рекомендуемое)

Определение массовой доли влаги в пищевых ароматизаторах

Настоящая методика предназначена для измерения массовой доли влаги в пищевых ароматизаторах (далее — ароматизаторах), растворенных в жидкостях, не взаимодействующих с реактивом Фишера.

Г.1 Диапазоны и нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазоне и с пределами допускаемой абсолютной погрешности, приведенными в таблице Г.1.

Таблица Г.1 В процентах

Диапазон измерения массовой доли влаги	Допускаемая абсолютная погрешность измерений массовой доли влаги
0,8—50,0	± 0,5

Г.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Г.2.1 Весы лабораторные специального (I) класса точности, ценой поверочного деления (*e*) 0,5 мг, наибольшим пределом взвешивания 200 г, пределом допускаемой погрешности в эксплуатации ± 3,0 *e* по ГОСТ 24104.

Г.2.2 Анализатор титриметрический лабораторный модели AF8 фирмы «Orion Research, Inc» с диапазоном измерений массовой доли влаги от 0,5 % до 50,0 % и пределом СКО относительной погрешности измерения ± 0,4 % (при 25 мг влаги), состоящий из:

- электронного блока,
- блока титрования,
- бутылей для реагентов, вместимостью 1 дм^3.

Г.2.3 Цилиндр мерный вместимостью 100 см^3 исполнения 1, 1 класса точности по ГОСТ 1770.

Г.2.4 Колба коническая вместимостью 500 см^3 со шлифом, типа Кн-1-500-40 ТС; Кн-1-500-40 ТХС по ГОСТ 25336.

Г.2.5 Бюкса стеклянная для взвешивания образца или бумага фильтрованная по ГОСТ 12026.

Г.2.6 Шпатель.

Г.2.7 Микрошприц вместимостью 10 мкл типа МШ-1, МШ-2.

Г.2.8 Реактив Фишера № 1 (диоксид серы в метаноле), ч.д.а. по ГОСТ 14870.

Г.2.9 Реактив Фишера № 2 (йод в метаноле), ч.д.а. по ГОСТ 14870.

Г.2.10 Метанол-яд (спирт метиловый), х.ч. по ГОСТ 6995.

Г.2.11 Вата хлопковая.

Г.2.12 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается применение средств измерений по Г.2.1; Г.2.3; Г.2.4; Г.2.7 метрологическими характеристиками, а также реактивов по Г.2.8; Г.2.9 по качеству не хуже вышеуказанных.

Г.3 Метод измерений

В основе метода измерения лежит объемный анализ, основанный на взаимодействии йода и диоксида серы в растворе метанола в присутствии воды. Ввиду обратимости реакции для ее завершения применяют пиридин.

Анализатор титриметрический лабораторный модели AF8 фирмы «Orion Research, Inc» предназначен для измерений массовой доли влаги и представляет собой прибор с полностью автоматизированным процессом измерения и обработки результатов.

Г.4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования, изложенные в документации на анализатор титриметрический лабораторный модели AF8 фирмы «Orion Research, Inc».

Г.5 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... от 10 °С до 35 °С
- атмосферное давление ..... от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.)
- относительная влажность воздуха ..... не более 80 %

- напряжение в сети ..... $200^{+10\ \%}_{-15\ \%}$

- помещение, где проводят работы с реактивом Фишера, обеспечивают приточно-вытяжной вентиляцией
- все операции с реактивом Фишера проводят в вытяжном шкафу

Г.6 Отбор проб

Отбор точечных проб ароматизаторов осуществляют в соответствии с требованиями документа, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования.

Г.7 Подготовка к выполнению измерений

Г.7.1 Подготовку анализатора титриметрического лабораторного модели AF8 фирмы «Orion Research, Inc» к измерениям осуществляют в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Г.7.2 Приготовление реактива Фишера

Г.7.2.1 В вытяжном шкафу наливают в мерный цилиндр 100 $см^3$ реактива Фишера № 1, затем в другой мерный цилиндр наливают 100 $см^3$ реактива Фишера № 2 и последовательно выливают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$.

Г.7.2.2 Полученную смесь выливают в бутыль с маркировкой «Реактив Фишера», которая соединена с насосом блока титрования (перистальтический насос).

Г.7.3 Метанол-яд выливают в бутыль с маркировкой «Метанол-яд», которая также соединена с насосом блока титрования.

Примечание — Подсоединяя бутыли с готовыми реактивами к насосу блока титрования следует убедиться, что все крышки прилегают плотно, а поплавок в бутыли для слива свободно перемещается в вертикальной плоскости.

Г.7.4 Поднимают до упора крышку насоса блока титрования и смещают до упора держатель реакционного сосуда с целью полной изоляции емкости.

Г.7.5 Подготовка лабораторной пробы к измерениям

Г.7.5.1 Взвешивают пробу для анализа сыпучей сухой лабораторной пробы ароматизатора массой от 0,2 до 0,3 г на фильтровальной бумаге или пробу для анализа жидкой лабораторной пробы массой от 0,5 до 1,0 г в стеклянной бюксе.

Г.7.5.2 Вносят пробу для анализа в реакционной сосуд, при этом эта операция должна выполняться как можно быстрее, чтобы минимизировать попадание влаги из воздуха.

Примечание — Если в течение 60 с исследуемый образец не будет внесен в реакционный сосуд, титратор вернется в режим кондиционирования.

Г.8 Выполнение измерений

Г.8.1 Градуировку анализатора титриметрического лабораторного модели AF8 фирмы «Orion Research, Inc» проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Г.8.2 Проверку правильности градуировки анализатора титриметрического лабораторного модели AF8 фирмы «Orion Research, Inc.» проводят титрованием заданного объема дистиллированной воды (V = 10 мкл) ежедневно перед проведением измерений. Градуировка считается выполненной, если коэффициент вариации для трех результатов из десяти не превышает нормы, установленной в инструкции по эксплуатации прибора. Если же коэффициент вариации для трех титрований из десяти превысит указанную норму, то следует внести следующий образец для градуировки.

Г.8.3 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора титриметрического лабораторного модели AF8 фирмы «Orion Research, Inc». Проводят три измерения.

Г.9 Оформление результатов

За результат определения принимают среднеарифметическое значение из трех измерений, расхождение между которыми (сходимость) не должно превышать 0,5 %.

Результат анализа представляют в виде X, %.

Результаты измерений заносят в рабочий журнал в соответствии с «Инструкцией по техническому контролю».

Г.10 Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений осуществляют путем оперативного контроля сходимости.

Оперативный контроль сходимости проводят при получении каждого результата. Контроль сходимости проводят путем сравнения расхождения между результатами измерений (X_1, X_2 и X_3) с допускаемым расхождением, которое не должно превышать 0,5 %.

При превышении значений допустимых расхождений измерения повторяют с использованием другой пробы для анализа. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины и устраняют их, при необходимости проводят новую градуировку.

Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1078—2001 Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов
[2] ППБ-01—93 Правила пожарной безопасности в Российской Федерации
[3] СанПиН 2.1.6.983—2000 Атмосферный воздух и воздух закрытых помещений, санитарная охрана воздуха
[4] СанПиН 42—128—4690—88 Охрана почвы от загрязнения бытовыми и промышленными отходами
[5] МУ 5178—90 Методические указания по определению ртути в пищевых продуктах

УДК: 663.051:006.354 ОКС 67.220.20 Н91 ОКП 914560, 91 4561, 91 4562, 91 5430, 91 5431, 91 5432, 91 5434

Ключевые слова: ароматизаторы жидкие, эмульсионные, сухие, вкусоароматические вещества, классификация, показатели безопасности и качества, технические требования, методы контроля

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 28.05.2004. Подписано в печать 25.06.2004.. Усп.печ.л. 2,79. Уч.-изд.л. 2,40. Тираж 770 экз. С2684. Зак. 596.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер.. 14.
http://gost.e-ecolog.ru mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник". 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Изменение № 1 ГОСТ Р 52177—2003 Ароматизаторы пищевые. Общие технические условия

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.12.2007 № 464-ст

Дата введения — 2009—01—01

Наименование на английском языке. Заменить слово: «flavours» на «flavourings».

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на пищевые ароматизаторы, предназначенные для пищевой промышленности»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Требования, обеспечивающие безопасность пищевых ароматизаторов, изложены в 5.1.10 — 5.1.13 и 5.2, требования к качеству продукта — 5.1, требования к маркировке — 5.4».

Раздел 2. Первый абзац после слова «стандарты» дополнить словом: «и классификаторы»;

раздел 2 дополнить ссылкой:

«ГОСТ Р 51766 — 2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 52464 — 2005 Добавки вкусоароматические и пищевые ароматизаторы. Термины и определения».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52464».

Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«В зависимости от состава вкусоароматической части ароматизаторы подразделяют на:»;

примечание изложить в новой редакции:

«Примечание — Растворители-наполнители, носители-наполнители, пищевые добавки и пищевое сырье, входящие в состав ароматизатора, не определяют его тип».

Пункт 5.1.8 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 32)

«5.1.8 Объемная доля этилового спирта в жидких спиртосодержащих ароматизаторах должна соответствовать нормам, установленным в документе, в соответствии с которым изготавливают ароматизатор конкретного наименования.

Объемная доля 1,2-пропиленгликоля в жидких ароматизаторах является справочным показателем, который приводят в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования».

Пункт 5.1.10 изложить в новой редакции:

«5.1.10 Микробиологические показатели ароматизаторов не должны превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*»;

пункт 5.1.10 дополнить сноской:

«* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Пункт 5.1.11 изложить в новой редакции:

«5.1.11 Содержание токсичных элементов в ароматизаторах и бенз(а)пирена в коптильных ароматизаторах не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*»;

пункт 5.1.11 дополнить сноской:

«* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Пункт 5.1.12 изложить в новой редакции:

«5.1.12 Содержание металломагнитных примесей в сухих ароматизаторах должно быть не более 3 мг на 1 кг».

Пункт 5.1.13 изложить в новой редакции:

«5.1.13 Содержание биологически активных веществ: агариковой кислоты, алоина, бетаазарона, берберина, кумарина, синильной кислоты, гиперицина, пулегона, квассина, хинина, сафрола, изосафрола, сантонина, альфа-туйона и бета-туйона в ароматизаторах, изготовленных с использованием растительного ароматического сырья или экстрактов и эфирных масел, не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*»;

пункт 5.1.13 дополнить сноской:

«* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Пункт 5.1.14 исключить.

Пункт 5.2.1 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 33)

«5.2.1 Сырье по показателям безопасности должно соответствовать нормам, установленным нормативными правовыми актами Российской Федерации*;

пункт 5.2.1 дополнить сноской:

«*До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1] и [2]».

Пункт 5.2.2 изложить в новой редакции:

«5.2.2 Ингредиентный состав ароматизаторов, в том числе его вкусоароматической части, — в соответствии с требованиями, установленными нормативными правовыми актами Российской Федерации*;

пункт 5.2.2 дополнить сноской:

«*До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Подпункты 5.2.2.1, 5.2.2.2. Заменить слова: «разрешенные уполномоченным органом» на «использование которых обеспечивает качество и безопасность ароматизаторов».

Подпункты 5.3.1 (второй и последний абзацы), 5.3.3, 5.3.4. Заменить слова: «материала, разрешенного уполномоченным органом» на «материалов, использование которых в контакте с ароматизаторами обеспечивает их качество и безопасность».

Пункт 5.4.1. Первый абзац. Заменить слова: «единицу транспортной тары» на «упаковочную единицу»;

исключить абзац: «(массу брутто)»;

последний абзац. Исключить слова: «и надпись по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционнных знаков по ГОСТ Р 51474 и знаков, характеризующих вид опасности груза, — по ГОСТ 19433, указанных в документе, в соответствии с которым изготавливают ароматизатор конкретного наименования».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.4.2:

«5.4.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков по ГОСТ Р 51474 и знаков, характеризующих вид опасности груза по ГОСТ 19433, указанных в документе, в соответствии с которым изготавливают ароматизатор конкретного наименования».

Пункт 6.4. Заменить ссылку: [2] на [3].

Пункты 6.9, 6.10 исключить.

Пункт 7.7 изложить в новой редакции:

«7.7 Порядок и периодичность контроля за содержанием токсичных элементов, бенз(а)пирена, биологически активных веществ, а также за

(Продолжение см. с. 34)

микробиологическими показателями устанавливает изготовитель в программе производственного контроля».

Пункт 7.8. Заменить ссылку: 8.7 на 8.6.

Пункт 8.10. Исключить слово: «спиртосодержащих».

Пункт 8.13. Второй абзац изложить в новой редакции:

«мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ Р 51766»;

заменить ссылку: [5] на [4].

Пункт 8.17 исключить.

Раздел 10 изложить в новой редакции:

«10 Указания по применению

Область применения ароматизаторов и их максимальные дозировки в пищевых продуктах устанавливает изготовитель в соответствии с требованиями, установленными нормативными правовыми актами Российской Федерации*»;

раздел 10 дополнить сноской:

«*До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Приложение Б. Пункт Б.3.4. Последний абзац. Исключить ссылку: «по [8]».

Библиографию изложить в новой редакции:

«Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1293—03 Гигиенические требования по применению пищевых добавок»

[2] СанПиН 2.3.2.1078—2001 Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов

[3] ППБ-01—93 Правила пожарной безопасности в Российской Федерации

[4] МУ 5178—90 Методические указания по определению ртути в пищевых продуктах».

Библиографические данные. Ключевые слова изложить в новой редакции:

«Ключевые слова: ароматизаторы пищевые, классификация, показатели безопасности и качества, технические требования, методы контроля».

(ИУС № 6 2008 г.)

Изменение № 2 ГОСТ Р 52177—2003 Ароматизаторы пищевые. Общие технические условия

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.11.2010 № 662-ст

Дата введения 2012—01—01

Раздел 2. Исключить ссылки:

«ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 30518—97/ГОСТ Р 50474—93 Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий)

ГОСТ 30519—97/ГОСТ Р 50480—93 Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) выполнения измерений

ГОСТ Р 52814—2007 (ИСО 6579:2002) Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella

ГОСТ Р 52816—2007 Продукты пищевые. Метод выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий)»;

для ГОСТ Р 51760—2001 наименование после слова «потребительская» дополнить словом: «полимерная».

Пункт 4.2 исключить.

Пункты 5.1.8, 5.1.13 изложить в новой редакции:

«5.1.8 Объемная доля этилового спирта в жидких спиртосодержащих ароматизаторах должна соответствовать нормам, установленным в документе, в соответствии с которым изготавливают ароматизатор конкретного наименования.

Примечание – Объемная доля этилового спирта является обязательным показателем для ароматизаторов с объемной долей этилового спирта более 1,5 %.

5.1.13 Содержание нормируемых биологически активных веществ в ароматизаторах, изготовленных с использованием растительного ароматического сырья или экстрактов и эфирных масел, не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации».

Пункт 5.4.1. Пятый абзац исключить;

дополнить абзацем:

«массу брутто».

Пункт 7.1. Пятый абзац исключить.

Пункт 8.10 исключить.

Пункт 8.12. Заменить ссылку: ГОСТ 30518 на ГОСТ Р 52816, ГОСТ 30519 на ГОСТ Р 52814.

Приложение Б. Пункт Б.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«- весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,0015 г».

Приложить В исключить.

Библиография. Позицию [1] изложить в новой редакции:

«[1] СанПиН 2.3.2.1293—03 Гигиенические требования по применению пищевых добавок (с дополнениями и изменениями)».

(ИУС № 6 2011 г.)

Изменение № 1 ГОСТ Р 52177—2003 Ароматизаторы пищевые. Общие технические условия

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.12.2007 № 464-ст

Дата введения — 2009—01—01

Наименование на английском языке. Заменить слово: «flavours» на «flavourings».

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на пищевые ароматизаторы, предназначенные для пищевой промышленности»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Требования, обеспечивающие безопасность пищевых ароматизаторов, изложены в 5.1.10 — 5.1.13 и 5.2, требования к качеству продукта — 5.1, требования к маркировке — 5.4».

Раздел 2. Первый абзац после слова «стандарты» дополнить словом: «и классификаторы»;

раздел 2 дополнить ссылкой:

«ГОСТ Р 51766 — 2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 52464 — 2005 Добавки вкусоароматические и пищевые ароматизаторы. Термины и определения».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52464».

Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«В зависимости от состава вкусоароматической части ароматизаторы подразделяют на:»;

примечание изложить в новой редакции:

«Примечание — Растворители-наполнители, носители-наполнители, пищевые добавки и пищевое сырье, входящие в состав ароматизатора, не определяют его тип».

Пункт 5.1.8 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 32)

«5.1.8 Объемная доля этилового спирта в жидких спиртосодержащих ароматизаторах должна соответствовать нормам, установленным в документе, в соответствии с которым изготавливают ароматизатор конкретного наименования.

Объемная доля 1,2-пропиленгликоля в жидких ароматизаторах является справочным показателем, который приводят в документе, в соответствии с которым изготовляют ароматизатор конкретного наименования».

Пункт 5.1.10 изложить в новой редакции:

«5.1.10 Микробиологические показатели ароматизаторов не должны превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*»;

пункт 5.1.10 дополнить сноской:

«* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Пункт 5.1.11 изложить в новой редакции:

«5.1.11 Содержание токсичных элементов в ароматизаторах и бенз(а)пирена в коптильных ароматизаторах не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*»;

пункт 5.1.11 дополнить сноской:

«* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Пункт 5.1.12 изложить в новой редакции:

«5.1.12 Содержание металломагнитных примесей в сухих ароматизаторах должно быть не более 3 мг на 1 кг».

Пункт 5.1.13 изложить в новой редакции:

«5.1.13 Содержание биологически активных веществ: агариковой кислоты, алоина, бетаазарона, берберина, кумарина, синильной кислоты, гиперицина, пулегона, квассина, хинина, сафрола, изосафрола, сантонина, альфа-туйона и бета-туйона в ароматизаторах, изготовленных с использованием растительного ароматического сырья или экстрактов и эфирных масел, не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*»;

пункт 5.1.13 дополнить сноской:

«* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Пункт 5.1.14 исключить.

Пункт 5.2.1 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 33)

«5.2.1 Сырье по показателям безопасности должно соответствовать нормам, установленным нормативными правовыми актами Российской Федерации*;

пункт 5.2.1 дополнить сноской:

«*До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1] и [2]».

Пункт 5.2.2 изложить в новой редакции:

«5.2.2 Ингредиентный состав ароматизаторов, в том числе его вкусоароматической части, — в соответствии с требованиями, установленными нормативными правовыми актами Российской Федерации*;

пункт 5.2.2 дополнить сноской:

«*До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Подпункты 5.2.2.1, 5.2.2.2. Заменить слова: «разрешенные уполномоченным органом» на «использование которых обеспечивает качество и безопасность ароматизаторов».

Подпункты 5.3.1 (второй и последний абзацы), 5.3.3, 5.3.4. Заменить слова: «материала, разрешенного уполномоченным органом» на «материалов, использование которых в контакте с ароматизаторами обеспечивает их качество и безопасность».

Пункт 5.4.1. Первый абзац. Заменить слова: «единицу транспортной тары» на «упаковочную единицу»;

исключить абзац: «(массу брутто)»;

последний абзац. Исключить слова: «и надпись по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционнных знаков по ГОСТ Р 51474 и знаков, характеризующих вид опасности груза, — по ГОСТ 19433, указанных в документе, в соответствии с которым изготавливают ароматизатор конкретного наименования».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.4.2:

«5.4.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков по ГОСТ Р 51474 и знаков, характеризующих вид опасности груза по ГОСТ 19433, указанных в документе, в соответствии с которым изготавливают ароматизатор конкретного наименования».

Пункт 6.4. Заменить ссылку: [2] на [3].

Пункты 6.9, 6.10 исключить.

Пункт 7.7 изложить в новой редакции:

«7.7 Порядок и периодичность контроля за содержанием токсичных элементов, бенз(а)пирена, биологически активных веществ, а также за

(Продолжение см. с. 34)

микробиологическими показателями устанавливает изготовитель в программе производственного контроля».

Пункт 7.8. Заменить ссылку: 8.7 на 8.6.

Пункт 8.10. Исключить слово: «спиртосодержащих».

Пункт 8.13. Второй абзац изложить в новой редакции:

«мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ Р 51766»;

заменить ссылку: [5] на [4].

Пункт 8.17 исключить.

Раздел 10 изложить в новой редакции:

«10 Указания по применению

Область применения ароматизаторов и их максимальные дозировки в пищевых продуктах устанавливает изготовитель в соответствии с требованиями, установленными нормативными правовыми актами Российской Федерации*»;

раздел 10 дополнить сноской:

«*До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]».

Приложение Б. Пункт Б.3.4. Последний абзац. Исключить ссылку: «по [8]».

Библиографию изложить в новой редакции:

«Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1293—03 Гигиенические требования по применению пищевых добавок»

[2] СанПиН 2.3.2.1078—2001 Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов

[3] ППБ-01—93 Правила пожарной безопасности в Российской Федерации

[4] МУ 5178—90 Методические указания по определению ртути в пищевых продуктах».

Библиографические данные. Ключевые слова изложить в новой редакции:

«Ключевые слова: ароматизаторы пищевые, классификация, показатели безопасности и качества, технические требования, методы контроля».

(ИУС № 6 2008 г.)

Изменение № 2 ГОСТ Р 52177—2003 Ароматизаторы пищевые. Общие технические условия

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.11.2010 № 662-ст

Дата введения 2012—01—01

Раздел 2. Исключить ссылки:

«ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 30518—97/ГОСТ Р 50474—93 Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий)

ГОСТ 30519—97/ГОСТ Р 50480—93 Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) выполнения измерений

ГОСТ Р 52814—2007 (ИСО 6579:2002) Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella

ГОСТ Р 52816—2007 Продукты пищевые. Метод выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий)»;

для ГОСТ Р 51760—2001 наименование после слова «потребительская» дополнить словом: «полимерная».

Пункт 4.2 исключить.

Пункты 5.1.8, 5.1.13 изложить в новой редакции:

«5.1.8 Объемная доля этилового спирта в жидких спиртосодержащих ароматизаторах должна соответствовать нормам, установленным в документе, в соответствии с которым изготавливают ароматизатор конкретного наименования.

Примечание – Объемная доля этилового спирта является обязательным показателем для ароматизаторов с объемной долей этилового спирта более 1,5 %.

5.1.13 Содержание нормируемых биологически активных веществ в ароматизаторах, изготовленных с использованием растительного ароматического сырья или экстрактов и эфирных масел, не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации».

Пункт 5.4.1. Пятый абзац исключить;

дополнить абзацем:

«массу брутто».

Пункт 7.1. Пятый абзац исключить.

Пункт 8.10 исключить.

Пункт 8.12. Заменить ссылку: ГОСТ 30518 на ГОСТ Р 52816, ГОСТ 30519 на ГОСТ Р 52814.

Приложение Б. Пункт Б.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«- весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,0015 г».

Приложить В исключить.

Библиография. Позицию [1] изложить в новой редакции:

«[1] СанПиН 2.3.2.1293—03 Гигиенические требования по применению пищевых добавок (с дополнениями и изменениями)».

(ИУС № 6 2011 г.)

gost.e-ecolog.ru