



FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS
ORGANISATION DES NATIONS UNIES POUR L'ALIMENTATION ET L'AGRICULTURE
ORGANIZACION DE LAS NACIONES UNIDAS PARA LA AGRICULTURA Y LA ALIMENTACION
Rome, Viale delle Terme di Caracalla. Cables: FOODAGRI, Rome. Tel. 5797



WORLD HEALTH ORGANIZATION
ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTÉ
1211 Genève 27, Avenue Appia. Câbles: UNISANTE, Genève. Tél. 34 60 61

ALINORM 68/23
SP 10/101 - 3^{er} Período
de Sesiones
Original: inglés
noviembre 1967

COMISION CONJUNTA FAO/OMS DEL CODEX ALIMENTARIUS
Quinto Período de Sesiones, Roma, 20 de febrero - 1 de marzo de 1968

INFORME DEL TERCER PERIODO DE SESIONES

DEL

COMITE DEL CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Berlín, República Federal de Alemania
24-27 de octubre de 1967

SUMARIO

	<u>Párrafo</u>
<u>Introducción</u>	1
<u>Observaciones sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras</u>	2
<u>Métodos de Análisis para la miel</u>	3
Modificaciones	4
Almidón patrón	5
Métodos para la clasificación del color	6
Omisión de los puntos 6,7,8	7
<u>Métodos de Análisis para azúcares</u>	8
Métodos propuestos	9 Apéndice III
<u>Métodos de Análisis para Aceites y Grasas</u>	10
Métodos propuestos	11 Apéndice IV
<u>Métodos de Análisis y Toma de Muestras para Frutas y Hortalizas</u> <u>Elaboradas</u>	12
Métodos propuestos	13 Apéndice V
Planes de toma de muestras propuestos para evaluar la calidad de frutas y hortalizas elaboradas	14 Apéndice VI
<u>Métodos de Análisis para Productos de cacao y chocolate</u>	16,17
<u>Métodos de Análisis para Zumos de frutas</u>	18,19
<u>Métodos de Análisis para Sustancias conservadoras</u>	20
Acido fórmico	21
Acido parahidroxibenzoico	21
Bióxido de azufre	22
Lista de métodos	23 Apéndice VII
<u>Métodos de Análisis para antioxidantes</u>	24
Lista de métodos	25 Apéndice VIII
<u>Técnicas de toma de muestras</u>	26,27,28 Apé. IX
<u>Trimetilamina</u>	29
<u>Preparaciones enzimáticas</u>	30,31
<u>Plan normalizado</u>	32,33
<u>Indice proyectado</u>	34

	<u>Parrafo</u>
<u>Colecciones internacionales de Métodos de análisis y Organizaciones que se ocupan de los mismos</u>	35
<u>Trabajo futuro</u>	36
<u>Otras cuestiones</u>	
Métodos para la detección y determinación de colores en alimentos	37
Métodos de arbitraje	38
Principios generales para Métodos de Análisis del Codex	39
<u>Fecha y lugar del próximo Período de sesiones</u>	40

INFORME DEL TERCER PERIODO DE SESIONES

DEL

COMITE DEL CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Berlín, 24-27 octubre 1967

INTRODUCCION

1. El Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras celebró su tercer período de sesiones del 24 al 27 de octubre de 1967 en Berlín bajo la presidencia del Profesor Dr. R. Franck. Asistieron 53 delegados y observadores en representación de 22 países y 9 organizaciones internacionales. Se adoptó el Programa Provisional Revisado y se convino en que no se nombrase ningún ponente, y en que el proyecto de informe se preparase por la Secretaría. La Lista de participantes figura como Apéndice 1 de este Informe; la Lista de Documentos de que disponía el Comité, como Apéndice 2.

OBSERVACIONES SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS

2. El Comité convino en que las observaciones formuladas por los gobiernos sobre los métodos de análisis propuestos deberían enviarse siempre directamente al Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras. Se consideró que esto resultaría conveniente y facilitaría sus tareas. a/

METODOS DE ANALISIS PARA LA MIEL

3. El Comité disponía del documento "Miel: Métodos de análisis" (Apéndice 4 de ALINORM 66/23), que se había distribuido entre los gobiernos, y de las observaciones al mismo. Se examinaron detalladamente los métodos de análisis para la miel y fueron refrendados por el Comité, con ligeras modificaciones, de modo que pudiera disponerse de métodos apropiados para la Norma sobre la Miel de acuerdo con los conocimientos actuales. Sin embargo, esto no prejuzgaría nuevos perfeccionamientos de los métodos y el Comité seguiría realizando sus trabajos en este sector. En relación con esta cuestión, se trató de los siguientes temas:

- (a) Se hizo notar al Comité que se disponía de métodos enzimáticos y cromatográficos de análisis que permitían diferenciar entre los diversos azúcares presentes en la miel. Es importante saber a este respecto qué azúcares son de interés particular en la descripción de la miel. La delegación de Francia convino en preparar un trabajo para el próximo

a/ Las observaciones deben enviarse a la Secretaría del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras con una copia al Jefe del Programa de Normas Alimentarias FAO/OMS, FAO, Roma, de modo que puedan disponer de ellas antes de finales de junio de 1968.

período de sesiones de este Comité sobre la determinación de azúcares en miel por cromatografía gaseosa. Análogamente, el representante de APIMONDIA se encargó de preparar un trabajo sobre el análisis enzimático de azúcares en miel.

(b) Teniendo en cuenta el hecho de que se mencionan en la norma varios tipos de miel, el Comité consideró conveniente emplear un método, tal como el análisis de polen, para la identificación de mieles y solicitó del representante de APIMONDIA que preparase un trabajo para el próximo período de sesiones de este Comité. Se señaló que este método tiene limitaciones, particularmente en el caso de las mieles multiflorales.

(c) La delegación de los Estados Unidos de América señaló que no se habían presentado observaciones oficiales sobre los métodos de análisis para miel en el Trámite 3 del Procedimiento, porque existía incertidumbre en cuanto a si la invitación a hacer observaciones oficiales era de carácter regional o de alcance mundial.

4. El Comité tomó decisiones sobre las modificaciones siguientes en el documento "Miel: Métodos de análisis" (Apéndice 4 de ALINORM 66/23):

(c) Contenido de humedad

Que se solicitase de la Secretaría la ampliación del Apéndice A (Tabla de Wedmore, 1955) para abarcar la nueva disposición para 23% de contenido de humedad.

(d) Contenido de sólidos insolubles en agua

Que el grado de finura del crisol de vidrio sinterizado debería ser 15-40 micrones.

(e) Contenido de cenizas

Procedimiento

Que se modificase la segunda frase añadiendo al final "y rebosante".

(f) Acidez

Solicitar del representante de APIMONDIA que suministrara a la Secretaría de la Comisión del Codex Alimentarius el método de cálculo para incluirle en el método a finales de noviembre de 1967.

(h) Contenido de hidroximetilfurfuraldehído

Reactivos

1. Solución de ácido barbitúrico:

Que se suprimiera la primera frase y se modificase la segunda insertando "500 mg de ácido barbitúrico" después de "trasladar".

2. Solución de p-toluidina:

Que se modificase la penúltima frase añadiendo al final:
"durante 24 horas".

Que se modificase la última frase como sigue:

"Leer la extinción de la muestra contra la muestra en blanco a 550 nm empleando una cubeta de 1 cm inmediatamente después de haber alcanzado el valor máximo".

Procedimiento

Que se modificase la primera frase de modo que se leyera:

"Pesar 10 g de muestra de miel y disolver, sin calentar, en 20 ml de agua destilada, previamente liberada de oxígeno por ebullición y paso a través de la misma de una corriente de nitrógeno".

Se mencionó a este respecto que se disponía de otro método basado en la determinación por espectrofotometría UV, y el Comité solicitó de la delegación de los Países Bajos que proporcionara la descripción de este método y que informase sobre su idoneidad en el próximo período de sesiones de este Comité.

5. En los que se refiere al empleo de un almidón patrón para la determinación del índice diastático, el Comité recomendó que la FAO estudiase la posibilidad de crear un stock de productos químicos patrón, tal como almidón patrón y colores alimentarios permitidos, para uso en ensayos comparativos.

6. Se señaló que se disponía de métodos para la clasificación del color de la miel. Sin embargo, el Comité opinó que no debía emprenderse en este momento el establecimiento de un método normalizado de análisis para este fin, puesto que no había especificaciones para la clasificación del color en la Norma para la miel.

7. El Comité refrendó que los métodos de análisis para la miel, tal como se habían modificado, se enviasen a la Comisión en el Trámite 5 del Procedimiento para la Elaboración de Normas del Codex. Como, en opinión del Comité, los métodos refrendados de análisis para miel pueden considerarse ahora como indiscutibles dentro del marco de la Norma Regional Europea, se recomendó que la Comisión del Codex Alimentarius estudiara la omisión de los puntos 6,7 y 8 y enviara los métodos modificados a los gobiernos para aprobación final. Se solicitó de la Secretaría de la Comisión que preparase un documento de trabajo para que la Comisión fijara estos métodos en el esquema adoptado para métodos normalizados de análisis de alimentos.

METODOS DE ANALISIS PARA AZUCARES

8. El Comité disponía del Informe del Cuarto Período de Sesiones del Comité del Codex sobre azúcares que contiene los métodos de análisis propuestos (Apéndice X de ALINORM 68/21). Durante la discusión surgieron las siguientes cuestiones:

- (a) Se informó al Comité que no había métodos de análisis convenidos para la determinación de turbidez de soluciones de azúcar y materias extrañas insolubles en azúcares, y que el Comité del Codex sobre Azúcares consideraba que estos dos criterios eran importantes.
- (b) Con el fin de abarcar jarabe de glucosa y jarabe de glucosa desecado conteniendo los máximos niveles permitidos de bióxido de azufre, el Comité convino en añadir bajo "Método" y "Precisión", respectivamente (p. 22, ALINORM 68/21, Apéndice X): hasta 600 mg/kg, solución de ensayo 0,5 g/100 ml \pm 20 mg/kg.
- (c) En lo que se refiere a una propuesta para emplear el método de Monzier-Williams para la determinación de bióxido de azufre en azúcares, el representante de ICUMSA informó al Comité que este método no había dado resultados satisfactorios en el caso de azúcares de alta calidad.

En el caso de la determinación de bióxido de azufre en los productos de transformación del almidón, varias delegaciones opinaron que el método de Carruthers debería ser sustituido por la modificación Tanner del método Monzier-Williams.

- (d) El representante de ICUMSA explicó que, en el caso de las propuestas del Comité del Codex sobre Azúcares, el término "Precisión" reflejaba la diferencia máxima entre los resultados obtenidos en diferentes laboratorios sobre la misma muestra (véase también el párrafo 32).
- (e) Se hizo notar al Comité que el Comité del Codex sobre Aditivos alimentarios había solicitado que se diera preferencia al análisis de bióxido de azufre en alimentos en general (véase también párrafo 22).

9. El Comité refrendó las propuestas contenidas en el Apéndice III de este Informe y decidió invitar a los gobiernos que formularan observaciones en virtud del Trámite 3 del Procedimiento (véase nota al pie en la página 1).

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA ACEITES Y GRASAS

10. El Comité disponía de un documento de trabajo (Codex-Aceites y Grasas/40) preparado por la Secretaría del Comité del Codex sobre Aceites y Grasas que contiene referencias, fundamentos de los métodos, expresiones de los resultados y observaciones sobre métodos de análisis para aceites comestibles, manteca y grasa de cerdo fundida, premier jus y sebo comestible, margarina y aceite de oliva, propuestos por dicho Comité. Durante la discusión surgieron los puntos siguientes:

- (a) El representante del Consejo Oleícola Internacional (COI) informó al Comité que los métodos a que se hace referencia en el trabajo arriba citado habían sido cuidadosamente estudiados, comentados, adoptados y puestos en práctica comercial por los países miembros del COI. El Comité tomó nota de la solicitud del representante del COI y del delegado de España en el sentido de que, en vista de la fase avanzada en que se encontraban estos métodos, la Comisión del Codex Alimentarius debería considerarlos por separado.

- (b) La delegación de los Estados Unidos de América llamó la atención del Comité sobre el hecho de que, en su país, los métodos de análisis para margarina seguían los empleados para la mantequilla, algunos de los cuales se están considerando y finalizando actualmente por el Comité Conjunto FAO/OMS de Expertos Gubernamentales sobre el Código de Principios referentes a Leche y Productos Lácteos. La Secretaría confirmó esta manifestación y se encargó de poner al día las referencias pertinentes.
- (c) El Comité convino en que deberían aplicarse métodos científicos siempre que se hiciera referencia a criterios organolépticos (sensoriales) en las Normas; recomendó que deberían estipularse métodos según fuesen estando disponibles. El Comité hizo observar también que la ISO había establecido un grupo de trabajo encargado de este asunto.
11. El Comité refrendó las propuestas contenidas en el Apéndice IV de este Informe para que los gobiernos formularan observaciones en virtud del Trámite 3 del Procedimiento (véase nota al pie en la página 1).

MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS PARA FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

12. El Comité disponía del Informe del Cuarto Período de Sesiones del Comité del Codex sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas (ALINORM 68/20) conteniendo propuestas para la determinación de pesos escurridos, para mediciones de jarabe y para ensayos de vetas fuertes, etc. Durante la discusión de estos métodos, se deliberó sobre los puntos siguientes:
- (a) En lo que se refiere a la determinación de peso escurrido, el Comité hizo notar que las especificaciones pertinentes en la norma se basaban sobre este método y que, por tanto, no debían separarse.
- (b) Se señaló que no se disponía de detalles referentes a los ensayos de vetas fuertes. Se solicitó de la delegación de los Estados Unidos de América que proporcionara estos detalles y los presentase en el próximo período de sesiones de este Comité.
- (c) El Comité hizo notar que el tamiz para la determinación de peso escurrido era un tamiz a base de pulgadas, que podría no ser fácilmente asequible en países que siguen el sistema métrico. Se recalcó que, de acuerdo con una decisión de la Comisión en su último período de sesiones, las mediciones deberían basarse siempre en el sistema métrico.
13. El Comité refrendó los métodos anteriores (véase Apéndice V de este Informe) con las observaciones indicadas arriba, e invitó a los gobiernos a que formularan observaciones en virtud del Trámite 3 del Procedimiento, teniendo presente el punto (a) suscitado arriba (véase nota al pie de la página 1).
14. Se discutió el documento SP 10/70-SP, "Planes propuestos de Toma de Muestras para Frutas y Hortalizas Elaboradas incluyendo Alimentos Congelados" pero el Comité convino en que debería cambiarse el título por "Planes propuestos de Toma de Muestras para Evaluar la Calidad de Frutas y Hortalizas Elaboradas" para aclarar que los planes están limitados a la evaluación de la calidad.

15. El Comité refrendó los planes de toma de muestras anteriores tal como se modificaron (véase Apéndice VI de este Informe) a la luz de las observaciones gubernamentales, y decidió que deberían someterse a la Comisión del Codex Alimentarius en virtud del Trámite 5 del Procedimiento.

METODOS DE ANALISIS PARA PRODUCTOS DE CACAO Y CHOCOLATE

16. El Comité consideró la "Sinopsis comparativa de los Métodos Internacionales de Análisis de Productos de Cacao y Chocolate" (Codex ANALYS/67-3) que se distribuyó a los gobiernos para que formularan observaciones, así como referencias a los métodos de análisis para manteca de cacao contenidas en el Informe del Quinto Período de Sesiones del Comité del Codex sobre Productos de Cacao y Chocolate (ALINORM 68/10, Apéndice II, páginas 4 y 5).

17. El Comité convino en que los métodos mencionados arriba, junto con las observaciones compiladas recibidas de los gobiernos, se trasladaran al Comité del Codex sobre Productos de Cacao y Chocolate. El representante de la COI indicó que este organismo prepararía un documento de trabajo basado en la sinopsis y las observaciones gubernamentales compiladas y recomendaría métodos de análisis para el próximo período de sesiones del Comité del Codex sobre Productos de Cacao y Chocolate, con la ayuda de expertos interesados en materia, de manera que dicho Comité del Codex pudiera hacer propuestas firmes.

METODOS DE ANALISIS PARA ZUMOS DE FRUTAS

18. El Comité disponía de la "Sinopsis de Métodos de Análisis para Zumos de Frutas", Codex ANALYS/67-2, y observaciones de los gobiernos, delegaciones y organizaciones internacionales recibidas por este Comité, e hizo notar lo siguiente:

- (a) que no se mencionaban en la sinopsis métodos de análisis para arsénico, y
- (b) que el Grupo Conjunto de Expertos CEPE/Codex sobre Zumos de Frutas debería estudiar métodos para la determinación de la concentración de zumos de frutas.

19. El Comité convino en que las propuestas contenidas en la sinopsis, junto con un extracto comparativo de observaciones gubernamentales presentadas a esta reunión y cualquier otra observación recibida de los gobiernos antes de 31 de diciembre 1967, se remitiese al próximo período de sesiones de este Comité para estudio adicional. El extracto comparativo de todas las observaciones gubernamentales se pondrá a disposición también del próximo período de sesiones del Grupo Conjunto CEPE/Codex de Expertos en Zumos de Frutas.

METODOS DE ANALISIS PARA SUSTANCIAS CONSERVADORAS

20. El Comité disponía de un documento de trabajo sobre los métodos de análisis para sustancias conservadoras en varios alimentos preparado por la delegación de los Países Bajos (Codex/ANALYS/67-10) conteniendo referencias para la determinación de dióxido de azufre, ácido sórbico, nitratos, nitritos y ácido benzoico.

21. Algunas delegaciones opinaron que la elaboración de métodos de análisis para ácido fórmico y ácido parahidroxibenzoico y sus ésteres sería también importante. La delegación del Reino Unido llamó la atención del Comité sobre el peligro para la salud que implicaba el uso del reactivo alfa-naftilamina en la determinación de nitritos en carnes y productos cárnicos.

22. En contestación a una solicitud del Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios (ALINORM 68/12, párrafo 73), el Comité opinaba que debería recomendarse el método de Tanner como útil para la determinación de bióxido de azufre en varios alimentos. El Comité basó su opinión en el párrafo I.2 del documento de trabajo Codex ANALYS/67-10.

23. Se solicitó de los Comités de Productos que formularan observaciones sobre la aplicabilidad de los métodos mencionados en el trabajo anterior (véase Apéndice VII de este Informe) a las normas de productos en cuestión. El Comité convino también en invitar a los gobiernos y organizaciones internacionales interesadas a que formularan observaciones (véase nota al pie en la página 1). La Secretaría señaló que el Comité de Expertos Gubernamentales sobre Leche y Productos Lácteos estudiaría el método de determinación de nitritos en leche y productos lácteos y las observaciones gubernamentales sobre el mismo.

METODOS DE ANALISIS PARA ANTIOXIDANTES

24. El Comité disponía de un documento de trabajo sobre los métodos de análisis para antioxidantes en varios alimentos, preparado por la delegación de los Países Bajos (Codex/ANALYS/67-8), conteniendo referencias para la determinación de galatos, HAB y HTB.

25. Se solicitó de los Comités de Productos que hicieran sus observaciones sobre la aplicabilidad de los métodos mencionados en el documento anterior (véase Apéndice VIII de este Informe) a las normas de productos en cuestión. El Comité convino también en invitar a los gobiernos y organizaciones internacionales interesadas a que formularan observaciones (véase nota al pie en la página 1). La Secretaría señaló que el Comité de Expertos gubernamentales sobre Leche y Productos Lácteos estudiaría el método de determinación de galatos en leche en polvo y las observaciones gubernamentales sobre el mismo.

TECNICA DE TOMA DE MUESTRAS

26. El Comité disponía de un Proyecto de Norma Provisional para el procedimiento técnico de toma de muestras de alimentos, preparado por la delegación de la República Federal de Alemania (SP 10/101, Codex/ANALYS/67-5) que se basa en el método del Código de Principios referentes a Leche y Productos Lácteos. Como este método se ha reeditado, el Comité convino en que el presente documento debería revisarse también de acuerdo con esto.

27. La delegación de Polonia propuso que se recomendasen temperaturas para el almacenamiento de las muestras de ensayo de alimentos de congelación profunda. La delegación de los Estados Unidos de América propuso que el documento se ampliara para incluir un procedimiento técnico para la toma de muestras de alimentos congelados. La delegación de Australia recomendó que, en el párrafo 1.3 que trata del informe de toma de muestras, se incluyera una disposición referente a la "historia del rociado" de muestras para análisis de residuos plaguicidas.

28. El Comité disponía también de una nota preparada por la delegación de Canadá sobre el asunto de la toma de muestras. Como este documento se recibió demasiado tarde para su distribución adecuada, se convino en que debería presentarse de nuevo al Comité en su próximo período de sesiones, y que el documento reeditado preparado por la delegación de la República Federal de Alemania (véase Apéndice IX de este Informe) se presentase a los Comités de Productos del Codex y gobiernos para que formularan observaciones en virtud del Trámite 3 del Procedimiento (véase nota al pie de la página 1).

TRIMETILAMINA

29. A falta de un documento de trabajo, se trató de esta cuestión sólo brevemente. Como se habían expresado dudas en cuanto a la utilidad de la trimetilamina como indicación de la evaluación de la calidad del pescado a un nivel internacional, el Comité decidió esperar a disponer de más información del Comité del Codex sobre Pescado y Productos Pesqueros. La delegación de los Estados Unidos de América llamó la atención sobre los métodos AOAC para determinación de ácidos volátiles, y la delegación de la República Federal de Alemania llamó la atención sobre un método de análisis para trimetilamina junto con óxido de trimetilamina. El Comité solicitó que se pusieran a disposición de la delegación de Canadá para información.

PREPARACIONES ENZIMATICAS

30. La delegación de la República Federal de Alemania dio un informe oral del trabajo en marcha sobre la compilación de métodos de análisis para preparaciones enzimáticas comerciales. Se ha recogido material útil en colaboración con los EE.UU. Sin embargo, este no era todavía suficiente para hacer propuestas definidas para métodos. Se señaló que el Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios sólo había desarrollado hasta ahora el primer proyecto de una norma general para preparaciones enzimáticas comerciales sin referencia a enzimas individuales que necesitaran métodos de análisis. Por tanto, no se consideraba urgente desarrollar métodos para enzimas individuales.

Se solicitó de la delegación de la República Federal de Alemania y de la delegación de los Estados Unidos de América que continuaran sus trabajos sobre esta cuestión e hicieran propuestas definidas cuando se les solicitara así por el Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios.

31. Se informó al Comité que el Comité Conjunto de Expertos FAO/OMS en Aditivos Alimentarios se ocuparía de los enzimas en una de sus próximas reuniones. También se mencionó que el Grupo Conjunto CEPE/Codex Alimentarius de Expertos en Zumos de Frutas había incluido los enzimas de filtración en sus normas, lo cual podría exigir un método de análisis para estos enzimas. La delegación de la República Federal de Alemania señaló que, de momento, no podría proponerse ningún método.

PLAN NORMALIZADO

32. El Comité disponía del Plan de Normas para un Método Normalizado de Análisis de alimentos (Apéndice 3 de ALINORM 66/23) y de las observaciones recibidas de varios gobiernos. Durante la discusión el Comité señaló que sería conveniente definir con exactitud los términos empleados con respecto a sensibilidad, reproducibilidad, repetibilidad, etc. de métodos de análisis y esbozar notas explicativas para el Plan Normalizado. Además, se mencionó que serían útiles las disposiciones para la inclusión de citas bibliográficas sobre detalles de los métodos.

33. El Comité decidió que el Plan Normalizado se mantuviera en el Trámite 4, y solicitó de la delegación del Reino Unido que esbozara estas notas explicativas teniendo en cuenta la Recomendación ISO R 78, así como otros documentos de ISO sobre esta cuestión y las observaciones recibidas de los gobiernos para estudio en el próximo período de sesiones de este Comité. También se tendría en cuenta las observaciones de que pudiera disponer la delegación del Reino Unido para 31 de diciembre de 1967.

INDICE PROYECTADO (para los Métodos de Análisis del Codex Alimentarius)

34. La delegación de Polonia informó al Comité que las observaciones sobre el documento Codex/ANALYS/66-5, presentado al último período de sesiones de este Comité, sólo se habían recibido de la delegación del Reino Unido. El Comité decidió solicitar de los gobiernos que formularan observaciones, incluyendo las referentes a los métodos organolépticos, y solicitar de la delegación de Polonia que preparase una nota explicativa para adjuntar al índice proyectado. a/

COLECCIONES INTERNACIONALES DE METODOS DE ANALISIS Y ORGANIZACIONES QUE SE OCUPAN DE LOS MISMOS

35. El Comité disponía del documento SP 10/101, Bibliografía Codex/ANALYS/66-4 Corr. "Colecciones internacionales de Métodos de análisis, Métodos de análisis legalmente codificados y Organizaciones relacionadas con los mismos". Se señaló que deberían enviar nuevas modificaciones a la Secretaría de este Comité y que, de vez en cuando, se distribuyeran las adiciones para información de los gobiernos. El Comité sugirió que, a su debido tiempo, se publicase una bibliografía revisada y que la Secretaría de la Comisión explorase la posibilidad de que la FAO publicase dicho documento.

TRABAJO FUTURO

36. El Comité convino en que, a causa del abundante trabajo que estaba ya en estudio y del que se esperaba de los Comités de Productos del Codex, no debería iniciarse en este momento ningún otro trabajo sobre métodos normalizados de análisis y toma de muestras.

OTRAS CUESTIONES

37. Métodos para la detección y determinación de colores en alimentos

La delegación del Reino Unido informó al Comité que en el momento actual no era posible preparar un documento sobre los métodos de análisis de colores, pero que se presentaría dicho documento al próximo período de sesiones de este Comité. A este respecto, se señaló que los países del Benelux disponían de métodos elaborados para la detección de colores en alimentos, y la delegación de los Países Bajos se encargó de poner este material a la disposición del Reino Unido. Durante la reunión, la delegación de Francia puso a la disposición

a/ Nota de la Secretaría: Los documentos en cuestión junto con las notas explicativas se distribuirán a su debido tiempo. Se ruega que las observaciones se envíen al Profesor St. Krauze (véase Lista de Participantes, Apéndice I).

de la delegación del Reino Unido un documento sobre el aislamiento y la identificación de colores alimentarios en los alimentos. Se dio por entendido que el análisis de colores alimentarios, como tal, era de la responsabilidad del Comité Conjunto de Expertos FAO/OMS en Aditivos Alimentarios. El Comité consideró que, en lo que se refiere a colores alimentarios no permitidos, serían suficientes en este momento los métodos cualitativos de detección. En cuanto a las prioridades para la elaboración de métodos de análisis de colores, la delegación de Polonia sugirió que deberían tenerse en cuenta los colores que se habían aprobado en alimentos en Trámites avanzados del Procedimiento por el Comité del Codex sobre Aditivos alimentarios, y la lista provisional de Colores alimentarios que se había distribuido entre los gobiernos para que formularan observaciones en virtud del Trámite 3.

38. Métodos de arbitraje

Se informó al Comité sobre una propuesta del Comité Ejecutivo referente a la cuestión de métodos de arbitraje y métodos alternados de análisis. Esta propuesta fue plenamente apoyada por este Comité. El Comité opinó que los métodos de análisis contenidos en el Codex Alimentarius deberían ser métodos de arbitraje. Si se hubiera demostrado que dos o más métodos eran equivalentes, podrían éstos considerarse como alternativos.

39. Principios generales de Métodos de Análisis del Codex

- (a) A propuesta de la delegación de los Estados Unidos de América, el Comité solicitó de la Secretaría de la Comisión que se preparase un documento de trabajo para el próximo período de sesiones de este Comité refundiendo todas las disposiciones, reglamentos, principios generales, etc. referentes al trabajo de este Comité y teniendo en cuenta la decisión de la Comisión sobre el establecimiento de Métodos de Análisis del Codex. A este respecto, debería también tenerse en cuenta el documento presentado por la delegación de los Estados Unidos de América.
- (b) El Comité opinó que sería útil someter estos principios generales también a los Comités de Productos, puesto que, entre otras cuestiones, figuraría en el documento la referencia al plan para los métodos de análisis.
- (c) Se hizo notar al Comité que en el plan adoptado deberían figurar métodos de análisis antes de ser estudiados por la Comisión del Codex Alimentarius (en el Trámite 5), de forma que los gobiernos tuvieran la oportunidad de estudiarlos en detalle antes de las reuniones de la Comisión.
- (d) Durante la elaboración de los Métodos de Análisis del Codex, los métodos propuestos deberían enviarse también a otras organizaciones ocupadas en estas cuestiones.

(Los párrafos 39 (b), (c) y (d) fueron redactados por la Secretaría a solicitud del Comité después de la adopción del Informe).

FECHA Y LUGAR DEL PROXIMO PERIODO DE SESIONES

40. El Presidente propuso que el próximo período de sesiones del Comité se celebrara en Berlín del 4 al 8 de noviembre de 1968.

LISTA DE PARTICIPANTES

Presidente: Professor Dr. R. Franck
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

AUSTRALIA

Mr. L. Martin
Principal Chemist
Commonwealth Laboratory
Department of Customs and Excise
Customs House II
William Street
Melbourne 3000, Victoria

AUSTRIA

Dr. H. Woidich
Lebensmittelversuchsanstalt
A 1190 Wien
Blaasstrasse 29

BELGICA

Mr. J. Gosselé, Ing. Chim.
Inspecteur de Laboratoire
Institut d'Hygiène
16, rue Jul Wytzman
Bruxelles 5

CHECOSLOVAQUIA (CSSR)

Prof. Dr. G. Janicek
Vice-President, Centre of
Agricultural and Food Research
Technical University of Chemistry
Faculty of Food Technology
Usovétskéškolg 5
Prague 4

DINAMARCA, FINLANDIA, NORUEGA y
SUECIA

Dr. J. Bielefeldt
Nordic Committee on Food Analysis
Mylius Erichsensallé 37
2900 Hellerup (Denmark)

Dr. H. Guthenberg
Head, Section for Chemical Analyses
of Foods
Department of Food Hygiene
National Institute of Public Health
Stockholm 60 (Sweden)

REPUBLICA FEDERAL DE ALEMANIA

Mr. H. P. Mollenhauer
Regierungsdirektor im Bundesministerium
für Gesundheitswesen
532 Bad Godesberg
Deutschherrenstr. 87

REPUBLICA FEDERAL DE ALEMANIA

Dr. Antonacopoulos
Institut für Biochemie und Technologie
der Bundesforschungsanstalt für
Fischerei Hamburg
2083 Halstenbek
Erlenweg 30

Dr. M. Depner
Regierungschemiedirektor des Staat-
lichen Chemischen Untersuchungsamtes
Wiesbaden
62 Wiesbaden
Hasengartenstr. 24

Mr. U. Haevecker
Milchwiss Institut der Technischen
Hochschule München Weihenstephan
8058 Erding-Klettham
Eichendorffstr. 6

Frau Dr. Ch. Junge
Wiss.Oberrätin im Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

Dr. H. Lange
Bundesverband der Deutschen
Süßwarenindustrie
6235 Okriftel-Main
Hattersheimer Str. 100

Frau Dr. R. Neussel
Regierungsdirektorin im Bundesministerium
für Gesundheitswesen
532 Bad Godesberg
Deutschherrenstr. 87

Prof. Dr. A. Seher
Bundesanstalt für Fettforschung
44 Münster (Westf.)
Piusallee 76

Dr. P. Vogel
Bund für Lebensmittelrecht und
Lebensmittelkunde
419 Kleve
Flandrische Str. 16

Dr. G. Vorwohl
Landesanstalt für Bienenkunde
7 Stuttgart-Hohenheim
Wolffstr. 60

FRANCIA

Mr. B. Saulnier
Vice Président de la Commission
Générale d'Unification des Méthodes
d'Analyse au Ministère de l'Agriculture
42 bis rue de Bourgogne
Paris 7ème

GHANA

Mr. K.K. Eyeson
Research Officer (Food Chemistry and
Analysis)
Food Research Institute
P.O. Box M 20
Accra

IRLANDA

Dr. P.P. Donovan
Public Analyst
Regional Department of Health
Galway

Dr. D. Dickinson
Head, Department of Biotechnology
Institute for Industrial Research
and Standards
Ballymon Road
Dublin 9

JAPON

Mr. S. Sunaga
Japan Trade Centre
535 Oxford Street
London W.1. (United Kingdom)

Mr. M. Matsuoka
Assistant Chief of Consumption
Economy Section
Ministry of Agriculture and Forestry
of Japan
2-1 Kasumigaski (Norinsho)
Tokyo

Mr. D. Niimura
Executive Director
The Japan Canned Food Inspection
Association
Kindai Bld. 11-3 Kyobashi Chuoku
Tokyo

MADAGASCAR

Ch. Randriamanana
Médecin-Nutritionniste
Médecin-Chef du Service de la
Nutrition Alimentation
Ministère de la Santé Publique
Vg 7 4 - Amparibe
Tananarive

PAISES BAJOS

Dr. P.L. Schuller
Head, Laboratory of Chemical Analysis
of Foodstuffs
Institute of Public Health
Sterrenbos 1
Utrecht

Dr. P.W.M. van der Weijden
Unilever
's Jacobplein 1
Rotterdam

POLONIA

Prof. St. Krauze
Lehrstuhl für Lebensmittelchemie
Ministerium für Gesundheitswesen
Przemyslowastr. 25
Warsaw

Dr. Kazmierczak
Chief of Laboratory
Ministry of Foreign Trade
Quality Inspection Office
Poznarn al.
Reymonta 11/13

Dipl.Ing. Zaboklicki
Chief of Section in Laboratory of
Food Control
Ministry of Foreign Trade
Quality Inspection Office
Warsaw, Stepinska 6

ESPAÑA

Mr. J. Carballo
Ing. Representante de Código
Alimentario español
Francisco Silvela 69
Madrid 6

SUIZA

Prof. Dr. O. Högl
Präsident, Schweiz Codex-Komitees
Codex Alimentarius
Taubenstr. 18
Berne

Dr. J.C. de Man
Chef, Laboratoire de Contrôle
Afico S.A.
1814 La Tour de Peilz

Dr. H. Rentschler
Adjoint à la Station Fédérale
d'Essais de Wädenswil
Station Fédérale d'Essais
Eidg. Versuchsanstalt
CH - 8820 Wädenswil

TAILANDIA

Prof. Y. Bunnag
Director-General
Department of Science
Ministry of Industry
Rama VI Road
Bangkok

REINO UNIDO

Mr. H.M. Goodall
Senior Executive Officer
Food Standards Branch
Ministry of Agriculture, Fisheries
and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
London S.W.1.

Mr. T.J. Coomes
Principal Scientific Officer
Ministry of Agriculture, Fisheries
and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
London S.W.1.

Dr. E. Egan
Superintendent
Food, Drugs and Agriculture Division
Laboratory of the Government Chemist
Cornwall House
Stamford Street
London S.W.1.

Dr. P.C. Young
Divisional Chief Technical Officer
British Standards Institution
2 Park Street,
London W.1

ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

Dr. W. Horwitz
Acting Deputy Director S-2
Bureau of Science
Food and Drug Administration
Washington D.C. 20204

Mr. Jean J. Mertens
Director, Overseas Department
National Canners Association (Washington)
52 Vooruitgangstraat
Brussels 1 (Belgium)

YUGOSLAVIA

Prof. Dr. B. Vajić
Miramarska 13 c
Zagreb
(Delegate of the Federal Council for
Health, Belgrade)

ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

APIMONDIA

Dr. H. Duisberg
Leiter des Instituts für Honingforschung
28 Bremen
Stresemannstr. 35
(Federal Republic of Germany)

Dr. Pourtallier
Chef de Service Chimique
Laboratoire de Recherches Vétérinaires
63 Ave. des Arènes
06 Nice (France)

COI

Dr. E.M. Rascovich
Chef du Service Technique
Conseil Oléicole International
10 Juan Bravo
Madrid (España)

EEC

Dr. Gaerner
Administrateur Principal
Commission des Communautés Européennes
Dir. Générale de l'Agriculture
129 rue Stévin
Bruxelles 4 (Belgium)

FAO

Dr. L.G. Lodomery
FAO/WHO Food Standards Program
FAO, Rome

Dr. F. Winkelmann
Dairy Officer (Standards)
Animal Production and Health Division
FAO, Rome

ICUMSA

Mr. D. Hibbert
British Sugar Corporation Ltd.
P.O. Box 35, Wharf Road
Peterborough (United Kingdom)

ISO

Mr. A. Kiklovicz
Technical Director
Hungarian Office for Standardization
ISO/TC/34 (Secretariat)
P.O. Box 24
Budapest 9 (Hungary)

Dr. W. Pöler
Geschäftsführer im Deutschen
Normenausschuss
Fachnormenausschuss Landwirtschaft
1 Berlin 30
Burggrafenstr. 7
(Federal Republic of Germany)

ISO (and IDF)

Dr. J.G. van Ginkel
Direktor Rijkzuivelstation
Rikszuivelstation
Vreewijkstraat 12 B
Leiden (Netherlands)

OICC

Dr. G.F. Schubiger
Président de la Commission des Experts
Office International du Cacao et du
Chocolat
Case Postale 88
1814 La Tour de Peilz (Switzerland)

OIV

Prof. P. Jaulmes
Professeur de Chimie Analytique et
de Toxicologie à la Faculté de
Pharmacie de Montpellier
Office International de la Vigne et
du Vin
11 rue Roquepine
Paris 8 (France)

Secretaría

Dr. W. Krönert
Wissenschaftlicher Oberrat im
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach
(Federal Republic of Germany)

LISTA DE DOCUMENTOS

1. ALINORM 66/23
(Codex/ANALYS/66-14) Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras, Informe del Segundo periodo de Sesiones
 2. ALINORM 66/4
SP 10/8-3er periodo de Sesiones Informe del Tercer periodo de Sesiones del Comité Coordinador para Europa
 3. ALINORM/MDS/66/14
 4. ALINORM 66/19 Proyecto de Norma provisional para la miel
 5. CL 1967-29
SP 10/101-Bibliografía
Codex/ANALYS/66-4 Corr. Distribución, con fines informativos, del documento titulado "Colecciones internacionales de métodos de análisis, métodos de análisis legalmente codificados y organizaciones que se ocupan de los mismos"
 6. SP 10/70-SP, Julio 1966 Planes propuestos de Toma de Muestras para frutas y hortalizas elaboradas incluyendo alimentos congelados
 7. Codex/ANALYS/66-5 Indice
 8. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-Información Cuestiones a llevar a la atención del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras
 9. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-Miel Observaciones gubernamentales sobre los Métodos de Análisis propuestos para la miel
 10. CL 1967-27
(SP 10/75)
(SP 10/101)
Codex/ANALYS/67-2 Sinopsis de Métodos de Análisis para los zumos de fruta
- Comentarios, Observaciones:
11. Codex/ANALYS/67-2(1) OIV
 12. Codex/ANALYS/67-2(2) Reino Unido
 13. Codex/ANALYS/67-2(3) Países Bajos
 14. Codex/ANALYS/67-2(4) Francia
 15. Codex/ANALYS/67-2(5) Delegado de los EE.UU.
 16. Codex/ANALYS/67-2(6) Delegación suiza
 17. Codex/ANALYS/67-2(7) Yugoslavia
 18. Codex/ANALYS/67-2(8) Nueva Zelanda
 19. CL 1967-28
SP 10/101
Codex/ANALYS/67-3 Sinopsis comparativa de los Métodos Internacionales de Análisis de Productos de Cacao y Chocolate

20. Codex/ANALYS/67-4(1) Observaciones de Estados Unidos sobre "Plan normalizado para un Método normalizado de Análisis de Alimentos"
21. Codex/ANALYS/67-4(2) Observaciones del Reino Unido sobre Método normalizado de Análisis de Alimentos
22. Codex/ANALYS/67-4(3) Observaciones de la División Química, Departamento de Investigación Científica e Industrial, Petone, Nueva Zelandia
23. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-5 Proyecto de norma provisional para el Procedimiento Técnico de Toma de Muestras de alimentos
24. CL 1967-37
SP 10/101
Codex/ANALYS/67-6(1), 7(2) 11 Métodos de análisis remitidos al Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras
25. Codex/ANALYS/67-6(3) Observaciones del Reino Unido en el Trámite 3 sobre los Planes de Toma de Muestras estudiados para frutas y hortalizas elaboradas
26. Codex/ANALYS/67-7(3) Observaciones de Estados Unidos sobre "Sinopsis comparativa de Métodos Internacionales de Análisis de Productos de Cacao y Chocolate"
27. Codex/ANALYS/67-7(4) Observaciones del Reino Unido sobre Métodos de Análisis para Productos de Cacao y Chocolate
28. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-8 Antioxidantes
29. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-10 Sustancias conservadoras
30. Codex/ANALYS/67-13
Codex/ACEITES Y GRASAS Comité del Codex sobre Aceites y Grasas Métodos de Análisis
31. Codex/ANALYS/67-19 Nota sobre Toma de Muestras preparada por la Delegación canadiense
32. Codex/ANALYS/67-20 Propuestas de Estados Unidos para posibles Principios generales para uso por el Comité de Métodos de Análisis y Toma de Muestras y por los Comités de Productos
33. Codex/ANALYS/67-21 Observaciones de Nueva Zelandia sobre Métodos de Análisis para la miel

34. Codex/ANALYS/67-22 Observaciones de Nueva Zelandia sobre el Documento Codex SP 10/70-SP
35. ALINORM 68/10 Proyecto de Informe del Quinto Período de Sesiones del Comité del Codex sobre Productos de Cacao y Chocolate
36. ALINORM 68/11 Comité del Codex sobre Aceites y Grasas Informe del Cuarto Período de Sesiones
37. ALINORM 68/20 Informe del Cuarto Período de Sesiones del Comité del Codex sobre frutas y hortalizas elaboradas
38. ALINORM 68/21 Comité del Codex sobre azúcares

MÉTODOS PROPUESTOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS PARA AZUCARES
 (Enviados a los gobiernos para que formulen observaciones en virtud del Trámite 3)

I. MÉTODOS DE ANALISIS

1. AZUCAR BLANCO

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión a/</u>	<u>Referencia</u>
Polarización expresada en sacarosa	Método de ICUMSA para los azúcares brutos (sin plomo). No se empleará la defecación con plomo más que en caso necesario; no se efectuará corrección alguna respecto al "efecto del plomo"	$\pm 0,1^{\circ}S$	Ic.R1958p.84
Azúcar invertido	Método de KNIGHT y ALLEN cuando el contenido sea menor de 0,02%	$\pm 0,005\%$	Ic.M.p.29
	Método del INSTITUTO DE BERLIN cuando el contenido oscile entre 0,02% y 0,10%	$\pm 0,005\%$	Ic.M.p.25
	Método de LANE y EYNON cuando el contenido sea mayor de 0,1%	$\pm 0,01\%$	Ic.M.p.13
Cenizas de conductividad	Método de ICUMSA para las cenizas de conductividad empleando soluciones de 5 g/100 ml o 28 g/100 g; con 5 g/100 ml, la conductividad expresada en micromhos/cm se multiplicará por el factor de proporcionalidad $C \times 18 \times 10^{-4}$	$\pm 0,001\%$	Ic.R1962p.12
Pérdidas por desecación	Método de ICUMSA empleando un peso mínimo de muestra de 20 g (no molida)	$\pm 0,005\%$	Ic.M.p.44

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Color (unidades ICUMSA)	Determinado por el Método 4 de ICUMSA en una solución de 50 g/100 g después de filtrarla por un filtro de membrana de un tamaño de poro 0,4 µ a 0,6 µ. Los resultados se expresarán en "unidades ICUMSA" según se definen en IC.M.p.58	No se ha establecido todavía	IcM.pp 57 y 58 IcR 1958 p.52
Bióxido de azufre	Método de CARRUTHERS, HEANY y OLDFIELD. La amplitud y la precisión dependen de la concentración de la solución de ensayo:		
	1-7 mg/kg, solución de ensayo de 40 g/100 ml	± 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solución de ensayo de 20 g/100 ml	± 0,5 mg/kg	
	5-30 mg/kg, solución de ensayo de 10 g/100 ml	± 1,0 mg/kg	I.S.J. 1965 p.364
	10-60 mg/kg, solución de ensayo de 5 g/100 ml	± 2,0 mg/kg	
Arsénico (As)	Método del dietilditiocarbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietilditiocarbamato de plata		AOAC 1965 24.011
Plomo (Pb)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas, satisfactorio con un contenido menor de 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M.p.48(c)
Cobre (Cu)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas para los límites mencionados en las normas del Codex	± 0,5 mg/kg	Ic.M.p.106

^{a/} Véase párrafo 8 (d) de este informe.

2. AZUCARES BLANDOS

(a) Blando a pardo oscuro

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Sucrosa (sacacosa) + azúcar invertido expresado en sacarosa	Modificación por inversa tasa de TATE y LYLE del método de LANE y EYNON		Ic.M.p.71
Azúcar invertido	Método de LANE y EYNON (sin inversión)		Ic.M.p.71
Cenizas sulfatadas	Método gravimétrico de doble sulfatación		Ic.M.p.36
Pérdidas por desecación	Método de ICUMSA empleando 10 g		Ic.M.p.44
Bióxido de azufre	Método de CARRUTHERS, HEANEY y OLDFIELD.		
<p>La amplitud y la precisión dependen de la concentración de la solución de ensayo:</p>			
	1-7 mg/kg, solución de ensayo de 40 g/100 ml	± 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solución de ensayo de 20 g/100 ml	± 0,5 mg/kg	
	5-30 mg/kg, solución de ensayo de 10 g/100 ml	± 1,0 mg/kg	I.S.J.1965 p.364
	10-60 mg/kg, solución de ensayo de 5 g/100 ml	± 2,0 mg/kg	
Arsénico (As)	Método del dietilditiocarbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietilditiocarbamato de plata		AOAC, 1965 24.011
Plomo (Pb)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas, satisfactorio con un contenido menor de 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M.p.48(c)

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Cobre (Cu)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas para los contenidos límites establecidos en las normas del Codex	± 0,5 mg/kg	Ic.M.p.106
(b) Azúcar blanco blando			
Sucrosa (sacarina) + azúcar invertido expresado en sacarosa	Método de LANE y EYNON con la modificación por invertasa de TATE y LYLE		Ic.M.p.71
Cenizas de conductividad	Método de ICUMSA para las cenizas de conductividad empleando soluciones de 5 g/100 ml o 28 g/100 g; con 5 g/100 ml la conductividad expresada en microhm/cm se multiplicará por el factor de proporcionalidad $C \times 10^{-4}$		Ic.R.1962p.12
Color (unidades ICUMSA)	Medición según el método 4 de ICUMSA con una solución de 50 g/100 g después de filtrada por un filtro de membrana de tamaño de poro 0,4 μ a 0,6 μ		Ic.M.pp.57 y 58 Ic.R.1958p.52

^{a/} Véase párrafo 8 (d) de este informe.

3. LACTOSA

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión</u> ^{a/}	<u>Referencia</u>
Lactosa anhidra	Método de LANE y EYNON		Ic.P.p.13
Cenizas sulfatadas	Sulfatación simple		Ic.M.p.100
Pérdidas por desecación	Método U.S.P. (secado 16 horas a 130°C) o método de KARL FISCHER		U.S.P.1965 p.336 Angew.Chem. 1935,48,394
pH (solución al 10%)	Mediante peachímetro		Ic.M.p.44
Arsénico (As)	Método del dietilditio-carbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietilditio-carbamato de plata		AOAC, 1965 24.011
Plomo (Pb)	El método de ICUMSA con cenizas húmedas es satisfactorio para un contenido menor de 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M.p.48(o)
Cobre (Cu)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas para los contenidos límites que figuran en las normas del Codex	± 0,5 mg/kg	Ic.M.p.106

^{a/} Véase párrafo 8 (d) de este informe.

4. JARABE DE GLUCOSA, JARABE DE GLUCOSA DESHIDRATADO

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Extracto seco total	Desecado en estufa de vacío		Método E.42 C.I.R.F.
Equivalente en dextrosa (azúcares reductores expresados en D-glucosa)	Método de LANE y EYNON		Ic.M.p.101
Cenizas sulfatadas	Método simple de sulfatación		Ic.M.p.100
Bióxido de azufre	Método de CARRUTHERS, HEANY y OLDFIELD. La amplitud y la precisión dependen de la concentración de la solución de ensayo, es decir		
	1-7 mg/kg, de solución de ensayo de 40 g/100 ml	± 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solución de ensayo de 20 g/100 ml	± 0,5 mg/kg	
	5-30 mg/kg, solución de ensayo de 10 g/100 ml	± 1,0 mg/kg	
	10-60 mg/kg, solución de ensayo de 5 g/100 ml	± 2,0 mg/kg	I.S.J.1965 p.364
	-600 mg/kg, solución de ensayo de 0,5 g/100 ml	± 20 mg/kg	
Arsénico (As)	Método del dietilditio-carbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietil ditiocarbamato de plata		AOAC, 1965 24.011
Plomo (Pb)	El método ICUMSA con cenizas húmedas es satisfactorio para un contenido menor de 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M.p.48(c)

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Cobre (Cu)	El método ICUMSA con cenizas húmedas para los contenidos límites establecidos en las normas del Codex	$\pm 0,5$ mg/kg	Ic.M.p.106

a/ Véase párrafo 8 (d) de este informe.

5. DEXTROSA MONOHIDRATADA Y DEXTROSA ANHIDRA

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Dextrosa (expresada en D-glucosa)	Método de LANE y EYNON		Ic.M.p.101
Extracto seco total	Desecación a 100°C durante 4 horas a presión reducida		Ic.M.p.113
Cenizas sulfatadas	Método de sulfatación simple		Ic.M.p.100
Dióxido de azufre	Método de CARRUTHERS, HEANEY y OLDFIELD. La amplitud y la precisión dependen de la concentración de la solución de ensayo, es decir		
	1-7 mg/kg, solución de ensayo de 40 g/100 ml	± 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solución de ensayo de 20 g/100 ml	± 0,5 mg/kg	
	5-30 mg/kg, solución de ensayo de 10 g/100 ml	± 1,0 mg/kg	
	10-60 mg/kg, solución de ensayo de 5 g/100 ml	± 2,0 mg/kg	I.S.J.1965p.364
Arsénico (As)	Método del dietilditio carbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietil ditiocarbamato de plata		AOAC 1965 24.011
Plomo (Pb)	El método de ICUMSA con cenizas húmedas es satisfactorio para un contenido menor de 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M.p.48(c)
Cobre (Cu)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas para los contenidos límites establecidos en las normas del Codex	± 0,5 mg/kg	Ic.M.p.106

^{a/} Véase párrafo 2 (d) de este informe.

II. METODO DE TOMA DE MUESTRAS
(para azúcares blancos y blandos)

1. Toma de muestra en sacos (Ic.M.p.86)

Las muestras deberán tomarse preferiblemente de sacos abiertos. Cuando esto no sea posible, las muestras se tomarán perforando los sacos con una sonda del tipo descrito en la pág. 80 de Ic.M; las perforaciones se cerrarán adecuadamente, por ejemplo, cuando los sacos perforados sean de papel, con cinta adhesiva. Cuando se trate de envases nacionales, de hasta 5 kg de peso, deberá tomarse como muestra todo el envase.

2. Número de muestras que deben tomarse

El peso máximo del lote será de 500 toneladas. El número de paquetes del que deben tomarse las muestras será igual a $\sqrt[3]{T}$ (donde T es el tonelaje del lote) con un mínimo de tres paquetes. En todos los casos, la muestra general apartada pesará por lo menos 2 kilos y, si fuese necesario, los sacos se perforarán varias veces con la sonda.

3. Preparación de la muestra para el análisis (Ic.M.p.83)

De la muestra general, tomada según se describe anteriormente y mezclada, se prepararán cuatro submuestras de 500 gramos cada una por lo menos, según el método ICUMSA, para los azúcares brutos, y se envasarán en paquetes cerrados herméticamente e impermeables.

III. ABREVIATURAS EMPLEADAS EN EL APENDICE

Ic.M.	=	ICUMSA Methods of Sugar Analysis (1964)
Ic.R.	=	ICUMSA Report (Report of the Proceedings of the Session)
I.S.J.	=	International Sugar Journal
C.I.R.F.	=	Corn Industries Research Foundation
A.O.A.C.	=	Association of Official Analytical Chemists

MÉTODOS PROPUESTOS DE ANÁLISIS PARA ACEITES COMESTIBLES ^{a/}

(Presentados a los gobiernos para obtener sus observaciones en virtud del Trámite 3)

A. CARACTERÍSTICAS DE CALIDADDeterminación analíticaReferencias

- | | |
|-----------------------|--|
| 1. Índice de ácido | UIQPA (1964), II.D.1 ; Método Oficial AOCS Ca 5a-40 ; y AOAC (1965) 26.060 según la modificación JAOAC (1966) 49.231.
Método Provisional AOCS Cd 3a-63. |
| 2. Índice de peróxido | UIQPA (1964), II.D.13 ; Método Oficial AOCS Dd 8-53 y AOAC (1966) 26.024 |

B. CONTAMINANTES

- | | |
|-----------------------------|--|
| 1. Materia volátil a 105° C | UIQPA (1964) II.C.1.1. |
| 2. Impurezas insolubles | UIQPA (1964) II.C.2. ; Método Oficial AOCS Ca 3-46 |
| 3. Contenido de jabón | BS 684:1958 página 49 |
| 4. Hierro | BS 684:1958 página 92, alternativa-mente BS 769:1961 |
| 5. Cobre | BS 684 : 1958 página 89; AOAC (1965) 24.023 ; Analyst 1963, <u>88</u> , 256 |
| 6. Plomo | Analyst, 1959, <u>84</u> , 129; AOAC (1965) 24.053 |
| 7. Arsénico | Analyst, 1960, <u>85</u> , 639 (Apéndice III) ; AOAC (1965) 24.006; AOAC (1965) 24.011 |

C. CARACTERÍSTICAS DE IDENTIDAD

- | | |
|----------------------|--|
| 1. Densidad relativa | BS 684:1958 página 10, Método 1 ; Método Oficial AOCS Cc 10a-25 y AOAC (1965) 26.003 |
|----------------------|--|

^{a/} Se recomienda a los interesados que consulten el documento preparado por la delegación del Reino Unido (Codex/Aceites y Grasas/40, agosto 1967) en el que se describen y discuten los Métodos de Análisis. Pueden obtenerse copias adicionales de este documento dirigiéndose al Jefe de la Subdirección de Normas Alimentarias, FAO, Roma.

- | | |
|-----------------------------|--|
| 2. Índice de refracción | UIQPA (1964), II.B.2. y Método Oficial AOCS Co 7-25 y AOAC (1965) 26.006 |
| 3. Índice de saponificación | UIQPA (1964), II.D.2. y Método Oficial AOCS Cd 3-25 y AOAC (1965) 26.028 |
| 4. Insaponificable | UIQPA (1964) II.D.5.3; Método Provisional AOCS Ca 6b-53 y AOAC (1965) 26.071 ; Método Oficial AOCS Ca-40 |
| 5. Índice de yodo (Wijs) | UIQPA (1964) II.D.7.3. y Método Oficial AOCS Cd 1-25 y AOAC (1965) 26.022 |
| 6. Índice de Crismer | Método Oficial AOCS Cb. 4-35 |

Determinación analítica

Referencias

D. REACCIONES ESPECIFICAS

- | | |
|---|--|
| 1. <u>ACEITE DE ARACHIS : Contenido de ácido araquídico y ácidos grasos más altos</u> | |
| (a) Reacción de Renard modificada | AOAC (1965) 26.077 |
| (b) Reacción de aceite de arachis (Evers) | BS 684 : 1958, página 97 |
| 2. <u>ACEITE DE SEMILLA DE ALGODON</u>
Reacción de Halphen | Método Oficial AOCS Cb 1-25 y AOAC (1956) 26.076 |
| 3. <u>ACEITE DE SEMILLA DE SESAMO</u> | |
| (a) Reacción de Villavechia modificada | Método Oficial AOCS Cb 2-40 |
| (b) Reacción del aceite de sésamo (Baudouin) | BS 684 : 1958, página 96 |

METODOS DE ANALISIS PROPUESTOS PARA MANTECA Y GRASA DE CERDO FUNDIDA

A. CARACTERISTICAS DE CALIDAD

Determinación analítica

Referencias

- | | |
|--------------------|---|
| 1. Índice de ácido | UIQPA (1964) II.D.I.; Métodos AOCS Ca5a-40 y Cd 3a-63 y AOAC (1965) 26.060 tal como se modificó por JAOAC (1966) 49.231 |
|--------------------|---|

2. Índice de peróxido UIQPA (1964) II.D.13; Métodos Oficiales AOCs Cd8-53 y AOAC (1965) 26.024

B. CONTAMINANTES

1. Materia volátil a 105° C UIQPA (1964) II.C.I.I.; Proyecto de Recomendación ISO N° 1224
2. Impurezas UIQPA (1964) II.C.2 ; Método Oficial AOCs Ca3-46 ; Proyecto de Recomendación ISO N° 1223
3. Contenido de jabón BS 684 : 1958 página 49
4. Hierro BS 684 : 1958 página 92; BS 769:1961
5. Cobre BS 684: 1958 página 89
6. Arsénico Analyst 1960, 85, 639 (Apéndice III); AOAC (1965) 24.006; AOAC (1965) 24.011
7. Plomo Analyst, 1959, 84, 129 ; AOAC (1965) 24.053

Determinación analítica

Referencia

C. CARACTERISTICAS DE IDENTIDAD

1. Densidad relativa BS 684:1958 página 10, Método 1; Método Oficial AOCs Cc 10a-25 y AOAC (1965) 26.003
2. Índice de refracción UIQPA (1964) II.B.2 y Método Oficial AOCs Cc 7-25 y AOAC (1965) 26.006 a 26.009
3. Título UIQPA (1964), II.B.3.2 : Método Provisional AOCs Cc12-59 y AOAC (1965) 26.013; Propuesta de Recomendación ISO N° 1226
4. Índice de saponificación UIQPA (1964) II.D.2 y Método Oficial AOCs Cd3-25 y AOAC (1965) 26.028
5. Insaponificable UIQPA (1964) II.D.5.3.; Método Provisional AOCs Ca6b-53, AOAC (1965) 26.071; Método Oficial AOCs Ca-40
6. Índice de yodo (Wijs) UIQPA (1964) II.D.7.3. y Método Oficial AOCs Cd1-25 y AOAC (1965) 26.022

MÉTODOS DE ANÁLISIS PROPUESTOS PARA PREMIER JUS Y CEBO COMESTIBLE

A. CARACTERÍSTICAS DE CALIDAD

1. Índice de ácido UIQPA (1964) II.D.L.; Métodos AOCS Ca5a-40 y Cd 3a-63 y AOAC (1965) 26.060 tal como se modificó por JAOAC (1966) 49, 231
2. Índice de peróxido UIQPA (1964) II.D.13; Método Oficial AOCS Cd 8.53 y AOAC (1965) 26.024

B. CONTAMINANTES

1. Materia volátil a 105° C UIQPA (1964) II.C.I.I.; Propuesta de Recomendación ISO N° 1224
2. Impurezas UIQPA (1964) II.C.2; Método Oficial AOCS Ca3-46; Propuesta de recomendación ISO N° 1223
3. Contenido de jabón BS 684 : 1958 página 49
4. Hierro BS 684:1958 página 92; BS 769:1961
5. Cobre BS 684:1958 página 89
6. Arsénico Analyst 1960, 85, 639 (Apéndice III); AOAC (1965) 24.006; AOAC (1965) 24.011
7. Plomo Analyst, 1959, 84, 129; AOAC (1965) 24.053

C. CARACTERÍSTICAS DE IDENTIDAD

1. Densidad relativa BS 684:1958 página 10, Método 1; Método Oficial AOCS Cc10a-25 y AOAC (1965) 26.003
2. Índice de refracción UIQPA (1964) II.B.2; y Método Oficial AOCS Cc7-25, y AOAC (1965) 26.006 a 26.009
3. Título UIQPA (1964) II.B.3.2; Método Provisional AOCS Cc 12-59 y AOAC (1965) 26.013; Propuesta de Recomendación ISO N° 1226
4. Índice de saponificación UIQPA (1964) II.D.2; Método Oficial AOCS Cd3-25 y AOAC (1965) 26.028
5. Insaponificable UIQPA (1964) II.D.5.3; Método provisional AOCS Ca6b-53 y AOAC (1965) 26.071; Método Oficial AOCS Ca-40
6. Índice de yodo (Wijs) UIQPA (1964) II.D.7.3 y Método Oficial AOCS Cd1-25 y AOAC (1965) 26.022

MÉTODOS PROPUESTOS DE ANALISIS PARA MARGARINA

- | | |
|--|--|
| 1. Contenido de grasa total | Artículo II del Informe del 10 ^o período de sesiones del Comité Conjunto FAO/OMS de Expertos gubernamentales del Código de Principios referente a Leche y Productos Lácteos ; Análisis Oficial de Alimentos de Países Bajos (véase pág. de este Apéndice) |
| (a) Contenido de agua (W) | Véase arriba |
| (b) Residuo no graso (NFR) | BS 769: 1961; véase en 1 y en 1(a) arriba |
| 2. Contenido de grasa de leche | Analyst, 1912, <u>37</u> , 183 y Método Oficial AOCS Cd5-40 |
| (a) Índice de Reichert (R)
(ácidos grasos volátiles acuosolubles) | UIQPA (1964) II.D.9; y AOAC (1965), 26.032 y 26.033 |
| (b) Índice de Polenske (P)
(ácidos grasos volátiles insolubles en agua) | UIQPA (1964) II.D.9; y AOAC (1965), 26.032 y 26.033 |
| (c) Índice de Kirschner (K)
(ácidos grasos volátiles acuosolubles que forman sales de plata acuosolubles) | página 70, BS 684; 1958 |
| 3. Vitamina A | AOAC (1965) 39.001; J. Assoc. Offic. Anal. Chem. (1959) <u>42</u> , 422 |
| 4. Vitamina D | AOAC (1965) 39.116 |
| 5. Vitamina E | Analyst, 1959, <u>84</u> , 356 |
| 6. Cloruro sódico | (i) Método de referencia FAO/OMS para la Determinación del contenido de sal (Cloruro sódico) de la mantequilla. El texto ha sido presentado a los Gobiernos Miembros de la FAO y de la OMS para su aprobación (véase Apéndice IV-D del Informe del 10 ^o Período de Sesiones del Comité Conjunto FAO/OMS de Expertos Gubernamentales sobre el Código de Principios referentes a Leche y Productos Lácteos, agosto 1967)

(ii) Alternativamente : BS 769:1961 p. 5, Método 2. |

- | | |
|--|--------------------------------|
| 7. Edulcorantes carbohidrato comestibles | No disponibles específicamente |
| 8. Proteínas comestibles | No disponibles específicamente |

MÉTODOS PROPUESTOS DE ANALISIS PARA ACEITE DE OLIVA

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método propuesto por el COI</u>
1. Composición ácido graso	UIQPA II.D.19 (Suplemento a UIQPA (1964))
2. Densidad relativa	UIQPA (1954) página 37
3. Índice de refracción	UIQPA (1964) II.B.2
4. Índice de yodo	<u>Método de Wijs</u> : UIQPA (1964) II.D.7.3; o <u>Método de Hanus</u> : UIQPA (1964) II.D.7.4
5. Índice de saponificación	UIQPA (1964) II.D.2
6. Insaponificable	UIQPA (1964) II.D.5.2
7. Índice de Bellier	(véase p. 7 de este Apéndice)
8. Reacción de aceites (secantes) semisecantes	(véase p. 8 de este Apéndice)
9. Reacción de aceite de oliva residual	(véase p.9 de este Apéndice)
10. Reacción de aceite de semilla de algodón	(véase p. 10 de este Apéndice)
11. Reacción de aceite de té	(véase p.11 de este Apéndice)
12. Reacción de aceite de sésamo	(véase p.11 de este Apéndice)
13. Acidez	UIQPA (1964) II.D.1
14. Índice de peróxido	UIQPA (1964) II.D.13
15. Extinción específica en el ultravioleta	(véase p. 12 de este Apéndice)
16. Materia volátil y humedad	UIQPA (1964) II.C.1.1.
17. Impurezas	UIQPA (1964) II.C.2
18. Reacción de jabón	(véase p.14 de este Apéndice)

METODO DIRECTO PARA LA DETERMINACION DE CONTENIDO DE GRASA TOTAL DE MARGARINA

(Propuesto por los Países Bajos)

Fundir 50 g del producto en un frasco de boca ancha, con tapón que ajuste bien, a unos 40° C y enfriar al mismo tiempo que se agita enérgicamente hasta que la masa se hace homogénea y viscosa. Introducir aproximadamente 10 g en un matraz cónico, añadir 20 ml de ácido clorhídrico al 25% (p. esp. 1,125) y hervir hasta que se han disuelto todas las materias no grasas. Dejar enfriar un poco, pasar la masa a un percolador con ayuda de agua caliente y lavar con éter de petróleo. Extraer en el percolador durante unas 2 horas. Destilar el disolvente del matraz, colocar éste en una estufa de secado a 100° C y pesar. Continuar secando en la estufa hasta que no haya más pérdida de peso.

INDICE DE BELLIER

I. Definición del Índice de Bellier

El Índice de Bellier de un aceite es la temperatura a la que comienza la precipitación de sales de los ácidos grasos de este aceite, cuando se ha saponificado el aceite y se ha disuelto según se describe en "procedimiento".

II. Análisis

1. Aparato

- 1.1 Tubos de ensayo de 26-27 mm de diámetro y 22 cm de largo.
- 1.2 Un refrigerante constituido por un tubo de vidrio con tapón.
- 1.3 Un termómetro graduado en 1/4 de grado desde 8 a 25° C, fijado en un tapón.
- 1.4 Pipetas graduadas

2. Reactivos

- 2.1 Una solución hidro-alcohólica de potasa alcohólica (42,5 g de KOH pura se disuelven en 72 ml de agua destilada: completar hasta 500 ml con alcohol de 95 %).
- 2.2 Solución de alcohol etílico al 70% (emplear alcohol etílico puro o alcohol "fino").
- 2.3 Una solución acuosa de ácido acético, 1+2 (en volumen) ajustada de tal manera que 1,5 ml neutralicen exactamente (indicador fenolftaleína) 5 ml de la solución hidroalcohólica de hidróxido potásico (2.1).

3. Preparación de la muestra

Se elimina el agua del aceite por decantación y filtrando por papel a una temperatura ligeramente por encima del punto de fusión de algunos de los constituyentes sólidos que podrían separarse de la materia grasa líquida.

4. Procedimiento

- 4.1 Colocar 1 ml de materia grasa y 5 ml de solución de potasa en un tubo de ensayo.
- 4.2 Unir al refrigerante y calentar suavemente, agitando por rotación de vez en cuando hasta que se ha completado la saponificación, es decir, hasta que se obtiene una solución perfectamente clara.
- 4.3 Dejar enfriar. Desconectar el refrigerante. Añadir 1,5 ml de la solución de ácido acético y 50 ml de la solución alcohólica. Emplamar el termómetro y homogeneizar.
- 4.4 Colocar el tubo de ensayo en un vaso de precipitados con agua a 23-25° C. Si se forma un precipitado flocculento, dejar en reposo durante una hora a la misma temperatura y filtrar recogiendo el filtrado en un tubo de ensayo.
- 4.5 Unir el termómetro al tubo de ensayo que contiene la solución clara. Colocar un momento en un vaso de precipitados con agua a unos 10° C menos que el índice Bellier que se calcula.
Retirar y asegurar una temperatura uniforme invirtiendo varias veces (el enfriamiento debe hacerse a un ritmo de 1° C, aproximadamente, por minuto). Repetir esta operación hasta que aparece enturbiamiento. Anotar la temperatura.
- 4.6 Dejar que aumente la temperatura unos pocos grados para que se disuelva el precipitado. Homogeneizar invirtiendo el tubo de ensayo. Enfriar. El enfriamiento debe ser lento y la agitación más frecuente a medida que la temperatura se acerca a la anotada la primera vez. La temperatura a que reaparece la turbidez es el Índice de Bellier (t°).

5. Tolerancias permitidas

Dos determinaciones paralelas no deben diferir en más de 0,25° C.

REACCION DE ACEITES SEMISECANTES

Aparato

- Matraz Erlenmeyer de 50 ml con tapón
- Baño de hielo fundente

Reactivos :

- Hexano, o en su defecto, éter de petróleo con un punto de destilación entre 40° y 60° e índice de bromo menor de 1, libre de residuos.
- Bromo, reactivo obtenido añadiendo gota a gota y agitando 4 ml de bromo químicamente puro (la presencia de cloro impide la reacción) sobre 100 ml de hexano o éter de petróleo, enfriado a 0° C y mantenido en el hielo fundente hasta que se necesite.

Procedimiento :

Antes de analizar el aceite hay que filtrarlo y quitarle la humedad. Colocar 1 ml del aceite en el matraz Erlenmeyer previamente secado. Disolverlo en 10 ml de hexano. Colocar el matraz Erlenmeyer con tapón en el hielo fundente. Al cabo de 5 minutos, añadir 10 ml del bromo reactivo en pequeñas cantidades de una vez mientras se agita y se mantiene la temperatura a 0° C. El color de la solución debe indicar claramente exceso de bromo. Dejar el Erlenmeyer en el hielo fundente durante una hora, al cabo de cuyo tiempo se observa el aspecto de la solución. Si hay presente aceite semisecante, se observará un precipitado floculento, variable en cantidad según el porcentaje de adulteración y la naturaleza del aceite adulterante. La solución permanece límpida y transparente en el caso de aceites de oliva genuinos.

REACCION DE ACEITE DE OLIVA RESIDUAL

Aparato :

- Balón de 100 ml provisto de refrigerante de reflujo
- Pipeta de 5 ml, graduada en décimos
- Pipeta de 5 ml
- Tubo de ensayo de 50 ml
- Dispositivo de calefacción para mantener el balón a unos 80° C
- Termómetro graduado desde 15° a 60° C

Reactivos:

Como para Índice de Bellier (véase p.7)

Preparación de la muestra:

Como para Índice de Bellier (p.7)

Procedimiento:

Colocar aproximadamente 1 g del aceite preparado como se ha dicho arriba en el balón. Añadir 5 ml de solución alcohólica de potasa. Unir el refrigerante y hacer hervir manteniendo a esta temperatura durante 10 minutos, agitando de vez en cuando. Dejar enfriar a temperatura ambiente. Añadir 1,5 ml de solución de ácido acético y 50 ml de solución de alcohol etílico previamente calentada a 50° C. Mezclar por agitación, introducir el termómetro y dejar enfriar, anotando el aspecto de la solución una vez que se ha llegado a 45° C. Si se forma un precipitado floculento a una temperatura por encima de 40° C, la reacción es positiva. Dejar enfriar a temperatura ambiente (no menor de 18° C) durante 12 horas por lo menos. Observar nuevamente la solución: la formación de un precipitado floculento, flotando en el centro del líquido, indica que la reacción es también positiva. Una turbidez que no dé lugar a copos no indica la presencia de aceite de oliva residual.

NOTA:

En raras ocasiones, algunos aceites de oliva vírgenes, obtenidos por segunda presión, han dado resultado positivo.

REACCION DE ACEITE DE SEMILLA DE ALGODON

Aparato :

- Tubos de ensayo de 250 mm x 25 mm
- Baño de agua en el que pueda regularse la temperatura
- Dispositivo de calefacción para mantener los tubos a 110° - 115° C

Reactivos :

Mezclar volúmenes iguales de alcohol amílico y una solución de 1 g de azufre en 100 ml de disulfuro de carbono.

Procedimiento :

Colocar aproximadamente 10 ml del aceite que se examina en un tubo de ensayo, añadir el mismo volumen de reactivo ; agitar y mantener en baño de agua a 70° - 80°, agitando hasta que se ha evaporado por completo el disulfuro de carbono (generalmente basta con 5 minutos), lo cual se comprueba por la aparición de ligeros humos sobre el líquido. Pasar el tubo de ensayo al aparato de calefacción y mantener a 110° - 120° C durante 2 horas.

Un color rojo, o rosa indica la presencia de aceite de semilla de algodón. La aparición de un color anaranjada no debe interpretarse como prueba de la presencia de aceite de semilla de algodón.

NOTA : El calentamiento del aceite de semilla de algodón a temperatura por encima de 170° C ocasiona una destrucción progresiva de los ácidos ciclopropenoicos responsables de la coloración. Esta destrucción es prácticamente completa a 200° C.

REACCION DE ACEITE DE TE

Aparato :

- Tubo de ensayo de 150 mm x 15 mm
- Pipeta de 2 ml graduada en décimos
- Tubo de gota calibrado de modo que 7 gotas de aceite pesen aproximadamente 0,22 g.
- Baño de agua a 5° C.

Reactivos

- Cloroformo analíticamente puro
- Acido sulfúrico concentrado (d=1,84) analíticamente puro
- Anhídrido acético analíticamente puro
- Óxido dietílico analíticamente puro

Procedimiento :

Empleando la pipeta graduada, colocar 0,8 ml de anhídrido acético, 1,5 ml de cloroformo y 0,2 ml de ácido sulfúrico en un tubo de ensayo. Enfriar a 5° C, añadir después unos 0,22 g de aceite. Si aparece enturbiamiento, añadir, gota a gota mientras se agita, anhídrido acético hasta que la solución queda clara. Mantener a 5° C durante 5 minutos. Añadir 10 ml de óxido dietílico previamente enfriado a 5° C. Tapar el tubo de ensayo y mezclar inmediatamente invirtiéndolo dos veces. Volver el tubo de ensayo al baño a 5° C y observar el color.

Al cabo de un minuto, aproximadamente, aparecerá un color rojo si hay presente aceite de té.

NOTA : Un color rosa no debe considerarse como prueba de la presencia de aceites de té, ya que algunos aceites de oliva dan este color.

REACCIONES DE ACEITE DE SESAMO

A. Detección de sesamolina

Aparato :

- Tubo de ensayo de 50 ml, graduado, con tapón

Reactivos :

- Acido clorhídrico concentrado (d=1,18)
- Solución al 2% de furfurool recién destilado, en alcohol de 95°

Procedimiento :

Colocar 10 ml del aceite y 10 ml de ácido clorhídrico en el tubo de ensayo graduado. Colocar el tapón y agitar energicamente durante 30 segundos. Dejar reposar. Añadir 0,5 ml de la solución

Apéndice IV
Página 12

de furfurool. Tapar y agitar otra vez. Dejar en reposo hasta decantación. Si la capa del fondo no se vuelve roja, la reacción es negativa.

Si aparece un color rojo, añadir 10 ml de agua y agitar suavemente. Dejar que se sedimente el líquido. Si desaparece la coloración, la reacción es negativa. Si persiste la coloración, la reacción es positiva. Los aceites de sésamo refinados no siempre dan una reacción positiva por este método.

B. Detección de sesamina

Aparato :

- Tubo de ensayo graduado de 25 ml, con tapón
- Vaso de decantación de unos 50 ml
- Cápsula de porcelana de fondo plano de unos 60 mm de diámetro

Reactivos :

- Acido sulfúrico concentrado ($d=1,84$)
- Solución al 0,35 por mil de furfurool recién destilado en anhídrido acético

Procedimiento :

Colocar 10 ml del aceite y 5 ml de la solución de furfurool en el tubo de ensayo. Aplicar el tapón y agitar energicamente durante un minuto, aproximadamente. Verter la mezcla en el vaso de decantación y dejar en reposo. Pasar una porción del depósito a la cápsula y añadir 6 ó 7 gotas de ácido sulfúrico. Mezclar agitando la cápsula suavemente.

Si aparece un color verdoso-azulado, la reacción es positiva.

Los aceites de sésamo, incluso cuando están refinados, dan una reacción positiva.

EXTINCIÓN ESPECÍFICA EN EL ULTRA-VIOLETA

Aparato :

- Espectrofotómetro ultravioleta para mediciones entre 210 y 300 nm
- Cubetas de cuarzo de 1 cm de espesor
- Matraces aforados de 50 ml y 500 ml
- Pipetas

Ajuste del equipo :

Disolver 0,2 g de cromato potásico seco en 1 litro, exactamente, de una solución 0,05 N de hidróxido potásico. Colocar 25 ml, exactamente medidos, de esta solución en un matraz aforado de 500 ml y completar hasta el enrase con la solución 0,05 N de hidróxido potásico. Determinar la densidad óptica de esta última solución por comparación con la solución 0,05 N de hidróxido potásico como solución de referencia, en una cubeta de 1 cm.

A 275 nm debe ser $0,200 \pm 0,005$.

A. MÉTODOS DE ANÁLISIS PROPUESTOS PARA FRUTAS Y HORTALIZAS
ELABORADAS

(Enviados a los gobiernos para que formulen observaciones en virtud del Trámite 3)

1. (a) Pesos escurridos (para: habichuelas verdes, frijillos, melocotones, pome-
los, espárragos, piña y
guisantes verdes de huerta
en conserva)

De acuerdo con el pertinente Método del Peso Escurrido para Productos de Frutas y Hortalizas Elaboradas que figura en los "Métodos de Análisis de la Asociación de Químicos Analistas Oficiales" (última edición) o de acuerdo con cualquier otro método normalizado que dé resultados equivalentes.

- (b) Peso escurrido (para: Tomates en conserva sola-
mente)
- (i) Quitar la tapa del recipiente, pero, en el caso de un recipiente con tapa fijada por doble costura, no quitar ni alterar la altura de la doble costura.
 - (ii) Inclinar el recipiente abierto de modo que se distribuya el contenido sobre las mallas de un tamiz circular que se ha pesado previamente o para el cual se ha fijado una tara.
 - (iii) Sin remover los tomates, inclinar el tamiz de modo que se facilite el escurrido del líquido.
 - (iv) Dejar escurrir durante dos minutos.
 - (v) Al cabo de los dos minutos de escurrimiento, pesar los tomates mientras están todavía en el tamiz, teniendo en cuenta la tara (o el peso del tamiz).

Especificaciones para tamices circulares

- (i) Si la cantidad de contenido total de los recipientes es menor de 1,5kg (3 libras), emplear un tamiz con un diámetro de 20 cm (8 pulgadas).
- (ii) Si la cantidad del contenido total del recipiente es 1,5 kg (3 libras), o más, emplear un tamiz con un diámetro de 30 cm (12 pulgadas)
- (iii) Las mallas de estos tamices se hacen tejiendo alambre de 1,3716 mm (0,054 pulgadas) de diámetro de manera que se formen aberturas cuadradas de 11,3284 mm de lado (0,446 pulgadas).

2. Sólidos insolubles en alcohol (para: Guisantes verdes de huerta en conserva)

De acuerdo con el pertinente Método de determinación de Sólidos Insolubles en Alcohol para Productos de Frutas y Hortalizas Elaboradas que figura en los "Métodos de Análisis de la Asociación de Químicos Analistas Oficiales" (última edición) o de acuerdo con cualquier otro método normalizado que dé resultados equivalentes.

3. Sólidos totales solubles (para: Compota de manzana en conserva)

La determinación de sólidos solubles totales y/o grados Brix deberá hacerse por el método refractométrico sin correcciones para sólidos insolubles ni acidez, pero con correcciones para temperatura a 20°C.

4. Ensayo de veta fuerte (para: Habichuelas verdes en conserva y frijolillos)

Una veta fuerte es la que puede soportar el peso de 250 g (8 onzas) durante cinco segundos (5) o más.

5. Reacción de sales de calcio (para: Tomates en conserva)

Se determinan de acuerdo con:

- (a) Método (s) señalados en los Métodos Oficiales de Análisis de la Asociación de Químicos Analistas Oficiales (EE.UU.); o
- (b) Método (s) que den resultados comparables tales como los que se están desarrollando por ISO TC 34/SC 3.

6. Mediciones de jarabe (para: Pomelo, piña, melocotón en conserva)

Las mediciones de jarabe de diluciones Brix deben hacerse sobre el producto en conserva terminado, de acuerdo con métodos normalizados, por hidrometría o refractometría.

B. MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS PARA FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

1. Toma de muestras (para: Tomates, habichuelas verdes, frijolillos, melocotones, pomelo, espárragos, piña, guisantes verdes de huerta en conserva)

Reactivo :

Ciclohexano espectrofotométricamente puro : transmitancia mínima a 220 nm 40% y transmitancia mínima a 250 nm : 95% por comparación con agua destilada.

Procedimiento :

Si el aceite no está completamente límpido a temperatura ambiente, filtrar antes de hacer las mediciones. Colocar aproximadamente 0,5 g, exactamente pesados, del aceite en el matraz aforado de 50 ml. Añadir el ciclohexano hasta el enrase y agitar. Llenar una cubeta con esta solución y medir la densidad óptica usando el ciclohexano como solución de referencia. Hacer determinaciones a 232 y 270 nm. Determinar, en la región de 270 nm, la longitud de onda de absorción máxima y determinar la densidad óptica a m , $m-4$ y $m+4$, estableciendo para $m-4$ y $m+4$ las longitudes de onda 4 nm por encima y por debajo del máximo.

Expresión del resultado :

(a) Cálculo de extinción específica

$$E_{1\text{ cm}}^{1\% \lambda} = \frac{A \lambda}{c \cdot l}$$

donde " $E_{1\text{ cm}}^{1\% \lambda}$ " represente la extinción específica a longitud de onda λ , " $A \lambda$ " la densidad óptica leída en el espectrofotómetro, " c " la concentración de la solución en g/100 ml y " l " el espesor de la cubeta en centímetros.

Si la densidad óptica leída es menor de 0,2, volver a medir con una solución más concentrada. Si es mayor de 0,8, medir nuevamente con una solución más diluida.

(b) Cálculo de ΔE : Calcular el valor de ΔE tomado como base :

$$\Delta E = E \lambda_m - \frac{E \lambda_{m-4} + E \lambda_{m+4}}{2}$$

(c) Determinación de la extinción específica después de paso por alúmina

Colocar 30 g de alúmina para cromatografía, norma Brockman (pérdida a 300° C, aproximadamente, 5%) en una columna cromatográfica de unos 35 mm de diámetro y 45 cm de largo, provista de un tubo de drenaje de unos 10 mm de diámetro. Atacar la alúmina mecánicamente golpeando varias veces la columna, mantenida en posición vertical, sobre una superficie de madera. Colocar en la columna así preparada 100 ml de una solución al 10% de aceite en hexano. Recoger los líquidos escurridos y evaporar el disolvente en vacío a menos de 25° C.

Utilizando el aceite así obtenido, determinar inmediatamente la extinción específica a 270 nm, como se ha descrito anteriormente.

NOTA : La medición de la extinción específica en el ultravioleta es esencialmente una medición del estado de alteración del aceite. No es específicamente una medida de la refinación. En algunos casos particulares, aceites vírgenes anormalmente alterados pueden acusar características espectrales próximas a las de los aceites refinados.

REACCION DE JABON

Aparato :

- Tubo de ensayo de 150 mm x 15 mm

Reactivos :

- Solución de 0,1 % de azul de bromofenol en alcohol etílico de 96°
- Acetona recién destilada, con un contenido de agua de 2%. Unas pocas gotas de la solución de azul de bromofenol deben dar un color entre amarillo y verde-amarillento en la acetona con 2% de agua.

Procedimiento :

Colocar 10 ml de la acetona y 1 gota de la solución de azul de bromofenol en un tubo de ensayo. La solución debe tener un color amarillo. Si no es así, lavar el tubo de ensayo con acetona hasta que desaparezca el color azul. Colocar 10 g del aceite en el tubo de ensayo, tapar con un tapón limpio, agitar y dejar en reposo. La capa acetónica inferior no debe tener color azul, que indicaría la presencia de jabón.

La toma de muestras debe hacerse de acuerdo con los "Planes Propuestos de Toma de Muestras para Evaluación Analítica de Frutas y Hortalizas Elaboradas" (véase pár.14 de este Informe y Apéndice VI).

2. Tamaño de la unidad de muestra (para piña en conserva)

Al evaluar los requisitos de calidad para todas las formas de presentación que no sean las de bocaditos, cubos, aplastadas o en chips, la totalidad del recipiente deberá ser la unidad de muestra.

Al evaluar los requisitos de calidad para las formas de presentación de bocaditos, cubos, aplastadas o chips la unidad de muestra deberá ser:

- (a) El recipiente completo cuando contenga 1,0 litro o menos; o
- (b) 600 g de fruta escurrida (de una mezcla representativa) cuando el recipiente contenga más de 1,0 litros.

PLANES PROPUESTOS DE TOMA DE MUESTRAS PARA EVALUAR LA CALIDAD
DE FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

(Enviados a la Comisión del Codex Alimentarius en virtud del Trámite 5)

AMBITO DE APLICACION

Los planes de toma de muestras que se presentan aquí contienen cuadros para la toma de muestras y la inspección de las frutas y hortalizas elaboradas. Estos planes comprenden (1) Niveles de inspección; (2) Tamaño de las muestras en relación con el tamaño de los lotes y de los recipientes; y (3) Criterios de aceptación (o de recusación). Estos planes son válidos para el examen o el ensayo de recipientes individuales (o submuestras) sacados de un lote específico. No establecen procedimientos detallados de inspección acerca de cómo examinar una muestra después de tomada. Sin embargo, una vez que la muestra ha sido examinada de conformidad con los requisitos de una norma o especificación y se ha tomado una decisión sobre si los recipientes o las unidades de muestras son aceptables o son "defectuosas", los planes que aquí se exponen establecen criterios de aceptación mediante los cuales puede determinarse si un lote satisface o deja de satisfacer el requisito de calidad de la norma.

Los planes para la toma de muestras tienen por finalidad principal abarcar las estipulaciones relativas a la calidad de la norma de un producto. Para los fines de esta instrucción, se entiende por calidad aquellos factores o características del producto que se evalúan por medios organoléuticos o por mediciones físicas. Son ejemplos de estas características el color, el sabor, la textura, los defectos, el tamaño y el aspecto. Los planes pueden utilizarse también para otras determinaciones, tales como la medición de la graduación Brix, el peso neto o el peso del producto escurrido, siempre que el criterio de aceptación se base en un NCA de 6,5. No tienen por finalidad, sin embargo, abarcar factores que podrían suponer un riesgo para la salud o que son nocivos o muy inconvenientes para el consumidor. Ejemplos de estas últimas categorías son los residuos de plaguicidas, las sustancias contaminantes, las latas abombadas y las materias extrañas.

DEFINICIONES

Nivel de calidad aceptable (NCA) - es el porcentaje máximo de las unidades defectuosas admisibles en un lote que será aceptado en el 95 por ciento de los casos aproximadamente. Por ejemplo, según un plan de toma de muestras con un NCA de 6,5 se aceptará en el 95 por ciento de los casos, aproximadamente, un lote o una producción que contenga 6,5 por ciento de unidades defectuosas.

Número límite de aceptación (c) es el número que, en un plan de toma de muestras, indica la cantidad máxima de unidades "defectuosas" que puede contener la muestra para que pueda considerarse que el lote satisface los requisitos de una norma o especificación.

Riesgo del consumidor - es el riesgo que corre un consumidor cuando, según un plan de toma de muestras, se acepte un lote que no satisfaga los requisitos prescritos.

Defectuoso - se entiende por defectuosos una unidad de muestra o un recipiente que no se ajusta a los requisitos de una norma o especificación. Para los fines de la inspección de la aceptación de las frutas y hortalizas elaboradas pueden aplicarse también las siguientes definiciones:

- (a) cuando la norma estipula categorías de calidad o una clasificación facultativa, se entiende por "defectuosa" una unidad de muestra que no satisface los requisitos de calidad especificados pero sí satisface los de la categoría de calidad inmediatamente inferior.
- (b) cuando la norma estipula una categoría de calidad mínima o única, se entiende por "defectuosa" una unidad de muestra que no satisface tales requisitos de calidad mínimos pero sólo deja de satisfacerlos en medida tal que no es más que de calidad ligeramente inferior y no resulta inadecuada para el consumidor.

Inspección - es el proceso que se sigue para medir, examinar, comprobar o verificar de cualquier otra forma un recipiente o una unidad del producto en relación con los requisitos prescritos por una norma o especificación.

Nivel de inspección - es la cantidad relativa a de muestras tomadas de los lotes de un producto dado o de una clase determinada de productos.

Lote - este término se utiliza también en el sentido de "lote sometido a inspección" y es el conjunto de recipientes primarios o unidades del mismo tamaño, tipo y modo de presentación, que contienen productos fabricados o elaborados en condiciones esencialmente análogas.

Tamaño de lote (N)- número de recipientes primarios o de unidades que forman el lote.

Unidad de muestra - el recipiente individual (recipiente primario), una porción del contenido del recipiente primario o una mezcla de producto que se examina o ensaya de una vez.

Muestra - todo número de unidades de muestra que se utilizan en la inspección. Generalmente la muestra comprende todos los recipientes o unidades de muestra sacados para examen o ensayo de un determinado lote.

Toma de muestras - es el proceso consistente en la toma al azar o en la elección de recipientes o de unidades de muestras de un lote o de la producción.

Tamaño de la muestra (n) - es el número de recipientes o de unidades que comprende la muestra total tomada de un lote o del conjunto de la producción.

Plan de toma de muestras - es el plan de toma de muestras en el que se estipulan los tamaños de las muestras, los niveles de inspección y las cantidades límites de aceptación y recusación, de forma que pueda tomarse una decisión respecto a si se debe aceptar o rechazar el lote o la producción, basándose en los resultados de la inspección y en el examen de la muestra.

METODO

La aplicación de los planes adjuntos implica el conocimiento de los siguientes datos:

Tamaño del recipiente
Nivel de inspección
Tamaño del lote-número de recipientes primarios del lote
Requisitos de la norma o especificaciones respecto a la calidad del producto.

Una vez conocidos todos estos datos se prosigue de la siguiente forma:

- (1) Consultar el cuadro de toma de muestras adjunto
- (2) Seleccionar el nivel de inspección que se considere más apropiado para el caso particular, teniendo en cuenta las siguientes recomendaciones:
 - Nivel I - Procedimiento de selección o pequeños lotes en la fase de venta al por menor
 - Nivel II - Toma de muestras normal
 - Nivel III - Controversias, control oficial o necesidad de proceder a una mejor estimación del lote.
- (3) Convertir el tamaño del lote en número de recipientes primarios.
- (4) Determinar el número de unidades de muestra que deben tomarse del lote sometido a inspección, teniendo en cuenta el tamaño del recipiente, el tamaño del lote y el nivel de inspección
- (5) Escoger al azar, en el lote, el número deseado de unidades de muestra, teniendo debidamente en cuenta al proceder a la selección de la muestra, la clave u otras marcas de identificación.
- (6) Examinar el producto de acuerdo con los requisitos estipulados en la norma o en las especificaciones. Considérese como "defectuoso" todo recipiente o unidad de muestra que no satisfaga los requisitos de la norma.

- (7) Considerar el lote como aceptable cuando el número de unidades "defectuosas" no exceda del número límite para la aceptación (c) del plan apropiado de toma de muestras.
- (8) Rechazar el lote cuando el número de unidades "defectuosas" exceda del número límite para la aceptación, según el plan.

Ejemplo 1: "Procedimiento de selección rápido" (Nivel de Inspección I)

Supóngase un lote compuesto de 300 latas de 28 onzas cada una. Se desea proceder a la toma de muestras en el lote para obtener datos generales acerca de la rotulación, color, tamaño de las unidades y composición del jarabe. En este caso se elige el Nivel de Inspección I con objeto de que el tamaño de la muestra sea el más pequeño posible.

Tamaño del lote - 300 recipientes
Tamaño del recipiente - 28 onzas (cuadro de menos de 2.2 libras)
Nivel de Inspección - I
Tamaño de la muestra - 1
Número límite para la aceptación (c) - 0

Si al ensayar el producto se ve que éste es satisfactorio puede que no sea necesario hacer ningún examen más. Si, por el contrario, el recipiente está erróneamente rotulado, su color no es el correcto o es insatisfactorio por cualquiera otra razón, el lote deberá ser rechazado sin más ensayos.

NOTA: En la mayor parte de los casos, no se considera satisfactoria una muestra de tamaño 1. No obstante, existen casos en los que hay que tomar una decisión a base de muestras de 3 recipientes o menos.

Ejemplo 2: Inspección más minuciosa (Nivel de Inspección III)

Supóngase el caso de un lote que se compone de 1.200 cajas y que cada caja contiene 12 cartones de 2,5 libras cada uno. En este caso se decide tomar una muestra mayor que normalmente, en vista de las eventuales controversias que pueden surgir respecto a la calidad del producto.

Tamaño del lote - $1200 \times 12 = 14.400$ cartones
Tamaño del recipiente - 2,5 libras (cuadro de 2,2 a 10 libras)
Nivel de inspección - III
Tamaño de la muestra - 29
Número límite para la aceptación (c) - 4

En el curso del examen del producto, si 4 cartones o menos se juzgan "defectuosos" se considerará que el lote es aceptable. Si se halla que más de 4 cartones son "defectuosos", se considerará que el lote no satisface los criterios de aceptación del plan.

Ejemplo 3: Inspección normal (Nivel de inspección II)

Considérese un lote compuesto de 800 cajas, cada una de las cuales contiene 6 recipientes de 6,5 libras.

Tamaño del lote - $800 \times 6 = 4.800$ recipientes

Tamaño del recipiente - 6,5 libras (cuadro de 2,2 a 10 libras)

Nivel de inspección - II

Tamaño de la muestra - 6

Número límite para la aceptación (c) - 1

En este ejemplo el lote se ofrece y presenta como nivel de calidad A, de acuerdo con una norma que tiene tres clasificaciones de la calidad, a saber: A, B y C. Si al ensayar el producto todos los recipientes son de la calidad A, o 5 recipientes son de la calidad A y uno de la calidad B; el lote se considera aceptable en cuanto a los requisitos relativos a la calidad A. Si, por el contrario, 2 o más recipientes no satisfacen los requisitos relativos a la calidad A, o si algún recipiente tiene una calidad inferior a los requisitos de calidad relativos a la calidad B, el lote se considerará inaceptable con respecto a los requisitos relativos a la calidad A. El lote se consideraría después con respecto al nivel inmediato inferior (calidad B) aplicándose los mismos procedimientos de aceptación para este nivel inferior de calidad. Si el lote no alcanzase la calidad B se le ensayaría para ver si satisfacía los requisitos relativos a la calidad C.

PLANES DE TOMA DE MUESTRAS Y NIVELES DE INSPECCION
FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS
(NCA = 6,5)

TAMAÑO DEL LOTE (Recipientes primarios)	NIVELES DE INSPECCION					
	I		II		III	
Peso neto igual o inferior a 2,2 libras (1 kg)						
	n	c	n	c	n	c
2.400 o menos	1	0	3	0	13	2
2.401-12.000	3	0	6	1	21	3
12.001-24.000	6	1	13	2	29	4
24.001-48.000	13	2	21	3	48	6
48.001-84.000	21	3	29	4	84	9
84.001-144.000	29	4	48	6	126	13
144.001-240.000	48	6	84	9	200	19
más de 240.000	84	9	126	13	315	28
Peso neto superior a 2,2 libras, pero menor de 10 libras (4,5 kg)						
	n	c	n	c	n	c
1.200 o menos	1	0	3	0	13	2
1.201-7.200	3	0	6	1	21	3
7.201-15.000	6	1	13	2	29	4
15.001-24.000	13	2	21	3	48	6
24.001-42.000	21	3	29	4	84	9
42.001-72.000	29	4	48	6	126	13
72.001-120.000	48	6	84	9	200	19
más de 120.000	84	9	126	13	315	28
Peso neto mayor de 10 libras (4,5 kg)						
	n	c	n	c	n	c
300 o menos	1	0	3	0	13	2
301-1.200*	3	0	6	1	21	3
1.201-2.000	6	1	13	2	29	4
2.001-7.200	13	2	21	3	48	6
7.201-15.000	21	3	29	4	84	9
15.001-24.000	29	4	48	6	126	13
24.001-42.000	48	6	84	9	200	19
más de 42.000	84	9	126	13	315	28

n = número de recipientes primarios en la muestra
c = número límite para la aceptación

LISTA DE METODOS DE ANALISIS PARA SUSTANCIAS CONSERVADORAS REMITIDOS
A LOS COMITES DE PRODUCTOS DEL CODEX QUE SE OCUPAN DE LOS MISMOS

Nota de la Secretaría

Esta lista se ha tomado de un documento preparado por la Delegación de los Países Bajos, SP 10/101, Codex Analys/67-10 que se ha distribuido entre los Puntos de Contacto del Codex. Se recomienda a los interesados que deseen formular observaciones sobre los Métodos de Análisis relacionados en este Apéndice que consulten el documento original en el que se discuten y comparan de modo completo los diversos métodos. Pueden obtenerse copias del documento de los Países Bajos dirigiéndose al Jefe de la Subdirección de Normas Alimentarias, FAO, Roma.

I. Dióxido de azufre
(ácido sulfuroso total)

I.1 Cualitativos

I,1.a. Kaplan E., J. Am. Offic. Agric. Chemists 44, 485 (1961)

Carne

"Reacción del verde malaquita para presencia de sulfito en carne"

I.i.b. Roenmele O., Arch. Lebensm. Hyg. 7, 278 (1956)

"Método sencillo, rápido y seguro para la detección de sulfito sódico en carne picada empleando papel de almidón-yodato potásico"

I.2 Cuantitativos

Pulpa de fruta
y
Fruta seca

I,2.a. Fundamento Monier-Williams, modificación de Zonneveld, procedimiento descrito por Tanner

Fruta seca

I,2.b. Nury F.S. y H.R. Bohm, J. Assoc. Offic. Anal. Chemists 48, 796 (1965)

Zumo de fruta químicamente conservado para consumo directo

I,2.c. Fundamento Monier-Williams, procedimiento descrito por Tanner

Líquido de pectina de fruta para uso doméstico

I,2.d. Fundamento Monier-Williams, modificación Zonneveld, procedimiento descrito por Tanner

Compotas, jaleas y mermeladas. Jarabe de glucosa para fines de fabricación. Azúcar blanco.

I,2.e. Fundamento Monier-Williams, procedimiento descrito por Tanner

Hortalizas secas
Patatas secas

I,2.f. Fundamento Monier-Williams, modificación Zonneveld, procedimiento descrito por Tanner

Cervezas y vinos

I,2.g. Fundamento Monier-Williams, procedimiento descrito por Tanner

II. Acido sórbico

Productos de frutas
margarina
queso
pescado en conserva

Margarina

Vino
Vino de fruta

Alimentos analcohólicos,
tales como zumos de frutas,
frutas secas, compotas y
bases de zumos de frutas

II,1 Cualitativos

II,1.a. Genest Chr. y D.G. Chapman, J. Assoc. Offic. Agric. Chemists 43, 438 (1960)

"Extracción cualitativa de algunas sustancias conservadoras antimicrobianas de los alimentos"

II,1.b. Gosselé J.A.W. et al., J. Chromatog. 23, 305 (1966)

"Separación de sustancias conservadoras por cromatografía en capa delgada"

II.2 Cuantitativos

II,2.a. Roose J.B. y A. Versnel, Chem. Weekblad 55, 521 (1959)

"Determinación espectrofotométrica de ácido sórbico en margarina y mantequilla"

II,2.b. Schmidt H. Deuts. Lebensm. Rundschau 58, 1 (1962)

"Determinación colorimétrica de ácido sórbico en vino"

II,2.c. Schmidt H.Z. Anal. Chem. 178, 173 (1960)

"Un método específico para la determinación de ácido sórbico"

II,2.d. Nury F.S. y H.R. Bolin, J. Food Sci. 27, 370 (1962)

"Ensayo colorimétrico para sorbato potásico en frutas secas"

II,2.e. Carr W. G.A. Smith, J. Assoc. Public Analysts 2, 37 (1964)

"Determinación de ácido sórbico en ciruelas pasas y ciruelas en jarabe"

III. Nitrato y nitrito

Carne y productos
cárnicos

III.1 Cualitativos

III,1.a. Diemair W. en "Laboratoriums-
buch für den Lebensmittel-
chemiker". 8a ed. (1963)

III.2 Cuantitativos

III,2.a. Organización Internacional
para Normalización (ISO)

Carne y productos
cárnicos

"Determinación del contenido
de nitrito en carne y productos
cárnicos"

III,2.b. Organización Internacional
para Normalización (ISO)

"Determinación del contenido
de nitrato en carne y productos
cárnicos"

Pescado y productos
pesqueros

Se necesita más información sobre el
análisis de nitrato y nitrito en pescado
y productos pesqueros. En este momento
no pueden proponerse métodos.

III,2.c. Hänni H. y Mitt.Geb.Lebensm.
Unters. u. Hyg. 42, 114 (1951)

Leche y productos lácteos^{a/}

"Método para la determinación
del contenido de nitrito en
leche y productos lácteos"

III,2.d. Hänni H. Mitt.Geb.Lebensm.
Unters. u. Hyg. 42, 114 (1951)

"Método para la determinación
del contenido de nitrato en
leche y productos lácteos"

IV. Acido benzoico

Líquidos alcohólicos y anal-
cohólicos. Sustancias só-
lidas y semisólidas

IV.1 Cualitativos

IV,1.a. Métodos Oficiales de Análisis de
la Asociación de Químicos Agrícolas
Oficiales
10a ed., 1965, p.450 (27.002-27.004)

IV,1.b. Gosselé J.A.W. et al., J.
Chromatog. 23, 305 (1966)

"Separación de sustancias conser-
vadoras por cromatografía en
capa delgada"

^{a/} Remitido al Comité sobre Leche y Productos lácteos (véase párr. 23).

IV. Acido benzoico (cont.)

Margarina

Productos de tomate, com-
potas, jaleas, bebidas,
refrescos y zumos de frutas

Ibid y pescado en salazón
y/o secado

Carne

IV.2 Cuantitativos

IV,2.a. Ross J.B. y A.Versnel. Chem.
Weekblad 55, 67 (1959)

El ácido sórbico puede determinarse del mismo modo (véase II,2). Un método para el análisis de ácido sórbico y ácido benzoico se da por los mismos analistas en Deut.Lebensm.Rundschau 56, 128 (1960). La concentración de los ácidos se determina empleando los máximos de absorción a 228 nm (ácido benzoico), 258 nm (ácido sórbico) y 233,3 nm (punto isobéctico).

IV,2.b. Stanley R.L., J.Assoc.Offic.
Agric. Chemists 42, 486 (1959);
ibid 43, 587 (1960)

"Acido benzoico en alimentos"
El método ha sido adoptado por la AOAC y publicado en los Métodos Oficiales de Análisis de la Asociación de Químicos Agrícolas Oficiales, 10a ed., 1965, p.451 (27.007-27.009).

IV,2.c. Métodos Oficiales de Análisis de la Asociación de Químicos Agrícolas Oficiales, 10a ed., 1965, p.450 (27.005-27.006).

IV,2.d. Stanley R.L., J.Assoc.Offic.
Agric.Chemists 46, 616 (1963)

"Procedimiento rápido de selección para benzoatos en carne".

LISTA DE METODOS DE ANALISIS PARA ANTIOXIDANTES REMITIDOS
A LOS COMITES DE PRODUCTOS DEL CODEX QUE SE OCUPAN DE LOS MISMOS

Nota de la Secretaría

Esta lista ha sido tomada de un documento preparado por la Delegación de los Países Bajos, SP 10/101, Codex Analys/67-8, que se ha distribuido entre los Puntos de Contacto del Codex. Se recomienda a los interesados que deseen formular observaciones sobre los métodos de Análisis relacionados en este Apéndice que consulten el documento original en el que se discuten y comparan de modo completo los diversos métodos. Pueden obtenerse copias del documento de los Países Bajos dirigiéndose al Jefe de la Subdirección de Normas Alimentarias, FAO, Roma.

I. Galatos

I.1 Cualitativos

I,1.a. Schwien W.G., y H.W.Conroy, J.
Amer.Offic.Agric.Chemists 48,
489 (1965)

Aceites y Grasas

"Análisis cualitativo de galato de propilo, ácido nordihidroguayarático, hidroxianisol butilado e hidroxitolueno butilado en aceites y grasas"

El método ha sido adoptado por la AOAC (primera acción oficial) y publicado en los Métodos Oficiales de Análisis de la Asociación de Químicos Agrícolas Oficiales, 10e ed., 1965, p.443.

I,1.b. Scheidt S.A. y H.W.Conroy, J.Am.
Offic.Anal.Chemists 49, 807 (1966)

"Detección de GP, ANDG, HTB e HAB en aceites y grasas por cromatografía en capa delgada"

I,1.c. La extracción de galatos (galato de propilo, octilo y dodecilo) puede hacerse según el método propuesto por Vos H.J. et al., The Analyst 82, 362 (1967) (véase I,2.a). Separación subsiguiente y detección de los galatos según se describe en Salo T. y K. Salminen, Z.Lebensm. Unters.u.Forsch. 125, 167 (1964)

I,1.d. Frecuentemente se emplea el método por el cual los galatos se extraen de las grasas y aceites con etanol (72%).

Biefer K.W., Mitt.Lebensm.Hyg. 53, 243 (1962) Mahon J.B. y R.A.Chapman Anal.Chem. 23, 1116 (1951).

Otros alimentos

Extracción de la grasa con éter de petroléo seguida por I,1.a., I,1.b. (galato de propilo únicamente) o I,1.c. (GP, GO, y GD)

I.2 Cuantitativos

I,2.a. Vos H.J. et al., The Analyst 82, 362 (1957)

Aceites y Grasas

"La determinación cuantitativa de los antioxidantes galato de propilo, octilo y dodecilo en aceites y grasas"

I,2.b. Sahasrabudhe M.R., J.Assoc.Offic. Agric.Chemists 47, 888 (1964)

"Aplicación de la cromatografía en capa delgada a la determinación cuantitativa de antioxidantes: HAB, HTB, GP y ANDG".

I,2.c. Raadsveld C.W. y E.G.Kooy, Neth. Milk and Dairy J. 15, 282 (1961)

Leche en polvo a/

"Determinación cuantitativa de galato dodecílico e HAB en leche en polvo"

II. Hidroxianisol butilado (HAB)

II.1 Cualitativos

II,1.a. Schwien W.G. y H.W.Conroy, J.Am. Offic.Agric.Chemists 48, 489 (1965)

"Análisis cualitativo de galato de propilo, ácido nordihidroguayarático, hidroxianisol butilado e hidroxitolueno butilado en aceites y grasas".

El método ha sido adoptado por la AOAC (primera acción oficial) y publicado en los Métodos Oficiales de Análisis de la Asociación de Químicos Agrícolas Oficiales, 10a ed., 1965, p. 443.

II,1.b. Scheidt S.A. y H.W. Conroy, J.AM. Offic.Anal.Chemists,49, 807 (1966)

"Detección de GP,ANDG,HTB y HAB en aceites y grasas por cromatografía en capa delgada". Después de extracción de los antioxidantes según ha propuesto Schwien (véase II,1.a. (o Sahasrabudhe, J.Am.Offic.Agric. Chemists 47, 888 (1964), la separación subsiguiente y detección de HAB puede hacerse como se describe por: II,1.c.Salo T. et al., Z.Lebensm. Unters.u.Forsch.125, 450 (1964)

a/ Remitido al Comité sobre Leche y Productos Lácteos (véase párr.25)

II. Hidroxianisol butilado (HAB)
(Continuación)

Cromatografía en capa delgada de anti-oxidantes.

II. HAB, HTB, ANDG y tocoferol

II, 1.d. Davidek J. et al., Z. Lebensm. Unters. u. Forsch. 131, 345 (1967)

"Cromatografía en capa delgada de anti-oxidantes"

II, 1.e. Giannone L. Ind. Conserva 38, 209 (1963), citado en Chem. Abstracts 62, 13762 (1965)

Preparaciones de caldos

"Detección de HAB en preparaciones de caldos"

II.2 Cuantitativos

II, 2.a. Sloman et al., J. Am. Offic. Agric. Chemists 45, 76 (1962)

Aceites y grasas y otros alimentos

"Análisis indicial de HAB e HTB en productos alimenticios"

II, 2.b. Nordisk Metodik-Komité for Levned-smidler, Nr. 50, 1963

"Determinación cuantitativa de los antioxidantes HAB e HAT en grasas"

II, 2.c. Shasrabuhde M.R., J. Assoc. Offic. Agric. Chemists 47, 888 (1964)

"Aplicación de la cromatografía en capa delgada a la determinación cuantitativa de los antioxidantes HAB, HTB, GP y ANDG"

III. Hidroxitolueno butilado (HTB)

III.1 Cualitativos

III, 1.a. Schwien W.G. y H.W. Conroy, J. Am. Offic. Anal. Chemists 48, 489 (1965)

Aceites y grasas

"Análisis cualitativo de GP, ANDG, HAB e HTB en aceites y grasas"

El método ha sido adoptado por la AOAC (primera acción oficial) y publicado en los Métodos Oficiales de Análisis de la Asociación de Químicos Agrícolas Oficiales, 10a ed., 1965, p.443

III,1.b. Scheidt S.A. y H.W.Conroy, J.Am.
Offic.Anal.Chemists 49, 807(1966)

"Detección de GP, ANDG, HTB e HAB
en aceites y grasas por cromatografía en capa delgada"

Después de separación de los
antioxidantes según ha propuesto
Schwien (III,1.a.) o Sahasrebudhe
(véase I,2.b.) la separación sub-
siguiente y detección de HTB puede
hacerse según se describe en:

III,1.c. Salo T. et al., Z.Lebensm.Unters.u.
Forsch.125, 450 (1964)

"Cromatografía en capa delgada
de antioxidantes
II.HAB, HTB, ANDG y Tocoferol",

III,1.d. Davidek J. et al., Z.Lebensm.
Unters.u.Forsch.131, 343 (1967)

"Cromatografía en capa delgada
de antioxidantes"

III.2 Cuantitativos

III,2.a. Szalkowski C.R. y J.B.Carber, J.
Agr.Food.Chem.10, 490 (1962)

"Determinación de HTB, aplicación a aceites y grasas comestibles".

III,2.b. Sahasrabudhe M.R., J.Assoc.Offic.
Agric.Chemists 47, 888 (1964)

"Aplicación de la cromatografía en capa delgada a la determinación cuantitativa de los antioxidantes HAB, HTB, GP y ANDG".

III,2.c. Sloman K.G. et al., J.Assoc.
Offic.Agric.Chemists 45, 76 (1962)

"Análisis indicial de HAB et HTB en productos alimenticios".

III,2.d. Nordisk Metodik-Komité for
Levnedsmidler. Nr.50, 1963

"Determinación cuantitativa de los antioxidantes HAB e HTB en grasas".

Aceites y grasas

PROYECTO DE NORMA PROVISIONAL PARA EL PROCEDIMIENTO

TECNICO DE TOMA DE MUESTRAS DE ALIMENTOS

(Remitido a los gobiernos para que formulen observaciones en virtud del Trámite 3)

1. AMBITO DE APLICACION

Se describen los procedimientos que deben seguirse para la toma de muestras de alimentos con objeto de obtener de una unidad (p. ej. recipiente a granel, pequeño recipiente para la venta al por menor, etc.) una parte (submuestra) que sea lo más representativa posible de dicha unidad.

2. INSTRUCCIONES GENERALES

2.1 Instrucciones de carácter administrativo

- 2.1.1. La toma de muestras deberá realizarse por un agente jurado autorizado o neutral, debidamente instruido en la técnica apropiada. El agente no deberá tener ninguna enfermedad infecciosa.
- 2.1.2. En lo posible, la toma de muestras se realizará en presencia de las partes interesadas.
- 2.1.3. Las muestras deberán ir acompañadas de un informe, firmado por el agente jurado o autorizado que haya realizado la toma de muestras y avalado por los testigos que estuvieran presentes. En dicho informe se consignarán con precisión el lugar, la fecha y la hora en que ha sido tomada la muestra, el nombre y el título del agente que la ha obtenido y de cada uno de los testigos, el método exacto seguido en la toma de muestras en el caso de que se aparte del método normal establecido, la clase y número de las unidades que constituyen la partida, con indicación de las marcas de identificación del lote, si se conocen, el número de muestras obtenidas debidamente identificadas en cuanto al lote de procedencia, y el destino que se haya dado a las mismas. Si procede, en el informe deberán mencionarse igualmente todas las condiciones y circunstancias pertinentes de la toma de muestras, como, por ejemplo, el estado de los envases y medio ambiente en que se han mantenido éstos, temperatura y humedad de la atmósfera, método de esterilización del material de toma de muestras, si se han añadido sustancias conservadoras a las mismas, y cualquier otra información referente al material de donde se toma la muestra.

- 2.1.4. Cada muestra se precintará y proveerá de una etiqueta en la que se indique la clase del producto, el número asignado a la muestra y las marcas de identificación del lote a que corresponden las muestras, la fecha en que ha sido tomada, y el nombre y firma del agente que las ha obtenido. Cuando sea necesario, podrá exigirse información adicional como, por ejemplo, el peso de la muestra y de la unidad de donde proviene.
- 2.1.5. Todas las muestras deberán tomarse al menos por duplicado, conservándose una serie de ellas, si es necesario, en cámara frigorífica, y se pondrá lo antes posible a disposición de la otra parte interesada. Se aconseja que, cuando así se haya acordado previamente entre las partes, se tomen series adicionales de muestras que se conservarán para un arbitraje independiente, si esto fuera necesario. Tan pronto como hayan sido tomadas las muestras, éstas deberán enviarse al laboratorio de análisis.

2.2 Instrucciones de carácter técnico

2.2.1. Material para la toma de muestras

- 2.2.1.1. Características : las establecidas para cada tipo de producto del que se han de extraer muestras.
- 2.2.1.2. Muestras destinadas al análisis químico : el material y los recipientes para las muestras deberán estar secos y limpios.
- 2.2.1.3. Muestras destinadas a análisis bacteriológicos : todo el material de toma de muestras deberá estar limpio y ser tratado por uno de los siguientes métodos :
- (a) Exposición al aire caliente a 170° C durante dos horas (el material podrá almacenarse en condiciones de esterilización).
 - (b) Exposición al vapor a 120° C (autoclave) durante 15 a 20 minutos (el material podrá almacenarse en condiciones de esterilización).
 - (c) Exposición al vapor a 100° C durante una hora (este material deberá utilizarse el mismo día).
 - (d) Inmersión en agua a 100° C durante un minuto (este material deberá utilizarse inmediatamente).

- (e) Inmersión en etanol al 70 % y exposición a la llama para eliminar el etanol inmediatamente antes del uso.
- (f) Exposición a la llama de hidrocarburo (propano, butano) de forma que todas las superficies útiles del material estén en contacto con la llama inmediatamente antes del empleo.

La elección del procedimiento dependerá de la clase, forma y dimensiones del material y de las condiciones de la toma de muestras. El material utilizado para la toma de muestras deberá esterilizarse siempre que sea posible por uno de los métodos (a) o (b).

Los métodos (c), (d), (e) y (f) se consideran solamente como métodos secundarios.

2.2.2. Recipientes para las muestras

2.2.2.1. Productos líquidos

Los recipientes deberán ser de un material apropiado, impermeable al agua y a las grasas (vidrio, metal inoxidable, materiales plásticos apropiados), y de una calidad que permita la esterilización según los métodos que se indican en 2.2.1.3, si fuera necesario, y de una forma y capacidad adecuadas para el material del que se han de tomar las muestras (tal como se haya definido para cada caso particular).

Los recipientes deberán estar secos y limpios. Los recipientes se cerrarán herméticamente, bien por medio de un tapón de caucho o plástico adecuado, o bien mediante una cápsula de metal o de plástico que cierre a rosca y que esté provista interiormente, si fuera necesario, de un revestimiento de materia plástica impermeable a los líquidos, insoluble, no absorbente, impermeable a las grasas, y que no pueda influir en el olor, sabor o composición de la muestra.

Cuando se utilicen tapones de caucho, éstos se recubrirán de un material no absorbente, inodoro (como, por ejemplo, un material plástico apropiado) antes de introducirlos en la boca del recipiente de las muestras. Podrán utilizarse también bolsas de plástico apropiadas.

2.2.2.2. Productos sólidos o semi-sólidos

Se utilizarán recipientes cilíndricos de boca ancha, de un material apropiado, impermeable al agua y a las grasas (vidrio, metal inoxidable, materia plástica apropiada), de una calidad adecuada que permita la esterilización según los métodos indicados en 2.2.1.3 si fuera necesario,

y que sean de una capacidad apropiada para el tamaño de la muestra que se ha de tomar (tal como se haya definido en cada caso particular). Los recipientes deberán estar limpios y secos. Deberán ser estancos al aire, según uno de los métodos indicados en 2.2.2.1. Podrán utilizarse también bolsas de plástico apropiadas.

2.2.2.3. Recipientes pequeños para la venta al por menor

El contenido de dichos recipientes, intactos y cerrados, servirán de muestra.

2.2.3. Técnica de la toma de muestras

El método exacto para la toma de muestras, y el peso o volumen del producto que habrá de tomarse como muestra, variarán según la clase de los productos y la finalidad para la que se requiere la toma de muestras, y se definen para cada caso particular.

2.2.4. Conservación de las muestras

2.2.4.1. A las muestras de productos líquidos o de queso, necesarias para el análisis químico, podrá añadirseles una sustancia conservadora adecuada. Esta sustancia no afectará al análisis subsiguiente, y su naturaleza y cantidades utilizadas se indicarán en la etiqueta y en todos los informes. No se añadirán sustancias conservadoras a las muestras de los productos sólidos, semi-sólidos (excepto el queso) ni productos desecados para el análisis químico. Estas muestras se enfriarán rápidamente y se conservarán en cámara frigorífica a una temperatura entre 0° C y + 5° C.

2.2.4.2. No se añadirán sustancias conservadoras a las muestras destinadas al análisis bacteriológico u organoléptico. En cambio, se mantendrá a baja temperatura (0° C a + 5° C) excepto cuando se trate de productos conservados en los que la muestra esté constituida por recipientes sin abrir, herméticamente cerrados, en los que se vende el producto. Los productos líquidos y semi-líquidos se mantendrán frescos y el análisis bacteriológico de los productos líquidos se hará lo más rápidamente posible y, en todo caso, dentro de las 24 horas a partir del momento en que se ha tomado la muestra.

2.2.5. Transporte de las muestras

Las muestras se llevarán al laboratorio lo antes posible después de haber sido tomadas. Se adoptarán las debidas precauciones para evitar que, durante el transporte, estén directamente expuestas al sol, no se sometan a temperaturas menores de 0° C, o mayores, que no deberán pasar de 10° C en el caso de productos perecederos.

Cuando se trate de muestras destinadas al análisis bacteriológico, para el transporte se utilizarán recipientes aislados que puedan mantener una baja temperatura (0° C a + 5° C), excepto cuando se trate de productos conservados cuyas muestras consistan en recipientes que no se han abierto, o en caso de que el transporte sea de muy corta duración.