

# comision del codex alimentarius

ORGANIZACION DE LAS NACIONES UNIDAS  
PARA LA AGRICULTURA  
Y LA ALIMENTACION

ORGANIZACION MUNDIAL  
DE LA SALUD

OFICINA CONJUNTA:

Via delle Terme di Caracalla 00100 ROMA: Tel. 5797 Cables Foodagri

ALINORM 79/23

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMISION DEL CODEX ALIMENTARIUS

13<sup>o</sup> periodo de sesiones, Roma, 3-14 diciembre 1979

S

INFORME DE LA 11<sup>a</sup> REUNION DEL COMITE DEL CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS  
Y TOMA DE MUESTRAS

Budapest, 2-6 julio 1979

## Introducción

1. El Comité del Codex sobre Métodos de análisis y toma de muestras celebró su 11<sup>a</sup> reunión del 2 al 6 de julio de 1979 en Budapest, por cortesía del Gobierno de Hungría. Inauguró la reunión el Dr. K. Süto, Presidente del Comité Nacional Húngaro del Codex y Vicepresidente de la Oficina Húngara de Normalización, el cual dio la bienvenida a los participantes y subrayó la importancia de la colaboración entre organismos internacionales en la elaboración de métodos de análisis y toma de muestras para los fines del Codex. Presentó al Presidente de la reunión, Profesor R. Lásztity del Departamento de Bioquímica y Tecnología de los alimentos de la Universidad Técnica de Budapest.
2. El Profesor Lásztity señaló la importancia singular de la presente reunión, por cuanto el examen del programa de labores del Comité en la 24<sup>a</sup> reunión del Comité Ejecutivo y en el 12<sup>o</sup> periodo de sesiones de la Comisión había dado lugar a la revisión de su mandato. Estos cambios se examinarán en la reunión en curso.
3. Asistieron a la reunión delegados de 23 países y observadores de cinco organismos internacionales. La lista de participantes, incluidos los oficiales de la FAO, figura en el Apéndice I de este informe.

## Aprobación del programa

4. El Comité decidió aprobar el programa sin efectuar ningún cambio. Decidió también que un Grupo Especial de Trabajo tratara los puntos del programa 6(a) y 6(b) relativos a la toma de muestras, y que si fuere necesario se creara un pequeño subgrupo para ocuparse con mayor detenimiento de los planes de toma de muestras incluidos en los temas 6(b)(i) y 6(b)(ii). Las delegaciones de Hungría, Países Bajos, Noruega, Suiza, el Reino Unido, los Estados Unidos de América y los observadores de la CEE y de la UIQPA indicaron su deseo de participar en el Grupo de Trabajo.

## Nombramiento de relatores

5. El Comité nombró relatores al Sr. R. Sawyer de la delegación del Reino Unido y a la Sra. J. Castang de la delegación de Francia.

## Cuestiones dimanantes de la Comisión y los Comités del Codex

6. El Comité tuvo ante sí el documento CX/MAS 79/2 y CX/MAS 79/2-Add.1 que contenía información de interés procedente de los informes de la Comisión, Comités de Productos y de Asuntos Generales y de la 2<sup>a</sup> Consulta Mixta FAO/OMS de Expertos sobre Métodos de Toma de muestras y Análisis de Contaminantes en los Alimentos. Se señaló que en la 24<sup>a</sup> reunión del Comité Ejecutivo y en el 12<sup>o</sup> periodo de sesiones de la Comisión se había estudiado la labor futura del Comité, y que ambos órganos convinieron en que se mantuviera el Comité, pero se modificara su mandato. Ambos órganos recomendaron también

encarecidamente que el Grupo de Trabajo sobre Toma de Muestras continuara sus actividades con respecto a la elaboración de planes de toma de muestras para la aceptación.

#### Clasificación de Métodos de Análisis del Codex

7. El Comité Ejecutivo (24<sup>a</sup> reunión) debatió ampliamente sobre la propuesta clasificación de los métodos de análisis del Codex en cuatro categorías, sobre cuyas definiciones y terminología no se había llegado todavía a un acuerdo oficial. El Comité Ejecutivo había sugerido que se prestara más atención a los métodos que pueden tener aplicación general en las normas y a los métodos que pueden emplearse para hacer cumplir los reglamentos, con objeto de satisfacer las necesidades de los países en desarrollo. Se destacó también que la función del Comité debería consistir en la aprobación de los métodos propuestos por los Comités de Productos y en la coordinación de actividades con otras organizaciones internacionales especializadas.

8. El Comité señaló que la 2<sup>a</sup> Consulta Mixta FAO/OMS de Expertos (Roma, febrero-marzo 1978) había examinado también la clasificación propuesta de los métodos del Codex y la había aceptado.

9. El Comité decidió que era necesario efectuar un detenido examen de la clasificación en la presente reunión, ya que en la décima reunión hubo muy poco tiempo para examinar las propuestas del Grupo Especial de Trabajo (véase ALINORM 78/23, Apéndice II).

10. Se decidió que todos los futuros métodos de análisis se encasillaran dentro de los cuatro tipos de métodos, que había recomendado la 10a reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (ALINORM 78/23, Apéndice II) y que habían sido denominados de la manera siguiente:

1. Método de definición (Tipo I)
2. Método de referencia (Tipo II)
3. Método alternativo aprobado (Tipo III)
4. Método provisional (Tipo IV)

11. A continuación el Comité pasó a examinar las definiciones requeridas para establecer los cuatro tipos de métodos propuestos por el Grupo Especial de Trabajo. Se decidió que en el caso del método del Tipo I era preciso revisar la definición. Se examinaron detalladamente todos los métodos y se llegó a las siguientes conclusiones generales.

12. Los métodos de Tipo I y de Tipo II son adecuados para utilizarse como métodos de referencia y verificación. Los métodos del Tipo III pueden utilizarse como métodos alternativos para fines de aplicación y observancia de reglamentos. El Comité consideró también que puede haber diversos métodos de Tipo III en una sola norma. Por lo que se refiere a los Métodos del Tipo IV, precisan la confirmación de los criterios por los que se rigen los métodos del Codex antes de que puedan utilizarse como métodos "oficiales" en las normas del Codex. Además, cuando haya otros métodos para el Tipo I, el método de "definición" servirá para fines de verificación.

13. El Comité decidió también, como consta en el Apéndice II, que todo método sea evaluado con arreglo a los siguientes criterios:

1. Especificidad
2. Exactitud
3. Precisión
4. Límite de detección
5. Sensibilidad
6. Practicabilidad
7. Otros criterios que puedan elegirse según convenga.

14. Se decidió también que el Grupo Especial de Trabajo sobre Toma de Muestras (Apéndice III) elaborase una clasificación y criterios similares para métodos de Toma de Muestras.

15. Se aceptaron las bases para las relaciones con otros Comités del Codex, que se exponen en los párrafos 12 y 13 del Apéndice II de ALINORM 78/23, añadiendo el requisito

de que se evalúen la utilidad y la aplicación de los métodos presentados por los Comités de Productos.

Revisión del mandato del Comité del Codex sobre Métodos de análisis y Toma de Muestras y correspondientes cambios en el Manual de Procedimiento del Codex, entre los que figuran la definición y la clasificación de los métodos de análisis y toma de muestras

16. El Comité tuvo ante sí el documento CX/MAS 79/3 sobre el citado tema y dos documentos de Sala de Conferencias preparados por un pequeño Grupo Especial de Trabajo, que se reunió durante la reunión. El documento No. 1 de la Sala de Conferencia en el que figura el texto enmendado propuesto para los párrafos 13(c)(i) del Manual de Procedimiento, que regulan las relaciones entre los Comités de productos y los Comités generales, y el documento No. 2 de Sala de Conferencia que contiene las enmiendas propuestas a los Principios Generales para el Establecimiento de Métodos de Análisis del Codex (véase también ALINORM 78/23, Apéndice II).

Revisión del mandato del Comité

17. El Comité tomó nota de que la revisión del mandato (Apéndice I del documento CX/MAS 79/3) propuesta por la Secretaría había sido aceptada por la Comisión del Codex Alimentarius en su 12º período de sesiones (ALINORM 78/41, párr. 284) y que los correspondientes cambios del Manual de Procedimiento del Codex se examinarían en el 13º período de sesiones de la Comisión.

18. Al examinar el mandato, el Comité señaló que había que hacer algunas correcciones de forma al texto, revisándolo según las mismas (véase Apéndice II de este informe).

Enmiendas propuestas a las Directrices de los Comités del Codex (párr. 13(c)(i))

19. El Comité volvió a examinar el texto revisado propuesto por el Grupo Especial de Trabajo. Después de un debate se decidió que las modificaciones eran necesarias para que se viera con claridad que los métodos de análisis y los métodos de toma de muestras son complementarios.

20. Los textos revisados figuran en el Apéndice II de este Informe.

"Principios Generales para el Establecimiento de Métodos de Análisis del Codex" y toma de Muestras/

21. Al examinar el presente documento que trata de los Métodos de Análisis, hubo un cierto debate sobre si, teniendo en cuenta los trabajos del Grupo Especial de Trabajo sobre Toma de Muestras, era necesario un texto similar al anterior que trate de los principios generales para el establecimiento de métodos de toma de muestras del Codex. Se decidió que el párrafo 1 del presente documento, donde se exponen los fines de los Métodos de Análisis del Codex, se aplica también a la Toma de Muestras y que deben aparecer en el mismo documento la definición de los tipos de métodos de análisis y de toma de muestras y los criterios generales para su selección.

22. El Comité convino en que la creación de una sección que se ocupe de la toma de muestras requeriría mucho trabajo y atenta deliberación, y decidió examinar este asunto más detalladamente en su próxima reunión (véase párr. 30), a fin de que el nuevo Grupo de Trabajo sobre Toma de Muestras tuviera tiempo de preparar un texto idóneo.

23. El Comité señaló que cuando haya métodos alternativos a los Métodos de Definición (Tipo I), el método de definición habrá de servir también para fines de verificación y en este aspecto coincidirá con los Métodos de Referencia (Tipo II). Por consiguiente se decidió enmendar la definición de los métodos de referencia y definición para seleccionar los términos idóneos para todos los tipos de métodos y añadir además otros métodos que sirvan de ejemplos de los tipos.

24. Respecto a los Criterios Generales, el Comité observó que la distinción entre repetibilidad y reproducibilidad, según se definen comúnmente (véase 2a Consulta Mixta de Expertos FAO/OMS sobre Métodos de Toma de Muestras y Análisis de contaminantes en los alimentos, pág. 2) se refiere respectivamente a los resultados intra-laboratorio (dentro del laboratorio) e inter-laboratorios (dentro del laboratorio, más entre laboratorios), y decidió introducir esta distinción en el texto.

25. Se señaló también que hubo consenso general sobre las definiciones de especificidad, exactitud y precisión, pero que términos tales como "sensibilidad" estaban más abiertos a la interpretación, por lo que el Comité debería examinarlos en el futuro y se decidió que un documento de trabajo, basado en las recomendaciones de la UIQPA/ISO, entre otras, podría ser idóneo para entablar un debate. El documento enmendado figura en el Apéndice II.

#### Informe del Grupo Especial de Trabajo sobre Métodos del Codex de Toma de Muestras

26. El Comité tuvo ante sí el informe del mencionado Grupo Especial de Trabajo (véase Apéndice III). Al presentar el informe el Presidente del Grupo (Sr. B. Levy, EE.UU.) señaló al Comité varios problemas fundamentales que habían sido debatidos por el Grupo, es decir:

- a) que era necesario continuar la armonización de criterios sobre Toma de Muestras y el establecimiento de planes prácticos de toma de muestras;
- b) que las recomendaciones del Codex sobre Toma de Muestras tendrán carácter consultivo, aunque se señaló que ciertos aspectos de los planes de toma de muestras, tales como los criterios estadísticos referentes a "aceptación del lote" tendrán un carácter preceptivo en lo que respecta al Procedimiento para la Aceptación de las Normas del Codex;
- c) que las cláusulas de las normas del Codex (por ejemplo los límites mínimos o máximos) deberían aclararse en relación a la aceptabilidad del lote.

27. El Comité decidió que para garantizar que los trabajos relativos a la Toma de Muestras puedan efectuarse de conformidad con el nuevo mandato del Comité, habrá que tomar las medidas idóneas (servicios, ayuda de secretaría, etc.).

28. El Comité señaló que el Grupo había formulado también recomendaciones acerca de las labores futuras en el sector de la Toma de Muestras y había tratado de los problemas específicos relativos al muestreo para determinar el contenido neto y a la enmienda de los Planes de Toma de Muestras para los Alimentos Preenvasados (CAC/RM 42-1969) propuesta por el Comité del Codex sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas.

29. El Comité se declaró de acuerdo con las opiniones del Grupo Especial de Trabajo respecto a los fines y al estado de los métodos de toma de muestras del Codex (véase también el párr. 21) y convino también en que era esencial armonizar internacionalmente los criterios, según los cuales se rechazan los lotes (por ejemplo la interpretación de los resultados del muestreo y del análisis en relación con las cláusulas de las normas del Codex y en relación con los lotes). Se aceptaron también las recomendaciones del Grupo sobre los trabajos futuros.

30. El Comité decidió que se creara un nuevo Grupo Especial de Trabajo sobre Toma de Muestras, para realizar progresos en este sector. La tarea del nuevo Grupo de Trabajo consistirá en empezar a trabajar sobre los varios aspectos recomendados por el presente Grupo de Trabajo. El Comité solicitó al Sr. R. Player que actuara como Coordinador de las actividades del Grupo de Trabajo, con la asistencia de las Secretarías del Codex y de Hungría. Se reconoció que podría ser necesario convocar una reunión del Grupo de Trabajo entre la actual reunión del Comité y la próxima. La Secretaría se ocupará de este asunto.

31. Se nombraron miembros del Grupo de Trabajo a los siguientes países y organizaciones, aunque se entendía que la participación en calidad de miembros del Grupo de otros países y organizaciones sería bien acogida: Australia, Egipto, Finlandia, Alemania (República Federal), Hungría, Países Bajos, Noruega, Suiza, Reino Unido, Estados Unidos y la CEE.

32. Respecto a la cuestión del plan de probabilidad moderada de aceptación para la definición del contenido neto en relación con los lotes, el Grupo de Trabajo opinó que el mérito técnico del plan mencionado era considerable.

33. El Comité decidió que había que preparar un cuestionario, en base al cual solicitar las opiniones de los gobiernos sobre la aceptabilidad general del plan. La Secretaría se comprometió a preparar dicho cuestionario en consulta con el Presidente del actual Grupo

de Trabajo. Se decidió igualmente, que como consecuencia del nuevo examen del plan de probabilidad moderada basado en las observaciones de los gobiernos, había que remitir la cuestión del contenido neto a los Comités del Codex correspondientes para su ulterior examen.

34. Cuando se consideró la enmienda propuesta a los Planes de Toma de Muestras para los Alimentos Preenvasados (CAC/RM 42-1969), el Grupo de Trabajo hizo las observaciones pertinentes en respuesta a los problemas que planteaba el documento CX/MAS 77/2-Add.1. Ahora bien, no estaba en condiciones de evaluar qué efectos producirá en la probabilidad de aceptación de los lotes la reducción del índice de muestreo en los tamaños más grandes de los lotes, que se propone en el documento de trabajo.

35. El Comité decidió remitir los comentarios del Grupo de Trabajo al Comité de Productos correspondiente para su examen. Se solicitó a la Secretaría que se ocupase de encontrar una fórmula para enmendar los Planes de Toma de Muestras.

36. El Comité señaló a la atención de los Comités de Productos el informe de la 12a reunión del Grupo Mixto de Trabajo CEPE/Codex Alimentarius sobre Toma de Muestras de los Alimentos Congelados Rápidamente (ALINORM 79/25, Apéndice XIII) en que se había estudiado el esquema de las secciones de análisis y de toma de muestras de las normas para productos con objeto de tener en cuenta la necesidad de contar con diferentes planes de muestreo y procedimientos de aceptación de lotes.

#### Método general para la determinación de cloruros en los alimentos

37. El Comité tuvo a la vista ALINORM 76/23, Apéndice IV en que figura la norma mencionada.

38. Se informó al Comité que el uso de las unidades de medidas SI era actualmente preceptivo en algunos países y organismos internacionales y entraría en vigor en un próximo futuro en otros.

39. Se decidió enmendar el método mencionado para incluir las unidades SI y que, como principio general, su uso se oficializará en los futuros métodos de análisis y de toma de muestras. Durante un período de transición se pondrán entre corchetes junto a las unidades SI, cuando se estime oportuno, otras unidades convencionales con objeto de que los analistas puedan hacer la conversión fácilmente. Las normas que estén ya publicadas, cuando se revisen, seguirán la misma pauta.

40. El Comité señaló que en su 4a reunión (ALINORM 69/23, párrs. 84-85), el Comité había considerado el esquema estándar para un método del Codex de Análisis de Alimentos, basado en ISO R78 que es un documento de gran utilidad, y había decidido aprobarlo en su totalidad y recomendarlo a fin de que los Comités de Productos lo utilicen.

41. El documento ISO R78 se ha revisado ahora y el Consejo de la ISO lo aprobó como ISO Guide 18. Algunas delegaciones señalaron que el documento, actualmente en examen, no seguía el esquema de la ISO y sugirieron que se volviera a redactar adaptándolo a este formato para su examen por el Comité en un momento posterior de la reunión. Se señaló, en particular, que los datos sobre la reproducibilidad y la repetibilidad eran necesarios para completar el texto.

42. El Comité observó que, en general, sólo aquellos métodos de análisis y de muestreo que figuran in extenso en las Normas del Codex requerían ser revisados según el formato uniforme y que el texto actual, ya publicado en otra parte (JAOAC, 58, 339-400 (1975)) constará únicamente como referencia. Con todo, como se trata de un método general, cuya autenticidad ha sido demostrada por estudios en colaboración, se decidió presentarlo en formato estándar como un modelo y añadirle las referencias a los estudios en colaboración, incluyendo, para guía de los analistas, los datos que indican las características del método. El documento revisado figura como Apéndice IV de este informe. El Comité convino en adelantar el método al Trámite 8 del Procedimiento.

#### Aprobación de métodos de análisis propuestos por Comités de Productos del Codex

43. El Comité tuvo ante sí el documento CX/MAS 79/6, en el que figuran los métodos de análisis por aprobar. En el Apéndice V se facilita un resumen de las conclusiones

a que se llegó y el estado de los métodos examinados en lo que respecta a su aprobación. Se planteó el problema de la introducción de las unidades SI en los modelos existentes y se decidió que este requisito se sometiera al examen de los Comités de Productos con objeto de adoptar las medidas oportunas en las presentaciones futuras.

#### AGUAS MINERALES NATURALES

44. El Comité tuvo a la vista el documento CX/EURO 79/5, en el que figuran los métodos propuestos de análisis para las aguas minerales y CX/MAS 79/LIM.1 que facilita un extracto del informe de la 11a reunión del Comité Coordinador para Europa.

45. La delegación polaca señaló que había recibido el documento CX/EURO 79/5 pocos días antes de que comenzara la reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras y que el CX/MAS LIM.1 había llegado durante la reunión. Consideró que el documento no podía debatirse puesto que los delegados no habían tenido tiempo para leerlo. La delegación consideró que documentos de tal importancia, como los relativos a los métodos de análisis, debían distribuirse al menos dos meses antes de la reunión para la que estaban destinados, como establece el Manual de Procedimiento, pág. 11, párr. 7. La distribución de los documentos inmediatamente poco antes del comienzo de la reunión no permitiría sostener un debate constructivo en la presente reunión.

46. El Presidente del Comité Coordinador para Europa, Dr. H. Woidich (Austria) presentó los documentos. El Comité tomó nota del párrafo 48 del informe del Comité Coordinador para Europa, en que se hizo constar la complacencia de dicho Comité por los últimos trabajos del CCMAS en materia de clasificación de métodos de análisis y criterios necesarios para establecer su utilización. Se señaló también que el Comité Coordinador para Europa había deliberado sobre la conveniencia de proponer métodos para la determinación de sustancias no limitadas ni mencionadas específicamente en la norma y había decidido remitir tales métodos para su estudio al Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras.

47. El Comité Coordinador para Europa ha intentado indicar el Tipo I (Métodos de definición) en la lista propuesta para aprobación, CX/MAS 79/LIM.1, Apéndice III. Se identificaron también aquellos métodos para los que no existen disposiciones en la norma. Algunas delegaciones opinaron que los métodos, que sirven para probar la ausencia de determinadas sustancias indeseables, no podían clasificarse propiamente como "métodos de definición". Se trataba en algunos casos de la medición de las sustancias o grupos de sustancias concretas y en ningún caso se facilitó para su examen información sobre el límite de detección de los métodos propuestos. Se debatió en detalle la propuesta de incluir métodos en la norma, cuando no existen disposiciones concretas en las correspondientes secciones de composición. Varias delegaciones expresaron la preocupación de que se estaba sentando un mal precedente y de que la manera en que se presentaba la información no permitía al Comité realizar un examen adecuado de las propuestas.

48. El Comité decidió que la cuestión de si una sustancia sobre la que no hay ninguna disposición en la norma requerirá un método de análisis, deberá remitirse al Comité del Codex sobre Principios Generales para que dé orientaciones.

49. El delegado de Noruega hizo hincapié en que debía tenerse debidamente en cuenta si los métodos a los que se refieren los párrafos 47 y 48 no son pertinentes para los requisitos de las normas, en especial cuando tales requisitos están destinados claramente a la regulación de asuntos de etiquetado. Se llamó la atención particularmente sobre los términos del Manual de Procedimiento del Codex (p. 69, 2(d)). El Comité decidió que los gobiernos deberían ocuparse de estudiar este asunto.

50. El Comité reconoció que un período de transición será conveniente, puesto que así lo exigían los debates sobre los cambios del mandato, la clasificación de los métodos y la prioridad concedida a los criterios para la aceptación de métodos.

51. En vista de esta situación, el Comité decidió aprobar temporalmente, en espera de estudios en colaboración, los dos "métodos de definición" (Tipo I) propuestos por el Comité Coordinador para Europa, a saber 3.1.1 Total de sólidos disueltos y 3.3.1 Materia orgánica total, pero solicitó que se elaborasen en el formato apropiado ISO y que se enviaran a los gobiernos para que hicieran observaciones. Respecto a los métodos

restantes, el Comité decidió clasificarlos como métodos del Tipo IV y que se enviaran para la formulación de observaciones en el Trámite 6.

#### ALIMENTOS CONGELADOS RAPIDAMENTE

##### Coles de Bruselas congeladas rápidamente, frijoles verdes y frijolillos congelados rápidamente y zanahorias congeladas rápidamente

52. Se aprobaron los métodos presentados (véase el Apéndice V de este Informe).

##### Espinacas congeladas rápidamente

53. La delegación del Reino Unido comentó que los procedimientos de muestreo presentados para su aprobación estaban pendientes del futuro acuerdo acerca de los principios generales de la Toma de Muestras y que habría de aplazarse toda decisión hasta que el Grupo de Trabajo sobre Toma de Muestras llegara a conclusiones practicables. Los métodos restantes que se aprobaron con enmiendas menores figuran en el Apéndice V.

#### FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

##### Pepinillos encurtidos

54. El Comité convino en señalar al Comité del Codex sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas el Método General del Codex para el cloruro y en que se autorice que la Secretaría ponga al día las referencias a los procedimientos AOAC según proceda. Se planteó al Comité el problema de que se habían propuesto tres métodos para la determinación del llenado del envase y que uno de ellos debía designarse como método de referencia.

##### Zanahorias en conserva

55. Se aprobaron los métodos presentados.

##### Albaricoques secos

###### Determinación de humedad

56. Se debatió si los métodos AOAC propuestos por el Comité encargado del producto eran métodos de definición o de referencia. Algunas delegaciones opinaron que los métodos de estufa y de conductancia eléctrica eran empíricos y que por lo tanto podían ser considerados "métodos de definición". Otras delegaciones estimaron que el método de estufa AOAC, que medía la pérdida de masa en el secado, era un método de referencia que se usaba para la verificación del método instrumental. Estas delegaciones reconocieron que los métodos AOAC tienen elementos de los métodos de definición, por lo que este problema concreto tenía que ser resuelto antes de poder seguir adelante.

57. El Comité aceptó la sugerencia del delegado de Austria de que se cambiase la definición de "método de definición", mediante la indicación de que tales métodos sirven también para los fines de verificación (véanse párrs. 12 y 23). El Apéndice II se revisó en tal sentido. Se consideró que dicha aclaración de los "métodos de definición" permitía superar las dificultades que se presentan a veces cuando hay que decidir si un método es de Tipo I o de Tipo II.

58. Se aprobaron los métodos propuestos por el Comité de Productos, relativos a la determinación de la humedad.

#### DATILES

##### Determinación de humedad

59. Se llegó a las mismas conclusiones, que en el caso de los albaricoques secos.

#### ALBARICOQUES EN CONSERVA

##### Medición del jarabe

60. La delegación de Austria opinó que el método para la determinación de los sólidos solubles en los pepinillos encurtidos (véase el párr. 54) y la medida del jarabe en los albaricoques en conserva deberían armonizarse. Se preguntó por qué razón en el caso anterior no se había previsto una corrección de la temperatura. El Comité solicitó al Comité encargado del producto que aclarara este asunto.

## PRODUCTOS CARNICOS ELABORADOS DE RESES Y AVES

### CARNE TIPO "CORNEE BEEF" ENVASADA, CARNE "LUNCHEON" Y JAMON CURADO COCIDO

61. La delegación de los EE.UU. pidió que se la informara sobre si se habían efectuado ensayos en colaboración para establecer la fiabilidad de los métodos ISO propuestos por el Comité de productos. El representante de la ISO informó al Comité que la ISO ya había ultimado los métodos sugeridos por el Comité de productos y que había que poner al día las referencias mencionadas en el documento de trabajo.

62. El Comité examinó si, al aprobar los métodos propuestos de análisis, debía insistir en esta reunión en que se dispusiera de pruebas de estudios en colaboración. Se decidió que se precisaba un período de transición hasta que se dispusiera de tal información.

### Determinación de nitrito, ácido glutámico, glucono-delta-lactona

63. En vista del debate sobre la disponibilidad de los resultados de los ensayos en colaboración (párr. 42), el Comité decidió aprobar provisionalmente los métodos mencionados.

## GRASAS Y ACEITES

### Margarina de contenido de grasa rebajado

64. Se informó al Comité que el Comité encargado del producto revisaría esta norma y que era muy probable que la modificara ampliamente. Algunas delegaciones pusieron en duda que los bioensayos sigan siendo un método idóneo para el Codex. La delegación de los Estados Unidos señaló que los bioensayos de la vitamina D miden la actividad biológica, por lo que pueden utilizarse como métodos de verificación, y que muchos métodos químicos no son específicos. La delegación de Noruega informó al Comité que se estaban elaborando métodos instrumentales alternativos que podían someterse a estudios en colaboración. El Comité, habida cuenta de que la norma podía ser todavía modificada ampliamente, decidió señalar al Comité sobre Grasas y Aceites los problemas que derivarían probablemente de la presentación de métodos más antiguos y aplazar el ulterior estudio de los métodos de análisis propuestos.

### Aceite de colza comestible pobre en ácido erúico

#### Determinación de la composición de ácidos grasos

65. Algunas delegaciones opinaron que un método idóneo de determinación del ácido erúico era necesario, puesto que el contenido de este ácido graso era la base para distinguir el producto en cuestión del aceite de colza normal.

66. La delegación de Francia estimó que el método de la UIQPA, mencionado en la norma, era idóneo para este fin. El representante de la CEE declaró que la Comunidad había establecido un método de determinación del ácido erúico en las grasas y aceites, que se emplean para consumo humano, así como en los alimentos a los que se han añadido grasas y aceites. El principio de este método se basa en la separación de los ésteres de metilo de los ácidos grasos contenidos en el producto, analizados por cromatografía en capa delgada a baja temperatura sobre gel de sílice con nitrato de plata, y la determinación cuantitativa de los ésteres separados por cromatografía-gas. Este método permite la determinación por separado del ácido erúico en presencia de varios isómeros (por ejemplo, ácidos grasos en aceites de pescado hidrogenados o no).

67. El delegado de Australia sugirió que se cambiara el título de la sección que trata de la determinación de la composición de ácidos grasos para reflejar el fin propuesto, es decir la determinación del contenido de ácido erúico.

68. El Comité, habida cuenta de que la norma para el aceite de colza pobre en ácido erúico era muy similar a la del aceite de colza en lo relativo a los métodos de análisis, decidió aprobar provisionalmente los diversos métodos propuestos por el Comité de productos, debido a que dicho Comité proyectaba revisar la sección sobre métodos de análisis aprobada para las grasas y aceites.



Aceites comestibles de coco, de palma, de almendra de palma, de pepitas de uva y de babasú

69. La delegación del Reino Unido indicó ciertas correcciones que podían hacerse a los diversos métodos que figuran en estas normas. El Comité decidió aprobar provisionalmente los métodos de análisis propuestos por idénticas razones a las aducidas respecto del aceite de colza pobre en ácido erúxico.

"Bouillons" y consomés

70. El Comité decidió que no estaba en condiciones de considerar los métodos propuestos, a falta de las descripciones de los principios de dichos métodos y por no haber pruebas de que los métodos propuestos se habían sometido a ensayos en colaboración y se ajustaban a los criterios establecidos por el Comité para la selección de métodos del Codex. Se aplazó la aprobación de los métodos.

Consideraciones generales

71. El Comité señaló que debería desaconsejarse el uso de la coma para denotar los tres órdenes de magnitudes (es decir 1,000) ya que podía inducir a error. Se expresó preocupación por el procedimiento seguido por algunos comités del Codex que incluyen las disposiciones sobre métodos de análisis en un Trámite tan avanzado del Procedimiento que hace imposible que los gobiernos comenten los métodos de análisis propuestos. La Secretaría señaló que no se pretendía evitar que los métodos de análisis fuesen objeto de observaciones y opinó que, en tales casos, el Comité debe considerarse con libertad para aplazar la aprobación hasta recibir las observaciones de los gobiernos. Contestando a una pregunta, la Secretaría informó al Comité que el Comité podía retirar la aprobación de un método dado.

Método ISO/AOAC para la determinación del nitrógeno en los alimentos para lactantes y niños de corta edad

72. Los representantes de ISO y AOAC informaron al Comité que sus organizaciones tendrían en cuenta la nueva clasificación de los métodos de análisis del Codex (es decir los Tipos I, II, III y IV) con objeto de llegar a un método conjuntamente concertado para la determinación del nitrógeno <sup>1/</sup>. El Comité mostró interés en recibir dichas recomendaciones conjuntas, que servirían de base para el establecimiento de métodos del Codex.

73. Se señaló que el uso del mercurio como catalizador se había suspendido en algunos países. El Comité decidió que la utilización del mercurio como catalizador en un método general de referencia del Codex no crearía problemas, si se utilizara sólo como método de definición. Se indicó también que para fines concretos se podían emplear los sulfatos de potasio y de cobre como catalizadores.

COOPERACION Y COLABORACION ENTRE ORGANISMOS INTERNACIONALES EN LA ELABORACION DE METODOS PARA LOS FINES DEL CODEX

74. El Comité tuvo ante sí un informe de una reunión de la Secretaría inter-organismos que se celebró los días 29-30 de junio de 1979.

75. El delegado de la ISO informó al Comité que representantes de varios organismos internacionales participaron en los debates sobre un cuadro estadístico (Apéndice II del informe mencionado) en el que figuraba una lista de métodos por establecer con objeto de incluirlos en diversas normas del Codex procedentes del CX/GEN 79/1. En el cuadro se facilita un compendio de los métodos de análisis que figuran en las normas del Codex y de su estado de aprobación. Estos organismos especializados en establecer

<sup>1/</sup> Nota de la Secretaría: Se ha establecido ya un método conjunto IDF/ISO/AOAC como método de referencia para la determinación del contenido proteínico de caseínas y caseinatos (Informe del 18º período de sesiones del Comité Mixto FAO/OMS de Expertos gubernamentales sobre el Código de Principios referentes a la Leche y los Productos Lácteos (CX 5/70-18, Apéndice IX-D).

métodos para productos concretos aceptaron el papel de "organismos guía" para coordinar la preparación de los métodos que figuran en el Apéndice II del mencionado informe. Al mismo tiempo se decidió que asignar prioridades a los diversos métodos no sería práctico, puesto que no existía una relación directa entre las exigencias del Codex y las tareas normales de laboratorio.

76. El Comité reconoció que se había progresado en el establecimiento de relaciones de colaboración entre los organismos interesados.

77. La delegación de Australia se remitió al documento CX/GEN 79/1 y a un compendio de métodos del Codex preparados por Australia y propuso que podría ser tal vez necesario examinar esos documentos para ver qué métodos exigían la atención del Comité y qué métodos la de las organizaciones internacionales de colaboración. El observador del NMKL (Comité nórdico sobre análisis de los alimentos) se mostró sorprendido por el hecho de que no se hubiera invitado a esta reunión a las organizaciones que representaban a cinco estados miembros que han establecido colaboración oficial en los trabajos de elaboración y armonización de los métodos de análisis de los alimentos.

#### Otros asuntos

78. El delegado de Checoslovaquia presentó un documento, que se distribuyó en la reunión, referente a la presentación uniforme de los métodos de análisis del Codex. El Comité agradeció al delegado de Checoslovaquia y decidió que el formato estándar del Codex fuera puesto al día en la 12a reunión del Comité, en consonancia con la nueva Directriz revisada 18 ISO elaborada por ISÓ/TC 47 - Química.

79. El representante de la CEE informó al Comité que la Comunidad había promulgado una serie de métodos de análisis para azúcares de consumo humano, leche conservada y extractos de café. Estos métodos han sido considerados métodos de la Comunidad que pueden emplearse en todos los casos; no obstante los analistas que lo deseen, por razones de comodidad, podrán utilizar métodos más sencillos. Esta posibilidad no puede prejuzgar los resultados que se obtendrían con el método oficial.

80. En respuesta a una pregunta del delegado de Australia sobre cómo procedían los trabajos del Codex sobre el muestreo, la Secretaría declaró que el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras establecería sin tardar los principios generales fundándose en los cuales podrían establecerse métodos del Codex de toma de Muestras. Los Comités de productos del Codex podrían así elaborar planes con la asistencia de este Comité.

#### Labor futura

81. El Comité señaló que tenía suficiente trabajo en el sector del muestreo, de la revisión de los métodos de análisis en relación con la clasificación recientemente establecida y de la aprobación de métodos de análisis y toma de muestras.

#### Fecha y lugar de la próxima reunión

82. Se informó al Comité que la próxima reunión del Comité se celebraría durante la primera mitad de 1981 en Budapest.

LIST OF PARTICIPANTS  
LISTE DES PARTICIPANTS  
LISTA DE PARTICIPANTES

Chairman of the Session  
Président de la session  
Presidente de la reunión

Dr. R. LASZTITY  
University Professor  
Technical University  
Műegyetem rkp. 3  
H-1111 Budapest  
Hungary

AUSTRALIA  
AUSTRALIE

R.C. NORRIS  
Australian Government Analyst  
P.O. Box 449  
Woden ACT 2606, Australia

AUSTRIA  
AUTRICHE

H. WOIDICH  
University Professor  
Lebensmittelversuchsanstalt  
Blaasstr. 29  
Wien A-1190, Austria

E. HELLWIG  
Dipl. Ing.  
Bundesanstalt f. Lebensmittel-  
untersuchung  
Kinderspitalgasse 15  
A-1090 Wien, Austria

A.J. STEHLIK  
Bundesanstalt für Ex.pharm.u.baln.  
untersuchung  
Währingerstr. 13a  
A-1090 Wien, Austria

BELGIUM  
BELGIQUE  
BELGICA

Mrs. S. FRISZMAN  
Ministère de la Santé Publique  
14 Rue J. Wytzman  
1050 Brussels, Belgium

BRAZIL  
BRESIL  
BRASIL

E. CARVALHO  
National Institute for Food and  
Nutrition  
Av. W-3 Norte  
Quadra 510 Bloco A  
Brasilia, Brazil

CZECHOSLOVAKIA  
TCHECOSLOVAQUIE  
CHECOSLOVAQUIA

J. BARVIŘ  
Ing. State Inspection of Food Quality  
18000 Pobrezni 10  
Prague 8 - Karlin, Czechoslovakia

J. LACINY  
State Inspection of Food Quality  
18000 Pobrezni 10  
Prague 8, Czechoslovakia

D. PROCHÁZKA  
Ing., State Inspection of Food Quality  
Podjavorinsky 4  
Bratislava 80100, Czechoslovakia

CUBA

Ch. H. SANTANA MENOELL  
Ing. Agronomo, Ministerio Agriculture  
Vise Ministerio Desarrollo  
Direccion de Normalización  
Metrología y Control de la Calidad  
la y 16 Miramar  
Plata, Habana, Cuba

DENMARK  
DANEMARK  
DINAMARCA

K. HOLCH  
Director of the Central Laboratory  
National Food Institute  
DK 2860 Søborg, Denmark

I.K. NIELSEN  
M.Sc., Chem. Eng.  
The National Food Institute  
DK 2860 Søborg, Denmark

EGYPT  
EGYPTE  
EGIPTO

L. ISKANDER HANNA  
General Manager and Vice-President of  
the Alexandria Oil and Soap Company  
P.O.B. 402  
Alexandria, Egypt

FINLAND  
FINLANDE  
FINLANDIA

Mrs. A. SUOJANEN  
Inspector of Foods, M. Sc.  
National Board of Trade and Consumer  
Interests  
Haapaniemenkatu 4B  
00530 Helsinki 53, Finland

Dr. M. RAEVUORI  
Head, Department of Food Hygiene  
State Veterinary Medical Institute  
P.O.B. 368  
00101 Helsinki 10, Finland

E. PAJUNEN  
Assistant Manager  
Finnish Food Industries Federation  
Unioninkatu 13  
00130 Helsinki 13, Finland

F. PETAJA  
Director of Customs Laboratory  
Board of Customs, Box 512  
00101 Helsinki 10, Finland

FRANCE  
FRANCIA

Mme J. CASTANG  
Inspecteur Général  
Service de la Répression des Fraudes et  
du Contrôle de la Qualité  
44 Bd de Grenelle  
75015 Paris, France

Mme C. SOULES  
Directeur Central de Laboratoire  
Service de la Répression des Fraudes  
et du Contrôle de la Qualité  
44 Bd de Grenelle  
75015 Paris, France

GERMANY, FED. REP.  
ALLEMAGNE, REP. FED.  
ALEMANIA, REP. FED.

W. KRÖNERT  
Director Prof.  
Head of Food Chemistry Division  
Thiel Allee 82-84, Postfach  
D-1000 Berlin 33, Fed. Rep. of Germany

W. FRESENIUS  
Prof. Dr. Institute FRESENIUS  
D 6204 Taunusstein,  
Neuhof, Fed. Rep. of Germany

HUNGARY  
HONGRIE  
HUNGRIA

B. BORSZÉKI  
Senior Technical Officer  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest 9, Hungary

I. OLAH  
Head of Department for Agriculture and  
Food Industry  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest 9, Hungary

I. KÖRMENDI  
Scientific Consultant  
Hungarian Meat Research Institute  
Gubacsi ut 61  
H-1017 Budapest, Hungary

K. LINDNER  
Professor of the College of Commerce  
and Catering  
Alkotmány u 9-11  
H-1054 Budapest, Hungary

K. KISMARTON  
Deputy of Section  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői 25  
H-1450 Budapest, Hungary

I. KATONA  
Senior Technical Officer  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest 9, Hungary

L. HEGGYESSY  
Head of Department of Hygienic Institute  
Budapest, Hungary

HUNGARY (contd.)

D. TORLEY  
Assistant Professor  
Dept. of Biochemistry and Food  
Technology  
Technical University  
Műegyetem rkp 3  
H-1111 Budapest, Hungary

F. ORSI  
Assistant Professor  
Technical University of Budapest  
Műegyetem rkp 3  
H-1111 Budapest, Hungary

Mrs. M. KÉGL  
Senior Technical Officer  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest, Hungary

ITALY  
ITALIE  
ITALIA

G.B. QUAGLIA  
Professore, Istituto Nazionale della  
Nutrizione  
Ministero della Agricoltura  
Via XX Settembre  
00187 Roma, Italy

JAPON  
JAPON

T. HORIBA  
Technical Office Agricultural and  
Forestry Products  
Inspection Institute  
4-7 Konan-4-chome Minato-Ku  
Tokyo, Japan

NETHERLANDS  
PAYS-BAS  
PAISES BAJOS

M.J.N. OSSE  
Ministry of Agriculture and Fisheries  
Direction of Nutrition and Quality  
Affairs  
Bezuidenhoutseweg 75  
Den Haag, Netherlands

W.J. DE KOE  
Ministry of Public Health and  
Environment  
Dr. Reijersstraat 10-12  
Leidschendam, Netherlands

NETHERLANDS (contd.)

P.W. HENDRIKSE  
Analytical Chemist, Unilever Research  
Vlaardingen POB 114  
3130 AC Vlaardingen, Netherlands

H.A. OVERMARS  
Rijksinstituut voor Kwaliteitsonderzoek  
Bornsesteeg 45  
Wageningen, Netherlands

NORWAY  
NORVEGE  
NORUEGA

O.R. BRAEKKAN  
Prof., Head, Vitamin Research Institute  
Directorate of Fisheries  
P.O.B. 187  
5001 Bergen, Norway

S. NOSSEN  
Processed Fruits and Vegetable Quality  
Control Division, Ministry of Agriculture  
Gladengv. 3B  
Oslo 6, Norway

A.O. HOUGEN  
Norwegian Food Research Institute  
POB 50  
N-1432 Ås NLH, Norway

H. BLOKHUS  
Chief Inspector, Directorate of  
Fisheries Division for Inspection  
and Quality Control  
5001 Bergen, Norway

POLAND  
POLOGNE  
POLONIA

Ms.B. BROZOWSKA  
Dr., State Institute of Hygiene  
Chocimska 24  
00-791 Warsaw, Poland

Ms. E. KEDZIORA  
Ministry of Foreign Trade and Shipping  
Quality Inspection Office  
Stepinska 9  
00-957 Warsaw, Poland

Ms. E. MAJEROWICZ  
Ministry of Foreign Trade and Shipping  
Quality Inspection Office  
Stepinska 9  
00-957 Warsaw, Poland

SPAIN  
ESPAGNE  
ESPAÑA

R. GARCIA FAURE  
Dr. Ing., Laboratorios Regionales  
Av. Puerta de Hierro s/n  
Madrid-3, Spain

D.A. BARDON ARTAJO  
Ing. Servicio Defensa Contra Fraudes  
P. Infanta Isabel 1  
Madrid, Spain

SWEDEN  
SUEDE  
SUECIA

G. FUCHS  
Ass. Prof., National Food Administration  
Box 622  
S-75126 Uppsala, Sweden

SWITZERLAND  
SUISSE  
SUIZA

R. GERBER  
Dr. Phil., Section Head  
Federal Office of Public Health  
Haslerstrasse 16  
CH-3008 Berne, Switzerland

G. FREY  
Dr., Ing. Chim., Soc. d'Assistance  
Technique pour Produits Nestlé S.A.  
CH 1814 La Tour-de-Peilz, Switzerland

P. KOCH  
Dr. Phil., Mat. Physicist  
Swiss Office of Metrology  
Ch-3084 Wabern/Berne, Switzerland

UNITED KINGDOM  
ROYAUME-UNI  
REINO UNIDO

R. WOOD  
Principal Scientific Officer  
Ministry of Agriculture, Fisheries and  
Food  
Great Westminster House  
Horseferry Road  
London SW1P 2AE, UK

R. SAWYER  
Superintendent Food and Nutrition  
Laboratory of the Government Chemist  
Cornwall House  
Stamford Street  
London SE1 9NQ, UK

UNITED KINGDOM (contd.)

R.B. PLAYER  
Senior Scientific Officer  
Ministry of Agriculture, Fisheries  
and Food  
Great Westminster House  
Horseferry Road  
London, SW1P 2AE, UK

C.D. USHER  
Analytical Chemist  
Food Manufacturers' Federation Inc.  
6 Catering Street  
London WC2 B SJJ, UK

UNITED STATES OF AMERICA  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

W. HORWITZ  
Ph.D., Deputy Associate Director for  
Sciences  
Bureau of Foods, HFF-101  
Food and Drug Administration  
Washington DC 20204, USA

W. DUBERT  
DVM, Acting Director of Staffs  
Technical Services  
Meat and Poultry Inspection Program  
Food Safety and Quality Service  
US Department of Agriculture  
Washington DC 20250, USA

P. KHAN  
Director of Food Protection  
ITT-Continental BKG Co.  
Rye, N.Y. 10580, USA

D.C. EGBERG  
Chairman Approved Methods Committee  
American Association of Cereal Chemists  
General Mills  
9000 Plymouth  
N. Mpls. NM 55427, USA

J.A. YERANSIAN  
Sr. Laboratory Manager  
Analytical Chem. Laboratory  
General Foods  
Technical Center  
White Plains, New York 10625, USA

Ch. H. BROKAW  
Director  
Product Integrity and Development Coca-  
Cola USA  
P.O. Drawer 1734  
Atlanta, GA 30301, USA

UNITED STATES OF AMERICA (contd.)

B. LEVY  
Ph. D., Acting Director of Mathematics and  
Statistical Division  
Meat and Poultry Inspection Service  
US Department of Agriculture  
Washington DC 20250, USA

Mrs. G.E.S. COX  
Chief Executive Officer  
Cox and Cox Investments  
12006 Auth Lane  
Silver Spring, MD 20902, USA

E. ELKINS Jr.,  
Director, Chemistry Division  
National Food Processors Association  
1133 20th Street N.W.  
Washington D.C. 20036

J.S. WINBUSH  
Director, Division of Mathematics  
Food and Drug Administration  
200 C Street S.W.  
Washington D.C. 20204, USA

YUGOSLAVIA  
YUGOSLAVIE

Mrs. D. NOVIČEVIĆ  
Dipl. Ing.  
Savezni Zavod za Standardizaciju  
Beograd, Yugoslavia

Mrs. V. OZIM  
Dip. Ing., Center za Raziskovanje  
Mineralnih Vod. Dir.  
Maribor  
Smetanova 17, Yugoslavia

V. OZIM  
Professor at the University of Maribor  
Smetanova 17 (VTS), Yugoslavia

B. GORENC  
Professor of Analytical Chemistry  
Dept. of Chemistry  
University of Ljubljana  
Murnikova 6, Yugoslavia

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS  
ORGANISATIONS INTERNATIONALES  
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

AOAC (Association of Official  
Analytical Chemists)

W. HORWITZ  
Dr., Executive Director  
Editor, Official Methods of Analysis  
AOAC Box 540  
Benjamin Franklin Station  
Washington DC 20044, USA

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS (Contd.)

EEC (Commission of the European  
Communities)

F. WOLF  
Administrateur Principal  
Législation vétérinaire et zootechnique  
Commission des Communautés Européennes  
200 Rue de la Loi  
Bruxelles, Belgium

Mlle O. DEMINE  
Administrateur  
Direction Générale du Marché Intérieur  
et des Affaires Industrielles  
200 Rue de la Loi  
Bruxelles 1030, Belgium

ISO (International Organization for  
Standardization)

J. KANIZSAY  
Chief of the Secretariat of ISO/TC 34  
and of the National Codex Committee  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői út 25  
H-1450 Budapest, Hungary

K.G. LINGNER  
Technical Officer  
ISO Central Secretariat  
1 rue de Varembe  
CH-1211 Geneva 20, Switzerland

G. CASTAN  
Directeur de Département, AFNOR  
Tour Europe  
92080 Paris La Défense, France

H. SCHIPPER  
Foods and Agriculture Dept.  
Nederlands Normalisatie Instituut  
Polakweg 5  
Ryjswijk TH, Netherlands

IUPAC (International Union of Pure  
and Applied Chemistry)

K. VAS  
Prof. and Director of the Central  
Food Research Institute  
Hermann Otto út 15  
H-1022 Budapest, Hungary

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS (contd.)

NMKL (Nordic Committee on Food  
Analysis)

O.R. BRAEKKAN  
Prof., Head, Vitamin Research Institute  
Directorate of Fisheries  
POB 187  
5001 Bergen, Norway

G. FUCHS  
Dr., The Swedish National Food  
Administration  
Box 622  
S-751 26 UPPSALA, Sweden

W. KRÜNERT  
Director Prof.  
Head of Food Chemistry Division  
Federal Health Institute  
Thiel Allee 82-84  
D-1000 Berlin 33, Fed. Rep. of Germany

W. FRESENIUS  
Prof. Dr.  
Chem. Inst. Fresenius  
D-6204 Taunusstein  
Neuhof, Fed. Rep. of Germany

FAO/CODEX SECRETARIAT  
SECRETARIAT FAO/CODEX  
SECRETARIA FAO/CODEX

J.M. HUTCHINSON  
Food Standards Officer  
Joint FAO/WHO Food Standards Programme  
FAO  
00100 Rome, Italy

L.G. LADOMERY  
Food Standards Officer  
Joint FAO/WHO Food Standards Programme  
FAO  
00100 Rome, Italy

HUNGARIAN NATIONAL COMMITTEE OF CODEX  
COMITE NATIONAL HONGROIS DU CODEX  
COMITE NACIONAL HUNGARO DEL CODEX

K. SÜTO  
President of the Hungarian National  
Codex Committee  
Vice President of the Hungarian Office  
for Standardization  
H-1450 Budapest 9, Pf. 24, Hungary



MANDATO REVISADO DEL COMITE DEL CODEX SOBRE METODO DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS Y  
CAMBIOS CORRESPONDIENTES DEL MANUAL DE PROCEDIMIENTO, INCLUIDA LA DEFINICION Y  
CLASIFICACION DE LOS METODOS DE ANALISIS

Cambios de forma del texto del mandato

- (a) definir los criterios apropiados para los métodos de análisis y toma de muestras del Codex;
- (b) servir de órgano coordinador del Codex con otros grupos internacionales que se ocupan de métodos de análisis y toma de muestras;
- (c) especificar, fundándose en las recomendaciones definitivas que le presenten los otros órganos mencionados en (b) supra, métodos [de referencia] para análisis y toma de muestras que sean apropiados para las normas del Codex y generalmente aplicables a varios alimentos;
- (d) examinar, modificar, en caso necesario, y sancionar, cuando así proceda, los proyectos de métodos de análisis y toma de muestras propuestos por los Comités (de Productos) del Codex, con la salvedad de que los métodos de análisis y toma de muestras para los residuos de plaguicidas en los alimentos, la evaluación de la calidad e inocuidad microbiológicas de los alimentos y la evaluación de especificaciones de aditivos alimentarios [y los métodos elaborados por el Comité Mixto FAO/OMS de Expertos gubernamentales sobre el Código de Principios referentes a la leche y los productos lácteos] no entrarán en el mandato de este Comité;
- (e) elaborar, a petición, planes y procedimientos de toma de muestras;
- (f) examinar los problemas concretos que sobre toma de muestras y análisis le someta la Comisión o cualquiera de sus Comités.

REVISION DEL TEXTO PROPUESTO PARA EL PARRAFO 13(c)(i) DEL MANUAL DE PROCEDIMIENTO  
(páginas 66-67)

(c)(i) Procedimiento Normal

A reserva de lo estipulado más adelante en las disposiciones del subpárrafo (v), cuando los Comités del Codex hayan incluido disposiciones sobre métodos de análisis y toma de muestras de una norma del Codex para productos, tales disposiciones deberán someterse al Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras en el Trámite 4, para obtener las observaciones de los gobiernos lo antes posible en el curso de la elaboración de la norma.

En relación con cada método de análisis que se proponga, el Comité del Codex interesado facilitará, siempre que sea posible, al Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras, información sobre la especificidad, exactitud, precisión, (repetibilidad, reproducibilidad), límite de detección, sensibilidad, aplicabilidad y practicabilidad de dicho método según proceda.

Igualmente, en relación con cada plan de toma de muestras que se proponga, el Comité del Codex interesado facilitará, siempre que sea posible, al Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras, información sobre el ámbito o campo de aplicación, el tipo de muestreo (por ejemplo, a granel o por unidades), los tamaños de las muestras, las normas que rigen las decisiones, detalles de los planes (es decir "curvas características de operación"), las deducciones que han de hacerse para los lotes o procesos, los niveles de riesgo que han de aceptarse y los correspondientes datos comprobantes.

Podrán determinarse otros criterios que se consideren necesarios. Los Comités de Productos, propondrán los métodos de análisis si es necesario, en consulta con un órgano de expertos.

En el Trámite 4 los Comités de Productos del Codex debatirán e informarán al Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras sobre asuntos relacionados con:

- Disposiciones de las normas del Codex que requieren procedimiento analítico o estadístico;
- Disposiciones que requieren la elaboración de métodos específicos de análisis o toma de muestras;

1/ Principal cambio de forma del texto decidido en el 12<sup>o</sup> período de sesiones de la Comisión del Codex Alimentarius

- Disposiciones que se definen por la utilización de métodos de definición (Tipo I);
- Documentación apropiada que, en la medida de lo posible, apoye las propuestas, especialmente cuando se trate de Métodos Provisionales (Tipo IV);
- Toda petición de asesoramiento o asistencia.

El Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras desempeñará una función coordinadora en asuntos relacionados con la elaboración de métodos de análisis y toma de muestras del Codex. El Comité autor de la propuesta será el responsable de la aplicación de los Trámites del Procedimiento.

Cuando proceda, el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras garantizará que otros órganos reconocidos, con experiencia en el sector del análisis, elaboren los métodos y los sometan a ensayos en colaboración.

Enmienda propuesta a los

PRINCIPIOS GENERALES PARA EL ESTABLECIMIENTO DE METODOS DE ANALISIS Y  
DE TOMA DE MUESTRAS DEL CODEX

1. Finalidad de los Métodos de Análisis y Toma de Muestras del Codex

Los métodos son ante todo métodos internacionales para la verificación de las disposiciones de las normas del Codex. Deberán servir de referencia, en la verificación de los métodos en uso o introducidos para fines de control y examen periódico.

2. Métodos de análisis

(A) Definición de los tipos de métodos de análisis

(a) Métodos de definición (Tipo I)

Definición: método que determina un valor al que puede llegarse sólo en términos del método mismo y que sirve para fines de verificación.

Ejemplos: Recuento de mohos de Howard, índice Reichert-Meissl, pérdida por desecación, sal en la salmuera por densidad.

(b) Métodos de referencia (Tipo II)

Definición: Los métodos del Tipo II son los designados como métodos de referencia, cuando no se aplican los métodos del Tipo I. Se seleccionan de entre los métodos del Tipo III (según se definen más adelante). Se recomendará su uso en casos de controversia y para fines de verificación.

Ejemplo: Método potenciométrico para haluros.

(c) Métodos alternativos de aprobación (Tipo III)

Definición: Los métodos del Tipo III son los que satisfacen todos los criterios exigidos por el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras para los métodos que pueden emplearse para fines de control, inspección o reglamentación.

Ejemplo: Método de Volhard o método de Mohr para cloruros.

(d) Método provisional (Tipo IV)

Definición: Los métodos del Tipo IV son los que se han usado tradicionalmente o han comenzado a emplearse recientemente, pero el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras no ha determinado todavía todos los criterios que deben satisfacer para su aceptación.

Ejemplos: cloro por fluorescencia de rayos X, estimación de colores sintéticos en alimentos.

(B) Criterios generales para la selección de los métodos de análisis

- (a) Se dará preferencia a los métodos oficiales de análisis elaborados por organizaciones internacionales que se ocupan de un alimento o grupo de alimentos.
- (b) Se dará preferencia a aquellos métodos de análisis, cuya seguridad haya sido establecida en relación con los siguientes criterios, seleccionados según proceda:

- (i) Especificidad
  - (ii) Exactitud
  - (iii) Precisión: repetibilidad/intra-laboratorio (en el mismo laboratorio), reproducibilidad inter-laboratorios (en el mismo laboratorio y en otros laboratorios)
  - (iv) Límite de detección
  - (v) Sensibilidad
  - (vi) Practicabilidad y aplicabilidad en condiciones normales del laboratorio
  - (vii) Otros criterios que puedan seleccionarse según proceda.
- (c) Los métodos seleccionados se elegirán sobre la base de su practicabilidad y se preferirán los métodos que puedan aplicarse para uso habitual.
- (d) Todos los métodos de análisis propuestos deberán concernir directamente a la Norma del Codex a la que están destinados
- (e) Los métodos de análisis que pueden aplicarse uniformemente a varios grupos de productos, se preferirán a aquellos métodos que sólo son válidos para determinados productos

(El texto que precede sustituye a los párrafos 1 y 2 de las páginas 73-74 del Manual de Procedimiento, 4<sup>a</sup> edición)

3. Métodos de toma de muestras

(Por elaborar)

INFORME DEL GRUPO ESPECIAL DE TRABAJO SOBRE LOS METODOS DE  
TOMA DE MUESTRAS DEL CODEX

1. En la 11<sup>a</sup> reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (Budapest, 2-6 de julio de 1979) se convocó un Grupo Especial de Trabajo para debatir el Tema 6 del Programa. El Grupo de Trabajo tuvo ante sí los documentos CX/MAS 79/3, CX/MAS 79/4, CX/MAS 79/4-Add. 1, CAC/RM 42-1969, ALINORM 78/23, Ap. III, II.3 y CX/MAS 77/2- Add. 1.

2. Composición del Grupo de Trabajo:

Hungría	L. Körmendy
Países Bajos	M. Osse
Noruega	A. Hougen
Suiza	P. Koch
Reino Unido	R. Player (Relator)
Estados Unidos	B. Levy (Presidente)
	C. Brokaw
	J. Winbush
	W. Dubbert
CEE	F. Wolf
	M. lle O. Demine
UIQPA	K. Vas
FAO	L. Lodomery

3. El representante de la FAO resumió la larga historia de la toma de muestras en el contexto del Codex Alimentarius y los muchos problemas que quedaban aún por resolver. El Grupo de Trabajo, después de un debate preliminar, llegó a la conclusión que no era posible formular inmediatamente los principios generales para la selección de los procedimientos del Codex, hasta que no se hubiere alcanzado un acuerdo sobre varios problemas fundamentales, entre los que cabía destacar los siguientes:

- (a) ¿Es realmente necesario llegar a una armonización internacional de los principios de la toma de muestras por conducto de la tribuna del Codex? El Grupo de Trabajo decidió que era necesario que continuara esta labor;
- (b) ¿Qué condición tienen los procedimientos de toma de muestras del Codex dentro de las normas? El Grupo de Trabajo decidió que, en analogía con las decisiones tomadas sobre los métodos de análisis, los planes de toma de muestras no deben considerarse procedimientos de "arbitraje", sino "de referencia", es decir, su aplicación deberá ser posible en condiciones de muestreo normal diario y los casos de disputa que se planteen deberán tratarse por separado. Se señaló la necesidad de entender claramente el término "toma de muestras", que el Grupo de Trabajo considera que abarca todas las etapas del procedimiento, desde la selección de las operaciones hasta la evaluación de los resultados y riesgos de la muestra e incluyendo la operación independiente denominada "plan de muestreo" que consiste únicamente en un procedimiento numérico basado en la estadística. Aunque sólo esta última operación era la única estrictamente pertinente para las deliberaciones del Grupo de Trabajo, se comprobó que sería necesario examinar otras muchas operaciones del "muestreo" en general y formular directrices o recomendaciones destinadas a otros Comités en relación con dichas operaciones, lo mismo que para el campo más limitado de los planes de toma de muestras;
- (c) ¿Como deben interpretarse las disposiciones restrictivas de las normas en relación con los resultados obtenidos mediante planes de toma de muestras de referencia? El Grupo de Trabajo señaló que este problema se había documentado previamente (CX/MAS 79/4, párr. 17 y CX/MAS 79/4-Add. 1, Ap. 1). No llegó a alcanzarse ningún acuerdo a causa de las diferentes teorías legislativas nacionales.
- (d) ¿El Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (CCMAS) deberá encargarse de formular planes de toma de muestras para otros Comités? El Grupo de Trabajo consideró que no puede formular planes de muestreo para los distintos productos, ya que para ello se necesitan los expertos y el conocimiento del producto en cuestión de que dispone el correspondiente Comité de Productos del Codex.

El Grupo de Trabajo señaló la necesidad de establecer una comunicación recíproca entre el CCMAS y los Comités de Productos de manera que, con la adecuada orientación en forma de criterios exigidos para todos los planes de toma de muestras, los propios Comités de Productos puedan examinar y elegir el plan apropiado para cada caso concreto. El CCMAS someterá entonces a debate tales planes concretos para su aprobación. Se observó que este procedimiento difería poco del que se seguía con respecto a los métodos de análisis.

4. Cuando se examinaron los documentos de trabajo CX/MAS 79/4 y CX/MAS 79/4-Add. 1, el Grupo de Trabajo deseó hacer constar la utilidad de los dos documentos. Recibieron apoyo general los párrafos 44 - 49 del primer documento, así como todas las recomendaciones, excepto una del segundo documento (pág. 5). La excepción fue la Recomendación 2, en que no pudo alcanzarse el consenso sobre el problema de si la muestra final tenía o no tenía que relacionarse con el lote del que ha sido extraída. En todo caso, las conclusiones y las recomendaciones de los dos documentos de trabajo pusieron de relieve muchos aspectos que sería preciso estudiar en futuras deliberaciones sobre los procedimientos de toma de muestras del Codex, y el Grupo de Trabajo recomendó que la información que figura en esos documentos se utilice en el futuro.

5. El Grupo de Trabajo señaló que su decisión de que los Planes de Toma de Muestras del Codex se consideren procedimientos de referencia (véase párr. 3(b)), podría provocar confusiones en la aceptación por los Gobiernos de normas en que se cita o se remite a planes de muestreo del Codex publicados anteriormente. Se estimó que quedaba poco claro qué secciones de los planes de muestreo se consideraban actualmente obligatorias: por ejemplo, en los Planes de Toma de Muestras para los alimentos Preenvasados (NAC 6,5) (CAC/RM 42-1969), la relación entre el número de aceptación (c) y el tamaño de la muestra (n), y también entre el tamaño de la muestra (n) y el tamaño del lote (N), ¿son obligatorias y, por lo tanto, sujetas a la aceptación o no por parte de los Gobiernos? El Grupo de Trabajo consideró que debía pedirse aclaración a la Comisión.

6. El Grupo de Trabajo examinó el mandato del CCMAS (CX/MAS 79/3), aprobado por la Comisión, y lo encontró satisfactorio en lo relativo a los aspectos del muestreo. Ahora bien, se señaló que la redacción del mandato concedía igual importancia a los métodos de análisis que a los de muestreo, mientras que las medidas previstas para la deliberación de cada tema no eran iguales. Se consideró que, para hacer progresos en materia de toma de muestras, sería necesario adoptar un procedimiento más oficializado que la convocación de un Grupo Especial de Trabajo, como se hacía hasta el momento. El Grupo estimó que, para lograr un avance considerable, sería necesario obtener mayor ayuda de las Secretarías del CCMAS y de la FAO/OMS, en términos de servicios para reuniones y distribución rápida de documentos de trabajo.

7. El Grupo de Trabajo llegó a la conclusión de que para poder preparar orientaciones generales completas y válidas que puedan servir a otros Comités y a los Gobiernos, sería necesario estudiar a fondo todas las operaciones del muestreo y, si fuera necesario, solicitar las respuestas a los problemas fundamentales por parte de los Gobiernos y Comités de Productos. Se facilita a continuación información detallada sobre esta futura labor.

#### Recomendaciones para las actividades futuras

8. (a) Definición de los términos utilizados en la toma de muestras;
- (b) Orientaciones sobre los aspectos administrativos de la toma de muestras;
- (c) Orientaciones sobre los métodos de toma de muestras para garantizar que la muestra sea representativa del lote;
- (d) Orientaciones para el muestreo repetido en casos de controversias internacionales relativas al cumplimiento de las normas del Codex, etc.;
- (e) Principios generales para el establecimiento o la selección de planes de toma de muestras del Codex;
- (f) Elaboración de planes de muestreo para varios fines, v. g. muestreo a granel y por unidades; muestreo para comprobar el cumplimiento de los criterios de calidad, v. g. defectos visuales y criterios analíticos (mínimos y máximos); criterios sanitarios, v. g. aditivos alimentarios, contaminantes y disposiciones nutricionales; criterios metrológicos, v. g. peso neto, peso escurrido, llenado mínimo, etc.;

- (g) Revisión de los planes de muestreo existentes en las normas del Codex para garantizar la pertinencia del procedimiento;
- (h) Aclaración del significado de las disposiciones de las normas del Codex en relación con los lotes (es decir, recomendación sobre cómo relacionar los resultados del muestreo y los análisis con la aceptación o rechazo de los lotes).

9. Se decidió también que el CCMAS se encargue de los trabajos indicados en (a) a (e), y que los correspondientes Comités de Productos del Codex emprendan los indicados en (f) a (h) y los realicen en consulta con el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras.

10. Respecto al Tema del Programa 6(b)(i), referente al Plan de Probabilidad Moderada de Aceptación, el Grupo de Trabajo estimó que el Plan propuesto era de indudable mérito técnico y práctico. Durante el intervalo entre la 10<sup>a</sup> y la 11<sup>a</sup> reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras, tenía que haberse preparado un cuestionario con el fin de enviarlo a todos los Estados Miembros para determinar si el Plan era de aceptación general o no; este cuestionario, desgraciadamente, no se mandó y, por lo tanto, se desconoce aún si el Plan es generalmente aceptable. El Grupo de Trabajo, partiendo de la base que esta información es fundamental para alcanzar una decisión, recomendó de nuevo que se preparase y distribuyese un cuestionario.

11. Al examinar el Tema del Programa 6(b)(ii) (Planes Revisados de Toma de Muestras para los Alimentos Preenvasados (NAC 6,5)), el Grupo de Trabajo tuvo ante sí el documento de trabajo CX/MAS 77/2 Add. 1. Después de debatir los cuatro puntos planteados por la delegación de los Estados Unidos en este documento, se decidió lo siguiente:

- (a) respecto al punto 1 - el diagrama en el Apéndice III de CAC/RM 42-1969 es incorrecto y hay que sustituirlo por una curva corregida;
- (b) respecto al punto 2 - el Grupo de Trabajo encontró alguna dificultad para hacer recomendaciones sobre las enmiendas propuestas de los tamaños de las muestras y de los números de aceptación. El Grupo de Trabajo no pudo evaluar durante la reunión el efecto de los tamaños reducidos de las muestras y de los cambios consiguientes en los números de aceptación, comprometiéndose a hacerlo lo antes posible. Con todo, se estimó que cualquiera de dichos efectos (por ejemplo, el nivel de confianza) que dimanen de la aplicación de las disposiciones enmendadas deberían ser evaluados por los Comités de productos los cuales deberán decidir si los beneficios de la reducción del tamaño de las muestras compensan los consiguientes efectos de pérdida de confianza;
- (c) respecto al punto 3: - el Grupo de Trabajo recomendó tener cuidado cuando se considere el muestreo repetido como resultado de una disputa sobre los resultados de un muestreo primario de un lote (véase también el párrafo 8(d)). En general no está justificado descartar los resultados del muestreo primario, ya que se falsearían los cálculos estadísticos. Se consideró que es necesario efectuar una nueva inspección e ignorar los resultados anteriores únicamente cuando exista la probabilidad de que se haya cometido un error decisivo en el muestreo primario. El Grupo de Trabajo quiso que este principio quedara claro en los planes de muestreo publicados (CAC/RM 42-1969);
- (d) respecto al punto 4 - el Grupo de Trabajo deseó subrayar que, como se declaró en el documento de trabajo, el campo de aplicación de los planes publicados es limitado (CAC/RM 42-1969). Ahora bien, resulta que los Planes de Toma de Muestras se han utilizado más ampliamente y a veces fuera del limitado campo de aplicación previsto, lo que debe señalarse a los Comités de Productos, para que pueda ponerse fin a este abuso evidente de los Planes.

12. El Grupo de Trabajo señaló que Nueva Zelandia en su documento de trabajo se había remitido al documento ISO/TC 34/WG1.

Al no haber copias disponibles del documento de la ISO en el momento de la reunión, se decidió examinarlo en una reunión futura.

METODO GENERAL DE REFERENCIA PARA LA DETERMINACION DE CLORUROS  
(CALCULADOS COMO CLORURO DE SODIO) EN LOS ALIMENTOS

1. AMBITO Y CAMPO DE APLICACION

El método determina el total de haluros (entre ellos bromuros y yoduros), expresados en cloruro de sodio, en los alimentos.

2. DEFINICION

El contenido de cloruro, expresado como cloruro de sodio: el contenido de haluros, expresado como cloruro de sodio, según se determina por el método especificado (no se encuentran de ordinario en los alimentos cantidades importantes de bromuros y yoduros).

3. PRINCIPIO

Se dispersa el producto con  $H_2O$  y se acidifica; se titulan potenciométricamente los haluros sólidos con  $AgNO_3$ . Aplicable a niveles  $\geq 0,03\%$  NaCl. Por comodidad en los cálculos, las masas, los volúmenes y las concentraciones de solución se especifican de forma que  $1\text{ ml } AgNO_3 = 0,1\%$  NaCl. Si no se dispone de una balanza que permita un pesaje rápido del peso especificado podrá utilizarse una solución de  $AgNO_3$  de masa de muestra y concentración convenientes.

4. APARATOS

4.1 Balanza: Capacidad  $\geq 200$  g, margen de tara,  $\geq 100$  g y calibrada a 0,01 g.

4.2 Electrodos: Un electrodo de combinación con tocho de Ag o electrodos separados indicadores de referencia de Ag y de vidrio. Antes del uso inicial y antes del uso diario, si fuere necesario, limpiar la punta del electrodo de tocho de Ag con polvos detergentes u otros materiales apropiados y enjuagarlos meticulosamente con  $H_2O$ . (Se puede precisar  $H_2O$  caliente para algunos tipos de muestras). Limpiar los demás electrodos como recomienda el fabricante. Volver a limpiar tantas veces como sea necesario para evitar la oscilación de la lectura del punto final. Para algunas muestras, enjuagar periódicamente los electrodos con  $H_2O$  y secarlos con tejido para impedir la acumulación de película. No es necesario revestir con AgCl los electrodos de tocho de Ag.

4.3 Agitador magnético: que funcione con transformador variable para permitir unos límites de velocidad que, una vez fijados, se mantengan constantes.

4.4 pH-metro: preferiblemente de lectura directa, con divisiones de escala de 10 mv o menos; límites al menos + 700 mv, por ejemplo, tipo digital.

5. REACTIVOS

Utilizar sustancias químicas de calidad reactiva analítica, a menos que se indique otra cosa.

5.1 Acido nítrico diluido: (1 más 49). Diluir 20 ml de  $HNO_3$  hasta 1 L con  $H_2O$ .

5.2 Solución tipo de nitrato de plata: 0,0856 mol/l (0,0856N). Disolver 14,541 g de  $AgNO_3$  en  $H_2O$  y diluir hasta 1 L en un matraz aforado. Normalizar como en 6,1 y ajustar a la concentración exacta especificada de modo que, con el peso de la muestra indicado, resulte  $1\text{ ml} = 0,1\%$  NaCl. Guardar en envase pyrex sin que le dé directamente la luz del sol. La solución es estable con luz ambiente.

5.3 Solución tipo de cloruro de sodio: 0,0856 mol/l (0,0856N). Disolver en  $H_2O$  5 000 g de NaCl (si el análisis es  $< 100,0\%$  NaCl, dividir 5 000 g por  $\%$  NaCl/100 para obtener el peso correcto), previamente secado 2 horas a  $110^\circ$ , y diluir hasta 1 L en matraz aforado.

5.4 Agua: destilada o desionizada, exenta de halógenos con el siguiente ensayo: añadir 1 ml de  $AgNO_3$  0,1N y 5 ml de  $HNO_3$  (1 más 4) a 100 ml de  $H_2O$ . No se produce más que una ligera turbiedad.

## 6. PROCEDIMIENTO

### 6.1 Normalización

Pasar con una pipeta 25 ml de solución tipo (5.3) de NaCl a un vaso de precipitados de 250 ml, diluir hasta unos 50 ml con H<sub>2</sub>O y añadir 50 ml de HNO<sub>3</sub> (5.1). Insertar los electrodos, poner en marcha el agitador magnético y agitar durante toda la titulación a ritmo constante agitando vigorosamente sin salpicar. Titular con solución normal de AgNO<sub>3</sub> (5.2), ajustando los incrementos con la velocidad del cambio de voltaje para poder preparar una gráfica precisa de mv en función de ml de AgNO<sub>3</sub>. Añadir el total de los 50 ml de la solución de AgNO<sub>3</sub> para obtener la curva completa.

Determinar el punto de inflexión trazando dos líneas rectas con 45° de inclinación respecto a los ejes y tangentes a la curva de titulación en los dos puntos de mayor curvatura. El punto de inflexión está en la intersección de la curva de titulación con la línea trazada paralela a las otras dos líneas y a medio camino entre ellas. A partir de la solución AgNO<sub>3</sub> a volumen utilizada, calcular la concentración y ajustar a 0,0856 mol/l. Repetir la normalización algunas veces. Usar el punto de flexión como punto final en la titulación de muestras. Volver a comprobar el potencial del punto final de cuando en cuando, y determinar de nuevo cuando se sustituyan cada electrodos, el electrodo de combinación o el pH-metro mediante el establecimiento de una nueva curva de titulación.

Para mayor precisión, cuando se efectúen series de determinaciones en el mismo alimento, determinar y utilizar el punto final de la curva de titulación de dicho alimento en vez de usar el punto final obtenido con la solución tipo de NaCl.

### 6.2 Preparación de muestra

6.2.1 Líquidos claros con baja viscosidad: (zumos de frutas, sopas claras, vinos, etc.). Utilizar directamente.

6.2.2 Productos triturados: (zumo de tomate, concentrado de tomate, puré de hortalizas, etc.). Agitar bien el envase sin abrir para incorporar todos los sedimentos. Pasar el contenido completo a un plato grande de vidrio o porcelana y mezclar bien agitando continuamente por lo menos un minuto. Pasar a un recipiente con tapón de vidrio y agitar o remover bien siempre que vayan a tomarse porciones para el análisis.

6.2.3 Método general para alimentos heterogéneos (pescado, carne, etc.), alimentos de baja humedad (productos de cereales, etc.) y alimentos homogéneos de difícil dispersión (queso, mantequilla de maní, etc.): poner una muestra de 50,0 g en el recipiente de 1 L (cuarto) de un mezclador de alta velocidad y añadir 450 g de H<sub>2</sub>O. Tapar, poner en marcha el mezclador a baja velocidad mediante el uso del transformador variable para la dispersión inicial, y mezclar bien a alta velocidad (1-2 minutos suelen bastar). El equivalente de una muestra de 5 g se distribuye fácilmente mediante una pipeta de 50 ml con la punta cortada. Mezclar bien la suspensión de la muestra inmediatamente antes de sacar con la pipeta una alícuota para análisis, de forma que el material sólido quede suspendido uniformemente.

6.2.4 Otros tipos de alimentos: preparar la muestra por el método 6.2.1, 6.2.2 o 6.2.3 u otro método apropiado.

Para conservar las muestras o las suspensiones de las muestras para análisis futuros, añadir 0,5 ml aproximadamente de solución de HCHO al 37% por 100 g de muestra o suspensión de muestra, mezclar bien y conservar a temperatura ambiente. Corregir para dilución con solución de HCHO multiplicando el % de NaCl por 1,005.

### 6.3 Determinación

6.3.1 Para productos que contienen menos del 5 por ciento de sal: poner una muestra de 5,00 g (o 5,00 ml si la concentración ha de expresarse en m/v) preparada según 6.2.1 o 6.2.2, o 50,0 g de muestra según 6.2.3 en un vaso de precipitados tarado de 250 ml; añadir H<sub>2</sub>O a aproximadamente 50 ml si se utiliza 6.2.1 o 6.2.2. (Usar H<sub>2</sub>O



hirviendo con muestras tales como las de mantequilla para fundir la grasa). Añadir 50 ml de  $\text{HNO}_3$  (5.1). Titular como en 6.1 utilizando una bureta de 10 ml si el contenido de sal es  $\leq 1\%$ . Hacer que el número de mls de titulante usado sea  $V_0$ .

6.3.2 Para los productos que contienen 5 por ciento o más de sal: Poner una muestra de 5,00 g (6,5,00 ml si la concentración ha de expresarse en m/v) (según 6.2.1 o 6.2.2) en un matraz aforado de 100 ml y diluir hasta volumen con  $\text{H}_2\text{O}$ . Mezclar y pasar una alícuota que contiene 50-250 mg de NaCl al vaso de precipitados de 250 ml. Si la muestra se prepara según 6.2.3, pasar la alícuota pesada que contiene 50-250 mg NaCl al vaso de precipitados tarado de 250 ml. Proceder como en 6.1, comenzando "... diluir hasta unos 50 ml con  $\text{H}_2\text{O}$ ...". Hacer que el número de mls de titulante utilizado sea  $V_1$ .

6.3.3 Caso general: Pesar con precisión aproximadamente el peso de la muestra declarado. (Si  $\% \text{NaCl} \geq 5\%$ , pesar  $< 5\text{g}$  de muestra en vez de diluir hasta 100 ml, si es más cómodo). Utilizar solución de  $\text{AgNO}_3$  de 0,1 mol/l aproximadamente, normalizada con precisión como en 6.1, sin ajustar a normalidad específica, y titular como en 6.1.

Hacer que el número de mls de titulante empleado sea  $V_2$ .

Si la titulación de la muestra es excesiva, añadir solución tipo de NaCl, y completar la titulación. Corregir el volumen de la solución tipo añadida.

## 7. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

### 7.1 Fórmula y método de cálculo

El contenido de cloruro, expresado en g de cloruro de sodio en 100 g de la muestra es:

7.1.1  $V_0/10$  en el caso de productos que contienen menos del 5% de sal (6.3.1)

7.1.2  $(V_1 \times F)/10$  en el caso de productos que contienen 5 por ciento o más de sal (6.3.2)

7.1.3  $(V_2 \times n \times 0,05844 \times 100)/g$  en el caso general (6.3.3).

donde:

$V_0$  es el número de ml de  $\text{AgNO}_3$  de 0,0856 mol/l usados en la determinación 6.3.1;

$V_1$  es el número de ml de  $\text{AgNO}_3$  de 0,0856 mol/l usados en la determinación 6.3.2;

F es el factor de dilución usado en la determinación 6.3.2 y es igual a una alícuota de 100/ml titulada, si la muestra se prepara según 6.2.1 o 6.2.2 o es una alícuota de 50 g titulada si la muestra se prepara según 6.2.3;

$V_2$  es el número de ml de  $\text{AgNO}_3$  usados en la determinación 6.3.3;

n es la concentración en mol/l de  $\text{AgNO}_3$  en la determinación 6.3.3;

g es el peso de la muestra usada en la determinación 6.3.3.

### 7.2 Repetibilidad

La diferencia (r) en g por 100 g de muestra entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en rápida sucesión, con la misma muestra, por el mismo analista y en las mismas condiciones, no deberá superar  $9,37 \times 10^{-3} \sqrt{\text{NaCl}} + 1,78 \times 10^{-3}$ , donde NaCl es la media de las dos determinaciones expresada en g por 100 g de muestra (véase la nota 9.1).

### 7.3 Reproducibilidad

La diferencia (R) en g por 100 de la muestra entre los resultados de dos determinaciones realizadas con la misma muestra, en diferentes laboratorios y por diferentes analistas, no deberá superar  $1,68 \times 10^{-2}$ , donde NaCl es la media de las dos determinaciones expresada en g por 100 de muestra (véase la nota 9.1).

8. REFERENCIAS

8.1 Este método se ha ensayado en colaboración; los resultados del ensayo se publicaron en JAOAC 1971 54, 471 y JAOAC 1974, 57, 1209.

9. NOTA

9.1 Los criterios de repetibilidad y reproducibilidad se calculan sobre la base de los resultados del ensayo en colaboración (8.1) según el procedimiento apropiado descrito en ISO 5725. Estos criterios se emplean sólo como directrices; se requieren análisis múltiples y ensayos continuos para garantizar que los laboratorios demuestran la repetibilidad y la reproducibilidad a un mínimo igual al establecido en las secciones 7.2 y 7.3.

Cuadro del estado de aprobación de los métodos de análisis

Agua mineral natural (véase Anexo I)

			Tipo
3.1.1	Sólidos totalmente disueltos	Aprobado temporalmente	I
3.1.2	Residuo seco	Aprobado temporalmente	IV
3.1.3			
3.1.4	Suma de aniones y cationes	Aprobado temporalmente pero	IV
3.1.5		véase párr.(50)	
3.1.6			
3.2	Dióxido de carbono libre	Aprobado temporalmente pero	IV
		véase párr.(47)	
3.3.1	Materia orgánica total	Aprobado temporalmente	I
3.3.2	Compuestos fenólicos	Véase el párr.(47)	
3.3.3	Agentes tensoactivos	Véase el párr.(47)	
3.3.4	Plaguicidas y bifenilos policlorados	Véase el párr.(47)	
3.3.5	Aceite mineral	Véase el párr. (47)	
3.3.6	Hidrocarburos polinucleares aromáticos	Véase el párr.(47)	
3.3.7	Actividad Ra y actividad beta total	Aprobado temporalmente	IV

Alimentos congelados rápidamente

Proyecto de norma para coles de Bruselas congeladas rápidamente

8.2	Procedimiento de descongelación	Aprobado	
8.3	Procedimiento de cocción	Aprobado	
8.4	Determinación del peso neto	Aprobado	I

Proyecto de norma para frijoles verdes y frijolillos congelados rápidamente

8.5	Ensayo de hebra tenaz	Aprobado	
-----	-----------------------	----------	--

Proyecto de norma para zanahorias congeladas rápidamente

8.4.2	Impurezas minerales	Aprobado	I
-------	---------------------	----------	---

Norma recomendada para las espinacas congeladas rápidamente

8.1	Toma de muestras	Aplazada la aprobación	
8.2	Procedimiento de descongelación	Aprobado	
8.3	Determinación del peso neto	Aprobado	I
8.4	Determinación de materia seca sin sal	Aprobado	I
	Enmienda de forma a 8.4.1, suprimir "sobre" poner "con"		
	Enmienda de forma a 8.4.2, añadir referencia: 32.048 A 12 <sup>a</sup> ed. AOAC 1975		
8.5	Determinación de impurezas minerales, enmienda de forma: Unidades del SI	Aprobado	I

Frutas y hortalizas elaboradas

Proyecto de norma para los pepinos encurtidos

9.2.1	Sólidos solubles	Aprobado	I
	Enmiendas de forma: añadir corre- gido a 20°C. Actualizar las referencias AOAC		

			<u>Tipo</u>
9.2.2	Sal (NaCl) Se señala a la atención de los comités el método general del Codex	Aprobado	I
9.2.3	Acidez total	Aprobado	I
9.2.4	Impurezas minerales	Aprobado	I
9.2.5	Capacidad de agua de los envases	Aprobado	II
9.2.6	Capacidad de agua de los envases Véase el párr.(54) sobre la necesidad de tres métodos	Aprobado	II
<u>Proyecto de norma para las zanahorias en conserva</u>			
8.2	Determinación del peso escurrido	Aprobado	I
8.3	Determinación de la capacidad de agua de los envases	Aprobado	II
<u>Proyecto de norma para los albaricoques secos</u>			
8.2.1	Humedad	Método de secado al horno Aprobado (párrs.56-58)	I
	Añadir al pie de página la enmienda de forma al método instrumental	Aprobado	
8.2.2	Dióxido de azufre	Aprobado	III
8.2.3	Fruta rota, etc.	Aprobado	I
<u>Proyecto de norma para dátiles</u>			
8.1	Toma de muestras	Aplazada la aprobación	
8.2.1.1	Contenido de humedad	Aprobado	I
8.2.1.2	Contenido de humedad (Método instrumental en nota al pie de página)	Aprobado	I
8.2.2	Defectos internos	Aprobado	I
<u>Proyecto de norma para pistachos con cáscara</u>			
8.1	Toma de muestras	Aprobación aplazada	
8.2.1	Humedad	Aprobado	I
8.2.2	Defectos específicos	Aprobado	I
8.2.3	Clasificación por tamaños	Aprobado	I
<u>Proyecto de norma para los albaricoques en conserva</u>			
8.2	Determinación del peso escurrido	Aprobado	I
8.3	Determinación de la concentración	Aprobado	I
<u>Productos cárnicos elaborados de reses y aves</u>			
<u>Carne tipo "Corned beef" envasada</u>			
7.2	Nitrito	Aprobado temporalmente véase el párr.(61)	IV
<u>Carne "Luncheon"</u>			
7.2	Nitrito	Aprobado temporalmente véase párr.(63)	IV
7.6	Acido glutámico	Aprobado temporalmente véase párr.(63)	IV
7.8	Glucono-delta-lactona		

Tipo

Jamón curado cocido

7.8 Acido glutámico Aprobado temporalmente (véase párr.(63) IV

Grasas y aceites

Proyecto de norma para margarina de contenido de grasa rebajado

Todos los métodos Aplazada la aprobación párr.(64)

Proyecto de norma para aceite de colza comestible pobre en ácido erúcido

Todos los métodos Aprobado temporalmente párr.(65-68)

Proyecto de norma para el aceite de coco comestible

8.1 Densidad relativa Aprobado temporalmente

8.6 Índices de Reichert y de Polenske Aprobado temporalmente

Otros métodos Aprobado temporalmente

Proyecto de norma para el aceite de palma comestible

8.1 Densidad relativa a 50°C Aprobado temporalmente

8.9 Determinación de Carotenoides Aprobado temporalmente

Otros métodos Aprobado temporalmente

Proyectos de normas para los aceites de almendra de palma, de pepitas de uva y de Babasú comestibles

Todos los métodos Aprobado temporalmente

Proyecto de norma para "bouillons" y consomés

Todos los métodos Aprobación aplazada (párr. 70)

ANEXO I

3. MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS Y DE ANALISIS PROPUESTOS PARA LAS AGUAS MINERALES

D 3.1 Sólidos totales disueltos (sales) (párr. 7.1.1 de la Norma)

3.1.1 Principio: Durante la evaporación, los diferentes componentes experimentan una modificación considerable. Este es especialmente el caso de los hidrogen carbonatos alcalino-térreos, que se convierten parcial o totalmente en carbonatos y dióxido de carbono libre (una deficiencia del 20 al 30 por ciento puede darse fácilmente). Ahora bien, es bastante fácil compensar este cambio mediante cálculo. Aunque este procedimiento no garantiza la precisión absoluta (ya que otras sustancias experimentan también alteración), permite una simplificación.

3.1.2 El procedimiento analítico es relativamente sencillo:

i) Determinación del residuo seco (evaporación de 100 ml de agua y desecación a 240°C para las aguas cálcicas sulfatadas o a 180°C para los demás);

ii) determinación de alcalinidad ( $\text{HCO}_3^-$ );

iii) sobre la base de estos valores, cálculo de hidrogen carbonatos descompuestos:

$$\text{Sólidos totales disueltos (mg/l)} = \text{residuo seco (mg/l)} + \frac{\text{HCO}_3^-(\text{mg/l})}{2}$$

(Referencia: HLCh)

D = método de definición.

3.1.5 Un análisis abreviado en el que figura la determinación de al menos nueve componentes (sodio, potasio, magnesio, calcio, cloruros, sulfatos hidrogen carbonatos, nitrato, ácido silícico) puede usarse facultativamente para comparación o como un primer cálculo del total de sólidos disueltos. Según sea la naturaleza del agua mineral, podría ser necesario determinar también otros componentes si están presentes en cantidades superiores a 10 mg/kg.

### 3.1.6.1 Determinación de cationes

#### A. Cationes normales

- \* (a) Amonio: Fotometría usando el reactivo Nessler o Indofenol, directamente o después de destilación de  $\text{NH}_3$  con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (Schweizerisches Lebensmittelbuch, DEV).  
Sensibilidad: Aproximadamente  $5^3$  microgramos por litro.
  - \* (b) Litio  
Espectrofotometría de absorción atómica (EAA) o espectrometría de emisión con llama de acetileno/aire. Grandes cantidades de sodio (en su mayor parte como cloruro) interfieren con la determinación. La mayoría del cloruro de sodio se precipitará utilizando HCl + alcohol. El litio permanece en solución.
  - (c) Sodio  
EAA o espectrometría de emisión.
  - (d) Potasio
    - i) igual que para el litio y el sodio
    - ii) gravimetría como tetrafenilborato de potasio  
(P. Raff and W. Brotz, Zeitschrift für analytische Chemie, 133, 241, 1951).
  - (e) Magnesio  
EAA
  - (f) Calcio  
EAA  
(Robinson J.W. - Absorción atómica, Londres 1966).
  - (g) Estroncio  
EAA
  - (h) Hierro  
Ion de  $\text{Fe}^{++}$  usando 2,2-dipiridil. Donde están presentes  $\text{Fe}^{++}$  y  $\text{Fe}^{+++}$ . El segundo se lleva a solución utilizando ácido y se convierte en  $\text{Fe}^{++}$  con ácido ascórbico.  
(Fresenius und Schneider, Z. Analyt. Chem. 209, 340, 1965, HLCh).
  - (i) Manganeso  
Determinación fotométrica como permanganato (oxidación de  $\text{Mn}^{++}$  a  $\text{MnO}_4$  con persulfato)  
(Gottschalk, Z. Analyt. Chem. 212, 303, 1965, HLCh, DEV).
  - (j) Aluminio  
Fotometría con aluminón (Ammonium aurintheticarboxylate de amonio)  
(G. Giebler, Z. Analyt. Chem. 184, 401, 1961, HLCh).
- B. Metales pesados para los que se ha establecido un límite en la norma.
- (a) Plomo
    - i) EAA
    - ii) Por voltametría diferencial "pulse stripping"  
(P. Klahre, P. Valenta u.W. Nürnberg "Vom Wasser" 51, 199-219, 1978).
  - (b) Cobre
    - i) EAA
    - ii) Método como para el plomo (P. Klahre)

\* = ninguna disposición en la norma.

(c) Manganeso

(véase 3.1.6.1.A (i))

(d) Cinc

i) EAA

ii) Método como para el plomo (P. Klahre)

(e) Cadmio

i) Extracción de Cd-ditizonato con cloroformo y determinación por EAA sin llama (Handbuch der Spurenanalyse 1974)

ii) Método como para el plomo (P. Klahre)

(f) Bario

EAA

(g) Cromo

(3<sup>+</sup> y 6<sup>+</sup>) (método provisional), 1/

Fotometría con difenilcarbazida

(ASTM, HLCh, DEV)

(h) Mercurio

Absorción atómica de vapor frío después del enriquecimiento.

N.B. El Hg atmosférico interfiere durante el análisis y debe incluirse.

3.1.6.2 Determinación de aniones

(a) Cloruro

i) Potenciometría con AgNO<sub>3</sub> (método general del Codex)

(Ap. IV, ALINORM 76/23)

ii) Método valorimétrico usando AgNO<sub>3</sub> (DEV)

Nota: Los métodos (i) y (ii) determinan tanto los iones de bromuro como los de yoduro y deben corregirse al respecto.

(b) Bromuro

Yodométrico, según Höfer (determina por separado el bromuro y el yoduro)

(P. Höfer, Gesundheitsingenieur, 74, 224, 1953)

(c) Yoduro

i) Como (b) arriba

ii) Yodométrico previa oxidación con bromuro

(P. Höfer, Gesundheitsingenieur, 72, 277, 1951)

(d) Fluoruro

i) Método de electrodo selectivo de iones

(Annual Book of ASTM Standards, 1973 and Camman K., Das Arbeiten mit ionenselektiven Elektroden; Springer Verlag, 1973)

ii) Fotometría

(E. Quentin, A. Rosopulo: Lanthan Alizarin Komplexen, Z.Analyt.Chemie 241 (1968) 241-250  
HLCh)

(e) Sulfato

Método gravimétrico usando BaSO<sub>4</sub> (DEV, HLCh)

(f) Carbonato e hidrogenocarbonato

titulación con HCl a pH 8,3, seguida de titulación a pH 4,4 (AOAC, 1979, XI, 33.017)

(g) Acido silícico (SiO<sub>2</sub>)

(AOAC, 1970, XI, 33.018)<sup>2</sup>

(h) Nitrato

Fotometría:

i) con 1,2,6-xilenol (DEV)

ii) con salicilato de sodio (HLCh)

1/ La disposición de la norma se refiere a Cr<sup>6</sup> solamente.

i) Nitrito

Fotometría

- i) con sulfanilamida y N-(1-Naftil) etilenediamina (DEV)
- ii) con alfa-naftilamina (HLCh)

j) Cianuro

Fotometría con:

ácido barbitúrico-piridina (DEV)

k) Sulfuro

Fotometría:

Método de etileno azul (con p. aminodietilanilina) (HLCh)

l) Borato (ácido bórico)

Fotometría con:

1,1'-diatrimida

(Handbuch der Spurenanalyse, 1974, HLCh)

m) Hidrogenfosfato

Fotometría: extracción o azul de molibdeno fosfórico con disolvente orgánico y determinación fotométrica (DEV)

n) Hidrogenarseniato (Arsénico)

- i) absorción atómica sin llama, previa reducción con borohidruro de sodio. (M. Dujmovic, C-I-T. Fachzeitschrift f.d. Laboratorium, 4. April 1976, 336)
- ii) Fotometría, previa reducción a  $AsH_3$  con dietilditiocarbaminato de plata (Fresenius und Schneider, Zeitschrift Analyt.Chem. 203, 417, 1964)

o) Selenio

Absorción atómica sin llama (como para el arsénico)

(L. Henn: Analyt.Chem. 47, 1975, 428-432; D. Dujmovic: como para el arsénico)

3.2 Dióxido de carbono libre (Párr. 7.1.1 de la norma)

El dióxido de carbono libre puede determinarse por cálculo; la diferencia entre el contenido total de dióxido de carbono menos el dióxido de carbono de los carbonatos e hidrogen carbonatos:

- i) El dióxido de carbono total se determina por titulación por retorno con HCl a pH 8,3, previa adición del exceso de hidróxido de sodio.
- ii) A bajo valor, puede aplicarse la titulación directa con hidróxido de sodio a pH 8,3.

3.3 Otras sustancias para las que se establecen límites en la norma

Se mencionará la sensibilidad de los métodos 3.3.1 a 3.3.6 para que puedan aplicarse al límite que se establece en la norma para estas sustancias

D 3.3.1 a) Materia orgánica (párr. 3.2 de la norma)

Método  $KMnO_4$  (DEV, HLCh)

D 3.3.2 Compuestos fenólicos: (El Comité del Codex sobre Aditivos alimentarios deberá examinar también este método)

Determinación fotométrica después de la destilación y la reacción con antipirina 4-amina en presencia de ferricianuro de potasio (HLCh, ASTM)

D 3.3.3 Agentes tensoactivos: (El Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios deberá examinar también este método)

i) Aniónico

Fotometría con azul de metileno (DEV, ASTM, HLCh)

ii) Catiónico

Fotometría con azul de bromofenol (DEV)



iii) No iónico

(R. Wickbold: Tenside, Detergents, 10 (1973), 1979-182; W. Leithe: Die Analyse der organischen Verunreinigungen in Trink-, Brauch- und Abwässern; Wissenschaftl. Verlags-GesmbH., Stuttgart (1972)).

D 3.3.4 Plaguicidas y Bifenilos policlorados: (El Comité del Codex sobre Residuos de Plaguicidas deberá examinar también estos métodos)

i) Los distintos plaguicidas de cloro orgánico se determinan cuantitativamente, después de la extracción con hexano, limpieza completa, cromatografía en columna, el análisis de CG se lleva a cabo con detector de captura electrónica (Weil L., Quentin K.E.; Zur Analytik der Pesticide im Wasser, VIII. Wasser- und Abwasserforschung 7, (1974) 147-152)

ii) Bifenilos policlorados

Cromatografía de gas (Schulte E., Acker L., Zeitschrift Analyt. Chemie 268 (1974), 260-267)

D 3.3.5 Aceite mineral (El Comité del Codex de Aditivos Alimentarios deberá examinar también este método)

Método por cromatografía de gas

(Normas internacionales para el agua potable, 3a Ed., 1971, Cuadro 3 (página 37) donde se remite a L.R. Beynon, R. Kashnitz y G.W.A. Lijnden 1968: Methods for the Analysis of Oil in water and soil; (The Hague, Stichting, Concawe).

D 3.3.6 Hidrocarburos polinucleares aromáticos (HPA): (El Comité del Codex de Aditivos Alimentarios deberá examinar también este método)

Extracción con disolvente orgánico, separación por cromatografía en capa delgada y medición de la fluorescencia de cada HPA.

(DEV, pretirada en "Vom Wasser" 47, 1976, Verlag Chemie (Weinheim). Woidich, H. et al Chromatographia 10, 1977, No. 3, 140-146; Lebensmittel-Chemie und gerichtliche Chemie, 30, 1976, 8, 141-160).

3.3.7 Actividad Ra 226 y actividad-beta total (El Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios deberá examinar también este método, que deberá comprobarse con la OIEA)

i) Ra 226: a) Método I, OMS - Métodos de Análisis radioquímico, 1966 OMS, página 117). (El método II OMS no es específico para Ra 226);

b) (DEV, HLCh)

ii) Actividad-beta total (excepto  $^{40}\text{K}$  y  $^3\text{H}$ );

a) Radiological examination, by N.T. Mitchell, Section 3.2, Gross beta activity, in Water Analysis for Water Pollution Control, edit. by M.J. Swess, WHO, Publisher: Pergamon Press, Oxford (1980):

b) (DEV, HLCh)

APENDICE V

ANEXO I

BIBLIOGRAPHY

- 1) Annual Book of ASTM Standards, 1973, Part 23. Water, atmospheric analysis. American Soc. for Testing and Materials. 1916 Race St., Philadelphia, Pa., 19103, (abb.ASTM)
  - 2) Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-Abwasser-und Schlammuntersuchung Herausgeben von der Fachgruppe Wasserchemie der Gesellschaft Deutscher Chemiker 7 Lieferung (1975) Verlag Chemie, Weinheim, (abb. DEV).
  - 3) Handbuch der Lebensmittelchemie (Gesamtred: J. Schormüller), Band VIII, Teil 1 und 2, Wasser und Luft (S.W. Souci and K.E. Quentin), Springer-Verlag, 1969, (abb.HLCh).
  - 4) Handbuch der Spurenanalyse (O.E. Koch - G.A. Koch - Dedic,) Springer-Verlag, 1974.
  - 5) Hermann, R., Flammenphotometrie, Springer, Berlin, 1960.
  - 6) Höll, K., Wasser, Untersuchung und Beurteilung. 2 Aufl. de Gruyter, Berlin, 1958.
  - 7) International Standards for Drinking Water, 2nd Ed., 1963 and 3rd Ed., 1971, WHO, Geneva.
  - 8) Methods of radiochemical analysis, published under the auspices of FAO, IAEA and WHO, WHO 1966.
  - 9) Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (11th Ed., 1970), AOAC, P.O. Box 540, Benjamin Roosevelt Station, Washington, D.C. 20044.
  - 10) Robinson, J.W., Atomic Absorption, London, 1966.
  - 11) Schweizerisches Lebensmittelbuch. Methoden für die Untersuchung und Beurteilung von Lebensmitteln und Gebrauchsgegenständen. 4 Auflage, Bern, 1967.
  - 12) Welz, B., Atom-absorptions Spektroskopie. Verlag Chemie (Weinheim), 1972.
-