

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS



Organización de las Naciones
Unidas para la Alimentación
y la Agricultura



Organización
Mundial de la Salud

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Roma, Italia - Tel: (+39) 06 57051 - Correo electrónico: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

Tema 3 del programa

CX/MAS 16/37/3
Diciembre de 2015

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

37.^a reunión

Budapest (Hungría), 22 - 26 de febrero de 2016

APROBACIÓN DE LAS DISPOSICIONES SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS EN LAS NORMAS DEL CODEX

1. En este documento se describen los métodos de análisis o de muestreo (Apéndice I, II, III y IV) propuestos por los siguientes comités:

- Comité del Codex sobre Contaminantes de los Alimentos (planes de muestreo para las fumonisinas y el desoxinivalenol);
- Comité del Codex sobre Especies y Hierbas Culinarias (métodos de análisis para el comino y el tomillo desecado);
- Comité del Codex sobre Pescado y Productos Pesqueros (enmiendas a los métodos de análisis para barritas, porciones y filetes de pescado empanados o rebozados congelados rápidamente);
- Comité del Codex sobre Nutrición y Alimentos para Regímenes Especiales (métodos de análisis para preparados para lactantes y preparados para usos medicinales especiales destinados a los lactantes).

COMITÉ DEL CODEX SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS (CCCF9)

NOTA: la Comisión del Codex Alimentarius, en su 37.^o período de sesiones, adoptó los niveles máximos propuestos en el trámite 8 a reserva de la aprobación del CCMAS¹.

2. **Se invita al Comité a aprobar** los planes de muestreo y los criterios de rendimiento propuestos para los métodos de análisis del Apéndice I.

Planes de muestreo para las fumonisinas en el maíz en grano, la harina de maíz y la sémola de maíz²

3. Los planes de muestreo se habían revisado para eliminar inconsistencias tal como solicitó el CCMAS. Los criterios de rendimiento se habían adaptado de conformidad con las "Directrices para establecer valores numéricos relativos a los criterios".

Planes de muestreo para el desoxinivalenol (DON) en alimentos a base de cereales para lactantes y niños pequeños; en la harina, la sémola, la semolina y los copos de trigo, maíz o cebada; y en los cereales en grano crudos (trigo, maíz y cebada), incluidos los planes de muestreo para los cereales en grano crudos³

4. El Comité hizo referencia a su debate anterior sobre los mismos planes de muestreo para todos los cereales. Por lo tanto, teniendo en cuenta el acuerdo sobre el plan de muestreo para las fumonisinas, el Comité acordó armonizar el plan de muestreo para el DON en los cereales en grano con el de las fumonisinas. El Comité señaló que con las modificaciones del plan de muestreo, es decir, la eliminación de la muestra global, la petición de aclaración del CCMAS ya no era aplicable. El plan de muestreo se extendió también a los alimentos a base de cereales para lactantes y niños pequeños, y a la harina, la semolina, la sémola y los copos de trigo, maíz o cebada.

¹ REP15/CAC, párr. 36.

² REP15/CF, párr. 13, Apéndice III.

³ REP15/CF, párr. 91, Apéndice VI.

COMITÉ DEL CODEX SOBRE ESPECIAS Y HIERBAS CULINARIAS (CCSCH2)

NOTA: el Comité acordó remitir el anteproyecto de normas, incluidos los métodos de análisis, a la Comisión para su aprobación en el Trámite 5.

Métodos de análisis para el comino⁴

Métodos de análisis para el tomillo desecado⁵

5. **Se invita al Comité a aprobar** los planes de muestreo y los criterios de rendimiento propuestos para los métodos de análisis del Apéndice II.

COMITÉ DEL CODEX SOBRE PESCADO Y PRODUCTOS PESQUEROS (CCFFP34)

Enmiendas a la Sección 7.4 de la Norma para barritas, porciones y filetes de pescado empanados o rebozados congelados rápidamente⁶

6. En su 34.^a reunión, el CCFFP enmendó la Sección 7.4 (Estimación del contenido de pescado) y, en relación con el método de análisis químico (factor de nitrógeno, método del producto final), reconoció la importancia del método para verificar el contenido de pescado declarado en la etiqueta y efectuó la enmienda para indicar que no requiere confirmación si se usa para productos completamente cocidos, ya que el método AOAC 996.15 (Método del producto final) es menos preciso para dichos productos.

7. **Se invita al Comité a aprobar** la Sección 7.4 enmendada (CODEX STAN 166-1989) del Apéndice III que el CCFFP, en su 34.^a reunión, convino en remitir a la CAC para su aprobación en el 39.^o período de sesiones.

COMITÉ DEL CODEX SOBRE NUTRICIÓN Y ALIMENTOS PARA REGÍMENES ESPECIALES (CCNFSDU37)

Métodos de análisis de la Norma para preparados para lactantes y preparados para usos medicinales especiales destinados a los lactantes (CODEX STAN 72-1981)⁷

8. El Comité convino en remitir al CCMAS los ocho métodos para nutrientes de preparados para lactantes —vitamina B12, mioinositol, cromo, selenio, molibdeno, nucleótidos, vitaminas A y E, perfil de ácidos grasos, yodo y ácido pantoténico— presentados en el documento CX/NFSDU 15/37/10 (Rev) para que este lleve a cabo una revisión técnica de los mismos, les adjudique un tipo, los apruebe y los incluya en los *Métodos de análisis y de muestreo recomendados* (CODEX STAN 234-1999), puesto que estos métodos eran los métodos científicos más recientes para el análisis de los nutrientes en los preparados para lactantes y fueron validados completamente para este tipo de preparados (Apéndice V, Parte I).

9. En respuesta a las preocupaciones relativas a la tipificación de algunos métodos, así como a la inclusión de métodos extremadamente costosos —como, por ejemplo, los basados en la espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente—, en lugar de métodos más económicos de espectrometría de absorción atómica, se aclaró que estos métodos tenían fines de solución de controversias y que para los análisis de rutina se podían emplear otros métodos disponibles. Se sugirió que los nuevos métodos propuestos basados en el principio de la espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente se consideraran como Tipo III, habida cuenta de que algunos países no pueden utilizar estos métodos en casos de solución de controversias. El CCMAS podría también examinar en mayor detalle la tipificación correcta de los métodos.

10. **Se invita al Comité a examinar o aprobar** los métodos de análisis del Apéndice IV. En su 37.^a reunión, el CCNFSDU solicitó sustituir los métodos correspondientes de la norma CODEX STAN 234-1999.

⁴ REP15/SCH, párr. 24, Apéndice III.

⁵ REP15/SCH, párr. 35, Apéndice VI.

⁶ REP16/FFP, párrs. 57-63, Apéndice VII.

⁷ REP16/NFSDU, párrs. 96-97, Apéndice V.

APÉNDICE I

COMITÉ DEL CODEX SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS (CCCF)**PLAN DE MUESTREO PARA LAS FUMONISINAS (FB1 + FB2) EN EL MAÍZ EN GRANO, LA HARINA DE MAÍZ Y LA SÉMOLA DE MAÍZ****Maíz en grano, sin elaborar**

Nivel máximo	4 000 µg/kg FB1 + FB2
Incrementos	Incrementos de 100 g, dependiendo del peso del lote (≥ 0,5 toneladas)
Preparación de las muestras	Molido en seco con un triturador apropiado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla de 20)
Peso de la muestra de laboratorio	≥ 1 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	Porción analítica de 25 g
Método	Cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC)
Regla de decisión	Si el resultado del análisis de fumonisinas de las muestras de laboratorio es igual o inferior a 4 000 µg/kg, se acepta el lote. De lo contrario, se rechaza.

Harina de maíz y sémola de maíz

Nivel máximo	2 000 µg/kg FB1 + FB2
Incrementos	10 x 100 g
Preparación de las muestras	Ninguna
Peso de la muestra de laboratorio	≥ 1 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	Porción analítica de 25 g
Método	Cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC)
Regla de decisión	Si el resultado del análisis de la fumonisina es igual o inferior a 2 000 µg/kg, se acepta el lote. De lo contrario, se rechaza.

DEFINICIÓN

Lote: cantidad identificable de un producto alimentario recibido en una entrega y del cual el funcionario competente ha determinado que tiene características comunes, como el origen, la variedad, el tipo de envasado, el envasador, el repartidor o las indicaciones.

Sublote: parte de un lote más grande designada para aplicar en ella el método de muestreo. Cada sublote debe estar separado físicamente y ser identificable.

Plan de muestreo: se define por un procedimiento de análisis de la fumonisina y un nivel de aceptación o rechazo. Un procedimiento de análisis de la fumonisina consta de tres pasos: selección de la muestra, preparación de la misma y análisis o cuantificación de la fumonisina. El nivel de aceptación o rechazo es una tolerancia que, por lo general, es igual al nivel máximo (NM) del Codex.

Muestra incremental: cantidad de material tomado de un único lugar, elegido al azar, del lote o sublote.

Muestra agregada: total combinado de todas las muestras incrementales tomadas del lote o sublote. La muestra agregada tiene que ser por lo menos tan grande como la muestra de laboratorio o la combinación de las muestras.

Muestra de laboratorio: la cantidad más pequeña de maíz sin cáscara molida con un triturador. La muestra de laboratorio puede constituir una porción de la muestra agregada o la totalidad de la misma. Si la muestra agregada es más grande que la muestra o muestras de laboratorio, estas deben tomarse al azar de la muestra agregada de tal forma que se garantice que la muestra de laboratorio todavía es representativa del sublote sometido a muestreo.

Porción analítica: porción de la muestra de laboratorio triturada. La muestra de laboratorio entera se picará en una trituradora. De la muestra de laboratorio triturada se debe tomar aleatoriamente una porción para extraer la fumonisina y someterla a análisis químico.

CONSIDERACIONES SOBRE EL MODELO DE LOS PLANES DE MUESTREO

Material del que se van a tomar las muestras

- Las muestras se deben tomar por separado de cada lote de maíz que se vaya a examinar para cuantificar la fumonisina. Los lotes de más de 50 toneladas se subdividirán en sublotes, de los cuales se tomarán por separado las muestras. Si un lote es de más de 50 toneladas, se subdividirá en sublotes conforme al Cuadro 1.

Cuadro 1. Subdivisión de los sublotes de maíz de acuerdo con el peso del lote

Peso del lote (toneladas)	Peso máximo o número mínimo de sublotes	Número de muestras incrementales	Peso mínimo de la muestra de laboratorio (kg)
$\geq 1\ 500$	500 toneladas	100	1
> 300 y $< 1\ 500$	3 sublotes	100	1
≥ 100 y ≤ 300	100 toneladas	100	1
≥ 50 y < 100	2 sublotes	100	1
< 50	-	3-100*	1

* véase el Cuadro 2

- Habida cuenta de que el peso del lote no siempre es un múltiplo exacto del peso de los sublotes, el peso del sublote podrá exceder de dicho peso en un 20 % como máximo.

Muestra incremental

- El peso mínimo propuesto de las muestras incrementales será de 100 gramos para los lotes $\geq 0,5$ toneladas.
- Para los lotes de menos de 50 toneladas, se debe utilizar el plan de muestreo con un número de muestras incrementales situado entre 3 y 100, en función del peso del lote. Para los lotes muy pequeños ($\leq 0,5$ toneladas) se podrá tomar un número de muestras incrementales menor, pero en ese caso la muestra agregada que reúna todas las muestras incrementales también deberá ser de 1 kg como mínimo. Se puede utilizar el Cuadro 2 para determinar el número de muestras incrementales que se deben tomar.

Cuadro 2. Número de muestras incrementales que se deben tomar en función del peso del lote

Peso del lote (toneladas)	Número de muestras incrementales	Peso mínimo de la muestra de laboratorio (kg)
$\leq 0,05$	3	1
$> 0,05$ - $\leq 0,5$	5	1
$> 0,5$ - ≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	1
> 3 - ≤ 10	40	1
> 10 - ≤ 20	60	1
> 20 - < 50	100	1

Lotes estáticos

5. Los lotes estáticos se pueden definir como una gran masa de maíz sin cáscara depositada en un único contenedor grande —como una camioneta, un camión o un vagón de transporte ferroviario— o en muchos contenedores pequeños —como sacos o cajas—, hallándose el maíz estacionario en el momento de seleccionar la muestra. Puede ser difícil seleccionar una verdadera muestra aleatoria porque podría no haber acceso a todos los recipientes del lote o sublote.
6. Para tomar muestras incrementales de un lote estático, por lo general se requiere el uso de instrumentos de sondeo para seleccionar el producto del lote. Estos instrumentos deben estar diseñados específicamente para el producto y tipo de recipiente. La sonda deberá reunir las siguientes condiciones: 1) tener suficiente longitud para llegar a todo el producto, 2) permitir la selección de cualquier elemento del lote, y 3) no modificar los elementos del lote. Como ya se ha dicho, la muestra agregada debe estar compuesta por numerosas muestras incrementales pequeñas del producto, tomadas de muchos lugares diferentes de todo el lote.
7. En el caso de los lotes que se comercializan en envases individuales, la frecuencia del muestreo (FM) —es decir, el número de envases de donde se toman las muestras incrementales— es una función del peso del lote (PL), el peso de la muestra incremental (MI), el peso de la muestra agregada (MA) y el peso de envasado individual (PI), a saber:
$$FM = (PL \times MI) / (MA \times PI).$$
8. La frecuencia del muestreo (FM) es el número de envases de donde se toman las muestras. Todos los pesos deben presentarse en las mismas unidades de masa, por ejemplo, en kilogramos.

Lotes dinámicos

9. Es más fácil preparar muestras agregadas representativas seleccionando muestras incrementales de una masa de maíz sin cáscara en circulación conforme el lote pasa de un lugar a otro. Al extraer muestras de una cadena de productos en circulación, tómense pequeñas muestras incrementales del producto a lo largo de toda la cadena y reúnanse las muestras incrementales para formar una muestra agregada; si esta es mayor que la muestra o muestras de laboratorio necesarias, mézclase y subdivídase la muestra agregada para obtener la muestra o muestras de laboratorio del tamaño deseado.
10. Existe equipo comercial para la toma automática de muestras, como colectores de muestras transversales dotados de cronómetro que hacen pasar automáticamente un vaso receptor a lo largo de la cadena de productos en circulación a intervalos predeterminados y uniformes. Si no se dispone de equipo colector automático se puede asignar a una persona la tarea de pasar manualmente un vaso a intervalos regulares a lo largo de la cadena de productos en circulación para recoger las muestras incrementales. Tanto si se utilizan métodos automáticos como manuales, las muestras incrementales se deben tomar y combinar a intervalos frecuentes y uniformes durante todo el tiempo que el maíz circule por el punto de muestreo.
11. Los colectores transversales de muestras se deben instalar de la siguiente manera: 1) el plano de la abertura del vaso receptor debe estar perpendicular a la dirección que sigue la cadena en circulación; 2) el vaso receptor debe recorrer toda la sección de la cadena en circulación; 3) la boca del vaso receptor debe tener la capacidad suficiente para recibir todos los elementos de interés del lote. En general, la boca del vaso debe medir el doble o el triple del tamaño de los elementos más grandes del lote.
12. El tamaño en kg de la muestra agregada (M) tomada de un lote con un colector transversal de muestras es:
$$M = (D \times TL) / (T \times V),$$
donde D es el ancho de la boca del vaso receptor (cm), TL es el tamaño del lote (kg), T es el intervalo o el tiempo que pasa entre el movimiento del vaso a través de la cadena de productos en circulación (segundos), y V es la velocidad del vaso (cm/s).
13. Si se conoce la velocidad de circulación de la cadena de productos, VC (kg/s), entonces la frecuencia del muestreo (FM) —es decir, el número de cortes que hace el vaso receptor automático— se puede contabilizar como función de M, V, D y VC.

$$FM = (M \times V) / (D \times VC)$$

Invasado y transporte de las muestras

14. Todas las muestras de laboratorio deberán colocarse en un recipiente limpio e inerte que dé la protección adecuada contra la contaminación, la luz del sol y los posibles daños durante el tránsito. Se tomarán todas las precauciones necesarias para evitar cambios en la composición de la muestra de laboratorio, que podrían producirse durante el transporte o almacenamiento. Las muestras se almacenarán en un lugar oscuro y fresco.
15. Todas las muestras de laboratorio tomadas para uso oficial se sellarán en el lugar donde se tomen y se marcarán para identificarlas. Se mantendrá un registro de cada toma de muestras que permitirá identificar los lotes en forma inconfundible y en el que se indicarán la fecha y el lugar del muestreo así como toda otra información que pueda ser de interés para el analista.

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

16. Durante la preparación de las muestras se hará todo lo posible por no exponerlas a la luz del sol, ya que la fumonisina puede descomponerse gradualmente por efecto de la radiación ultravioleta. También se controlarán la temperatura ambiente y la humedad relativa para no favorecer la formación de mohos y de fumonisina.
17. Dado que la distribución de la fumonisina es extremadamente heterogénea, las muestras de laboratorio se homogeneizarán moliendo la totalidad de la muestra de laboratorio que este reciba. La homogeneización es un procedimiento de reducción del tamaño de las partículas que dispersa uniformemente las partículas contaminadas en toda la muestra triturada de laboratorio.
18. La muestra de laboratorio se molerá finamente y se mezclará bien mediante un procedimiento que permita la mayor homogeneización posible. La homogeneización total supone que el tamaño de las partículas sea muy pequeño y que la variabilidad asociada a la preparación de las muestras sea casi nula. Una vez triturada la muestra es necesario limpiar el triturador para evitar la contaminación cruzada de fumonisinas.

Porción analítica

19. El peso recomendado de la porción analítica tomada de la muestra de laboratorio triturada debe ser de aproximadamente 25 g.
20. Los procedimientos para la selección de la porción analítica de la muestra de laboratorio triturada deben constituir un proceso aleatorio. Si la mezcla se realizó durante la trituración o después de esta, la porción analítica se puede seleccionar de cualquier lugar de la muestra de laboratorio triturada. En caso contrario, la porción analítica deberá consistir en la acumulación de varias porciones pequeñas seleccionadas de toda la muestra de laboratorio.
21. Se recomienda que se seleccionen tres porciones analíticas de cada muestra de laboratorio triturada. Las tres porciones analíticas se utilizarán para la aplicación, apelación y confirmación, en caso necesario.

MÉTODOS DE ANÁLISIS

22. Es conveniente utilizar un enfoque basado en criterios, a través del cual se establezca un conjunto de criterios de rendimiento que debería cumplir el método analítico empleado. El enfoque basado en criterios tiene la ventaja de que, al evitar establecer los detalles específicos del método utilizado, se pueden aprovechar las novedades de la metodología sin tener que reconsiderar ni modificar el método específico. En el Cuadro 3 se presenta una lista de criterios y niveles de rendimiento posibles. Con este enfoque, los laboratorios tendrían la libertad de utilizar el método analítico más adecuado para sus instalaciones.

Cuadro 3. Criterios de rendimiento para las fumonisinas B1 + B2**Maíz en grano**

Analito	NM (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	RSD _R	Recuperación (%)
FB1 + FB2	4,0	-	-	-	-
FB1		≤ 0,3*	≤ 0,6*	HorRat ≤ 2 (< 27 %)	80-110
FB2		≤ 0,15*	≤ 0,3*	HorRat ≤ 2 (< 32 %)	80-110

* El límite de determinación (LOD) y el límite de cuantificación (LOQ) se derivaron sobre la base de la relación típica B1:B2 de 5:2 en muestras contaminadas de forma natural.

Harina/sémola de maíz

Analito	NM (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	RSD _R	Recuperación (%)
FB1 + FB2	2,0	-	-	-	-
FB1		≤ 0,15*	≤ 0,3*	HorRat ≤ 2 (< 30 %)	80-110
FB2		≤ 0,06*	≤ 0,15*	HorRat ≤ 2 (< 34 %)	80-110

* El LOD y el LOQ se derivaron sobre la base de la relación típica B1:B2 de 5:2 en muestras contaminadas de forma natural.

PLANES DE MUESTREO PARA EL DESOXINIVALENOL (DON) EN ALIMENTOS A BASE DE CEREALES PARA LACTANTES Y NIÑOS PEQUEÑOS; EN LA HARINA, LA SÉMOLA, LA SEMOLINA Y LOS COPOS DE TRIGO, MAÍZ O CEBADA; Y EN LOS CEREALES EN GRANO CRUDOS (TRIGO, MAÍZ Y CEBADA) DESTINADOS A ULTERIOR ELABORACIÓN

Cereales en grano (trigo, maíz y cebada) destinados a ulterior elaboración

Nivel máximo	2 000 µg/kg DON
Incrementos	Incrementos de 100 g, dependiendo del peso del lote (≥ 0,5 toneladas)
Preparación de las muestras	Molido en seco con un triturador apropiado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla de 20)
Peso de la muestra de laboratorio	≥ 1 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	Porción analítica de 25 g
Método	HPLC
Regla de decisión	Si el resultado del análisis de DON de las muestras de laboratorio es igual o inferior a 2 000 µg/kg, se acepta el lote. De lo contrario, se rechaza.

Alimentos a base de cereales para lactantes y niños pequeños

Nivel máximo	200 µg/kg DON
Incrementos	10 x 100 g
Preparación de las muestras	Ninguna
Peso de la muestra de laboratorio	1 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	Porción analítica de 25 g
Método	HPLC
Regla de decisión	Si el resultado del análisis de DON es igual o inferior a 200 µg/kg, se acepta el lote. De lo contrario, se rechaza.

Harina, semolina, sémola y copos de trigo, maíz o cebada

Nivel máximo	1 000 µg/kg DON
Incrementos	10 x 100 g
Preparación de las muestras	Ninguna
Peso de la muestra de laboratorio	1 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	Porción analítica de 25 g
Método	HPLC
Regla de decisión	Si el resultado del análisis de DON es igual o inferior a 1 000 µg/kg, se acepta el lote. De lo contrario, se rechaza.

DEFINICIÓN

Lote: cantidad identificable de un producto alimentario recibido en una entrega y del cual el funcionario competente ha determinado que tiene características comunes, como el origen, la variedad, el tipo de envasado, el envasador, el repartidor o las indicaciones.

Sublote: parte designada de un lote más grande a la que se aplicará el método de muestreo. Cada sublote debe estar separado físicamente y ser identificable.

Plan de muestreo: se define por un procedimiento de análisis del DON y un nivel de aceptación o rechazo. Un procedimiento de análisis del DON consta de tres pasos: selección de la muestra, preparación de la misma y análisis o cuantificación del DON. El nivel de aceptación o rechazo es una tolerancia que, por lo general, es igual al nivel máximo (NM) del Codex.

Muestra incremental: cantidad de material tomado de un único lugar, elegido al azar, del lote o sublote.

Muestra agregada: total combinado de todas las muestras incrementales tomadas del lote o sublote. La muestra agregada tiene que ser por lo menos tan grande como la muestra de laboratorio o la combinación de las muestras.

Muestra de laboratorio: la cantidad más pequeña de cereales sin cáscara molida con un triturador. La muestra de laboratorio puede constituir una porción de la muestra agregada o la totalidad de la misma. Si la muestra agregada es más grande que la muestra o muestras de laboratorio, estas deben tomarse al azar de la muestra agregada de tal forma que se garantice que la muestra de laboratorio todavía es representativa del sub lote sometido a muestreo.

Porción analítica: porción de la muestra de laboratorio triturada. La muestra de laboratorio entera se picará en una trituradora. De la muestra de laboratorio triturada debe tomarse aleatoriamente una porción para extraer el DON y someterlo a análisis químico.

CONSIDERACIONES SOBRE EL MODELO DE LOS PLANES DE MUESTREO

Material del que se van a tomar las muestras

- Las muestras se deben tomar por separado de cada lote de cereales que se vaya a examinar para cuantificar el DON. Los lotes de más de 50 toneladas se subdividirán en sub lotes, de los cuales se tomarán por separado las muestras. Si un lote es de más de 50 toneladas, se subdividirá en sub lotes conforme al Cuadro 1.

Cuadro 1. Subdivisión de los sub lotes de cereales de acuerdo con el peso del lote

Peso del lote (toneladas)	Peso máximo o número mínimo de sub lotes	Número de muestras incrementales	Peso mínimo de la muestra de laboratorio (kg)
$\geq 1\ 500$	500 toneladas	100	1
> 300 y $< 1\ 500$	3 sub lotes	100	1
≥ 100 y ≤ 300	100 toneladas	100	1
≥ 50 y < 100	2 sub lotes	100	1
< 50	-	3-100*	1

* véase el Cuadro 2

- Habida cuenta de que el peso del lote no siempre es un múltiplo exacto del peso de los sub lotes, el peso del sub lote podrá exceder de dicho peso en un 20 % como máximo.

Muestra incremental

- El peso mínimo propuesto de las muestras incrementales será de 100 gramos para los lotes $\geq 0,5$ toneladas.
- Para los lotes de menos de 50 toneladas, se debe utilizar el plan de muestreo con un número de muestras incrementales situado entre 3 y 100, en función del peso del lote. Para los lotes muy pequeños ($\leq 0,5$ toneladas) se podrá tomar un número de muestras incrementales menor, pero en ese caso la muestra agregada que reúna todas las muestras incrementales también deberá ser de 1 kg como mínimo. Se puede utilizar el Cuadro 2 para determinar el número de muestras incrementales que se deben tomar.

Cuadro 2. Número de muestras incrementales que se deben tomar en función del peso del lote

Peso del lote (toneladas)	Número de muestras incrementales	Peso mínimo de la muestra de laboratorio (kg)
$\leq 0,05$	3	1
$> 0,05$ - $\leq 0,5$	5	1
$> 0,5$ - ≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	1
> 3 - ≤ 10	40	1
> 10 - ≤ 20	60	1
> 20 - < 50	100	1

Lotes estáticos

5. Los lotes estáticos se pueden definir como una gran masa de cereales sin cáscara depositada en un único contenedor grande —como una camioneta, un camión o un vagón de transporte ferroviario— o en muchos contenedores pequeños —como sacos o cajas—, hallándose el cereal estacionario en el momento de seleccionar la muestra. Puede ser difícil seleccionar una verdadera muestra aleatoria porque podría no haber acceso a todos los recipientes del lote o sublote.
6. Para tomar muestras incrementales de un lote estático, por lo general se requiere el uso de instrumentos de sondeo para seleccionar el producto del lote. Estos instrumentos deben estar diseñados específicamente para el producto y tipo de recipiente. La sonda deberá reunir las siguientes condiciones: 1) tener suficiente longitud para llegar a todo el producto, 2) permitir la selección de cualquier elemento del lote, y 3) no modificar los elementos del lote. Como ya se ha dicho, la muestra agregada debe estar compuesta por numerosas muestras incrementales pequeñas del producto, tomadas de muchos lugares diferentes de todo el lote.
7. En el caso de los lotes que se comercializan en envases individuales, la frecuencia del muestreo (FM) —es decir, el número de envases de donde se toman las muestras incrementales— es una función del peso del lote (PL), el peso de la muestra incremental (MI), el peso de la muestra agregada (MA) y el peso de envasado individual (PI), a saber:
$$FM = (PL \times MI) / (MA \times PI).$$
8. La frecuencia del muestreo (FM) es el número de envases de donde se toman las muestras. Todos los pesos deben presentarse en las mismas unidades de masa, por ejemplo, en kilogramos.

Lotes dinámicos

9. Es más fácil preparar muestras agregadas representativas seleccionando muestras incrementales de una masa de cereales sin cáscara en circulación conforme el lote pasa de un lugar a otro. Al extraer muestras de una cadena de productos en circulación, tómense pequeñas muestras incrementales del producto a lo largo de toda la cadena y reúnanse las muestras incrementales para formar una muestra agregada; si esta es mayor que la muestra o muestras de laboratorio necesarias, mézclese y subdivídase la muestra agregada para obtener la muestra o muestras de laboratorio del tamaño deseado.
10. Existe un equipo comercial para la toma automática de muestras, como colectores de muestras transversales dotados de cronómetro que hacen pasar automáticamente un vaso receptor a lo largo de la cadena de productos en circulación a intervalos predeterminados y uniformes. Si no se dispone de equipo colector automático se puede asignar a una persona la tarea de pasar manualmente un vaso a intervalos regulares a lo largo de la cadena de productos en circulación para recoger las muestras incrementales. Tanto si se utilizan métodos automáticos como manuales, las muestras incrementales se deben tomar y combinar a intervalos frecuentes y uniformes durante todo el tiempo que los cereales circulen por el punto de muestreo.
11. Los colectores transversales de muestras se deben instalar de la siguiente manera: 1) el plano de la abertura del vaso receptor debe estar perpendicular a la dirección que sigue la cadena en circulación; 2) el vaso receptor debe recorrer toda la sección de la cadena en circulación; 3) la boca del vaso receptor debe tener la capacidad suficiente para recibir todos los elementos de interés del lote. En general, la boca del vaso debe medir el doble o el triple del tamaño de los elementos más grandes del lote.
12. El tamaño en kg de la muestra agregada (M) tomada de un lote con un colector transversal de muestras es:
$$M = (D \times TL) / (T \times V),$$
donde D es el ancho de la boca del vaso receptor (cm), TL es el tamaño del lote (kg), T es el intervalo o el tiempo que pasa entre el movimiento del vaso a través de la cadena de productos en circulación (segundos), y V es la velocidad del vaso (cm/s).
13. Si se conoce la velocidad de circulación de la cadena de productos, VC (kg/s), entonces la frecuencia del muestreo (FM) —es decir, el número de cortes que hace el vaso receptor automático— se puede contabilizar como función de M, V, D y VC.

$$FM = (M \times V) / (D \times VC)$$

Envasado y transporte de las muestras

14. Todas las muestras de laboratorio deberán colocarse en un recipiente limpio e inerte que dé la protección adecuada contra la contaminación, la luz del sol y los posibles daños durante el tránsito. Se tomarán todas las precauciones necesarias para evitar cambios en la composición de la muestra de laboratorio, que podrían producirse durante el transporte o almacenamiento. Las muestras se almacenarán en un lugar oscuro y fresco.

15. Todas las muestras de laboratorio tomadas para uso oficial se sellarán en el lugar donde se tomen y se marcarán para identificarlas. Se mantendrá un registro de cada toma de muestras que permitirá identificar los lotes en forma inconfundible y en el que se indicarán la fecha y el lugar del muestreo así como toda otra información que pueda ser de interés para el analista.

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

16. Durante la preparación de las muestras se hará todo lo posible por no exponerlas a la luz del sol, ya que el DON puede descomponerse gradualmente por efecto de la radiación ultravioleta. También se controlarán la temperatura ambiente y la humedad relativa para no favorecer la formación de mohos y de DON.
17. Dado que la distribución del DON es extremadamente heterogénea, las muestras de laboratorio se homogeneizarán moliendo la totalidad de la muestra de laboratorio que este reciba. La homogeneización es un procedimiento de reducción del tamaño de las partículas que dispersa uniformemente las partículas contaminadas en toda la muestra triturada de laboratorio.
18. La muestra de laboratorio se molerá finamente y se mezclará bien mediante un procedimiento que permita la mayor homogeneización posible. La homogeneización total supone que el tamaño de las partículas sea muy pequeño y que la variabilidad asociada a la preparación de las muestras sea casi nula. Una vez triturada la muestra es necesario limpiar el triturador para evitar la contaminación cruzada de DON.

Porción analítica

19. El peso recomendado de la porción analítica tomada de la muestra de laboratorio triturada debe ser de aproximadamente 25 g.
20. Los procedimientos para la selección de la porción analítica de la muestra de laboratorio triturada deben constituir un proceso aleatorio. Si la mezcla se realizó durante la trituración o después de esta, la porción analítica se puede seleccionar de cualquier lugar de la muestra de laboratorio triturada. En caso contrario, la porción analítica deberá consistir en la acumulación de varias porciones pequeñas seleccionadas de toda la muestra de laboratorio.
21. Se recomienda que se seleccionen tres porciones analíticas de cada muestra de laboratorio triturada. Las tres porciones analíticas se utilizarán para la aplicación, apelación y confirmación, en caso necesario.

MÉTODOS DE ANÁLISIS

22. Es conveniente utilizar un enfoque basado en criterios, a través del cual se establezca un conjunto de criterios de rendimiento que debería cumplir el método analítico empleado. El enfoque basado en criterios tiene la ventaja de que, al evitar establecer los detalles específicos del método utilizado, se pueden aprovechar las novedades de la metodología sin tener que reconsiderar ni modificar el método específico. En el Cuadro 3 se presenta una lista de criterios y niveles de rendimiento posibles. Con este enfoque, los laboratorios tendrían la libertad de utilizar el método analítico más adecuado para sus instalaciones.

Cuadro 3. Criterios del método propuesto para analizar el DON en los cereales.

Producto	NM (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Precisión en relación con el HorRat	Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Recuperación
Cereales en grano (trigo, maíz y cebada) destinados a ulterior elaboración	2,0	≤ 0,2	≤ 0,4	≤ 2	1-3	80-110 %
Alimentos a base de cereales para lactantes y niños pequeños	0,2	≤ 0,02	≤ 0,04	≤ 2	0,1-0,3	80-110 %
Harina, semolina, sémola y copos de trigo, maíz o cebada	1,0	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 2	0,5-1,5	80-110 %

Apéndice II

COMITÉ DEL CODEX SOBRE ESPECIAS Y HIERBAS CULINARIAS (CCSCH)**MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA EL COMINO**

Disposición	Método	Principio
Humedad	ISO 938:1980 Alternativa: AOAC 2001.12 ASTA 2.0	Destilación
Cenizas totales	ISO 928:1997 Alternativa: AOAC 950.49 ASTA 3.0	Gravimetría
Cenizas insolubles en ácido	ISO 930:1997 Alternativa: ASTA 4.0	Gravimetría
Aceites volátiles	ISO 6571:2008 Alternativa: AOAC 962.17 ASTA 5.0	Destilación
Materia vegetal extraña	ISO 927:2009 Alternativa: ASTA 14.1	Examen visual
Materia extraña	ISO 927:2009	Examen visual
Daños por insectos	Método V-8: Especias, condimentos, sabores y drogas crudas (Manual de procedimientos macroanalíticos, Boletín técnico n.º 5 de la Administración de Alimentos y Medicamentos [FDA])	Examen visual

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA EL TOMILLO DESECADO

Disposición	Método	Principio
Humedad	ISO 938:1980 Alternativa: AOAC 2001.12 ASTA 2.0	Destilación
Cenizas totales	ISO 928:1997 Alternativa: AOAC 950.49 ASTA 3.0	Gravimetría
Cenizas insolubles en ácido	ISO 930:1997 Alternativa: ASTA 4.0	Gravimetría
Aceites volátiles	ISO 6571:2008 Alternativa: AOAC 962.17 ASTA 5.0	Destilación
Materia vegetal extraña	ISO 927:2009 Alternativa: ASTA 14.1	Examen visual
Materia extraña	ISO 927:2009	Examen visual
Daños por insectos	Método V-8: Especies, condimentos, sabores y drogas crudas (Manual de procedimientos macroanalíticos, Boletín técnico n.º 5 de la FDA)	Examen visual
Daños por hongos	Método V-8: Especies, condimentos, sabores y drogas crudas (Manual de procedimientos macroanalíticos, Boletín técnico n.º 5 de la FDA)	Examen visual

COMITÉ DEL CODEX SOBRE PESCADO Y PRODUCTOS PESQUEROS (CCFFP)**ENMIENDAS A LA SECCIÓN 7.4 DE LA NORMA PARA BARRITAS, PORCIONES Y FILETES DE PESCADO EMPANADOS O REBOZADOS CONGELADOS RÁPIDAMENTE (CODEX STAN 166-1989)****7.4 Estimación del contenido de pescado**Método AOAC 996.15. **(Método del producto final)**

Cálculo:

$$\% \text{ contenido de pescado} = (P_{\text{ser}}/P_{\text{er}}) \times 100 + \text{factor de reajuste}^*$$
P_{ser}: peso de la unidad de muestra sin empanar y/o sin rebozar.P_{er}: peso de la unidad de muestra empanada y/o rebozada.

* Pescado y productos pesqueros empanados crudos y congelados: 2,0 %.

* Pescado y productos pesqueros rebozados congelados: 2,0 %.

* Pescado y productos pesqueros precocidos empanados y congelados: 4,0 %.

Referencias: J. AOAC Int. 80, 1235(1997).

Otros métodos**1) Método del análisis químico (Factor de nitrógeno, Método del producto final)**

Método apropiado en los casos en los que hay motivos de duda sobre la composición del núcleo de pescado (es decir, pareciera que contiene ingredientes no provenientes de la carne de pescado). Excepto en el caso de productos completamente cocidos, este método requiere confirmación con el método AOAC 996.15 o con el Método #2 (Determinación del contenido de pescado), juntamente con una investigación en el establecimiento de elaboración a fin de determinar la conformidad del producto con las disposiciones de etiquetado de la presente Norma. Cuando se identifica un producto sospechoso se debería efectuar una investigación en el establecimiento (por ejemplo, controles de los ingredientes crudos).

El porcentaje del contenido de pescado, corregido para nitrógeno no proveniente de la carne de pescado contribuido por el recubrimiento de carbohidrato, se calcula de la siguiente manera:

$$\% \text{ de contenido de pescado} = \frac{(\% \text{ total de nitrógeno} - \% \text{ de nitrógeno no proveniente de carne de pescado})}{\text{Factor N}^*} \times 100$$

* Factor apropiado de N (nitrógeno)

El contenido de nitrógeno no proveniente de la carne de pescado se calcula como:

$$\% \text{ de nitrógeno no proveniente de la carne de pescado} = \% \text{ carbohidrato} \times 0,02$$

Donde el carbohidrato se calcula por la diferencia entre:

$$\% \text{ carbohidrato} = 100 - (\% \text{ agua} + \% \text{ grasa} + \% \text{ proteínas} + \% \text{ ceniza})$$
Referencias

Determinación de nitrógeno: ISO 937:1978

Determinación de humedad: ISO 1442:1997

Determinación del total de grasa: ISO 1443:1973

Determinación de ceniza: ISO 936:1978

Los factores promedio de nitrógeno para la carne de pescado de especies específicas utilizada como materia prima en el producto están disponibles en las siguientes páginas web:

<http://www.globefish.org/seafood-nitrogen-factors.html>

<http://www.fao.org/fishery/topic/1514/es>

La incertidumbre de cada factor de nitrógeno se debería tomar en cuenta a partir de los datos estadísticos presentados con el factor publicado de nitrógeno (por ejemplo, dos errores típicos sobre la media).

2) Determinación del contenido de pescado durante la elaboración

El contenido de pescado en una barrita de pescado se calcula mediante la ecuación siguiente:

$$\% \text{ de contenido de pescado} = \frac{\text{Peso del pescado entrante}}{\text{Peso del producto final}} \times 100$$

Por lo tanto, para la mayoría de los productos, el peso del ingrediente de pescado es el del ingrediente crudo. Cualquier cifra colocada o declarada en la etiqueta de un producto debe ser una cantidad típica que refleje las variaciones normales de manufactura del productor, de acuerdo a buenas prácticas de fabricación.

Apéndice IV

**PARTE I. MÉTODOS DE ANÁLISIS DE LA NORMA PARA PREPARADOS PARA LACTANTES Y
PREPARADOS PARA USOS MEDICINALES ESPECIALES DESTINADOS A LOS LACTANTES
(CODEX STAN 72-1981)**

Métodos AOAC oficiales validados para los preparados para lactantes, con referencias ISO/IDF.

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo propuesto
Preparados para lactantes	Vitamina B12	AOAC 2011.10 ISO 20634	Cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC)	II
Preparados para lactantes	Mioinositol	AOAC 2011.18 ISO 20637	Cromatografía líquida (LC) seguida por amperometría de pulsos	II
Preparados para lactantes	Cromo	AOAC 2011.19 ISO 20649 IDF 235	Espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)	II
Preparados para lactantes	Selenio	AOAC 2011.19 ISO 20649 IDF 235	ICP-MS	II
Preparados para lactantes	Molibdeno	AOAC 2011.19 ISO 20649 IDF 235	ICP-MS	II
Preparados para lactantes	5'-mononucleótidos	AOAC 2011.20 ISO 20638	LC	II
Preparados para lactantes	Palmitato de vitamina A (palmitato de retinilo), acetato de vitamina A (acetato de retinilo), vitamina E total (dl- α -tocoferol y acetato de dl- α -tocoferol)	AOAC 2012.10 ISO 20633	HPLC	II
Preparados para lactantes	Perfil de ácidos grasos totales	AOAC 2012.13 ISO 16958 IDF 231	Cromatografía de gases	II
Preparados para lactantes	Yodo	AOAC 2012.15 ISO 20647 IDF 234	ICP-MS	II
Preparados para lactantes	Ácido pantoténico	AOAC 2012.16 ISO 20639	Ultra HPLC-MS/MS	II