



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

35.<sup>a</sup> reunión  
Budapest (Hungría), 3-7 de marzo de 2014

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

1. En este documento se describen los métodos de análisis o muestreo propuestos en anteproyectos de normas y textos afines en proceso de elaboración, o como actualización de los métodos vigentes, por los siguientes comités:

- PARTE I Métodos de análisis
- A. Comité sobre Contaminantes de los Alimentos
- PARTE II Métodos de muestreo
- A. Comité sobre Contaminantes de los Alimentos

#### PARTE I MÉTODOS DE ANÁLISIS

##### A. SÉPTIMA REUNIÓN DEL COMITÉ SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS (CCCF)

2. Véase en el Cuadro de la sección A una lista completa de los métodos de análisis propuestos. A continuación se resumen los debates pertinentes del Comité:

*Anteproyecto de niveles máximos para el deoxinivalenol (DON) en los cereales y productos a base de cereales, y planes de muestreo asociados<sup>1</sup>*

3. El CCCF acordó incluir los criterios de rendimiento pertinentes para los métodos de análisis y solicitar el asesoramiento del Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (CCMAS) con respecto a la adecuación de los criterios de rendimiento para asegurar la coherencia con las *Instrucciones de trabajo para la aplicación del enfoque por criterios en el Codex* (Manual de procedimiento).

#### PARTE II MÉTODOS DE MUESTREO

##### A. SÉPTIMA REUNIÓN DEL COMITÉ SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS (CCCF)

*Anteproyecto de niveles máximos para el deoxinivalenol (DON) en los cereales y productos a base de cereales, y planes de muestreo asociados<sup>2</sup>*

4. El CCCF acordó adelantar al Trámite 5 el anteproyecto de niveles máximos para los cereales en grano sin elaborar, incluidos los planes de muestreo. La Comisión aprobó la propuesta en su 36.º período de sesiones (véase el plan de muestreo en el Anexo I).

<sup>1</sup> REP12/CF párr. 63

<sup>2</sup> REP12/CF párr. 70

## A. COMITÉ SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS

### ANTEPROYECTO DE NIVELES MÁXIMOS PARA EL DEOXINIVALENOL (DON) EN LOS CEREALES Y PRODUCTOS A BASE DE CEREALES, Y PLANES DE MUESTREO ASOCIADOS - MÉTODOS ANALÍTICOS

#### Antecedentes

Es conveniente utilizar un enfoque basado en criterios, a través del cual se establece un conjunto de criterios de rendimiento que debería cumplir el método analítico utilizado. 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. Los criterios de rendimiento establecidos para los métodos deberán incluir todos los parámetros que cada laboratorio debe considerar, como el límite de detección, el coeficiente de variación de la repetibilidad (dentro del laboratorio), el coeficiente de variación de la reproducibilidad (entre laboratorios) y el porcentaje de recuperación necesario para diversos límites reglamentarios. Se pueden utilizar los métodos analíticos aceptados internacionalmente por los químicos (como la Asociación de Químicos Analíticos Oficiales, AOAC). Estos métodos se supervisan con regularidad y se mejoran de acuerdo a la tecnología disponible.

#### Criterios de rendimiento para los métodos de análisis

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: Características de rendimiento del deoxinivalenol**

Nivel µg/kg	Deoxinivalenol		
	RSD <sub>r</sub> %	RSD <sub>R</sub> %	% de recuperación
> 100 - ≤ 500	≤ 20	≤ 40	entre 60 y 110
> 500	≤ 20	≤ 40	entre 70 y 120

Nota: El proyecto de niveles máximos para el DON, aprobado en el [Trámite 5](#) en el 36.º período de sesiones de la Comisión del Codex Alimentarius (CAC), es el siguiente:

Nombre del producto	Nivel máximo (mg/kg)	Notas/Observaciones
Cereales en grano sin elaborar (trigo, maíz y cebada).	2	Los niveles máximos se aplican a los cereales en grano sin elaborar antes de la clasificación y retirada de los granos dañados. El plan de muestreo se incluye en el Anexo, más abajo.

## ANEXO I

**ANTEPROYECTO DE PLANES DE MUESTREO PARA EL DEOXINIVALENOL (DON)  
EN LOS CEREALES SIN ELABORAR**

**DEFINICIONES**

**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 del deoxinivalenol y un límite de aceptación o rechazo. Un procedimiento de análisis del deoxinivalenol consta de tres pasos: selección de la muestra, preparación de la misma y análisis o cuantificación del deoxinivalenol. El límite de aceptación o rechazo es una tolerancia que, por lo general, es igual al límite máximo 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** – Cantidad más pequeña de cereales y productos a base de cereales triturados en una trituradora. 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 las muestras de laboratorio, estas se deben tomar al azar de la muestra agregada.

**Porción de ensayo** – Una porción de la muestra de laboratorio triturada. La muestra de laboratorio entera se triturará en una trituradora. De la muestra de laboratorio triturada debe tomarse aleatoriamente una porción para extraer el deoxinivalenol y someterlo a análisis químico.

**Curva característica operatoria (CO)** – Gráfico de la probabilidad de aceptación de un lote respecto a la concentración del mismo, cuando se utiliza un modelo de plan de muestreo específico. La curva de CO ofrece una estimación de las posibilidades de que se rechace un lote bueno (riesgo del exportador) y de que se acepte un lote malo (riesgo del importador) mediante un modelo de plan de muestreo específico para el deoxinivalenol. Un lote bueno se caracteriza por tener una concentración de deoxinivalenol inferior al límite máximo; un lote malo se caracteriza por tener una concentración de deoxinivalenol superior al límite máximo.

**SELECCIÓN DE MUESTRAS****Material del que se van a tomar las muestras****A) Procedimiento de muestreo de cereales y productos de cereales para lotes de 50 toneladas o más**

Se deben tomar por separado las muestras de cada lote que se vaya a examinar para cuantificar el deoxinivalenol. 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 lotes en sublotes de acuerdo con el producto y el peso del lote**

Producto	Peso del lote (toneladas)	Peso o número de sublotes	Número de muestras incrementales	Peso de la muestra agregada (kg)
<b>Trigo y cebada sin elaborar</b>	≥ 1 500	500 toneladas	100	1
	> 300 y < 1 500	3 sublotes	100	1
	≥ 50 y ≤ 300	100 toneladas	100	1
	< 50	--	3-100*	1
<b>Maíz sin elaborar</b>	≥ 1 500	500 toneladas	100	5
	> 300 y < 1 500	3 sublotes	100	5
	≥ 50 y ≤ 300	100 toneladas	100	5
	< 50	--	3-100*	1-5

\* Dependiendo del peso del lote (véase el Cuadro 2)

Considerando 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 máximo del 20 %.

- Se deben tomar por separado las muestras de cada sublote.
- Número de muestras incrementales: 100.

- Si no es posible aplicar el método de muestreo indicado en este punto debido a las consecuencias comerciales derivadas de daños en el lote, como formas de envasado o medios de transporte, se puede utilizar un método de muestreo alternativo siempre y cuando sea lo más representativo posible y se describa y documente de forma completa.

### **Procedimiento de muestreo de cereales y productos de cereales para lotes de menos de 50 toneladas**

Para lotes de cereales y productos de cereales de menos de 50 toneladas, se debe utilizar el plan de muestreo con entre 10 y 100 muestras incrementales, en función del peso del lote, lo que genera una muestra agregada de entre 1 y 5 kg. Para los lotes muy pequeños (de 0,5 toneladas o menos) podría tomarse un número de muestras incrementales menor, pero se deberá utilizar una muestra agregada que reúna todas las muestras incrementales de 1 kg como mínimo.

Se pueden utilizar las cifras del Cuadro 2 para determinar el número de muestras incrementales que se deben tomar.

### **Cuadro 2: Número de muestras incrementales que han de tomarse en función del peso del lote de cereales y productos de cereales**

<b>Peso del lote (toneladas)</b>	<b>N.º de muestras incrementales</b>
≤ 0,05	3
> 0,05 - ≤ 0,5	5
> 0,5 - ≤ 1	10
> 1 - ≤ 3	20
> 3 - ≤ 10	40
> 10 - ≤ 20	60
> 20 - ≤ 50	100

### **Procedimiento de muestreo de cereales y productos de cereales para lotes de más de 500 toneladas**

Número de muestras incrementales (de aproximadamente 100 g) que se han de tomar:

100 muestras incrementales +  $\sqrt{\text{toneladas métricas}}$

#### **Lotes estáticos**

Un lote estático se puede definir como una gran masa de cereales/productos a base de cereales depositada en un único receptáculo grande, como una camioneta, un camión o un carro de ferrocarril, o en muchos recipientes pequeños, como costales o cajas, en que los cereales/productos a base de cereales se hallan estacionarios 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.

Para tomar muestras incrementales de un lote estático, por lo general se requiere el uso de instrumentos que puedan penetrar en el lote para extraer parte de los productos que lo integran. Estos instrumentos deben estar diseñados específicamente para el producto y tipo de recipiente.

El extractor de muestras 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.

En el caso de los lotes que se comercializan en envases individuales, la frecuencia del muestreo (FM), o 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:

$$FM = (PL \times MI) / (MA \times PI).$$

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**

Es más fácil preparar muestras agregadas representativas seleccionando muestras incrementales de una cadena de productos de cereales o a base de cereales en circulación, conforme el lote pasa de un lugar a otro. Al extraer muestras de una cadena de productos en circulación, tómanse 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 las muestras de laboratorio necesarias, mézclese y subdivídase la muestra agregada para obtener la muestra o muestras de laboratorio del tamaño deseado.

Existe un equipo comercial para la toma automática de muestras, como colector de muestras transversales dotado de cronómetro que hace pasar automáticamente un vaso receptor a lo largo de la cadena de productos en circulación a intervalos predeterminados y uniformes. Si no se dispone del 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. Ya sea que se utilicen métodos automáticos o manuales, las muestras incrementales se deben tomar y componer a intervalos frecuentes y uniformes a lo largo de todo el tiempo durante el cual la cadena de productos en circulación pasa por el punto de muestreo.

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.

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, 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/seg).

Si se conoce la velocidad de circulación de la cadena de productos, VC (kg/seg), entonces la frecuencia del muestreo (FM), o 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**

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.

### **Sellado y etiquetado de las muestras**

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 permita identificar los lotes en forma inconfundible, 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**

### **Precauciones**

Durante la preparación de las muestras se hará todo lo posible por no exponerlas a la luz del sol, ya que algunas micotoxinas pueden 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 deoxinivalenol.

### **Homogeneización, molienda**

Como la distribución del deoxinivalenol 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.

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 molida la muestra es necesario limpiar el molino para prevenir la contaminación cruzada.

### **Porción analítica**

El peso recomendado de la porción analítica tomada de la muestra de laboratorio triturada debe ser de aproximadamente 25 g.

Los procedimientos para la selección de la porción analítica de 25 g de la muestra de laboratorio triturada deben constituir un proceso aleatorio. Si durante la trituración o después de esta se mezcla el producto, la porción analítica de 25 g se puede seleccionar de cualquier lugar de la muestra de laboratorio triturada. En caso contrario, la porción analítica de 25 g deberá ser la acumulación de varias porciones pequeñas seleccionadas de toda la muestra de laboratorio.

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.