



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



WORLD HEALTH ORGANIZATION
ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTÉ
Genève, Palais des Nations. Câbles: UNISANTÉ, Genève. Tél. 33 10 00

ALINORM 66/23
(Codex/ANALYS/66-14)
Octubre 1966

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS
COMISION DEL CODEX ALIMENTARIUS

COMITE DEL CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS
INFORME DEL SEGUNDO PERIODO DE SESIONES - BERLIN, 20-23 SEPTIEMBRE 1966

1. El Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras celebró su segundo período de sesiones del 20 al 23 de septiembre de 1966, en Berlín, bajo la presidencia del Profesor Dr. R. Franck. A esta reunión asistieron 30 delegados y observadores representantes de 18 países y 4 organizaciones internacionales. Los Sres. Gosselé y Mollenhauer fueron elegidos relatores. Se aprobó el programa provisional con la modificación de que los puntos 5: Principios generales de la toma de muestras en el campo alimentario, y 14: Métodos para el análisis y la toma de muestras de frutas y hortalizas elaboradas se discutirían reunidos. La lista de participantes figura en el Apéndice 1 y la de documentos de que dispuso el Comité en el Apéndice 2 de este Informe.
2. Después de una amplia deliberación acerca del problema de la propiedad literaria y de la reproducción de los métodos de análisis existentes, el Comité opinó que los métodos de las organizaciones internacionales solamente podrían considerarse en el capítulo "Métodos de Análisis" del Codex Alimentarius en el caso de una renuncia a los derechos de propiedad literaria. El Comité acordó pedir a la Comisión que estudie esta cuestión.
3. El Comité se mostró del parecer unánime de que el "Esquema tipo de método normalizado de análisis químico" publicado en la página 10 de la Recomendación de la ISO R 78 "Orientaciones acerca del formulario para las normas relativas a los productos químicos y los métodos de análisis químico", primera edición, diciembre 1958, debiera servir de base para el formulario referente a los métodos de análisis. Con objeto de satisfacer los requisitos de los métodos de análisis de alimentos, el esquema debiera denominarse "Esquema tipo de método normalizado de análisis de alimentos" y se le debiera modificar levemente dándole la redacción con que aparece en el Apéndice 3 a este Informe. El Comité recomendó que este formulario lo utilicen siempre que sea posible todos los Comités al presentar sus métodos de análisis. Se convino en que este esquema modificado se someta a la consideración de los gobiernos de los Estados Miembros en el Trámite 3 del Procedimiento para la Elaboración de Normas.

4. El Comité tomó nota con interés del documento titulado "Exposición general acerca de la toma de muestras en el campo de los alimentos" de la Secretaría ISO TC/34 (ALINORM 65/25(1), octubre 1965), y espera que este Comité Técnico de la ISO haga una edición revisada de tal documento. El Comité consideró si podría hallarse un nombre más apropiado para este documento, nombre que expresase la idea de que en el documento se tratan los principios estadísticos de la toma de muestras de cantidades comerciales, esto es, la elección numérica de muestras. También examinó el Comité el documento SP 10/70-SP, julio 1966, "Planes de toma de muestras propuestos para las frutas y las hortalizas elaboradas, excluidos los alimentos congelados" preparado por Estados Unidos, haciéndose comentarios análogos a los anteriores acerca de la propiedad del título de este documento. El Comité opinó que, en lo que respecta a la toma de muestras, debieran conocerse los diversos aspectos de ella e incluso la toma de muestras para el control comercial de la calidad y para el control con vistas a la protección del consumidor. Se acordó someter el documento estadounidense que contiene estos planes a la consideración de los gobiernos de los Estados Miembros en el Trámite 3 del Procedimiento para la Elaboración de Normas. Los comentarios deberán referirse únicamente a la parte del documento titulada "Aplicación", de las págs. 5 a 10 (del texto inglés). El documento se distribuirá juntamente con este Informe. (Los Gobiernos de los Estados Miembros deberán tomar nota de que este mismo documento se ha distribuido también en relación con el tercer período de sesiones del Comité del Codex sobre Frutos y Hortalizas Elaborados). El Comité recomendó que se modifique el título de la página 7 (texto inglés) para que en vez de "Aplicación" diga "Método".

5. La delegación de la República Federal de Alemania se mostró de acuerdo en preparar para el próximo período de sesiones del Comité anteproyectos de directrices sobre procedimientos de toma, conservación, transporte y almacenamiento de muestras ajustadas a las directrices contenidas en el Código de Principios referentes a la Leche y los Productos Lácteos y Normas Derivadas, quinta edición (1966), "Métodos normalizados para la toma de muestras de leche y de productos lácteos", Norma N° B.1 (1962).

6. De acuerdo con la distribución del trabajo durante el primer período de sesiones del Comité, la delegación suiza sugirió el empleo de los métodos de la Office International du Cacao et Chocolat (OICC) como norma para el análisis del cacao y los productos de chocolate. El Comité consideró necesario comparar estos métodos con los de la AOAC, NMKL e ISO para estos productos y, por ello, pidió a la delegación de Suiza que prepare, para el próximo período de sesiones del Comité, un resumen comparativo de los métodos de análisis en amplia escala. Se pidió a la delegación suiza que envíe este resumen a la Secretaría en Roma, con una copia para el Presidente del Comité, antes del 31 de enero de 1967. El resumen lo remitirá la Secretaría de Roma a los Puntos de Contacto del Codex y a los participantes de esta reunión para que lo examinen y comenten, fijando una fecha límite para las respuestas en el momento del envío. Se ruega a los gobiernos que o bien comenten el método de la OICC sólo o que hagan sus comentarios basándose en el resumen si estiman que otras cuestiones distintas de las que figuran en los métodos de la OICC deben figurar también en los métodos normalizados de análisis del cacao y los productos de chocolate. Los Gobiernos que no dispongan de los métodos de la OICC y los necesiten para preparar sus comentarios, deberán solicitar estos métodos directamente al Dr. O. Schetty, Office International du Cacao et du Chocolat, 2003 Neuchâtel, Suiza.

7. En lo que concierne a los zumos de frutas el Comité aceptó una propuesta de la delegación de la República Federal de Alemania en el sentido de que se prepare un resumen comparativo de los métodos de análisis de la Unión Internacional de Zumos de Frutas y de la Oficina Internacional del Vino (OIV). También estimó que en este resumen debieran figurar los métodos de análisis de la AOAC, ISO y NMKL y que el resumen se debiera someter a la consideración de todos los que se interesen por estas cuestiones. La Secretaría de Alemania enviará el resumen antes del 31 de enero de 1967 a la Secretaría de Roma la cual, a su vez, lo distribuirá a todos los Puntos de Contacto del Codex y a los participantes en el período de sesiones para que lo examinen y comenten. Los comentarios versarán o bien sobre los métodos de análisis de la Unión Internacional de Zumos de Frutas sólo o bien se referirán al resumen.

8. El Comité examinó el documento Codex/ANALYS/66-12 relativo a los métodos de análisis de la miel compilado por el Reino Unido. Los métodos modificados de análisis se unen a este informe del que constituyen su Apéndice 4 y se incorporarán en el anteproyecto provisional de norma para la miel que ha de examinarse en el cuarto período de sesiones de la Comisión del Codex Alimentarius, la cual decidirá en qué trámite del Procedimiento para la Elaboración de Normas habrán de someterse a la consideración de los interesados la norma y los métodos de análisis.
9. El Comité agradeció a la delegación de los Países Bajos su informe referente a las sustancias de conservación. En vista de los muchos métodos que figuran en él, se consideró conveniente la preparación de un resumen tabular en el que se indique, en la medida de lo posible, qué métodos son aplicables a cada clase de alimentos. Se pidió a la delegación de los Países Bajos que facilite este resumen a la Secretaría del Comité con una copia para la Secretaría de Roma antes del 31 de enero de 1967. El Comité consideró también necesario poner esta información a disposición de los otros comités del Codex, a fin de que éstos puedan elegir un método apropiado para determinar las sustancias de conservación en los productos en que ellos se ocupan. A este propósito, la Secretaría de Roma deberá facilitar a los Comités de Productos del Codex una copia del resumen de los Países Bajos e informar acerca de los métodos de análisis de las sustancias de conservación que interesan a estos Comités.
10. El Comité expresó su gratitud a la delegación de los Países Bajos por su informe sobre los antioxidantes. En vista de que esta cuestión no es tan amplia como la del análisis de las sustancias de conservación, el Comité pidió a la delegación de los Países Bajos que proponga métodos apropiados para los alimentos ricos en grasas y pobres en grasas y que facilite estos métodos al Comité a fin de que puedan discutirse en la próxima reunión, rogándole manifieste también cuáles de tales métodos se consideran especialmente apropiados. La delegación de los Países Bajos convino en proporcionar esta información a la Secretaría del Comité y en enviar copia de la misma a la Secretaría de Roma antes del 31 de enero de 1967. Esta información se facilitará igualmente al Comité sobre Grasas y Aceites.
11. El Comité tomó nota de que el Comité del Codex sobre Azúcares ha examinado la cuestión de los métodos de análisis del azúcar y que estos métodos son actualmente objeto de discusión con la ICUMSA. La delegación del Reino Unido espera poder presentar estos métodos al Comité con tiempo suficiente antes del próximo período de sesiones.
12. El Comité manifestó su agradecimiento a la delegación del Reino Unido por la propuesta de ésta relativa al examen de la pureza de las materias colorantes. El representante de la Secretaría de Roma manifestó que existen ya métodos de análisis referentes a la pureza de los colores alimentarios en el marco FAO/OMS; por ello, no parece necesario que este Comité se ocupe en estos métodos. El Comité pidió a la delegación del Reino Unido que proponga métodos para el reconocimiento y la determinación de materias colorantes en los alimentos, teniendo en cuenta los métodos existentes.
13. El Comité sobre Grasas y Aceites elabora actualmente métodos para el análisis de la margarina. La delegación del Reino Unido presentará una propuesta en el próximo período de sesiones.
14. El Comité examinó los Métodos normalizados para la toma de muestras y análisis de productos lácteos contenidos en el Código de Principios referentes a la Leche y los Productos Lácteos a que antes se ha hecho mención. El Comité se mostró conforme con examinar estos métodos de análisis el año próximo y hacer, en caso necesario, sugerencias para la posible incorporación de ellos en la próxima edición revisada de este Código.
15. En relación con un informe verbal sobre la normalización del aceite de oliva efectuado conjuntamente por el Consejo Internacional del Aceite de Oliva y el Comité del Codex sobre Grasas y Aceites, se tomó nota de que los métodos de análisis referentes a este producto se presentarán en su día al Comité.

16. Después de una discusión de los documentos concernientes a papaina, diastasa, alfa-amilasa y cuajo, se convino en que el Comité tratará de las tres primeras de estas sustancias el próximo año, mientras que se aplazará la labor referente al cuajo y se harán encuestas acerca del estado de las actividades sobre esta cuestión en la Federación Lechera Internacional. La delegación de Estados Unidos accedió a cooperar con la de la República Federal de Alemania en la facilitación de información relativa a los métodos de análisis de las enzimas.
17. El Comité examinó tanto el Índice de la parte general del capítulo "Métodos de Análisis" del Codex como el "Programa de trabajo para la unificación de los métodos que se han de aplicar en el análisis sensorial (organoléptico)", preparado por la delegación de Polonia. Se pidió a los componentes del Comité a quienes se distribuyó el documento polaco que examinen estos dos aspectos del documento y envíen los comentarios pertinentes al Punto de Contacto del Codex del Comité del Codex de Polonia antes del 31 de enero de 1967. La delegación de Polonia convino en preparar un resumen de los comentarios para someterlo a la consideración del Comité en su próxima reunión.
18. El Comité examinó la lista de organizaciones y la bibliografía preparadas por la Secretaría del Comité. Se rogó a los componentes del Comité que envíen a la Secretaría del Comité, antes del 31 de octubre de 1966, toda corrección o modificación que pudieran hacer. El Comité recomendó que, habida cuenta de la valiosa información contenida en este documento y de la utilidad de la misma para la elaboración de métodos de análisis, la Secretaría de Roma envíe la versión corregida del documento a los Gobiernos para que éstos la utilicen inmediatamente. El Comité acordó recomendar a la Comisión que este documento, en vista de lo completo que es, no siga la tramitación normal de elaboración de las normas. Se tiene el propósito de actualizar este documento todos los años mediante un suplemento.
19. El Comité dio las gracias al Nordisk Metodik-Komite for Levnedsmidler por su lista de métodos y su ofrecimiento de proporcionar copias de estos métodos a todos los delegados.
20. Se confirmó la decisión del Comité, tomada en su primer período de sesiones, de que los métodos de análisis figuren en un capítulo separado del Codex Alimentarius.
21. El Comité acordó recomendar a la Comisión del Codex Alimentarius las siguientes funciones para sus actividades relacionadas con la toma de muestras y análisis encaminados a la determinación de la composición de los alimentos:
- a) especificar métodos normalizados que sean de aplicación general a diversos alimentos,
 - b) considerar, modificar, si es necesario, y ratificar ante-proyectos de métodos preparados o propuestos por Comités de Productos del Codex en la redacción de proyectos de normas de productos, o
 - c) elaborar, en colaboración con otros comités, dichos métodos para que este Comité los ratifique posteriormente,
 - d) modificar, si ello es necesario, tales métodos, y
 - e) examinar los problemas concretos de toma de muestras y análisis asignados al Comité por la Comisión.
22. La delegación de Polonia informó al Comité de que su país facilitará la Secretaría para el Subcomité 3: Frutas, Hortalizas y productos derivados de ellas, del Comité Técnico 34 de la ISO: Productos Alimenticios Agrícolas (ISO/TC 34/SC 3). La delegación polaca subrayó que este Subcomité facilitará al Comité toda información inédita de que disponga acerca de los métodos de análisis de frutas y hortalizas.
23. El Presidente propuso como fecha y lugar para el próximo período de sesiones del Comité los días 11 a 15 de septiembre de 1967 y la ciudad de Berlín.

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS
COMISION DEL CODEX ALIMENTARIUS

COMITE DEL CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS
Segundo periodo de sesiones - Berlin, 20-23 septiembre 1966

LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES

AUSTRIA
AUTRICHE

Dr. T. Jachimowics
Director, Federal Institute for Agriculture
Grinsiger Allee 74
1196 Vienna

AUSTRALIA
AUSTRALIE

R.C. Stanhope
Food Technologist and Senior Chemist
Victorian Department of Health
Melbourne
Victoria

BELGIUM
BELGIQUE
BELGICA

J. Gosselé
Ing. Chim. Inspecteur de Laboratoire
Institut D'Hygiène
14, rue Jul. Wytzman
Bruxelles 5

CANADA

Ch. V. Marshall
Head, Analytical Control Lab.,
Department of Agriculture
Ottawa

DENMARK, FINLAND, NORWAY, SWEDEN
DANEMARK, FINLANDE, NORVEGE, SUEDE
DINAMARCA, FINLANDIA, NORUEGA, SUECIA

Dr. J. Bielefeldt
Scandinavian Committee on Food Analysis
Roskildevej 65
Albertalund
Denmark

F.R. of GERMANY
R.F. d'ALLEMAGNE
R.F. de ALEMANIA

Prof. Dr. R. Franck*
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

N.P. Mellenhauer
Federal Ministry of Health
Deutschherrenstrasse 87
532 Bad Godesborg

* Chairman of the Committee
Président du Comité
Presidente del Comité

Dr. F. Krusen
Federal Ministry of Food, Agriculture and Forestry
53 Bonn

Dr. M. Depmer
Director
Staatlichen Chemischen Unfersuchungsantes Wiesbaden
Hasengartenstr. 24
62 Wiesbaden

Dr. P. Vogel
Bund für Lebensmitteirecht
Flandrische Str. 16
419 Kleve

FRANCE
FRANCIA

B. Saulnier
Vice Président de la Commission générale
d'Unification des Méthodes d'Analyse au
Ministère de l'Agriculture
42 bis rue de Bourgogne
Paris 7ème, 75

IRELAND
IRLANDE
IRLANDA

Dr. P.P. Donovan
Public Analyst, Department of Health, Dublin
Public Analysts Laboratory, Regional Hospital
Galway

POLAND
POLOGNE
POLONIA

Dr. Kasmierosak
Chief of Laboratory
Ministry of Foreign Trade
Reymontstreet 11/13
Pesnan

Dipl. Ing. Zabokliski
Chief
Ministry of Foreign Trade
Quality Inspection Office
Stepinaka 9
Warsaw

SWITZERLAND
SUISSE
SUIZA

Prof. Dr. O. Regl
Président du Comité National Suisse
du Codex Alimentarius
Taubenstrasse 18
Berne

Dr. G. Frey
Chef du Laboratoire de Contrôle
AFICO
1814 La Tour de Peils

Dr. O. Schetty
Office International du Cacao et du Chocolat
Suchard, 2003 Beuchâtel

NETHERLANDS
PAYS-BAS
PAISES BAJOS

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

Dr. P.W.M. van der Weyden
's Jacobplein
Rotterdam

TUNISIA
TUNISIE
TUNEZ

K. Darghouth
Ingénieur
Chef du Service des Industries Alimentaires
Division I C 2
Ministère de l'Industrie et du Commerce
192 rue de la Kasbah
Tunis

UNITED KINGDOM
ROYAUME-UNI
REINO UNIDO

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

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

L.C. Gaskell
Senior Executive Officer
Ministry of Agriculture, Fisheries and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
London S.W.1

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

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

Dr. W. Horwitz
Staff Assistant
Bureau of Science,
Food and Drug Administration
Washington, D.C. 20204

YUGOSLAVIA
YUGOSLAVIE

Prof. Dr. B. Vajić
Institut pour la chimie alimentaire
Faculté de Pharmacologie et de Biochimie
Domagojeva 2
Zagreb 1

OBSERVERS
OBSERVATEURS
OBSERVADORES

MEC

Dr. H. Steiger
Chef de Division
12, Avenue de Brequeville
Brussels
Belgium

ISO

Dr. J.G. van Ginkel
Director
Government Dairy Station
Vreewijkstraat 12 B
Leiden
Netherlands

Dr. W. Pölerl
Administrator of the Section Agriculture
of the German Normalization Board
Burggrafenstr. 4-7
1 Berlin 30
F.R. of Germany

FAO

Dr. D.M. Smith
Jefe de la Sección de Aditivos Alimentarios,
Normas y Legislación
Subdirección de Ciencia y Tecnología de los Alimentos
Dirección de Nutrición
FAO
Roma

OMS

Dr. L.G. Ladomery
Especialista en Aditivos Alimentarios
OMS
Ginebra

Secretariat

Dr. W. Krönert
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

Fr. Dr. R. Neussel
Federal Ministry of Health
Deutschherrenstrasse 87
432 Bad Godesberg

Aparato

1. Baño de María - a $40^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$
2. Espectrofotómetro que permita leer a $660 \text{ m}\mu$

Procedimiento

1. Solución de miel: Poner 10,0 g de muestra en un vaso de precipitados de 50 ml y echar en éste 5,0 ml de solución de amortiguador de acetato, y 20 ml de agua para disolver la muestra. Disolver completamente la muestra agitando la solución fría. Echar 3,0 ml de cloruro de sodio en un matraz aforado de 50 ml y pasar a este matraz la muestra de miel disuelta. Completar hasta 50 ml.

N.B. Es fundamental que la miel esté amortiguada antes de ponerla en contacto con el cloruro de sodio.

2. Normalización de la solución de almidón:

Calentar la solución de almidón a 40°C y, mediante una pipeta, pasar 5 ml de esta solución a un volumen de 10 ml de agua a 40°C y mezclar bien. Con una pipeta llevar 1 ml de esta solución a 10 ml de solución de yodo diluida con 35 ml de agua. Mezclar bien y leer la coloración a $660 \text{ m}\mu$ contra un testigo de agua.

La densidad óptica deberá ser $0,760 \pm 0,020$

De ser necesario, ajustar el volumen de agua añadido para obtener la densidad óptica correcta.

3. Mediante una pipeta, llevar 10 ml de solución de miel a un matraz Erlenmeyer de 50 ml. Colocar este matraz y el que contiene la solución de almidón en un baño de María a 40°C para calentarlos. Transcurridos 15 minutos, echar con una pipeta 5 ml de la solución de almidón en la solución de miel, agitando enérgicamente, y poner en marcha al mismo tiempo un cronómetro de segundos. Sacar porciones de 1 ml a intervalos de 5 minutos y echarlas en 10 ml de solución de yodo diluida con el volumen normal de agua. Determinar inmediatamente la densidad óptica y seguir tomando porciones hasta que la densidad óptica sea menor de 0,235.

4. Cálculo: Representar gráficamente la densidad óptica en función del tiempo en papel cuadriculado. Trazar una recta por al menos los tres últimos puntos de la gráfica para determinar el tiempo en que la mezcla de reacción alcanza una densidad óptica de 0,235.

Dividir 300 por este tiempo expresado en minutos para obtener el índice de diastasa. Este número expresa la actividad diastática en mililitros de almidón al 1 por ciento hidrolizado por la enzima en 1 g de miel en una hora a 40°C .

Recomendación: Introducir el método para la invertasa y utilizar la relación diastasa/invertasa como medida del estado de la miel (véase Kiermier, F., y Köberlein W. (1954): Z. Unters, Lebensmitt. 98,329).

Comentarios acerca del método para la determinación de la diastasa, véase Apéndice B

h) Contenido de aldehído hidroximetilfurfurílico:

Se utiliza el método de O. Winkler (1955)

Toma de muestras

Igual que en g) anteriormente.

Reactivos

1. Solución de ácido barbitúrico: Secar ácido barbitúrico a 105°C y tomar una porción de 500 mg y pasarla a un matraz graduado de 100 ml empleando 70 ml de agua. Colocar el matraz en baño de María caliente hasta disolución, enfriar y completar hasta volumen.
2. Solución de p-toluidina: Tomar una porción de 10,0 g de p-toluidina de calidad para análisis y disolverla en unos 50 ml de isopropanol calentando suavemente en baño de agua. Pasar a un matraz graduado de 100 ml con isopropanol y echar en él 10 ml de ácido acético glacial. Enfriar y completar hasta volumen con isopropanol. Mantener la solución en la oscuridad. La solución se oscurece gradualmente y con el tiempo hay que renovarla.

Aparatos

1. Espectrofotómetro que permita leer a 550 m μ
2. Tubos de ensayo.

Procedimiento

Tomar una porción de 10 g de muestra de miel y disolverla en 20 ml de agua destilada sin calentar. Pasar esta solución a un matraz graduado de 50 ml y completar hasta volumen.

Con una pipeta, llevar 2,0 ml de la solución de miel a cada uno de dos tubos de ensayo y echar en cada uno de los mismos 5,0 ml de solución de p-toluidina. En uno de los tubos de ensayo echar, mediante una pipeta, 1 ml de agua y en el otro, 1 ml de solución de ácido barbitúrico. Agitar ambas mezclas, de las cuales la que contiene el agua sirve de testigo. La adición de los reactivos deberá hacerse ininterrumpidamente y terminarse en 1 ó 2 minutos.

Dejar transcurrir 3 minutos después de la adición del ácido barbitúrico y leer la extinción de la muestra contra el testigo a 550 m μ empleando una célula de 1 cm.

Cálculo

El método se puede comparar utilizando una solución patrón de aldehído hidroximetilfurfurílico normalizada disolviendo hidroximetilfurfural (HMF) comercial o preparado en el laboratorio y ensayando espectrofotométricamente cuando $E = 16,830$ (J.H. Turner 1954) a 284 m μ , empleando patrones de 0-300 μ g.

He aquí una ecuación mediante la cual se pueden calcular aproximadamente los resultados

$$\text{mg/100 g de HMF} = \frac{\text{Extinción}}{\text{Espesor de la capa}} \times 19,2$$

- i) Prueba de la fermentación (no se ha redactado)
- j) Miel sucia: método de la AOAC 36.068 (10ª edición) (es necesaria una tolerancia)
- k) Identificación del polen: Esta prueba es necesaria para determinar el origen de la miel (está por hacer).

Apéndice A

Indice de refracción (20°C)	Humedad (%)	Indice de refracción (20°C)	Humedad (%)	Indice de refracción (20°C)	Humedad (%)
1,5044	13,0	1,4961	16,2	1,4880	19,4
1,5038	13,2	1,4956	16,4	1,4875	19,6
1,5033	13,4	1,4951	16,6	1,4870	19,8
1,5028	13,6	1,4946	16,8	1,4865	20,0
1,5023	13,8	1,4940	17,0	1,4860	20,2
1,5018	14,0	1,4935	17,2	1,4855	20,4
1,5012	14,2	1,4930	17,4	1,4850	20,6
1,5007	14,4	1,4925	17,6	1,4845	20,8
1,5002	14,6	1,4920	17,8	1,4840	21,0
1,4997	14,8	1,4915	18,0	1,4835	21,2
1,4992	15,0	1,4910	18,2	1,4830	21,4
1,4987	15,2	1,4905	18,4	1,4825	21,6
1,4982	15,4	1,4900	18,6	1,4820	21,8
1,4976	15,6	1,4895	18,8	1,4815	22,0
1,4971	15,8	1,4890	19,0		
1,4966	16,0	1,4885	19,2		

Wedmore E.B. Bee World 36.197 (1955)

Correcciones de temperatura

Indice de refracción:

Temperaturas superiores a 20°C - Añadir 0,00023 por °C

Temperaturas inferiores a 20°C - Restar 0,00023 por °C

Apéndice B (no forma parte de la norma)

Comentarios acerca del método para la determinación de la diastasa

Por diastasa se entiende en este caso la α -amilasa. Todos los métodos establecidos para la determinación de la α -amilasa se basan en el mismo principio. La miel se deja actuar bajo ciertas condiciones experimentales sobre una cantidad determinada de solución de almidón. La descomposición del almidón va seguida de una disminución gradual de la coloración azul de la reacción entre el almidón y el yodo.

El primer procedimiento cuantitativo para la determinación de la diastasa fue el de Gothe (1914). Se trataba de un método visual que de entonces acá ha sido mejorado por Kiermier y Köberlein (1954).

Todos los métodos colorimétricos instrumentales introducidos en años posteriores han intentado relacionar sus resultados con los obtenidos por el método de Gothe, con fines comparativos. Esto se ha traducido en la modificación de Schade, Marsh y Eckert (1958) del método colorimétrico de Schwimmers.

Cuando White y Pairent (1959) ensayaron el método de Schades, hallaron una mala concordancia con las cifras obtenidas por el método de Gothe, si bien consideraron que el método se presta muy bien para las operaciones corrientes. White ajustó el procedimiento para poder comparar los resultados con los del método antiguo y, al mismo tiempo, mejoró el método gráfico de obtención del resultado, haciéndole utilizable con cualquier tipo de espectrofotómetro.

Hadorn (1961) ha sugerido que la modificación de White era innecesaria y que la discordancia de los resultados debía atribuirse al tipo de almidón empleado. Este autor modificó la longitud de onda a que se hacían las lecturas e introdujo una pausa de una hora antes de la lectura de los índices de absorbancia. Además, volvió al método de Schade para determinar el resultado.

Nuestros propios ensayos han confirmado que Hadorn tenía razón acerca de los efectos de las diferentes calidades de almidón sobre los resultados, por lo que hemos decidido adoptar su índice de azul propuesto. Por el contrario, no estamos seguros del valor de otras de sus sugerencias, especialmente de la de dejar transcurrir una hora antes de efectuar las lecturas, pues esto origina una situación imposible en el caso de diversas mieles de índices de diastasa desconocidos. El procedimiento de White tiene el mérito de representar gráficamente los resultados a medida que avanza el experimento.

White (1964) ensayó el método de Hadorn y refirió que este método dio resultados bajos.

Consideramos que el procedimiento sugerido probablemente no dará resultados muy concordes con los que se obtienen por el método de Gothe. Por otra parte, creemos que el método dará los mismos resultados en una determinada miel cuando ésta la analicen diversos colaboradores, y poseemos pruebas en apoyo de este parecer.

BIBLIOGRAFIA

- Lane, J.H. Eynon L. (1923): J. Soc. Chem. Ind. 42. 32T, 143T, 463T
- Walker, H.S. (1917): J. Ind. Eng. Chem. 2. 490
- Schade, J.E., Marsh, G.L., Eckert J.E. (1958): Food Research 23. 446
- White, J.W., Pairent, F.W. (1959): J.A.O.A.C. 42.344
- Hadorn, H. (1961): Mitt. Gebiete Lebensm u. Hyg. 52.67
- Winkler, O. (1955): Z. Lebensm. Untersuch u. Forsch 102.161
- Turner, J.H., Rebers, P.A., Barrick P.L., Cotton, R.H. (1954): Anal. Chem. 26.898
- Gothe, F. (1914): Z. Unters. Lebensmitt 28. 286
- Kiermier, F., Köberlein W.(1954): Z. Unters. Lebensmitt 98. 329
- White, J.W., Kushnir, I., Subers, M.H. (1964) Food Technol. 18. 558

Lista de los documentos presentados al segundo período
de sesiones del Comité del Codex sobre Métodos de
Análisis y Toma de Muestras

- Codex/ANALYS/66-4 Bibliografía: Lista de algunas colecciones existentes de métodos analíticos y de organizaciones que se ocupan en métodos de análisis, preparada por la Secretaría de Alemania
- Codex/ANALYS/66-5 Nota de la Delegación de Polonia: Índice de la parte general del capítulo "Métodos de análisis" del Codex Alimentarius y "Programa de trabajo para la unificación de los métodos que se han de aplicar en el análisis sensorial (organoléptico)"
- Codex/ANALYS/66-7 Nota preparada por la Delegación de Alemania acerca de los métodos de análisis de zumos de frutas
- Nota preparada por la delegación de Alemania acerca de métodos de análisis de preparaciones enzimáticas:
- Codex/ANALYS/66-8,1 Parte 1: Papafina
Codex/ANALYS/66-8,2 Parte 2: Determinación de la actividad diastática
Codex/ANALYS/66-8,3 Parte 3: Determinación de la actividad de la alfa-amilasa y del cuajo
- Codex/ANALYS/66-9 Nota preparada por la delegación de los Países Bajos: Estudio y métodos propuestos para la identificación y la determinación de las sustancias de conservación en los alimentos
- Parte I : Bióxido de azufre
Parte II : Acido sórbico
Parte III : Nitratos y nitritos
Parte IV : Acido benzóico
- Codex/ANALYS/66-10 Nota preparada por la delegación de los Países Bajos. Antioxidantes
- Codex/ANALYS/66-11 Métodos de análisis de las materias colorantes. Documentación presentada por la delegación del Reino Unido
- Codex/ANALYS/66-12 Anteproyecto conjunto FAO/OMS de norma provisional para la miel. Miel - Métodos de análisis. Nota de la delegación del Reino Unido.
- Codex/ANALYS/66-13 Lista de métodos de análisis publicados por el Nordisk Metodik-Komite for Levnedsmidler
- ALINORM 65/25(1) Exposición general acerca de la toma de muestras en el campo de los alimentos preparada por la Secretaría del ISO/TC 34, octubre 1965
- SP 10/70-SP Planes propuestos para la toma de muestras de las frutas y las hortalizas elaboradas, incluidos los alimentos congelados. País autor: Estados Unidos
Julio 1966

SP 10/110

Código de Principios referentes a la Leche y los Productos Lácteos y Normas Derivadas, Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias (Quinta Edición, enero 1966)

Recomendación ISO R.78

Orientaciones acerca del formulario para las normas relativas a los productos químicos y los métodos de análisis químico, primera edición, diciembre 1958

SP 10/101-U.R.S.S.

Indice de libros de la U.R.S.S. - Normas estatales:

- a) Pescado en conserva y conservado - 1963
- b) Productos lácteos y leche y productos lácteos en conserva - 1962
- c) Carne y carne en conserva - 1963

Esquema tipo de método normalizado de análisis de alimentos

1. Título
2. Alcance
3. Definición
4. Fundamento del método, reacciones
5. Reactivos
6. Aparatos
7. Muestra o toma de muestras
 - 7.1 Plan de toma de muestras
 - 7.2 Procedimiento para la toma de muestras
8. Procedimiento
 - 8.1 Preparación de la muestra de ensayo
 - 8.2 Ensayo en blanco
 - 8.3 Determinaciones
9. Expresión de los resultados
 - 9.1 Método de cálculo y fórmulas
 - 9.2 Exactitud de la determinación
 - 9.2.1 Repetibilidad
 - 9.2.2 Reproducibilidad
10. Casos especiales
11. Notas sobre el procedimiento
12. Informe del ensayo
13. Representación esquemática del procedimiento

Anteproyecto Provisional Conjunto FAO/OMS de Norma para la Miel

Miel - Métodos de análisis

a) Sustancias reductoras calculadas en contenido de azúcar invertido

Se utiliza una modificación del método de Lane y Eynon (1923).

Toma de muestras

Antes de la toma de muestras, la miel deberá fundirse sobre agua caliente (60°C) en un recipiente cerrado durante no más de 30 minutos, o se la deberá fundir sobre agua templada (40°C) en un recipiente cerrado (no se especifica tiempo límite). Después de fundirla y enfriarla, la miel deberá mezclarse y agitarse bien para lograr que toda porción condensada en otras partes del recipiente pase a formar parte de la mezcla.

De la miel homogénea, tomar una muestra de un gramo, aproximadamente, y disolverla en agua destilada. Completar después el volumen de la muestra hasta 200 ml con agua destilada en un matraz graduado.

Reactivos

1. Modificación de Soxhlet de la solución de Fehling

A. 69,28 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ por litro

B. 346 g de tartrato de potasio y sodio }
100 g de hidróxido de sodio } por litro

Mezclar volúmenes iguales de las dos soluciones inmediatamente antes de usarlas.

2. Solución patrón de azúcar invertido al 1 por ciento

3. Solución de azul de metileno al 1 por ciento

Procedimiento

Normalizar la solución de Fehling A para que 5 ml, exactamente, mezclados con unos 5 ml de la solución B reaccionen totalmente con 50 mg de azúcar invertido en un volumen de 20 ml.

Diluir la solución de miel hasta cincuenta o cien veces su volumen y titular de nuevo con la solución mixta de Fehling utilizando el siguiente método.

Echar unos 10 ml de solución diluida de miel y 5 ml de agua destilada en 10 ml de solución mixta de Fehling en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Hacer hervir la mezcla y mantenerla en ebullición 2 minutos, y echar después en ella unas gotas de solución de azul de metileno. La titulación se completa en el minuto siguiente hasta que el color del azul de metileno desaparece totalmente. Siguen otras y más exactas titulaciones en las que la diferencia entre el volumen de titulación y 20 ml se añade al comienzo como agua destilada y toda la solución de miel, excepto 1 ml, se agrega al mismo tiempo.

El resultado se expresa en gramos de azúcar invertido por 100 g de miel.

b) Contenido aparente de sacarosa

Toma de muestras

Se utiliza el mismo procedimiento que se ha descrito en a)

Reactivos

1. Lo mismo que en a)
2. Acido clorhídrico 6,34 N
3. Hidróxido de sodio 5 N

Procedimiento

Se utiliza el método de inversión de Walker (1917)

Echar 50 ml de la solución de miel en un matraz graduado de 100 ml juntamente con 25 ml de agua destilada. Calentar la solución en baño de María hasta 65°C. Sacar el matraz del baño de María y echar en aquél 10 ml de ácido clorhídrico 6,34 N. Dejar enfriar espontáneamente la solución durante 15 minutos o durante más tiempo si ello es necesario. Enfriarla de nuevo después y neutralizarla con hidróxido de sodio 5N empleando tornasol como indicador; enfriarla una vez nada más y completar su volumen.

Titular la solución con solución de Fehling como se ha descrito en a) y hallar el contenido de sacarosa en azúcar invertido restando el porcentaje de azúcar invertido existente antes de la inversión del porcentaje de azúcar invertido hallado después de la inversión. El porcentaje de sacarosa expresado en azúcar invertido multiplicado por 0,95 da la cifra del contenido verdadero de sacarosa. Un método cuantitativo para determinar el contenido real de sacarosa cuando el contenido aparente de esta sustancia es mayor de 5 por ciento debiera evaluarse preferentemente usando técnicas cromatográficas. Se recomienda que, cuando pueda emplearse tal método, el Comité de Coordinación para Europa estudie la posibilidad de variar el encabezamiento en la norma para la miel.

c) Humedad

Toma de muestras

Preparar la muestra como en a) y utilizarla sin diluirla.

Procedimiento

El índice de refracción debe determinarse a 20°C mediante un refractómetro, y la lectura se debe convertir en tanto por ciento de humedad utilizando para ello la tabla de Wedmore (1955). Véase Apéndice A.

d) Contenido de sólidos insolubles en agua

Toma de muestras

Preparar la muestra como en a) y utilizarla sin diluirla.

Procedimiento

Tomar una cantidad apropiada de miel del orden de los 20 g cuyo peso sea exacto hasta la cifra de los centigramos. Disolverla en agua destilada a 80°C, mezclar bien y filtrar la solución a través de un crisol de vidrio sinterizado fino previamente seco y tarado (el grado de finura se precisará posteriormente). Lavar a fondo con agua caliente (80°C) hasta eliminar los azúcares (ensayo de Mohr). Secar el crisol durante una hora a 135°C, enfriarlo y pesarlo con una aproximación de 0,1 mg. Expresar el resultado en gramos de sólidos por 100 g de miel.

e) Contenido de cenizas

Toma de muestras

Preparar la muestra como en a) y utilizarla sin diluirla.

Procedimiento

Tomar 5-10 g de miel y colocarlos en una cápsula de platino o sílice calcinada y previamente pesada. Colocar la cápsula en un horno de mufla y calentar suavemente hasta que la muestra se ennegrezca y seque y no haya peligro de pérdidas por formación de espuma. Calentar en el horno de mufla a 600°C hasta peso constante. Enfriar y pesar. Expresar el resultado en tanto por ciento de cenizas.

f) Acidez

Toma de muestras (procedimiento de la AOAC)

Preparar la muestra como en a), tomar 10,0 g de ella y disolverlos en 75 ml de agua destilada exenta de CO₂.

Procedimiento

Titular la muestra con hidróxido de sodio 0,1 N, libre de carbonatos, utilizando como indicador 4 ó 5 gotas de fenolftaleína neutralizada. La coloración del punto final debe persistir 10 segundos. Para las muestras de color oscuro se tomará menor cantidad de muestra. Otro modo de proceder consiste en utilizar un medidor del pH y titular la muestra hasta un pH de 8,3.

Expresar el resultado en miliequivalentes de hidróxido de sodio normal por 100 g de miel.

g) Indice de diastasa

Se utiliza el método de Schade y colaboradores (1958) modificado por White y colaboradores (1959) y Hadorn (1961).

Toma de muestras

La sustancia no deberá calentarse por ningún concepto, pero se la mezclará bien sacando de ella después la muestra necesaria para la determinación.

Reactivos

1. Solución madre de yodo: Disolver 8,8 g de yodo de calidad para análisis en 30 ó 40 ml de agua que contengan 22 g de yoduro de potasio de calidad para análisis y diluir con agua hasta 1 litro.
2. Solución de yodo 0,0007N: Disolver 20 g de yoduro de potasio de calidad para análisis en 30 ó 40 ml de agua en un matraz aforado de 500 ml. Agregar 5 ml de solución madre de yodo y completar hasta volumen. Preparar una nueva solución un día sí y otro no.
3. Amortiguador de acetato - pH 5,3 (1,59M): Disolver 87 g de acetato de sodio ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) en 400 ml de agua, agregar unos 10,5 ml de ácido acético glacial en un poco de agua y completar hasta 500 ml. Ajustar el pH a 5,3 con acetato de sodio o ácido acético, en caso necesario, empleando un medidor del pH.
4. Cloruro de sodio 0,5M: Disolver 14,5 g de cloruro de sodio de calidad para análisis en agua destilada hervida y completar hasta 500 ml. La duración está limitada por el desarrollo de mohos.
5. Solución de almidón: Emplear un almidón patrón (de una calidad equivalente al almidón Lintner de los Pfantiehl Laboratories, Inc. Washington Ill.) Cuando no se disponga de un almidón equivalente a éste, utilizar el método de determinación del índice de azul del almidón.

Tomar una porción de almidón cuyo peso equivalga a 2,0 g de almidón anhidro. Mezclar con 90 ml de agua en un Erlenmeyer de 250 ml. Hacer hervir rápidamente, agitando la solución todo lo posible, calentando sobre una malla de alambre, preferiblemente con el centro de asbesto. Hervir suavemente durante 3 minutos, tapar y dejar enfriar espontáneamente hasta la temperatura ambiente. Pasar el líquido a un matraz aforado de 100 ml, poner este matraz en un baño de agua a 40°C para que el líquido alcance esta temperatura y completar hasta volumen a 40°C.

Método para determinar el índice de azul del almidón

Disolver por el método anterior la cantidad de almidón equivalente a 1 g de almidón anhidro, enfriar esta solución y añadirle 2,5 ml de amortiguador de acetato antes de completar su volumen hasta 100 ml en un matraz aforado.

Echar en un matraz aforado de 100 ml, 75 ml de agua, 1 ml de ácido clorhídrico normal y 1,5 ml de solución de yodo 0,02N. Anadir después, 0,5 ml de la solución de almidón y completar hasta volumen con agua. Dejar reposar una hora en la oscuridad y leer después en un espectrofotómetro a 575 m μ utilizando un testigo que contenga todo lo anterior, excepto el almidón, empleando células de 2 cm.

Lectura en la escala de la densidad óptica = índice de azul