



PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Cuadragésima primera reunión
Budapest (Hungría), 11-15 de mayo de 2020

REVISIÓN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS EN CXS 234 CONJUNTO MANEJABLE PARA PRODUCTOS LÁCTEOS

(Preparada por el Grupo de trabajo por medios electrónicos presidido por los Estados Unidos y copresidido por Nueva Zelandia)

Los miembros del Codex y los observadores que deseen presentar comentarios sobre los métodos referidos en el Apéndice I, el Apéndice II y las cuestiones marcadas en los párrafos 22 y 23-28, deben hacerlo según se indica en la carta circular CL 2020/29-MAS disponible en la página web del Codex/Cartas circulares:

<http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/circular-letters/es/>

INTRODUCCIÓN

1. En su 38.^a reunión (CCMAS38), el CCMAS acordó continuar los esfuerzos realizados en materia de conjuntos manejables para la revisión y actualización de los Métodos recomendados de análisis y muestreo (CXS 234-1999) como se describe en CX/MAS 17/38/6. El Comité también acordó realizar una prueba piloto con respecto a este esfuerzo a través de la actualización de todos los métodos relacionados con la leche y los productos lácteos, con la ayuda de los organismos FIL, ISO y AOAC (REP 17/MAS, párrafos 58 y 59).
2. En la reunión CCMAS39, la FIL presentó al Grupo de trabajo presencial (GTP) sobre ratificación y al Comité el resultado de la revisión de la AOAC, FIL e ISO. La revisión identificó varios problemas potenciales con respecto a CXS 234, como los métodos enumerados incluso cuando no existía una disposición en la norma sobre productos, métodos que no se habían validado en la matriz enumerada, y numerosos errores e inconsistencias de formato (de tipo redacción).
3. El CCMAS observó que el GTP había comenzado la revisión del conjunto manejable del grupo de productos lácteos y en esta revisión se habían planteado varias preguntas sobre la aplicabilidad de algunos métodos, así como sobre algunas decisiones anteriores sobre ratificación y tipificación, entre otras cosas, pero no se llegó a ningún acuerdo. Se deberá considerar más en detalle estas preguntas, y también se necesita aclarar la terminología.
4. El CCMAS señaló además que el conjunto manejable para el grupo de productos lácteos requería una revisión adicional a fin de formular propuestas para su consideración por parte del GTP sobre la ratificación de los métodos y por parte del CCMAS40. Sin embargo, una proporción significativa de los métodos identificados en este conjunto no requirió más correcciones o aclaraciones, y la Secretaría del Codex pudo gestionar las correcciones de tipo redacción respecto de algunos otros métodos.
5. En la reunión CCMAS40, se discutió el informe del GTe sobre la revisión de los métodos para los productos lácteos, incluida la revisión de los métodos, y se revisaron las recomendaciones en el GTP sobre la ratificación de métodos. Con base en esas discusiones, el GTP, en su informe dirigido al Comité (CCCMAS40 CRD), hizo recomendaciones al Comité y destacó las áreas en las que no se pudo llegar a un consenso. El Comité discutió más a fondo el informe del GTP, llegó a un consenso sobre una serie de puntos e identificó la necesidad de una mayor elaboración sobre otros (REP 19/MAS, párrafos 16-22).

6. El CCMAS acordó volver a establecer un grupo de trabajo por medios electrónicos (GTe) presidido por los Estados Unidos y copresidido por Nueva Zelandia que trabajaría en inglés - para continuar con la revisión del conjunto manejable para los productos lácteos (REP MAS/19, párrafo 28).

PROCESO DEL GTE

7. El GTe se estableció y funcionó a través del foro en línea del Codex. A todos los participantes que han solicitado acceso se les otorgó acceso al Grupo de productos lácteos. Se adjunta la lista de participantes (Apéndice III). Hubo algunos problemas técnicos, pero todos los comentarios recibidos por correo electrónico fueron publicados por el presidente del GTe para permitir una total transparencia a los comentarios.
8. El GTe se estableció para revisar y elaborar los temas pendientes del CCMAS40, y para revisar la lista de métodos que aún no habían sido revisados. Debido al limitado número de métodos que no se habían revisado previamente, no hubo necesidad de distribuir las revisiones iniciales entre los participantes del GTe. Por lo tanto, las hojas de Revisión de métodos desarrolladas durante el GTe anterior se utilizaron para capturar una revisión inicial de los métodos y se compartieron con los participantes del GTe para su revisión y comentarios.
9. Las preguntas pendientes del CCMAS40, asociadas con métodos o pequeños grupos de métodos, se dividieron en grupos con una pregunta específica y se pidió a los participantes del GTe que comentaran o proporcionaran información adicional. Para cada uno de los grupos, se pidió a los participantes del GTe:
 - considerar si el producto denominado "Productos lácteos" debería permanecer en CXS 234 o podría eliminarse (Grupo 1);
 - recomendar nuevos métodos para estos productos y disposiciones o desarrollar criterios numéricos (Grupo 2);
 - recomendar la retención de ISO 5537|IDF 26 (Leche deshidratada - Determinación del contenido de humedad) en CXS 234 o recomendar un método alternativo (Grupo 3);
 - recomendar la revocación de AOAC 965.33 (Índice de peróxido de aceites y grasas) y/o ISO 3976|IDF 74 (Grasa de leche - Determinación del índice de peróxido) (Grupo 4);
 - recomendar cambios al listado o revocación de ISO 20128|IDF 192 (Productos lácteos - Enumeración del presunto *Lactobacillus acidophilus* en un medio selectivo - Técnica de recuento de colonias a 37 °C) (Grupo 5);
 - recomendar la retención o sustitución de ISO 17678|IDF 202 (Leche y productos lácteos - Determinación de la pureza de la grasa de la leche mediante el análisis cromatográfico de gases de triglicéridos) (Grupo 6).

ANTECEDENTES Y RECOMENDACIONES

10. **El Apéndice 1 recoge, cuando es necesario, los cambios planteados en el texto para cada GRUPO.**

GRUPO 1:

11. Con base en los comentarios generados en el GTe y en una revisión adicional, quedó claro que la información recabada en el grupo de productos denominados "productos lácteos" también se recoge en los listados de productos más específicos (por ejemplo, caseína comestible).
12. El GTe recomienda la eliminación del producto denominado "productos lácteos" de CXS 234, luego de que los miembros del CCMAS verifiquen que la eliminación no produzca la pérdida de la información aplicable.

GRUPO 2:

13. Los participantes del GTe proporcionaron los métodos recomendados y los criterios numéricos para el cobre y el hierro en los productos a base de grasa láctea (CXS 280-1973) y los productos de caseína comestible (CXS 290-1995). No se propusieron nuevos métodos o criterios numéricos para el plomo en la mantequilla, los productos de caseína comestible o los sueros en polvo. Hubo una propuesta para cambiar los nombres de los productos para que se ajusten a los nombres de la Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos (CXS 193-1995).
14. El GTe recomienda que se usen criterios numéricos para el hierro y el cobre, y que se ratifiquen los métodos específicos para el plomo en los sueros en polvo, productos de caseína comestibles. Los criterios numéricos propuestos, basados en los niveles máximos (NM) se enumeran en las Tablas G2.1 y G2.2 del Apéndice I.

GRUPO 3:

ISO 5537 | IDF 26 (Leche deshidratada - Determinación del contenido de humedad)

15. Los participantes del GTe no pudieron llegar a un consenso sobre el método ISO 5537|IDF 26 y no hubo nuevos métodos disponibles durante el GTe. Por lo tanto, el GTe no tiene recomendaciones sobre cambios en CXS 234 con respecto a ISO 5537|IDF 26.
16. El GTe llegó a un consenso sobre que la humedad en lugar del agua es una disposición más precisa, y recomendaría reemplazarla, si también se pudiera cambiar la norma sobre el producto o si se pudiera agregar una nota de pie de página para señalar la discrepancia.

GRUPO 4:

AOAC 965.33 Índice de peróxido de aceites y grasas

ISO 3976|IDF 74 (Grasa de leche - Determinación del índice de peróxido)

17. El GTe revisó la comparación de los métodos y la recomendación de la organización de desarrollo de normas (AOAC International), así como el Documento de información: Orientación sobre el proceso de presentación, consideración y ratificación de métodos.
18. El GTe recomienda que se revoque AOAC 965.33 y se mantenga ISO 3976|IDF 74 como un método de Tipo I.

GRUPO 5:

ISO 27205 | IDF 149 Productos lácteos fermentados - Cultivos iniciadores bacterianos - Norma de identidad

19. El GTe no pudo llegar a una recomendación específica final sobre la mejor manera de abordar la discrepancia entre las disposiciones enumeradas en CXS 234 (Microorganismos que constituyen el cultivo iniciador), la disposición enumerada en la norma de productos (*Norma para leches fermentadas* [CXS 243-2003]) y el alcance de ISO 27205|IDF 149. Sin embargo, hubo consenso general de que la revocación del método no es una solución adecuada.

GRUPO 6:

ISO 17678|FIL 202 Leche y productos lácteos. Determinación de la pureza de la grasa de la leche mediante análisis cromatográfico de gases de triglicéridos.

20. El GTe revisó las limitaciones de ISO 17678|IDF 202 y señaló que estas limitaciones se establecen en el alcance del método y que se refieren principalmente a las limitaciones en la validación de la leche de vaca. Por lo tanto, las leches de otras especies no están incluidas en la aplicabilidad del método. El GTe también señaló que no había otros métodos validados disponibles para reemplazar este método.
21. El GTe recomienda la retención de ISO 17678|IDF 202.

Métodos anteriormente no revisados:

22. El GTe llegó a un consenso sobre muchos de los métodos que no habían sido revisados previamente (Apéndice II). Hubo un pequeño número de preguntas pendientes que deberían abordarse en el GTP y el Comité antes de su ratificación. Estas preguntas incluyen:
 - Melamina en leche y productos lácteos (ISO/DIS 2370|IDF 252): ¿Debería ser de Tipo IV o cambiarse a Tipo II? ¿Deberían eliminarse los productos lácteos de la descripción del producto?
 - Agua en mantequilla (ISO 37271-1|IDF 80-1): ¿Es la nota de pie de página apropiada para la mantequilla?
 - Calcio en queso Emmental: ¿Deben desarrollarse criterios numéricos en lugar de los tres métodos enumerados?
 - Acidez total en leches fermentadas (ISO/TS 11869|IDF/RM 150): ¿Debería este ser Tipo I, debido a un factor de conversión en el método?
 - Ceniza en polvos de permeado de lácteos (NMKL 173): No se recibió información sobre la aplicabilidad de este método.

- Partículas chamuscadas en leches en polvo y natas (cremas) en polvo: Se insertó un nuevo método sobre partículas chamuscadas (ADPI Scorched Particles, 2016), ¿debería estar en una línea propia como Tipo IV?

Asuntos para mayor consideración:

23. Verificar que la eliminación de "productos lácteos" no causará la pérdida de información aplicable.
24. Comentar sobre el cambio del nombre del producto en CXS 234 para alinearlo con el nombre del producto en la *Norma para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos* (CXS 193-1995), cuando la disposición figura en CXS 193 pero no en la norma del producto (p. ej. mantequilla a grasas y aceites comestibles para el caso de la disposición sobre plomo).
25. Recomendar la retención o el reemplazo de los métodos o el desarrollo de criterios numéricos para el plomo en la mantequilla y en los productos de caseína comestible, y si se deben añadir métodos o criterios numéricos para el suero en polvo.
26. Presentar nuevos métodos como posibles reemplazos para ISO 5537|IDF 26 o datos de validación adicionales, y estudios de comparación relacionados con ISO 5537 | IDF 26 para su consideración por el GTe y el Comité.
27. Considerar si el término "humedad" debería reemplazar al término "agua" como la disposición en CXS 234, y cómo se podrían hacer cambios a la norma de productos.
28. Considerar sugerencias para cambios en la disposición en CXS 234 para alinearla mejor con la disposición de CXS 243 y el alcance de ISO 27205|IDF 149.
29. Se invita al Comité a que:
 - considere el Apéndice I y ratifique los cambios propuestos a CXS 234
 - considere las preguntas planteadas en "Métodos no revisados previamente" (véase el párrafo 22) y el Apéndice II, formule observaciones sobre las preguntas y ratifique los cambios propuestos a CXS 234
 - considere los "Asuntos para consideración adicional" (véanse los párrafos 23 a 28) y proporcione comentarios.

APÉNDICE I

GRUPO 1

TABLA G1.1: Remoción de productos lácteos

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Leche y productos lácteos				
Productos lácteos	Hierro	ISO 6732 IDF 103	Fotometría (batofenantrolina)	IV
Productos lácteos (productos no completamente solubles en amoníaco)	Grasa de leche	ISO 8262-3 IDF 124-3	Gravimetría (Weibull-Berntrop)	I
Productos a base de grasa de leche	Grasa de leche	ISO 17189 IDF 194	Gravimetría (Determinación directa de la grasa mediante extracción por disolvente)	I
Productos lácteos	Hierro	NMKL 139 AOAC 999.11 (Método general del Codex)	Espectrofotometría de absorción atómica	II
Productos lácteos	Hierro	AOAC 984.27	Espectrofotometría de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente	III

GRUPO 2

TABLA G2.1: Criterio aplicable a la Norma sobre productos a base de grasa láctea CXS 280

Disposición	ML (mg/kg)	LD (mg/kg)	LC (mg/kg)	RSDR (%)	Recuperación	Rango mínimo aplicable	
						Mínimo	Máximo
Cobre	0,05	0,010	0,020	44,0	60-115%	0,028	0,072
Hierro	0,2	0,020	0,040	40,8	80-110%	0,08	0,32

TABLA G2.2: Criterios aplicables a la Norma sobre productos comestibles de caseína

Disposición	ML mg/kg	LD	LC	RSDR (%)	Recuperación	Rango mínimo aplicable	
						Mínimo	Máximo
Cobre	5	0,500	1,000	25,1	80-110%	3,12	6,88
Hierro	20	2,000	4,000	20,4	80-110%	13,89	26,11

Hierro (en caseinatos secados con rodillos)	50	5,000	10,000	17,8	90-107%	36,68	63,32
---	----	-------	--------	------	---------	-------	-------

TABLA G2.3: Métodos sobre el plomo para más revisión.

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Sueros en polvo	Plomo	AOAC 972.25 (Método general del Codex)	Espectrofotometría de absorción atómica	II
Productos comestibles de caseína	Plomo	AOAC 982.23 (Método general del Codex)	Voltamperometría de redisolución anódica	III
(línea ya existente en el CXS 234) Productos comestibles de caseína	Plomo	ISO/TS 6733 IDF/RM 133	Método de espectrometría de absorción atómica en horno de grafito	IV
Mantequilla	Plomo	AOAC 972.25 (Método general del Codex)	Espectrofotometría de absorción atómica	IV

GRUPO 3**TABLA G3.1: Listas actuales de CXS 234**

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en polvo	Agua ¹	ISO 5537 IDF 26	Gravimetría, secado a 87 °C	I
Mezcla con bajo contenido en grasa de leche desnatada (descremada) evaporada y grasa vegetal en polvo	Agua ¹ Error! Bookmark not defined.	ISO 5537 IDF 26	Gravimetría, secado a 87 °C	I

¹ Contenido de agua sin el agua cristalizada unida a la lactosa (generalmente conocida como "contenido de humedad").

Permeados lácteos en polvo	Humedad ²	ISO5537 IDF26	Gravimetría, secado a 87 °C	I
Leches en polvo y natas en polvo	Agua ²	ISO 5537 IDF 26	Gravimetría, secado a 87 °C	I
Sueros en polvo	Agua ²	ISO 5537 IDF 26	Gravimetría, secado a 87 °C	I

GRUPO 4
TABLA G4.1

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Productos a base de grasa de leche (grasa de leche anhidra)	Índice de peróxido (expresado en miliequivalentes de oxígeno/kg de grasa)	ISO 3976 IDF 74	Fotometría	I
Productos a base de grasa de leche (grasa de leche anhidra)	Índice de peróxido	AOAC 965.33	Valorimetría	↓

² Contenido de humedad sin el agua de cristalización de la lactosa

APÉNDICE II

MÉTODOS ANTERIORMENTE NO REVISADOS

Las correcciones de tipo redacción se indican con el siguiente formato: Subrayado = Inserciones, ~~Tachado~~ = Eliminación, **Negrita** = Pregunta sobre el método. Se incluyen notas de pie de página en varios puntos para señalar una nota de pie de página que necesita incluirse en CXS 234 o un comentario o acción adicional.

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Leche y productos lácteos	Melamina	ISO/TS 15495 IDF/RM 230	LC-MS/MS	IV
Leche y productos lácteos	Melamina	ISO/DIS 23970 IDF 25	LC-MS/MS	IV
Mantequilla	Grasa de leche	ISO 17189 IDF 194	Gravimetría Determinación directa de la grasa mediante extracción por disolvente	I
Mantequilla	Sal	ISO 15648 IDF 179	Potenciometría (determinación de cloruro, expresado como cloruro de sodio)	II
Mantequilla	Agua³	ISO 3727-1 IDF 80-1	Gravimetría	I
Materias grasas lácteas para untar	Grasa total	ISO 17189 IDF 194	Gravimetría Determinación directa de la grasa mediante extracción por disolvente	I
Permeados lácteos en polvo	Ceniza	NMKL 173	Gravimetría (reducción a ceniza a 550 °C)	IV
Productos comestibles de caseína	Ácidos libres <u>Acidez libre máxima⁴</u>	ISO 5547 IDF 91	Valorimetría (extracto acuoso)	IV I
Productos comestibles de caseína	Lactosa	ISO 5548 IDF 106	Fotometría (fenol y H ₂ SO ₄)	IV

³ Contenido de agua sin el agua cristalizada unida a la lactosa (generalmente conocida como "contenido de humedad").

⁴ Sugerir una enmienda de tipo redacción en la descripción de la disposición que figura en la *Norma para productos de caseína comestible* (CXS 290-1995): cambiar el "ácido libre máximo" a "acidez libre máxima"

Productos comestibles de caseína	Grasa de leche <u>Grasa total</u>	ISO 5543 IDF 127	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratslaff)	I
Productos comestibles de caseína	pH	ISO 5546 IDF 115	Electrometría	IV II
Emmental	Calcio >= 800mg/100g	ISO 8070 IDF 119	Absorción atómica con llama	IV III
<u>Emmental</u>	<u>Calcio</u> <u>>= 800mg/100g</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>Espectrometría de masa por ICP</u>	II
<u>Emmental</u>	<u>Calcio</u> <u>>= 800mg/100g</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>Espectroscopia de emisión por ICP</u>	III
Leches fermentadas	Materia seca (total sólidos) ⁵	ISO 13580 IDF 151	Gravimetría (secado a 102 °C)	I
Leches fermentadas	Acidez total expresada en porcentaje de ácido láctico	ISO/TS 11869 IDF/RM 150	Potenciometría, valoración a pH 8,30	↓ II
Leches fermentadas	Microorganismos que constituyen el cultivo iniciador	ISO 27205 IDF 149 (Anexo A)	Recuento de colonias a 25 °C, 30 °C, 37 °C y 45 °C conforme al organismo iniciador en cuestión	IV
Leches en polvo y natas en polvo	Partículas chamuscadas	ISO 5739 IDF 107	Comparado visual con discos estándar después del filtrado	IV
Leches en polvo y natas en polvo	Partículas chamuscadas	ADPI Partículas chamuscadas, 2016		
Leches en polvo y natas en polvo	Índice de solubilidad	ISO 8156 IDF 129	Centrifugación	I
Quesos de suero por concentración (<u>contenido de hidratos de carbono por debajo de 5%</u>)	Grasa de leche <u>Grasa total</u>	ISO 1854 IDF 59	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I

⁵ Los sólidos totales de leche y el extracto sólido magro de la leche (ESML) incluyen agua de cristalización de lactosa.

<u>Quesos de suero por concentración (no se disuelve completamente en el amoníaco, contiene FFA en cantidades significativas o un contenido de carbohidratos > 5%)</u>	<u>Grasa total</u>	<u>ISO 8262-3 IDF 124-3</u>	<u>Gravimetría (Weibull-Berntrop)</u>	I
<u>Quesos de suero por concentración (contenido de hidratos de carbono por debajo de 5%)</u>	Grasa de leche en la materia seca <u>Grasa total en la materia seca</u>	ISO 1854 IDF 59 ISO 2920 IDF 58	Cálculo a partir del contenido de grasa y contenido de materia seca Gravimetría (Röse Gottlieb) Gravimetría, secado a 88 °C	I
<u>Quesos de suero por concentración (no se disuelve completamente en el amoníaco, contiene FFA en cantidades significativas o contenido de carbohidratos >5%)</u>	<u>Grasa total en la materia seca</u>	<u>ISO 8262-3 IDF 124-3 y ISO 2920 IDF 58</u>	<u>Cálculo a partir del contenido de grasa y contenido de materia seca</u> <u>Gravimetría (Weibull-Berntrop)</u> <u>Gravimetría, secado a 88 °C</u>	I
<u>Sueros en polvo</u>	<u>Humedad "libre"</u>	<u>ISO 2920 IDF 58</u>	<u>Gravimetría (secado a 88 °C ± 2 °C)</u>	IV

APÉNDICE III

LISTA DE PARTICIPANTES

Participante	País
Richard Coghlan	Australia
Ligia Lindner Schreiner	Brasil
Carolina Araújo Viera	Brasil
Ana Claudia Marquim Firmo de Araújo	Brasil
Dr. Thea Rawn	Canadá
Marcela Torres	Chile
Karla Rojas Arrieta	Costa Rica
Melina Flores Rodríguez	Costa Rica
Darija Vratarić	Croacia
Franz Ulberth	Unión Europea
Dr. H. Frister	Alemania
Attila Hucker	Hungría
Gábor Császár	Hungría
Csilla Kurucz	Hungría
Krisztina Frányó	Hungría
Srilekha V Kumar	India
Dr. Rajesh R Nair	India
Dr. Anoop A Krishnan	India
Hemant S. Kulkarni	India
Tania Daniela Fosado Soriano	México
Susan Morris	Nueva Zelanda
Ozigi Abdulsalam Akande	Nigeria
Charles Nwagbara	Nigeria
Gloria Atala Castillo Vargas	Perú
Juan Carlos Huiza Trujillo	Perú
Sang Hyeon Yoon	República de Corea
Min Yoo	República de Corea
Yveta Vojsová	República Eslovaca
Chanchai Jaengsawang	Tailandia
Rungrassamee Mahakhaphong	Tailandia
Laura Flores	Uruguay

Participante	Organización
Aurelie Dubois	FIL
Nina Skall Nielsen	NMKL