



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
00100 Rome, Via delle Terme di Caracalla. Cables: FOODAGRI, Rome. Tel. 5797



WORLD HEALTH ORGANIZATION
ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTÉ
1211 Genève, 27 Avenue Appia. Câbles: UNISANTÉ, Genève. Tél. 34 60 61

S

(Cx 4/50.3)

ALINORM 69/23
Original: inglés
Enero 1969

COMISION MIXTA FAO/OMS DEL CODEX ALIMENTARIUS
Sexto período de sesiones
Ginebra, 4-14 marzo 1969

INFORME DEL CUARTO PERIODO DE SESIONES DEL COMITE
DEL CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS
Berlin, 11-15 noviembre 1968

Se pidió a la Secretaría que corrigiese, completase y comprobara la exactitud de los apéndices de este informe. En la medida que puede juzgarse en el tiempo disponible, antes del sexto período de sesiones de la Comisión, los apéndices son correctos. No obstante, la Secretaría deseará examinarlos de nuevo después de que haya concluido el período de sesiones de la Comisión, y antes de que se publiquen otros métodos con normas finalizadas para su aceptación por los gobiernos. A continuación se indica la clave de las referencias abreviadas de los métodos:

- Ic.R. - Report of the Proceedings of Sessions of ICUMSA
- Ic.M. - ICUMSA Methods of Sugar Analysis 1964
- C.I.R.F. - Corn Industries Research Foundation
- U.S.P. - United States Pharmacopoeia
- B.S. - British Standard Institute Methods
- A.O.C.S. - American Oil Chemists Society
- I.O.O.C. - Consejo Oleícola Internacional.

INDICE

<u>PARTE I</u>	<u>Página</u>	<u>Párrafo</u>
- Introducción	1	1
- Aprobación del programa	1	2
<u>PARTE II</u>		
- Miel	1-3	4-12
<u>PARTE III</u>		
- Azúcares, generalidades	4	13
- Azúcar blanco	4-5	14-22
- Azúcares blandos (blanco a pardo oscuro).....	5	23-28
- Azúcar blanco blando	6	29-31
- Lactosa	6	32-36
- Jarabe de glucosa, jarabe de glucosa deshidratado	6	37-41
- Dextrosa monohidratada y dextrosa anhidra.....	7	42-45
- Métodos de toma de muestras de azúcares	7	46
<u>PARTE IV</u>		
- Frutas y hortalizas elaboradas	7-8	47-55
<u>PARTE V</u>		
- Grasas y aceites, generalidades	9-11	56-60
- Manteca y grasa de cerdo fundida	12	61-63
- Primeros jugos y sebo comestible	13	64-66
- Margarina	13	67-73
- Aceite de oliva.....	14	74-77
<u>PARTE VI</u>		
- Productos del cacao y chocolate.....	15	78
<u>PARTE VII</u>		
- Zumos de fruta	15	79
<u>PARTE VIII</u>		
- Planes de muestreo estadístico	16-17	80
- Procedimiento técnico de toma de muestras.....	17-18	81-83
<u>PARTE IX</u>		
- Plan normalizado	18	84-85
<u>PARTE X</u>		
- Colores alimentarios	18-19	86-89
<u>PARTE XI</u>		
- Directrices y principios generales.....	19-20	90-94
<u>PARTE XII</u>		
- Cuestiones de procedimiento.....	20-21	95-100

COMITE DEL CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS
Informe del Cuarto período de sesiones

PARTE I

INTRODUCCION

1. El Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras celebró su cuarto período de sesiones del 11 al 15 de noviembre de 1968 en Berlín, bajo la presidencia del profesor Dr. R. Franck. Asistieron a esta reunión 53 delegados y observadores, representando a 18 países y a 13 organizaciones internacionales. La lista de los participantes figura en el Apéndice I, y la lista de los documentos que el Comité tuvo a su disposición figura en el Apéndice II de este informe.

APROBACION DEL PROGRAMA

2. Se aprobó el Programa provisional después de suprimir el tema 10(c): Determinación de la trimetilamina, del óxido de trimetilamina y del nitrógeno básico volátil total en la carne de pescado, ya que el Comité del Codex sobre Pescado y Productos Pesqueros tenía todavía en estudio los métodos normalizados en cuestión, y estos métodos no estarán listos antes de 1969. Respecto al tema 12(h)*: Manual de inspección para los alimentos congelados rápidamente (profundamente), se acordó que debería examinársele especialmente en relación con la medición de la temperatura de los alimentos congelados rápidamente. Atendiendo a la petición de algunas delegaciones, se decidió, además, no presentar el tema 11(b) del Programa: Directrices y principios generales para el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras, pero que el Presidente autorizaría la apertura de la discusión de los respectivos puntos de dicho tema en el momento que considerase oportuno en el curso del período de sesiones.

NOMBRAMIENTO DE RELATOR

3. Se convino en que no debía nombrarse ningún relator, y en que el proyecto de informe fuese preparado por la Secretaría.

PARTE II

PROYECTO DE NORMA PROVISIONAL PARA LA MIEL EN EL TRAMITE 8

4. El Comité tuvo ocasión de examinar los siguientes documentos:

- EXEC/68.2/2 (Norma para la miel)
- ALINORM 68/23 (Informe del tercer período de sesiones del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras)
- MA/68/3, y
- Copia fotostática de una parte del quinto período de sesiones del Comité Coordinador para Europa

* Nota de la Secretaría: El Comité no examinó este tema del programa.

Los debates se basaron en el informe del tercer período de sesiones de este Comité y en la parte del informe del quinto período de sesiones del Comité Coordinador para Europa. La Secretaría informó al Comité que el proyecto de norma provisional para la miel había sido adoptado por el Comité Coordinador para Europa, y que debía enviarse por intermedio de la Secretaría a la Comisión del Codex Alimentarius para su adopción como norma provisional para la Región de Europa. El Comité examinó detenidamente la Sección 7 (anterior sección 6), Métodos de análisis y toma de muestras, y acordó introducir en ella ciertas enmiendas. En el Apéndice III del presente informe figura la versión enmendada de toda la sección.

5. El párrafo 7.1 - Análisis químico de azúcares reductores fue aprobado con unos cambios de poca importancia en la forma presentada por el Reino Unido al Comité Coordinador. Se modificó también algo el método para preparar la muestra de miel, según el método de la AQAQO a fin de que abarque las mieles oscuras, de elevado punto de fusión, y las mieles de panal.

6. Respecto a la Determinación del contenido de sacarosa aparente (7.2), el representante de APIMONDIA llamó la atención acerca del hecho de que, con este método, toda melicitosa presente se determinaría también como sacarosa. No obstante, el Comité decidió retener el método sin enmienda, porque el respectivo criterio de la norma se basaba en el supuesto de que solamente se determinaría el contenido de sacarosa aparente. El Comité acordó que, en lo futuro, debería evaluarse un método cuantitativo para la determinación del contenido de sacarosa real, cuando el contenido de sacarosa aparente sea mayor del 5 por ciento, preferiblemente empleando una técnica cromatográfica. El delegado de los Países Bajos señaló que también debían tomarse en consideración los modernos métodos enzimáticos. Se tomó nota de una observación por escrito enviada por la delegación de Hungría, relativa al uso del anaranjado de metilo en la neutralización después de la inversión de la solución de azúcar. En vista de que no se disponía de información suficiente sobre los posibles efectos del uso de este indicador en los resultados de esta determinación, el Comité consideró que su inclusión en la norma no estaba justificada en esta fase.

7. Respecto a la Determinación del contenido de humedad (7.3), se modificó el cuadro de Wedmore, ampliándolo para poder hacer lecturas de hasta un 25 por ciento de contenido de humedad. Estos valores adicionales han sido propuestos por el Comité Coordinador para Europa.

8. El representante de APIMONDIA expresó la opinión de que, por lo que se refiere a la determinación de la acidez (7.6) el método de la AQAQO en que se emplea un pH-metro permitiría reconocer diferentes mieles, tales como la miel de mielada. La delegación de Suiza señaló que esta cuestión debía ser examinada detenidamente y que, para esta finalidad, ella misma propondría un método microscópico que en la práctica ha demostrado ser muy útil para la identificación de mieles de orígenes diversos. El Comité decidió retener su método actual porque éste no tiene más finalidad que determinar que no se han añadido ácidos a la miel.

9. Respecto a la descripción de cómo preparar el almidón soluble que se emplea en la determinación de la actividad diastática (7.7), la delegación de los Países Bajos se ofreció para facilitar a este Comité el proceso adoptado por los Países del Benelux. El Comité decidió que se presentasen para su discusión en la próxima reunión varias de las descripciones existentes para la preparación del almidón soluble. El Comité convino en aceptar el actual método, en la inteligencia de que se establecerá un Centro internacional de referencia, con la misión de suministrar reactivos normalizados tales como el almidón soluble. El Comité pidió a la FAO y a la OMS que examinen la posibilidad de establecer un centro de esa naturaleza similar a los que actualmente se tienen en proyecto para los colorantes alimentarios. Respecto a la forma de expresar y calcular los resultados en la determinación de la actividad diastática, el representante de APIMONDIA señaló que el índice de diastasa correspondía muy de cerca, pero no exactamente, con el número de la escala de Göthe. El Comité decidió que la correspondencia es lo suficientemente precisa para los requisitos establecidos en la norma. Respecto a la determinación de la actividad diastática (7.7), el delegado de los Países Bajos manifestó que la descripción de este procedimiento era insuficiente y que, en su opinión, podía originar grandes diferencias en los resultados. Antes de aceptar el método, éste deberá describirse más exactamente y con más detalle ^{1/}. El Comité reiteró su opinión anterior de que el método para la determinación de la actividad de la invertasa y el empleo de la relación diastasa/invertasa como medida del estado de la miel podrían considerarse en una fase posterior (véase Kiermeier, F. y W. Köberlein (1954), Z. Unters. Lebensmitt., 98, 329).

10. Se sancionó la determinación fotométrica del contenido de hidroximetilfurfural (7.8). Al considerar el empleo del reactivo p-toluidina (7.8.2.2), se estimó que era conveniente añadir una nota al pie advirtiendo que esta sustancia tiene propiedades carcinógenas con objeto de que los analistas adopten las precauciones apropiadas en la manipulación de la misma.

11. El Comité decidió sancionar los métodos de análisis y toma de muestras para la miel en su forma enmendada (véase Apéndice III).

12. El delegado de Canadá manifestó que deseaba que se hiciera constar en acta que, si el actual proyecto de norma provisional regional para la miel llegara a convertirse en una norma mundial, Canadá consideraría los métodos AQAQ correspondientes, que forman parte de su legislación, como "métodos equivalentes". El delegado de los Estados Unidos expresó una opinión similar. Las delegaciones de Canadá y de los Estados Unidos informaron al Comité que, en muchos casos, los métodos empleados oficialmente en sus respectivos países son muy semejantes a los que se están considerando para su sanción en los períodos de sesiones de este comité. Son frecuentes los casos en que sus legislaciones y reglamentos exigen que se utilicen tales métodos. En vista de la similitud de algunos de éstos, dichas delegaciones propusieron que los mencionados métodos se considerasen equivalentes, en tanto que no se demuestre que no lo son. Opinaron que adoptando esta política podrían acelerarse los trabajos

^{1/} La determinación enmendada, en que se hace una descripción más exacta del método, figura en el Apéndice III, párrafo 7.

de este Comité y sus países no tendrían que hacer ninguna reserva relativa a la aceptación de los métodos sancionados. Mientras no se llegue a tal acuerdo, Canadá y los Estados Unidos tienen que formular una reserva general respecto a su aceptación de algunos de los métodos de análisis, indicando que, para fines oficiales, dispondrán también de otros métodos internacionales ya probados en diversos organismos que se considerarán equivalentes, mientras no se demuestre que no lo son.

PARTE III

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA AZÚCARES EN LOS TRÁMITES 9 Y 8

13. El Comité pudo examinar el Apéndice III del Informe de su tercer período de sesiones y el documento MA/68/14 que contiene los métodos propuestos para el análisis y la toma de muestras de azúcares, observaciones de varios gobiernos y el informe del quinto período de sesiones del Comité del Codex sobre Azúcares. La delegación del Reino Unido hizo un breve resumen de los debates habidos en el último período de sesiones sobre los métodos de análisis. El representante de la ICUMSA informó al Comité sobre algunas cuestiones del procedimiento relativas a la elaboración de los métodos ICUMSA. Se refirió a la relación entre la ICUMSA y la Comisión del Codex Alimentarius, señalando que aquella había celebrado una reunión especial en 1967 con el propósito exclusivo de facilitar al Comité del Codex sobre Azúcares métodos de análisis apropiados. Los resultados de estos estudios en colaboración llevados a cabo por dicha organización, una vez listos, serían presentados en el momento oportuno. El Comité expresó su reconocimiento por la labor ejecutada por la ICUMSA acerca de los métodos de análisis de azúcares. El Comité examinó los métodos propuestos (véase el Apéndice IX de este informe, reproducción del Apéndice III de ALINORM 68/23), suscitándose las siguientes cuestiones en el curso de los debates:

AZÚCAR BLANCO EN EL TRÁMITE 8

14. Polarización "expresada en sacarosa": el Comité refrendó el método de la ICUMSA (Ic.R. 1958 p.84), entendiéndose que la polarización se expresa en grados S, ya que los resultados obtenidos con este método no reflejan exactamente el contenido de sacarosa.

15. Azúcar invertido: El Comité refrendó el método del Instituto de Berlín (Ic.M. 25) para la determinación del contenido en azúcar invertido cuando éste oscila entre 0,02% y 0,3% y el método de LANE y EYNON (Ic.M. p. 13) para la determinación de contenidos de azúcar invertido mayores de 0,2%. El Comité estimó que no debía sancionar el método de KNIGHT y ALLEN, previsto para la determinación de contenidos de azúcar invertido inferiores a 0,02%, porque el límite más bajo prescrito en la norma del producto es 0,04%.

16. Cenizas de conductividad: El Comité refrendó el método de la ICUMSA (Ic.R. 1962, pp.10-12 e Ic.R. 1966, p.98).

17. Pérdidas por desecación: El Comité refrendó el método de la ICUMSA de "Determinación de sustancia seca en horno a presión atmosférica"

(Ic.M. p.44), entiendo que el tamaño mínimo de la muestra debe ser 20 g. Varias delegaciones estimaron que la determinación del contenido de agua por el método de Karl Fischer sería preferible a la determinación de la pérdida por desecación. Se propuso que se solicitara el parecer de la Comisión acerca de la posibilidad de modificar más adelante a este respecto la norma para el azúcar blanco y las normas para otros azúcares.

18. Color: El Comité refrendó el método de la ICUMSA (Ic.M. pp.57, 58; Ic.R. 1958, p. 52) con la modificación consistente en el empleo de un filtro de membrana en lugar del filtro de vidrio sinterizado y en que la longitud celular sea de 10 cm (véase también el informe del quinto período de sesiones del Comité del Codex sobre Azúcares, párrafo 10 (d), ALINORM 69/21). El Comité recomendó a la ICUMSA que modifique el método en la misma forma.

19. Dióxido de azufre: El Comité refrendó el método de CARRUTHERS, HEANEY y OLDFIELD (Int. Sugar J., 1965, p.364).

20. Arsénico: El Comité sancionó el método de la AOAC (1965) 24.011 (24.016, 24.017).

21. Plomo: El Comité refrendó el método de la ICUMSA (Ic.M. p.48(c)).

22. Cobre: El Comité refrendó el método de la ICUMSA (Ic.M. p.106).

AZUCARES BLANDOS (BLANCO A PARDO OSCURO) EN EL TRAMITE 8

23. Sacarosa y azúcar invertido expresado en sacarosa: El Comité consideró la posibilidad de emplear un método basado en la inversión ácida, haciendo observar que, al parecer, no hay dificultad alguna para obtener invertasa comercial de buen grado de pureza. El Comité refrendó el método de la invertasa de TATE y LYLE basado en el método de LANE y EYNON (Ic.M. p.71).

24. Azúcar invertido: El Comité sancionó el método de LANE y EYNON (sin inversión) (Ic.M. p.71).

25. Cenizas sulfatadas: El Comité refrendó el método de la ICUMSA (Ic.M. p.36).

26. Pérdidas por desecación: El Comité refrendó el método de la ICUMSA (Ic.M. p.44).

27. Dióxido de azufre: El Comité consideró la proposición hecha por varias delegaciones de que se reemplace el método de MONIER WILLIAMS, que era el que, según el Comité del Codex sobre Azúcares, habría de emplearse para los azúcares blandos en lugar del método de CARRUTHERS, HEANEY y OLDFIELD originalmente propuesto, por la modificación de TANNER del método de MONIER WILLIAMS. Según los pareceres expuestos por estas delegaciones debía preferirse la modificación de TANNER. El Comité resolvió, no obstante, refrendar el método de MONIER WILLIAMS completo sin la modificación de TANNER y propuso que los países interesados y la ICUMSA realicen en colaboración ensayos con ambos métodos.

28. Arsénico, plomo y cobre: A este respecto son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en los párrafos 20, 21 y 22.

AZUCAR BLANCO BLANDO EN EL TRAMITE 8

29. Sacarosa y azúcar invertido expresado en sacarosa: Es de aplicación la decisión del Comité contenida en el párrafo 23.

30. Cenizas de conductividad: Es de aplicación la decisión del Comité contenida en el párrafo 16.

31. Color: Es de aplicación la decisión del Comité contenida en el párrafo 18.

LACTOSA EN EL TRAMITE 9

32. Lactosa anhidra: El Comité refrendó el método de LANE y EYNON (Ic.M. p.13).

33. Cenizas sulfatadas: El Comité refrendó el método de la ICUMSA por sulfatación simple (Ic.M. p.100).

34. Pérdidas por desecación: Una vez más, el Comité examinó las posibles ventajas de determinar el contenido real de agua de todos los azúcares por el método de Karl Fischer. Sin embargo, teniendo en cuenta que estas normas se hallan ya en el Trámite 8, consideró que era más adecuado refrendar el método propuesto por el Comité sobre Azúcares. Por lo tanto, el Comité refrendó el método U.S.P. (secado 16 horas a 120°C) (U.S.P. 1965 p.366) y resolvió omitir la referencia al método de Karl Fischer.

35. pH (solución al 10%): El Comité refrendó el método de la ICUMSA (Ic.M. p.59) y recomendó que ésta modificara la concentración de la solución para que sea de 10%.

36. Arsénico, plomo y cobre: Son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en los párrafos 20, 21, y 22.

JARABE DE GLUCOSA, JARABE DE GLUCOSA DESHIDRATADO EN EL TRAMITE 9

37. Extracto seco total: El Comité refrendó el método E 42 de la CIRF "Humedad (auxiliar de la filtración en estufa)". El Comité discutió el empleo de las expresiones "extracto seco total", "contenido de humedad", "materia seca" y "pérdidas por desecación", y recomendó que la Comisión considere la posibilidad de emplear las mismas especificaciones en todas las normas para azúcares.

38. Equivalente en dextrosa: El Comité refrendó el método de LANE y EYNON (Ic.M. p.101).

39. Cenizas sulfatadas: Es de aplicación la decisión del Comité contenida en el párrafo 33.

40. Dióxido de azufre: Son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en el párrafo 27.

41. Arsénico, plomo y cobre: Son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en los párrafos 20, 21 y 22.

DEXTROSA MONOHIDRATADA Y DEXTROSA ANHIDRA EN EL TRAMITE 9

42. Dextrosa (expresada en D-glucosa): El Comité refrendó el método de LANE y EYNON (Ic.M. p.101).

43. Extracto seco total: El Comité refrendó el método de la ICUMSA (deseccación a 100°C durante 4 horas a presión reducida) (Ic.M. p.113).

44. Dióxido de azufre y cenizas sulfatadas: Son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en los párrafos 27 y 33.

45. Arsénico, plomo y cobre: Son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en los párrafos 20, 21 y 22.

METODOS DE TOMA DE MUESTRAS DE AZUCARES

46. El Comité decidió que los métodos de la ICUMSA para
- toma de muestras en sacos (Ic.M. p.80)
 - número de muestras que deben tomarse (en vez de " $\sqrt[3]{T}$ " debe decir " $3\sqrt{T}$ "), y
 - preparación de la muestra para el análisis (Ic.M.p.80)

no podían sancionarse, puesto que no se basan en conceptos modernos del muestreo estadístico (véase también el párrafo 95). La delegación de los Estados Unidos indicó que su país estaba en condiciones de facilitar los recursos estadísticos necesarios para el estudio de carácter estadístico proyectado.

PARTE IV

METODOS DE ANALISIS PARA FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS EN LOS TRAMITES 9 Y 6 *

47. El Comité pudo examinar el Apéndice V al informe de su tercer período de sesiones y los documentos MA/68/7 y MA/68/5 que contienen los métodos propuestos de análisis y las observaciones de los Gobiernos. El Comité fue informado de la decisión adoptada por el Comité del Codex sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas de suprimir las referencias a un método sustitutivo de los métodos normalizados de determinación del peso escurrido y de los sólidos insolubles en alcohol, respectivamente, e hizo observar que, por omisión involuntaria, no se había incluido el maíz dulce en conserva en el ámbito del procedimiento de determinación del peso escurrido.

* Véase el Apéndice IV de este informe.

48. El Comité sancionó los métodos de (a) Determinación del peso escurrido de habichuelas verdes, frijolillos, melocotones, pomelos, espárragos, piña, guisantes verdes de huerta y maíz dulce en conserva, y (b) Determinación del peso escurrido de los tomates en conserva, con la siguiente enmienda en (a): "siendo el método aplicable el método de determinación del peso escurrido de frutas y hortalizas elaboradas de los 'Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (AOAC) 1965, 30.001'." En cuanto a las especificaciones para tamices circulares en los métodos (a) y (b) anteriores, el Comité acordó reemplazar las referencias a los tamices de ensayo No. 8 y de 2 mallas por la referencia a los tamices de ensayo de la ISO de 2,8 mm de malla y 11,2 mm de malla, respectivamente, y dar las referencias a los tamices norteamericanos en una nota al pie. Teniendo en cuenta los resultados facilitados por la delegación de los Estados Unidos, pueden considerarse intercambiables los tamices de ensayo No. 8 (EE.UU.) y "No. 7 (2,8 mm)" (que son los más aproximados al tamiz de la ISO); análogamente, pueden considerarse intercambiables el tamiz de 2 mallas (EE.UU.) y el de "7/16 de pulgada (11,2 mm)" (que son los más aproximados al tamiz de la ISO). La delegación de los Estados Unidos informó al Comité, que, en vista de lo anteriormente expuesto, su país prefería seguir utilizando los tamices de ensayo No. 8 y de 2 mallas.

49. Determinación de sólidos insolubles en alcohol (para guisantes verdes de huerta en conserva): El Comité refrendó el método de la AOAC (1965) 30.015, entendiéndolo que también podría ser aplicable a los guisantes congelados rápidamente con la adecuada modificación en la preparación de la muestra descrita en CODEX/ANALYS/68/15 (véase el párrafo 97). El Comité consideró oportuno que se informara debidamente de esto al Grupo Mixto CEPE/Codex Alimentarius de Expertos en la Normalización de Alimentos congelados rápidamente.

50. Determinación de sólidos totales solubles (para compota de manzanas en conserva): El Comité refrendó el método refractométrico de la AOAC (1965), 29.011, con las tablas 43.008 y 43.009, y convino en que la frase entrecomillada "(Aplicable únicamente a muestras líquidas que no contengan sólidos sin disolver)" se omitiese y que no se hiciera corrección alguna por sólidos insolubles en agua o por acidez.

51. Ensayo de veta fuerte (para habichuelas verdes y frijolillos en conserva): El Comité refrendó el método expuesto en el documento MA/68/5. Sin embargo, algunas delegaciones opinaron que el método debería sufrir una ulterior elaboración antes de ser refrendado como método internacional de arbitraje.

52. Determinación de calcio (para tomates en conserva): El Comité tomó nota de la opinión del Comité Ejecutivo de que la determinación del calcio podía considerarse de aplicación general a diversos alimentos. Se indicó que la AOAC había desarrollado un método específico para la determinación del calcio en los tomates en conserva, cuya aplicabilidad se había demostrado también para las patatas y los frijoles de Lima en conserva. El Comité tomó nota también de que no se había formulado ninguna recomendación

por la ISO sobre un ensayo para la determinación de sales de calcio, y de que el método descrito en el Apéndice III del documento MA/68/4 está anticuado y por lo tanto no puede refrendarse y recomendó el método del JAOAC. En el Apéndice IV de este informe se describe el texto del método tal como aparece en el JAOAC (1966) 49, 211 y (1968) 51, 494.

53. Mediciones de jarabe (para pomelo, piña y melocotón en conserva): El Comité examinó la cuestión de si debían refrendarse los métodos refractométrico e hidrométrico, y, teniendo en cuenta las limitaciones del último de los dos, decidió refrendar únicamente el método refractométrico (AOAC, 1965, 29.011, 43.009, 43.008).

54. Método de Howard de recuento de mohos (para tomates en conserva): El Comité refrendó el método de la AOAC (1965), 36.069 tal como se describe en el Apéndice IV del documento MA/68/4.

55. El Comité refrendó los métodos adicionales de análisis y toma de muestras para frutas y hortalizas elaboradas en el Trámite 5, tal como se exponen en el documento MA/68/8, con la única excepción de que en la página 4, en el párrafo (e) "Mediciones de jarabe", sólo se menciona ahora el método refractométrico (ver el Apéndice IV).

PARTE V

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA GRASAS Y ACEITES EN EL TRAMITE 8

56. El Comité examinó los métodos de análisis contenidos en el documento CODEX/FATS and OILS/40 y las observaciones de los gobiernos, con miras a seleccionar un método para cada uno de los criterios de las diversas normas que había de refrendar. Se convino, en general, que debía darse preferencia a los métodos establecidos por la UIQPA. Las delegaciones de Australia, Canadá y los Estados Unidos se refirieron a la reserva formulada por las delegaciones del Canadá y de los Estados Unidos en relación con el refrendo de los métodos de análisis para la miel y los azúcares y manifestaron que harían también una reserva semejante a propósito de los métodos de análisis para grasas y aceites.

GRASAS Y ACEITES COMESTIBLES EN EL TRAMITE 8 - NORMA GENERAL

57. Características de calidad

- (a) Índice de ácido - El Comité refrendó el método de la UIQPA (1964), II.D.1.
- (b) Índice de peróxido: El Comité refrendó el método de la UIQPA (1964), II.D.13, entendiéndose que los resultados se expresarán en miliequivalentes de oxígeno por kilo de muestra.

58. Contaminantes

- (a) Materia volátil a 105°C - El representante de la AOAC indicó que con el método del horno de vacío se obtienen resultados más uniformes y comparables. Por otra parte, el representante del Consejo Oleícola señaló que aunque con este método aplicado a los aceites refinados se obtienen mejores resultados, debía

preferirse el método de la UIQPA para los aceites de oliva sin refinar. El Comité refrendó el método de la UIQPA (1964), II.C.1.1 y pidió a ésta que estudie la sustitución del anticuado baño de arena con otro sistema de calentamiento más adecuado, en la sección "Aparatos".

- (b) Impurezas insolubles - El Comité refrendó el método de la UIQPA (1964), II.C.2.
- (c) Contenido de jabón - El Comité refrendó el método BS 684: 1958, página 49.
- (d) Hierro - El Comité refrendó el método BS 684: 1958, página 92.
- (e) Cobre - El Comité refrendó el método de la AOAC (1965), 24.023.
- (f) Plomo - El Comité refrendó el método de la AOAC (1965) 24-053.
- (g) Los métodos para la determinación de los elementos traza especificados en (d), (e) y (f) arriba podrán ser reemplazados en su día por la espectroscopía de absorción atómica.
- (h) Arsénico - El Comité refrendó el método de la AOAC (1965) 24.011 (24.016, 24.017).

59. Características de identidad

(a) El Comité tomó nota de que, de acuerdo con los puntos de vista expresados por el Comité del Codex sobre Grasas y Aceites en su Quinto período de sesiones, los métodos de cromatografía gaseosa se emplearán cada vez más en lugar de los métodos clásicos para la identificación de las grasas y los aceites.

(b) El Comité examinó la posibilidad de reemplazar los métodos clásicos de identificación de grasas y aceites con métodos cromatográficos en fase gaseosa. La delegación del Reino Unido llamó la atención del Comité acerca de la opinión expresada por el Comité del Codex sobre Grasas y Aceites, de que la sustitución de los métodos clásicos se efectuará, probablemente, en las tres etapas siguientes:

- (i) Empleo de métodos clásicos;
- (ii) empleo de métodos clásicos y de métodos de cromatografía gaseosa, a la vez, y recopilación de datos derivados de estos últimos, que se utilizarán juntamente con los valores que dan los métodos clásicos;
- (iii) abandono progresivo de los métodos clásicos, sustituidos por los de cromatografía gaseosa.

(c) Densidad relativa * - El Comité resolvió refrendar por el momento la BS 684: 1958, página 10, método 1 (ver el Apéndice VIII) y tomó nota de la reserva formulada por la delegación de Portugal en el sentido de que la temperatura de referencia para todos los aceites debiera ser 20°C (véase también la sección Aceite de Oliva de este informe, párr. 74-77).

* Nota de la Secretaría: El método que se presenta en el Apéndice VIII se ha enmendado como sigue: (a) la expresión "peso específico" se ha sustituido con la de las N.I. "densidad relativa", (b) la temperatura de referencia es 20°C en vez de 15,5°C, (c) se usa la expresión general "grasas y aceites", en lugar de "aceites".

- (d) Índice de refracción - El Comité refrendó el método de la UIQPA (1964), II.B.2 y tomó nota de que el delegado de Portugal hizo la misma reserva que había hecho a propósito de la determinación de la densidad relativa.
- (e) Índice de saponificación - El Comité refrendó el método de la UIQPA (1964), II.D.2.
- (f) Insaponificable - El Comité examinó las ventajas de emplear éter dietílico en lugar de éter de petróleo para la extracción, y sancionó el método de la UIQPA (1964), II.D.5.3 (éter dietílico) considerando que algunas de las tolerancias indicadas en las normas se basaban, evidentemente, en el empleo de este método, y que el extracto etéreo puede utilizarse para otros análisis. Sin embargo, varias delegaciones indicaron que en el caso de las grasas y los aceites de bajo contenido de insaponificable, la extracción se debiera hacer con éter de petróleo.
- (g) Índice de yodo (Wijs) - El Comité refrendó el método de la UIQPA (1964), II.D.7.3. Por lo que se refiere al necesario exceso de yodo, el Comité acordó que se pida a la UIQPA que examine los otros métodos que figuran en el documento.
- (h) Índice de Crismer - El Comité llegó a la conclusión de que el método AOCS Cb 4-35 sólo podía refrendarse para el aceite de colza y debía suprimirse en los métodos generales de análisis para aceites comestibles.

60. Análisis "específicos"

- (a) Aceite de arachis: Determinación del contenido de ácido araquídico y ácidos grasos superiores bien sea por la Reacción de Renard modificada o bien por la Prueba del aceite de arachis (Evers). El Comité hizo observar que la determinación del ácido araquídico podía sustituirse con el método de cromatografía gaseosa, y que algunas delegaciones eran partidarias de incluir el índice de Bellier en la norma del aceite de arachis. El Comité refrendó el método de la AOAC (1965) 26.077 y el BS 684: 1958, página 97, tomando nota de que estos ensayos son útiles para la determinación del aceite de cacahuete (maní) en los aceites de oliva, semilla de algodón, maíz y soja, pero que no son adecuados para determinar la pureza del aceite de cacahuete (maní). El Comité expresó la opinión de que el epígrafe "análisis específicos" podía inducir a error, por lo que se le debía sustituir por el epígrafe "análisis específicos de identificación".
- (b) Aceite de semilla de algodón: Reacción de Halphen. El Comité refrendó el método oficial de la AOCS Cb 1-25 y tomó nota de que, oportunamente, el método podría ser sustituido con el método de cromatografía gaseosa.

- (c) Aceite de sésamo: Reacción de Villavecchia modificada y Prueba del aceite de sésamo (Baudouin). El Comité fue informado de que el aceite de sésamo se puede oxidar cuando se le conserva almacenado largo tiempo, lo que puede falsear los resultados de los análisis. Se hizo observar que la reacción de Villavecchia modificada no se puede emplear con los aceites de sésamo refinados. El Comité refrendó el método oficial de la AOCS Cb 2-40 y el BS 684: 1958, página 96, y estimó útil añadir las observaciones anteriores en la norma.

MANTECA Y GRASA DE CERDO FUNDIDA EN EL TRAMITE 8

61. Características de calidad

- (a) Índice de ácido) Son de aplicación las decisiones del Comité
(b) índice de peróxido) contenidas en los párrafos 57(a) y (b).

62. Contaminantes

- (a) Materia volátil a 105°C)
(b) Impurezas insolubles) Son de aplicación las
(c) Contenido de jabón) decisiones del Comité
(d) Hierro) contenidas en los
(e) Cobre) párrafos 58(a) a (h)
(f) Plomo)
(g) Arsénico)

63. Características de identidad

- (a) Densidad relativa)
(b) Índice de refracción *) Son de aplicación las
(c) Índice de saponificación) decisiones del Comité
(d) Insaponificable) contenidas en los
(e) Índice de yodo (Wijs)) párrafos 59(c) a (g)
(f) Título - El Comité refrendó el método de la UIQPA (1964)
II.B.3.2.
(g) "Índice de Bömer" - El Comité tomó en consideración la
propuesta de incluir el índice de Bömer en la norma e
indicó que la ISO y la DGF (Detische Gesellschaft für
Fettwissenschaft) habían acordado aceptar el método, y
que se debía pedir al Comité del Codex sobre Grasas y
Aceites que estudie esta cuestión. 1/

- *) La delegación portuguesa llamó la atención del Comité acerca del hecho de que no es posible determinar el índice de refracción de algunas mantecas y sebos comestibles a la temperatura de referencia de 40°C, porque a esa temperatura tales productos no son líquidos ni transparentes. Propuso por ello que se adoptara una temperatura más elevada.

1/ Nota de la Secretaría: El documento ISO/TC34/SC6/WG3 (Secr.-37) 61 relativo al "índice de Bömer" lo está examinando aún la ISO.

PRIMEROS JUGOS Y SEBO COMESTIBLE EN EL TRAMITE 8

64. Características de calidad

- (a) Índice de ácido)
(b) Índice de peróxido) Son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en los párr. 57(a) y (b).

65. Contaminantes

- (a) Materia volátil a 105°C)
(b) Impurezas insolubles)
(c) Contenido de jabón)
(d) Hierro)
(e) Cobre)
(f) Plomo)
(g) Arsénico) Son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en los párrafos 58(a) a (h)

66. Características de identidad

- (a) Densidad relativa)
(b) Índice de refracción)
(c) Índice de saponificación)
(d) Insaponificable)
(e) Índice de yodo (Wijs))
(f) Título) Son de aplicación las decisiones del Comité contenidas en los párrafos 59(c) a (g) y 63(f)

MARGARINA EN EL TRAMITE 8

67. Contenido de grasa total - El Comité examinó la cuestión de si sería preferible un método directo o un método indirecto y refrendó el método oficial de análisis de alimentos de los Países Bajos tal como figura en el Apéndice I del documento CODEX/FATS AND OILS/40. El Comité resolvió omitir las referencias a la determinación del contenido de agua y de residuo no graso en la lista de métodos de análisis. Tomó nota de la reserva formulada por la República Federal de Alemania en el sentido de que el método sancionado se sustituya con otro más idóneo. También tomó nota de la reserva hecha por la delegación de Estados Unidos que opina que es preferible el método de la AOAC 15.133 (determinación directa).

68. Contenido de grasa de leche

- (a) Índice de Reichert (R), (b) Índice de Polenske (P)
(c) Índice de Kirschner (K)

El Comité tomó nota de que ambos métodos, el de la UIQPA y el de la AOAC son necesarios a causa de la índole extremadamente empírica de los métodos que dependen de variaciones regionales y refrendó los siguientes métodos:

para (a) y (b): el método UIQPA (1964) II.D.9 y los métodos AOAC (1965), 26.032 y 26.033

para (c): el BS 684: 1958, página 70

entendiendo que estos métodos pudieran ser sustituidos muy pronto por métodos de cromatografía gaseosa. El Comité estimó también que la determinación

del índice de ácido butílico es un procedimiento mejor para valorar el contenido de grasa de leche.

69. Vitamina A - El Comité refrendó el método AOAC (1965) 39.001-7, entiendo que los resultados deben expresarse en retinol (alcohol vitamina A) y en microgramos.
70. Vitamina D - El Comité refrendó el método AOAC (1965) 39.115-29.
71. Vitamina E - El Comité sancionó el método descrito en Analyst (1959), 84, 356.
72. Cloruro de sodio - El Comité refrendó el método de referencia FAO/OMS B.8 "Determinación del contenido de sal (cloruro de sodio) en la mantequilla" 1/ para la determinación del contenido en cloruro de sodio de la margarina y se mostró conforme en que se desarrolle un método potenciométrico para la determinación de contenidos de NaCl en la margarina inferiores a 1,0%.

73. Edulcorantes carbohidratados comestibles y proteínas comestibles
El Comité se mostró conforme con que se omitiera la referencia a los métodos propuestos por no ser específicos para la determinación de azúcares y proteínas comestibles en la margarina, y con que la falta de estos métodos no sería un obstáculo para el progreso de la norma.

ACEITE DE OLIVA EN EL TRAMITE 5

74. El representante del Consejo Oleícola Internacional (IOOC) informó al Comité de que su Organización, formada por los diez países principales productores de aceite de oliva, representa el 99,1% de las exportaciones mundiales de este producto. Explicó que la labor de investigación sobre métodos de análisis la efectúan en estrecha cooperación la UIQPA, la ISO y el IOOC; entre los métodos estudiados figura la cromatografía gaseosa y la espectrofotometría UV. Ambos métodos se consideran idóneos para el análisis de los aceites de oliva habiendo sido ensayados en colaboración por 23 laboratorios de diferentes países.

75. Composición de ácidos grasos - El Comité examinó la cuestión de la inclusión del método UIQPA II.D.19 (que ha de publicarse aún) de determinación de la composición de ácidos grasos del aceite de oliva por cromatografía gaseosa. El Comité, por no disponer del texto de este método, y en vista de que la norma del aceite de oliva está en el Trámite 5, resolvió aplazar la adopción del método para el aceite de oliva, pero haciendo constar que lo aceptaba en principio.

1/ Comité Mixto FAO/OMS de Expertos Gubernamentales sobre el Código de Principios referentes a la Leche y los Productos Lácteos, Informe del 10º período de sesiones (1967) (SP 10/105 - 100, Apéndice IV-D).

76. El Comité refrendó los siguientes métodos de análisis para aceites de oliva:

- | | |
|---|---|
| (a) Densidad relativa a 20°C | UIQPA (1954) p. 37 |
| (b) Índice de refracción a 20°C | UIQPA (1964) II.B.2 |
| (c) Índice de yodo (método de Wijs) | UIQPA (1964) II.D.7.3 |
| (d) Índice de saponificación | UIQPA (1964) II.D.2 |
| (e) Insaponificable | UIQPA (1964) II.D.5.2 |
| (f) Índice de Bellier |) Los métodos se describen
) en los correspondientes
) apéndices 2, 3, 4, 5, 6
) y 7 de CODEX/FATS and OILS/40 |
| (g) Reacción de aceites semisecantes | |
| (h) Reacción del aceite de oliva residual | |
| (i) Reacción del aceite de semilla de algodón | |
| (j) Reacción del aceite de té | |
| (k) Reacción del aceite de sésamo | |
| (l) Acidez: | |
| (m) Índice de peróxido | UIQPA (1964) II.D.1 |
| (n) Extinción específica en el ultravioleta | UIQPA (1964) II.D.13 |
| (o) Humedad y material volátil | El método se describe en el Apéndice 8 de CODEX/FATS and OILS/40 |
| (p) Impurezas insolubles | UIQPA (1964) II.C.1.1 |
| (q) Reacción de jabón | UIQPA (1964) II.C.2
El método se describe en el Apéndice 9 de CODEX/FATS and OILS/40 |

77. El Comité estimó también que la reacción del aceite de té tenía que ser perfeccionada para evitar posibles interferencias debidas a determinados aceites de oliva puros, por lo que recomendó al IOOC que realice un estudio de esta cuestión.

PARTE VI

METODOS DE ANALISIS PARA PRODUCTOS DE CACAO Y CHOCOLATE EN EL TRAMITE 4

78. El delegado de Canadá informó al Comité que, en su última reunión, el Comité del Codex sobre Productos del Cacao y Chocolate escogió y recomendó ciertos métodos analíticos. Estos métodos, que se mencionan en el informe de dicho Comité (ALINORM 69/10), deberán reproducirse e incluirse en el programa de la próxima reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras.

PARTE VII

METODOS DE ANALISIS PARA ZUMOS DE FRUTAS EN EL TRAMITE 5

79. El Grupo Mixto CEPE/Codex Alimentarius sobre Zumos de Frutas podrá examinar en su próximo período de sesiones una sinopsis de observaciones de gobiernos relativas a diversos métodos de análisis y luego escogerá los métodos que le parezcan apropiados. El Comité fue de la opinión de que, al escoger métodos analíticos para someterlos a la consideración del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras, el Grupo debiera tener en cuenta las Directrices y Principios Generales para el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras adoptados por este Comité (véase el Apéndice V).

PARTE VIII

PLANES PROPUESTOS DE TOMA DE MUESTRAS PARA EVALUAR LA CALIDAD DE FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS, EN EL TRAMITE 5

80. El Comité basó sus deliberaciones en el documento ALINORM 69/27 que contiene una versión revisada de los planes de toma de muestras debatidos en el quinto período de sesiones del Comité del Codex sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas. Se plantearon las siguientes cuestiones:

- (a) Se insistió en que, de acuerdo con la sección "Ambito" enmendada, los planes para la Toma de Muestras no son ya aplicables a los lotes destinados a la venta al por menor, ni a los factores que pudieran suponer un riesgo para la salud del consumidor.
- (b) El Comité acordó refrendar los Planes de Toma de Muestras para evaluar la calidad de frutas y hortalizas elaboradas, haciendo notar que se aplican únicamente a la evaluación de los factores de la calidad (principalmente defectos visibles) que se describen en las correspondientes normas.
- (c) El representante de la Organización Europea de Control de la Calidad (EOQC) expresó algunas dudas acerca de la validez de los planes de toma de muestras contenidos en el documento, porque, en su opinión, ya no se ajustan a nuevos principios aceptados internacionalmente para la elaboración de planes de toma de muestras por "inspección de atributos".
- (d) El Comité tuvo también a la vista el documento MA/68/6 que contiene las observaciones hechas por el gobierno japonés. Dicho documento se recibió con demasiado retraso para que lo hubiese podido estudiar el Comité, pero éste confiaba en que tales observaciones podrían ser examinadas más adelante.
- (e) Los representantes de la ISO y de la EOQC llamaron la atención acerca del hecho de que quedan aún por considerarse muchos otros aspectos de la toma de muestras, en particular los planes de muestreo estadístico que se necesitan para varios tipos de criterios y para varios tipos de productos.
- (f) El delegado del Reino Unido informó al Comité acerca de la labor que está desarrollando la ISO en el vasto campo de la toma de muestras, por medio de un grupo de trabajo, del TC 34. También mencionó los trabajos anteriores que la ISO había puesto a disposición de la Comisión del Codex Alimentarius en un documento (ALINORM 65/25 (1)) en que se exponen los procedimientos y principios de carácter general para la toma de muestras, así como la base matemática de aquéllos. Puso de relieve la necesidad de distinguir claramente la finalidad particular de una toma de muestras para la que hay que elaborar un procedimiento, y enumeró varias de estas fina-

lidades. El Comité se mostró unánime en destacar la importancia que concede a la elaboración de amplios planes y procedimientos para la toma de muestras y en subrayar lo urgente de esta tarea en conexión con la elaboración de las normas del Codex. El Comité quiso llamar la atención acerca de la importancia que atribuye a este tipo de actividades y pidió a la ISO que continúe sus trabajos en esta materia con la mayor celeridad posible.

- (g) El delegado del Canadá propuso que la Secretaría de la Comisión Mixta FAO/OMS del Codex Alimentarius facilitara los servicios de un consultor especializado en estas cuestiones, que se encargaría de recoger y valorar toda cuanta información pertinente existe relativa a la toma de muestras de alimentos, y de preparar documentos de trabajo para este Comité en un futuro próximo. Estos documentos deberían someterse también a la consideración del TC 34 de la ISO. El Comité se avino a pedir a la Secretaría que examine las posibilidades de llevar a la práctica esta propuesta y expresó también su agradecimiento a la ISO por su oferta de colaboración.

PROCEDIMIENTO TECNICO DE TOMA DE MUESTRAS DE ALIMENTOS EN EL TRAMITE 5

81. El Comité dispuso de los documentos ALINORM 68/23, Apéndice IX que contiene la versión revisada del proyecto de norma provisional para el Procedimiento Técnico de Toma de Muestras de Alimentos, que había sido remitido a los gobiernos para que formularan observaciones en el Trámite 3; CODEX/ANALYS/68/6-1 con las observaciones del gobierno de Estados Unidos acerca del documento anterior; MA/68/7 relativo a una nota de la Secretaría sobre la toma de muestras; y CODEX/ANALYS/68/18, que trata de las observaciones hechas por el gobierno de Argentina. El Comité se mostró conforme en adoptar el anterior Proyecto de Norma Provisional en el Trámite 4 del Procedimiento para la Elaboración de Normas del Codex Mundiales, con las enmiendas propuestas en las observaciones hechas por Estados Unidos, esto es en el párrafo 2.1.1 se suprimieron las palabras "jurado" y "o neutral", y en el párrafo 2.1.3 se cambió la redacción del pasaje correspondiente para que rezara: "firmado por un agente autorizado para la toma de muestras, y avalado por los testigos que estuvieren presentes, si fuera necesario". La versión enmendada de la norma se adjuntará a este Informe constituyendo el Apéndice VI.

82. Se discutió brevemente la cuestión suscitada en el documento MA/68/7 relativa al procedimiento técnico de toma de muestras de varios grupos de alimentos de consistencia parecida. Se estimó que podría resultar difícil resolver adecuadamente esta cuestión. No obstante, el Comité decidió someter la sección pertinente de la norma B-1, contenida en la Sexta Edición del Código de Principios referentes a la Leche y los Productos Lácteos y Normas Derivadas, a la consideración de los distintos comités de productos del Codex, para que vean si los procedimientos de tomas de muestras se podrían aplicar a sus respectivos productos. Las secciones pertinentes son

Norma No. B-1 (1966)

- Sección 3 : Toma de muestras de leche y de productos lácteos líquidos (excepto la leche evaporada y la leche condensada)

- Sección 4 : Toma de muestras de leche condensada y de leche evaporada
- Sección 5 : Toma de muestras de la leche en polvo y de los productos a base de la leche desecada
- Sección 6 : Toma de muestras de mantequilla
- Sección 7 : Toma de muestras de queso.

83. El Comité fue informado de que el Comité Internacional de Especificaciones Microbiológicas para los Alimentos, que es un comité permanente de la Asociación Internacional de Sociedades de Microbiología, se ocupa en la cuestión de la bacteriología de los alimentos y actualmente trabaja en los procedimientos y planes de toma de muestras para el examen bacteriológico. Quedó sobrentendido que todos estos métodos irían sustituyendo la correspondiente sección del proyecto de norma, a medida que estén listos.

PARTE IX

PLAN NORMALIZADO

84. La delegación del Reino Unido presentó el PLAN NORMALIZADO PARA UN METODO CODEX DE ANALISIS DE ALIMENTOS (revisado) y las NOTAS contenidas en el documento CODEX/ANALYS/68/8 preparadas por la delegación del Reino Unido a petición del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras. El delegado del Reino Unido llamó la atención del Comité acerca de varias cuestiones que habían sido incorporadas en el Plan, a saber: Sección 3, Ambito de aplicación, Sección 5, Principios de los métodos, Reacciones, Especificidad, Sección 10, Cálculo, Expresión e Interpretación de los resultados, con objeto de subrayar la importancia de las cuestiones pertinentes. Manifestó que en la preparación del documento se había aprovechado plenamente la revisión del proyecto ISO R 78, y que tanto el Comité técnico de la ISO TC 34 Productos Alimenticios Agrícolas, como el TC 47 "Química" habían expresado recientemente su satisfacción por este documento. Explicó que éste sería examinado a principios del próximo año por el Grupo de Trabajo ISO/TC 78, después de lo cual se esperaba que, en el plazo de un año, aproximadamente, se convirtiera en una Recomendación de la ISO.

85. El Comité examinó el plan y las notas sobre el empleo del Plan Normalizado y las diversas secciones, conviniendo en que se trataba de un documento de gran utilidad, por lo que decidió adoptarlo in toto y recomendar su uso a los distintos comités de productos; también resolvió invitar a los gobiernos a que formulen observaciones acerca del mismo con objeto de que se pueda revisar periódicamente su contenido. El Comité consideró que era deseable que se prepararan las versiones francesa y española del citado documento (véase Apéndice VII).

PARTE X

MÉTODOS PARA LA DETECCIÓN E IDENTIFICACION DE COLORES AÑADIDOS A LOS ALIMENTOS

86. El Comité debatió brevemente el documento de trabajo (CODEX/ANALYS/68/9) y el método general provisional de extracción e identificación de los colorantes sintéticos hidrosolubles para los alimentos (Apéndice I).

y resolvió remitirlo a los gobiernos para que éstos formulen observaciones en el Trámite 3. El delegado de los Países Bajos dijo que el Benelux había acordado adoptar un método similar y que se confiaba en que éste sería adoptado también en plazo breve por la Comunidad Económica Europea.

87. El Comité expresó su agradecimiento a la delegación del Reino Unido por la labor que había realizado y pidió que todo el material acerca de esta cuestión, unido a otras observaciones y comentarios, se remitiese, lo antes posible a la delegación del Reino Unido.

88. Por lo que se refiere a la lista de colores alimentarios que figura en el documento arriba citado, algunas delegaciones opinaron que tal lista debía reducirse a los colores permitidos que figuran en las Normas Codex y en una lista del Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios, en que se incluyen las categorías A, B, C I y CII (véase ALINORM 68/12, Apéndice XI). Se hizo mención de que, para fines de control, se necesitarán también métodos de detección de colorantes alimentarios prohibidos.

89. El Comité pidió a la Secretaría que prepare una lista de colores alimentarios que habrá de quedar en los proyectados centros internacionales de referencia o arbitraje.

PARTE XI

DIRECTRICES Y PRINCIPIOS GENERALES PARA EL COMITE DEL CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS

90. El Comité tuvo a la vista el documento MA/68/10, en el que se hace referencia a ciertas recomendaciones y decisiones del Comité Ejecutivo (ALINORM 69/3, párrafos 3-8). En el Informe del segundo período de sesiones de la Comisión del Codex Alimentarius (1964) figuran determinados principios para orientación del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras. El Comité Ejecutivo consideró anticuados algunos de estos principios y necesitados de revisión otros. La mayoría del Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras estimó que creía conveniente que hubiese un sólo método de arbitraje. Se indicó, no obstante, que esto podría tener consecuencias de carácter jurídico en algún caso, y que convenía dejar abierta la posibilidad de contar con otros métodos como convenido previamente. Algunas delegaciones opinaron que debiera añadirse una cláusula que autorizara el uso de métodos distintos de los de arbitraje, siempre que las partes interesadas así lo decidieran de mutuo acuerdo. En los casos en que las normas del Codex contengan parámetros numéricos basados en ciertos métodos, no será posible el empleo de otros métodos. El Comité se reafirmó en su decisión previa de que todo "método alternativo" deberá ser refrendado por el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras. Entre otros cambios hechos en el documento figura la reordenación de varios apartados de acuerdo con su importancia relativa y una calificación relativa al grado de exactitud que se necesita. La versión enmendada se adjunta a este Informe como Apéndice V.

91. El documento MA/68/10 contiene también algunas proposiciones más hechas por la Secretaría respecto del procedimiento, en cumplimiento de las decisiones tomadas por el Comité Ejecutivo en su 12^o período de sesiones. El Comité tomó nota de las decisiones relativas a los Métodos de análisis propuestos por los Comités de productos del Codex y los Métodos de análisis aplicables, en general, a cierto número de alimentos (véase ALINORM 69/3, párr. 4) y se mostró conforme con ellos.

92. Métodos de análisis de los aditivos alimentarios considerados en sí mismos (excluidos los plaguicidas) (véase ALINORM 69/3, párr.7)- El Comité se mostró conforme con este cambio de procedimiento, pero recomendó al propio tiempo que los métodos elaborados por el Comité Mixto FAO/OMS de Expertos en Aditivos Alimentarios no tuvieran que ser necesariamente sometidos al Procedimiento para la Elaboración de las Normas del Codex. Quedó entendido que el Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras continuará sus trabajos para la determinación de aditivos alimentarios en los alimentos.

93. El Comité se mostró de acuerdo con el cambio de procedimiento propuesto acerca de los métodos de análisis de los residuos de plaguicidas en los alimentos (véase ALINORM 69/3, párr. 8).

94. Métodos microbiológicos de análisis y toma de muestras (véase ALINORM 69/3, párr. 6) El Comité tomó nota de la recomendación del Comité Ejecutivo relativa a los métodos microbiológicos de análisis y toma de muestras e indicó que hay ciertos métodos de análisis de este tipo que debían remitirse al Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras, como son los métodos químicos para la determinación de las toxinas elaboradas por microorganismos, los métodos químicos y físicos para la identificación de ciertos microorganismos que no tienen demasiada importancia desde el punto de vista de la salud (por ejemplo, el método Howard de recuento de mohos), los métodos de ensayo biológicos para los criterios de composición (por ejemplo, contenido en vitaminas, pruebas enzimáticas), etc. El Comité convino en que pudiera haber otros aspectos donde sea inevitable que se produzcan duplicidades, y en que la recomendación antes mencionada deberá aclararse antes de que éste Comité se pueda pronunciar definitivamente acerca de la misma.

PARTE XII

PARTE GENERAL DE LA SECCION "METODOS DE ANALISIS" DEL CODEX ALIMENTARIUS

95. En vista de que no se había recibido ningún documento de trabajo relativo a este tema, se decidió aplazarlo hasta la próxima reunión.

LABOR FUTURA

96. El Comité dispuso de los documentos que se detallan a continuación, pero, por falta de tiempo, sólo pudo examinarlos brevemente.

- MA/68/2 : Uniformidad de los métodos de análisis organolépticos
- CODEX/ANALYS/68/12: Análisis enzimático de azúcares en la miel
- CODEX/ANALYS/68/13: Determinación espectrofotométrica del contenido de hidroximetilfurfural de la miel

- MA/68/11: Métodos de análisis de sustancias de conservación en los alimentos
- MA/68/13: Métodos de análisis remitidos a diversos comités de productos del Codex (Manual de Inspección de Alimentos Congelados Rápidamente)

Se convino, en general, en que estos temas se volverán a considerar en el próximo período de sesiones. Por lo que respecta al examen microscópico de la miel (análisis del polen) (CODEX/ANALYS/68/10) y a la determinación de azúcares en la miel por cromatografía gas-líquido (CODEX/ANALYS/68/11), el Comité observó que estos métodos pudieran no ser necesarios por el momento para la norma para la miel. No obstante, el Comité se mostró conforme con que los métodos anteriores son bastante importantes para la norma relativa a la miel y que podrían incluirse en ella una vez juzgado el mérito del análisis del polen y descrito debidamente el procedimiento del método cromatográfico gas-líquido. El Comité acordó que estos dos métodos se enviaran a los gobiernos para que éstos hagan las observaciones que estimen oportunas.

97. Siguiendo el procedimiento establecido, los documentos CODEX/ANALYS/68/15 "Determinación del contenido de sólidos insolubles en el alcohol de los guisantes rápidamente congelados" y CODEX/ANALYS/68/14, "Determinación del peso neto de las frutas y hortalizas congeladas", serán remitidos a los gobiernos para que formulen observaciones.

98. El delegado de Argentina expresó las reservas de su país en relación con las decisiones de este Comité que no están de acuerdo con las observaciones formuladas por la República Argentina en el documento CODEX/ANALYS/68/18.

OTROS ASUNTOS

99. Se propuso que la Comisión del Codex Alimentarius cree un pequeño grupo de trabajo con la misión de estudiar un plan para la numeración y clasificación uniformes de todos los documentos del Codex. El Comité aceptó esta propuesta.

FECHA DEL PROXIMO PERIODO DE SESIONES

100. El presidente declaró que el próximo período de sesiones se celebrará en el mes de octubre de 1969. El delegado de los Estados Unidos indicó que la Conferencia anual de la AOAC tendrá lugar del 13 al 18 de octubre de 1969, y el presidente prometió tener en cuenta esta circunstancia. Una delegación propuso que en vista de lo recargado que estaba el programa del próximo período de sesiones del Comité se estudiara la conveniencia de ampliar tal período a 10 días.

ALNORM 69/23

APENDICE I

LISTA DE PARTICIPANTES

Canada

Dr. J.P. Barrette

Plant Products Division,
Department of Agriculture,
Ottawa, Ont.

Dr. D.M. Smith

Office for International Standards,
Bureau of Food Advisory Services,
Food and Drug Directorate, Dept.
of National Health and Welfare,
Ottawa, Ont.

Checoslovaquia

Prof. Dr. O. Janíček

Vicepresident of the Centre of
the Agriculture and Food Research,
Technical University of Chemistry,
U sovétské školy 5,
Praha 4

Alemania, Rep. Fed.

x) Dr. R. Neussel, Frau

Regierungsdirektorin im Bundes-
ministerium für Gesundheitswesen.
532 Bad Godesberg,
Deutschherrenstr. 87

Dr. N. Antonacopoulos

Bundesforschungsanstalt für
Fischerei Hamburg,
2 Hamburg 50
Palmaille 9

Dr. M. Depner

Regierungschemiedirektor des
Staatlichen Chemischen Untersu-
chungsamtes Wiesbaden,
62 Wiesbaden
Hasengartenstr. 24

Dr. F. Krusen

Regierungsdirektor im Bundes-
ministerium für Ernährung, Land-
wirtschaft und Forsten,
53 Bonn

Dr. H. Lange

Bundesverband Süßwarenindustrie
6235 Okriftel/Main
Hattersheimer Str. 100

Dr. P. Vogel

Bund für Lebensmittelrecht und
Lebensmittelkunde,
419 Kleve
Flandrische Str. 16

Dr. G. Vorwohl

Landesanstalt für Bienenkunde,
7 Stuttgart-Hohenheim
Emil-Wolff-Str. 60

Dr. H. Wessels

Bundesanstalt für Fettforschung,
44 Münster (Westf.)
Piusallee 76

Francia

S. Rochize, Mme. (13-15 Nov. 68)

Ministère de l'Agriculture,
Service de la Repression des
Fraudes et du Contrôle de la
Qualité
42 bis rue de Bourgogne,
Paris (7^e)

Irlanda

Dr. P.P. Donovan

Public Analyst,
Dept. of Health, Dublin,
Galway Region

Países Bajos

x) Dr. P.L. Schuller

Head Laboratory Chemical Food
Analysis,
Institute of Public Health
Sterrenbos 1,
Utrecht

Dr. J.G. van Ginkel

see: ISO/IDF

Dr. P.W.M. van der Weijden

Unilever
's Jacobsplein 1,
Rotterdam

Noruega

Prof. St. Hauge

Institutt for næringsmiddelhygiene,
Oslo 4

Portugal

I.C. Netto

Agricultural Engineer,
Director do Laboratório Central
de Normalização e Fiscalização de
Produtos
Rua do Cais de Santarém, 15
Lisboa

Dr^a. M.E. da Silva Graça

Chefe do Laboratório de Higiene
da Alimentação e Bromatologia do
Instituto Superior de Higiene
Dr. Ricardo Jorge,
Campo dos Martires da Pátria, 91
Lisboa

España

J. Carballo Caabeiro

Ingeniero Agronomo,
Subcomisión de Expertos para la
redacción del Código Alimentario
Español, Madrid

Dr. J. Gracian Tous

Chef du Departement d'Analyse,
Institut des Matières Grasses,
Sevilla

Suecia

Dr. H. Guthenberg

Head Section for chemical analyses
of foods, Dpt. of Food Hygiene,
National Institute of Public Health,
104 01 Stockholm 60

Suisa

x) Prof. Dr. O. Högl

Präsident des Schweiz. Codex-
Komitees Codex Alimentarius
3000 Bern, Taubenstraße 18

Dr. A. Maurizio, Frau

3097 Liebefeld-Bern,
Rosenweg 9

Dr. J.C. de Man

Head Control Laboratory
AFICO, S.A.
1814 La Tour-de-Peilz

Dr. O. Schetty (13.+14.11.68)

Chocolat Suchard SA,
2003 Neuchâtel-Serrières

Reino Unido

x) H.M. Goodall

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

T.J. Coomes

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

Dr. H. Egan

Senior Superintendent,
Environmental Chemistry Group,
Laboratory of the Government
Chemist,
Cornwall House, Stamford Street,
London, S.E. 1

Dr. P.C. Young

Divisional Chief Technical Officer
British Standards Institution,
British Standards House,
London, W. 1

Estados Unidos de América

x) Dr. W. Horwitz

Assistant Director
Bureau of Science
Food and Drug Administration
Washington, D.C. 20204

R. Farrow

National Canner's Association
1133 20th Street, N.W.,
Washington, D.C. 20036

J.J. Mertens

Director Overseas Department,
National Canners Association,
32, Oudaan,
Antwerpen - 1

Yugoslavia

Prof. Dr. B. Vajic

Delegate of the
Federal Council of Health ,
Miramarska 13 c,
Zagreb

Association of Official
Agricultural Chemists
(AOAC)

Dr. W. Horwitz

Executive Director,
Association of Official Analytical
Chemists,
Washington DC 20044

Dr. D.M. Smith

see: Canada

International Federation
of Beekeeper's Associations
(APIMONDIA)

Dr. J. Pourtallier

Chef de Service Chimie
Laboratoire de Recherches
Veterinaires,
63, Av. des Arènes,
Nice, A.M. France

Dr. H. Duisberg

Leiter des Instituts für Honig-
forschung,
28 Bremen, Stresemannstr. 35

Commission of European
Communities
(EEC)

P. Bourgeois

Direction Générale de l'Agricul-
ture,
125, rue Stevin,
Bruxelles 4

European Organization for
Quality Control
(EOQC)

H. Schäfer

54 Koblenz/Rh.

Fédération Européenne des
Importateurs de Fruits Secs,
Conserves, Epices et Miel
(FRUCOM)

J.J. Mertens

Vice-President,
Fédération Européenne des
Importateurs de Fruits Secs,
Conserves, Epices et Miel
Ste Amelbergalei 30,
Schoten (Belgium)

International Commission for
Uniform Methods of Sugar
Analysis
(ICUMSA)

D. Hibbert

British Sugar Corporation Ltd.
Central Laboratory
P.O. Box 35, Wharf Road,
Peterborough, U.K.

International Federation of
Glucose Industries
(IFGI)

Dr. C. Nieman

International Federation of
Glucose Industries,
Joh. Verhulststraat 172,
Amsterdam (Oud-Zuid)

International Olive Oil Council
(IOOC)

Dr. E.M. Rascovich

Chief of the Technical Services
Department,
International Olive Oil Council,
10 Juan Bravo;
Madrid

Dr. J.-P. Wolff

Directeur de l'"Ecole Supérieure
d'Application des Corps Gras"
Paris

International Organization for
Standardization
(ISO)

Dr. U. Haevecker

Fachnormenausschuß Landwirtschaft
im Deutschen Normenausschuß,
Berlin 30, Burggrafenstr. 7

Dr. W. Pöler

dto.

ISO and International Dairy
Federation
(ISO/IDF)

Dr. J.G. van Ginkel

Director,
Government Dairy Station
(Rijkszuivelstation)
Vreewijkstraat 12B
Leiden

International Union of
Biological Sciences
(IUBS)

Dr. A. Maurizio, Frau

Presidentin,
see: Switzerland

Nordisk Metodikkomité for
Levnedsmidler
(NEKL)

Dr. H. Guthenberg

see: Sweden

Office International du
Cacao et du Chocolat
(OICC)

Dr. G.F. Schubiger

Präsident der Expertenkommission
des OICC,
AFICO S.A.
1814 La Tour-de-Peilz

Food and Agriculture Organization
of the United Nations
(FAO)

Dr. C. Jardin

Food Standards Officer
FAO/WHO Food Standards Programme
FAO
Rome

H.P. Mollenhauer

Chief, Food Standards, Additives
and Regulations Section,
Nutrition Division
FAO
Rome

Dr. F. Winkelmann

Dairy Officer (Standards)
FAO
Rome

Secretaría

Dr. W. Krönert

Wissenschaftlicher Oberrat
im Bundesgesundheitsamt,
1 Berlin 33, Postfach

x) = Jefe de delegación

DOCUMENTOS Y BIBLIOGRAFIA

SOBRE

METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS

<u>Documento</u>	<u>Tema del programa</u>	<u>Materia</u>	<u>Idioma (*)</u>
ALINORM 68/23	todos	Informe del tercer período de sesiones del Comité del Codex sobre métodos de análisis y toma de muestras	I,F,E
MA/68/1	11 (a)	Parte general de la sección "métodos de análisis" del Codex Alimentarius (Propuesta de Polonia)	I,F,E
MA/68/2	12 (a)	Unificación de los métodos de análisis sensorial (Propuesta de Polonia)	I,F,E
EXEC/68.2/2	4	Proyecto de norma provisional para la miel	I
MA/68/3	4 (a)	Comentarios a la sección "métodos de análisis" del proyecto de norma provisional para la miel	I,F
MA/68/3, Addendum 1	4 (a)	Comentarios de los Países Bajos	I,F
MA/68/3, Addendum 2	4 (a)	Comentarios de Hungría	I,F
MA/68/3, Addendum 2 - CORRECCION *)	4 (a)	CORRECCION a MA/68/3 - Addendum 2	I
CODEX/EURO/68/2,	4	Nuevos comentarios al proyecto de norma provisional para la miel	I
CODEX/EURO/68/2, Addendum 1	4	Comentarios de los Países Bajos	I,F
CODEX/EURO/68/2, Addendum	4	Comentarios de Australia	I,F

(*) I = Inglés
 F = Francés
 E = Español
 A = Alemán

<u>Documento</u>	<u>Tema del programa</u>	<u>Materia</u>	<u>Idioma</u>
MA/68/4	6 (a)	Métodos de análisis para frutas y hortalizas elaboradas, Nota de la Secretaría de la FAO	I,F
MA/68/4, Apéndices IV, V y VI	6 (a)	Métodos Oficiales de Análisis, A.O.A.C.	I
MA/68/5	6 (b)	Ensayo de veta dura	I,F
MA/68/6	6 (a)	Planes propuestos para tomas de muestras para evaluar la calidad de frutas y hortalizas elaboradas	I,F
ALINORM 69/27	8 (a)	Planes para toma de muestras de frutas y hortalizas elaboradas (Proyecto revisado de norma preparado por los EE.UU.)	I
MA/68/7	8 (d)	Nota de la Secretaría sobre toma de muestras	I,F
MA/68/8	10 (a)	Métodos de análisis en las normas del Codex que se presentarán a la Comisión del Codex Alimentarius en el trámite 5	I,F
MA/68/9	10 (c)	Determinación de TMA, TMAO y TVBN en los músculos del pescado. (Nota de la Secretaría)	I,F
MA/68/10	11 (b)	Directrices y principios generales para la implantación de métodos de análisis del Codex	I,F
MA/68/11	12 (f)	Métodos de análisis para sustancias conservadoras	I,F
MA/68/12	12 (g)	Métodos de análisis para antioxidantes	I,F
MA/68/13	12 (h)	Métodos de análisis remitidos por los Comités del Codex sobre productos	I,F
MA/68/14	5	Métodos de análisis para azúcares	I
MA/68/14-Corr	5	Corrigendum	I

<u>Documento</u>	<u>Tema del programa</u>	<u>Materia</u>	<u>Idioma</u>
ALINORM 69/21	5	Informe del 5 ^o período de sesiones del Comité del Codex sobre azúcares, 10-12 septiembre 1968	I,F,E
CODEX/ANALYS/68/1		Programa provisional	I
CODEX/ANALYS/68/2-1	5 (a)	Comentarios de los EE.UU. a los métodos de análisis para azúcares	I,F
CODEX/ANALYS/68/2-2	5 (a)+(b)	Comentarios de los Países Bajos y Suecia a los métodos propuestos de análisis para azúcares	I
CODEX/ANALYS/68/3-1	5 (b)	Comentarios de los EE.UU. a los métodos de análisis para azúcares blancos	I,F
CODEX/ANALYS/68/3-2	5 (b)	Comentarios de Cuba	I,F,E
CODEX/ANALYS/68/4-1	6	Comentarios de los EE.UU. a los métodos de análisis para frutas y hortalizas elaboradas	I,F
CODEX/ANALYS/68/5-1	7	Comentarios de los EE.UU. a los métodos de análisis para aceites comestibles	I,F
CODEX/ANALYS/68/5-2	7	Comentarios de los Países Bajos	I,F
CODEX/ANALYS/68/5-3	7	Comentarios de Suecia	I
CODEX/FATS AND OILS/40	7	Métodos de análisis, presentados por el Comité del Codex sobre grasas y aceites (1967)	I
CODEX/FATS AND OILS/*) INFORME V	7	Informe del 5 ^o período de sesiones del Comité del Codex sobre grasas y aceites, 16 - 20 septiembre 1968	I,F
CODEX/ANALYS/68/6-1	8 (b)	Comentarios de los EE.UU. al proyecto de norma provisional para el procedimiento técnico de toma de muestras de alimentos	I,F
File Code : 120-A-1 *)	8 (b)	Procedimientos de toma de muestras - Instrucciones generales para uso de los inspectores de alimentos elaborados del Ministerio de Agricultura de los EE.UU., octubre 1960, Ministerio de Agricultura de los EE.UU., Washington, D.C.	I

<u>Documento</u>	<u>Tema del programa</u>	<u>Materia</u>	<u>Idioma</u>
CODEX/ANALYS/68/7	8 (c)	Nota sobre toma de muestras preparada por la Delegación de Canadá	I,F
CODEX/ANALYS/68/8	9	Notas explicativas al esquema tipo para un método normalizado de análisis de alimentos, preparados por la Delegación del Reino Unido	I,F
CODEX/ANALYS/68/9	10 (b)	Métodos para la detección e identificación de colores añadidos a los alimentos, presentados por la Delegación del Reino Unido	I,F
CODEX/ANALYS/68/10	12 (b)	Análisis microscópico de la miel, preparado por la Comisión Internacional de Botánica Apícola (U.I.S.B.)	I,F,A
CODEX/ANALYS/68/10	12 (c)	Comentarios a los métodos químicos para la evaluación de los azúcares de la miel, presentados por APIMONDIA	I,F
CODEX/ANALYS/68/13	12 (e)	Determinación espectrofotométrica, con rayos ultravioletas, del hidroximetilfurfural de la miel, presentado por la Delegación de los Países Bajos	I,F
CODEX/ANALYS/68/14*)	12 (h)	Determinación del peso neto de frutas y hortalizas congeladas, presentado por la Delegación de los EE.UU.	I
CODEX/ANALYS/68/15*)	12 (h)	Determinación del contenido de sólidos insolubles en alcohol en los guisantes congelados rápidamente, presentado por la Delegación de los EE.UU.	I
AGRI/WP.1/523	12 (h)	Manual de Inspección para alimentos congelados rápidamente (profundamente), propuesto por los EE.UU.	I

<u>Documento</u>	<u>Tema del programa</u>	<u>Materia</u>	<u>Idioma</u>
CODEX/ANALYS/68/16*)	4 (a)	Tabla para la evaluación del contenido de humedad, propuesta por el Programa de Normas Alimentarias de la FAO, Roma, a propósito del proyecto de norma provisional para la miel, Doc. EXEC./68.2/2 par. 6.3	I
CODEX/ANALYS/68/17*)	4 (a)	Extracto de los comentarios hechos por el Ministerio de Agricultura de Nueva Zelandia al Doc. EXEC/68.2/2	I
CODEX/ANALYS/68-Doc.*)		Lista de documentos	I
CODEX/ANALYS/68/18*)	varios	Observaciones de la Argentina sobre varios temas	F
CODEX/ANALYS/68/19*)	7	Comentarios de la República Federal de Alemania a los métodos de análisis para aceites comestibles	I
MA/68/3-Addendum 3 *)	4 (a)	Comentarios de Nueva Zelandia a la sección "métodos de análisis" del proyecto de norma provisional para la miel	I
MA/68/6 Sinopsis *) Addendum	8 (a)	Comentarios del Japón al proyecto de planes de toma de muestras para frutas y hortalizas elaboradas	I
MA/68/14 Addendum 1 *)	5	Métodos de análisis para azúcares	I
Extracto de ALINORM/69/21 *)	5	Extracto del Informe del 5º periodo de sesiones del Comité del Codex sobre azúcares	I
sin número de referencia	4	Reelaboración de la sección 6.1 del proyecto de norma provisional para la miel, presentada por el Reino Unido, versión corregida, aceptada por el Comité Coordinador	I

*) Distribuido durante el período de sesiones

BIBLIOGRAFIA A LA QUE SE REMITE EN LOS DOCUMENTOS CITADOS

1. General

- Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists (9ª edición 1960 y 10ª edición 1965), A.O.A.C., P.O.B. 540, Benjamin Franklin Station, Washington 4, D.C.
- Journal of the Association of Official Analytical Chemists (J.A.O.A.C.) (Baltimore)
- Draft ISO recommendations (Nos. 904, 123, 1224, 1226)
Dirección : 1, rue de Varembe, 1211, Genève, 20 Suiza

2. Azúcares

COMISION INTERNACIONAL PARA METODOS UNIFORMES DE ANALISIS PARA AZUCARES (I.C.U.M.S.A.)

- Informe del 12º período de sesiones, celebrado en el National Bureau of Standards y en el hotel Soreham, Washington D.C., del 2 al 6 de junio de 1958.

Dirección de I.C.U.M.S.A. : 23, Avenue d'Iena, Paris 16ème, Francia

COMISION INTERNACIONAL PARA METODOS UNIFORMES DE ANALISIS PARA AZUCARES (I.C.U.M.S.A.)

- Informe del 13º período de sesiones, celebrado en la Universidad de Hamburgo y en el hotel Atlantic, Hamburgo, Alemania, del 26 al 31 de agosto de 1962.

COMISION INTERNACIONAL PARA METODOS UNIFORMES DE ANALISIS PARA AZUCARES (I.C.U.M.S.A.)

- ICUMSA Methods of sugar analysis, H.C.S. De Whalley, Amsterdam. Elsevier 1964.
- MONIER WILLIAMS : Reports on Public Health and Mod., Subject N° 43 (Londres, Ministerio de Sanidad, 1927) (SO₂), y Analyst (Cambrige, Inglaterra) 1927, 52, 343, 415.
- Angewandte Chemie (Weinheim, Alemania), 1935 (Pérdidas por desecación).
- International Sugar Journal (Londres) 1965 (SO₂).
- U.S. Pharmacopoeia, 17ª rev. (Nueva York), 1965 (Pérdida por desecación) pp. 336, 909 y 924.
- C.I.R.F. Standard Analytical Methods of the Member Companies of the Corn Industries Research Foundation Inc., preparados por el Subcomité de procedimiento analíticos del Comité Técnico Asesor, 1ª edición - 1001, Connecticut Ave., Washington 6, D.C. Método E. 42 (Sólidos totales en jarabes), 1962.

3. Aceites

- I.U.P.A.C. Analysis of oils and fats, 4^a edición, 1954.
Société d'Édition d'Enseignement Supérieur, 5, Place de la Sorbonne, Paris (5^{ème}).
- Standard Methods of the Oils and Fats Section of the I.U.P.A.C., 5^a edición, con un primer suplemento puesto al día al 1965, Butterworths, Londres, 1966.
- Suplemento de 1966 a la obra citada.
- British Standard 684 : 1958 (UDC 665.014: 543)
Methods of Analysis of Oils and Fats, British Standards House, 2, Park St., Londres, W.1.
- Analyst (Cambridge, Inglaterra), 1959 (vitamina E).
- American Oil Chemist Society (A.O.C.S.): Official and tentative methods of the American oil chemists society, 2^a edición, Chicago Ill., 1957, con adiciones y revisiones a la edición de 1947. Encargado de la redacción de los Métodos Analíticos de 1943 a 1950: V.C. Mehlenbacher; de 1950 a 1958: T.H. Hopper; a partir de 1958: E.M. Sallee.

4. Procedimiento técnico de toma de muestras de alimentos

- Programa mixto FAO/OMS de normas alimentarias

Código de Principios referentes a la leche y los productos lácteos y normas derivadas (Sexta edición), FAO/OMS Roma, 1968

Norma No B-1 (1966)

Sección 3 : Toma de muestras de leche y productos lácteos líquidos (exceptuada la leche evaporada y la leche condensada edulcorada)

Sección 4 : Toma de muestras de leche condensada y evaporada

Sección 5 : Toma de muestras de leche en polvo y productos derivados

Sección 6 : Toma de muestras de mantequilla

Sección 7 : Toma de muestras de queso

METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS

PARA LA MIEL

7.1.2.3 Solución de azul de metileno

Disolver 2 g en agua destilada y diluir hasta obtener un litro.

7.1.2.4 Crema de alúmina

Preparar una solución fría saturada de alumbre ($K_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3 \cdot 24 H_2O$) en agua.

Añadir hidróxido amónico removiendo constantemente hasta obtener una solución alcalina que reaccione con tornasol, dejar que el precipitado sedimente y lavar por decantación, con agua, hasta que el agua procedente de los lavados, tratada con solución de cloruro de bario, muestre sólo ligeros indicios de sulfato. Eliminar el agua sobrante y conservar la crema restante en una botella cerrada.

7.1.3 Toma de muestras

7.1.3.1 Miel líquida o colada

Si la muestra está libre de gránulos, mezclar perfectamente, removiendo o agitando; si tiene gránulos, colocar el envase cerrado en un baño de María, sin sumergirlo, y calentar durante 30 minutos a 60°C; luego, si es necesario, hacer llegar la temperatura a 65°C, hasta que la miel se licúe. Es esencial agitar de vez en cuando. Tan pronto como la muestra se licúe, mezclar perfectamente y enfriar rápidamente. Cuando lo que se desea determinar es el hidroximetilfurfural o la diastasa, no se debe calentar la miel. Si está presente alguna sustancia extraña, como cera, palillos, abejas, partículas de panal, etc., calentar la muestra en un baño de María hasta 40°C y colar a través de una estopilla colocada en un embudo de agua caliente.

7.1.3.2 Miel en panales

Cortar la parte superior del panal, si está operculado, y separar completamente la miel del panal, colándola a través de un tamiz $\overline{N^{\circ} 40}$. Si algunas porciones de panal o de cera pasan a través del tamiz, calentar la muestra como se indica en 7.1.3.1 y colar a través de una estopilla. Si la miel en el panal está granulada, calentar hasta que la cera se licúe, remover, enfriar y separar la cera.

7.1.4 Procedimiento

7.1.4.1 Preparación de la muestra de ensayo - Primer procedimiento (aplicable a mieles que pueden contener sedimento)

PROYECTO DE NORMA PROVISIONAL PARA LA MIEL

MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

7.1 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE AZUCAR REDUCTOR

7.1.1 Principio del método

El método es una modificación del procedimiento de Lane y Eynon (1923) y consiste en reducir la modificación de Soxhlet de la solución de Fehling titulándola, en punto de ebullición, con una solución de los azúcares reductores de la miel, utilizando azul de metileno como indicador interno. Para garantizar la máxima exactitud en este tipo de determinación, es preciso que durante el proceso de normalización y en la determinación de los azúcares reductores de la miel, la reducción de la solución de Fehling se realice a volumen constante. Para ello es esencial proceder a una titulación preliminar para determinar el volumen de agua que es preciso añadir antes de realizar las determinaciones, para cumplir con ese requisito.

7.1.2 Reactivos

7.1.2.1 Modificación de Soxhlet de la solución de Fehling

Solución A : Disolver 69,28 g de pentahidrato de sulfato cúprico ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; PM: 249,71) en agua destilada, hasta obtener un litro de solución. Conservar durante un día antes de proceder a la titulación.

Solución B : Disolver 346 g de tartrato sódico-potasio ($\text{C}_4\text{H}_4 \text{K Na O}_6 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$; PM: 282,23) y 100 g de hidróxido de sodio (NaOH) en agua destilada, hasta obtener un litro. Pasar a través de un filtro preparado de asbesto.

7.1.2.2 Solución patrón de azúcar invertido (10g/l ag.)

Pesar cuidadosamente 9,5 g de sacarosa pura, añadir 5 ml de ácido clorhídrico (HCl puro al 36,5% p/p aproximadamente) y disolver en agua hasta obtener unos 100 ml; conservar esta solución acidificada durante varios días a temperatura ambiente (unos 7 días entre 12° y 15° C ó 3 días entre 20° y 25° C) y diluir después hasta obtener un litro. (N.B. El azúcar invertido acidificado al 1,0% permanece estable durante varios meses). Neutralizar un volumen apropiado de esta solución con hidróxido de sodio 1N (40g/l) inmediatamente antes de utilizarla y diluir hasta obtener la concentración necesaria (2g/l) para la normalización.

- (a) Tomar una muestra de 25 g, exactamente pesados, de miel homogeneizada y colocarla en un matraz aforado de 100 ml; añadir 5 ml de crema de alúmina (7.1.2.4), diluir en agua hasta volumen y filtrar.
- (b) Diluir 10 ml de esta solución en agua, hasta obtener 500 ml (solución diluida de miel).

O BIEN

7.1.4.2 Preparación de la muestra de ensayo - Segundo procedimiento

- (a) Pesar cuidadosamente una cantidad representativa (unos 2 g) de la muestra de miel homogeneizada, disolver en agua destilada y diluir en un matraz graduado hasta obtener 200 ml de solución (solución de miel).
- (b) Diluir 50 ml de la solución de miel en agua destilada hasta obtener 100 ml (solución diluida de miel).

7.1.4.3 Normalización de la solución de Fehling modificada

Normalizar la solución A modificada de Fehling, de forma que 5 ml exactamente (travésese con pipeta), mezclados con 5 ml aproximadamente de la solución B de Fehling, reaccionen completamente con 0,050 g de azúcar invertido añadido en forma de 25 ml de solución diluida de azúcar invertido (2g/l).

7.1.4.4 Titulación preliminar

Al final de la titulación de reducción, el volumen total de los reactivos añadidos debe ser 35 ml. Esto se consigue añadiendo el volumen adecuado de agua antes de comenzar la titulación. Puesto que en los criterios de composición de la norma para la miel se especifica que ésta debe contener más de un 60% de azúcares reductores (calculados como azúcar invertido), es necesaria una titulación preliminar para determinar el volumen de agua que es preciso añadir a una muestra dada para asegurar que la reducción se realice a volumen constante. Para calcular el volumen de agua que es preciso añadir se resta de 25 ml el volumen de solución diluida de miel que se ha consumido en la titulación preliminar (x ml).

Vertir con una pipeta 5 ml de solución A de Fehling en un matraz Erlenmeyer de 250 ml y añadir aproximadamente 5 ml de solución B de Fehling. Añadir 7 ml de agua destilada, un poco de pómez en polvo, u otro agente amortiguador adecuado, y echar, con una bureta, unos 15 ml de solución diluida de miel. Calentar la mezcla fría sobre una tela metálica hasta ebullición y mantener en ebullición moderada durante 2 minutos.

Añadir 1 ml de solución acuosa de azul de metileno al 0,2%, sin interrumpir la ebullición, y completar la titulación, sin que el tiempo total de ebullición pase de 3 minutos, con pequeñas adiciones repetidas de solución diluida de miel, hasta que el indicador pierda el color. Lo que hay que observar es el color del líquido que permanece en la parte superior. Tomar nota del volumen total de solución diluida de miel (x ml) que se ha utilizado.

7.1.4.5 Determinación

Calcular el total de agua que es necesario añadir para que al final de la titulación el volumen total de los reactivos sea de 35 ml. Para ello, restar de 25 ml la titulación preliminar (x ml).

Vertir con una pipeta 5 ml de solución A de Fehling en un matraz Erlenmeyer de 250 ml y añadir aproximadamente 5 ml de solución B de Fehling.

Añadir (25-x) ml de agua destilada, un poco de pómez en polvo u otro agente amortiguador adecuado, y, con una pipeta, todo el volumen, menos 1,5 ml, de solución diluida de miel que ha sido necesario en la titulación preliminar. Calentar la mezcla fría sobre una tela metálica hasta ebullición y mantener en ebullición moderada durante 2 minutos. Añadir 1,0 ml de solución de azul de metileno al 0,2%, sin interrumpir la ebullición, y completar la titulación, sin que el tiempo total de ebullición pase de 3 minutos, con pequeñas adiciones repetidas de solución diluida de miel, hasta que el indicador pierda el color. Tomar nota del volumen total de solución diluida de miel (y ml). La diferencia entre las titulaciones no debe ser superior a 0,1 ml.

7.1.5 Expresión y cálculo de los resultados

$$C = \frac{2000}{P \cdot Y}$$

donde : C = g de azúcar invertido por 100 g de miel (%)

P = peso de la muestra de miel utilizada (g)

e Y = volumen de solución diluida de miel consumido durante la determinación (ml)

7.1.6 Notas acerca del procedimiento

Para la exactitud y reiterabilidad de la determinación es esencial establecer para cada muestra concreta cuál es el volumen de agua necesario para obtener un volumen total de mezcla reactiva de 35 ml. El cuadro siguiente presenta algunos volúmenes típicos que es posible encontrar en la titulación preliminar para los contenidos de azúcar invertido, indicados, suponiendo que se emplea una muestra de ensayo de 25 g (7.1.4.1) ó de 2 g (7.1.4.2).

Contenido de azúcar invertido %	Volumen de agua destilada que ha de anadirse ml
60	8.3
65	9.6
70	10.7
75	11.6

7.2 DETERMINACION DEL CONTENIDO APARENTE DE SACAROSA

7.2.1 Principios del método

Se basa en el método de inversión de Walker (1917).

7.2.2 Reactivos

7.2.2.1 Modificación de Soxhlet de la solución de Fehling (7.1.2.1)

7.2.2.2 Solución patrón de azúcar invertido (7.1.2.2.)

7.2.2.3 Acido clorhídrico (6,34 N)

7.2.2.4 Solución de hidróxido de sodio (acuosa 5 N)

7.2.2.5 Solución de azul de metileno 2g/1 litro (7.1.2.3)

7.2.3 Toma de muestras

La miel se prepara para la toma de muestras como en 7.1.3.

7.2.4 Procedimiento

7.2.4.1 Preparación de la muestra de ensayo

Preparar la muestra de miel como en 7.1.4.1 (a). Diluir 10 ml de esta solución en agua destilada hasta obtener 250 ml de solución de miel (para la determinación de la sacarosa), O BIEN preparar la solución de miel como en 7.1.4.2 (a).

7.2.4.2 Hidrólisis de la muestra de ensayo

Poner la solución de miel (50 ml) en un matraz graduado de 100 ml, juntamente con 25 ml de agua destilada; calentar la muestra de ensayo hasta 65°C en un baño de María hirviente. Retirar el matraz del baño de María y añadir 10 ml de ácido clorhídrico 6,34 N. Dejar que la solución se enfríe hasta la temperatura ambiente y neutralizar con hidróxido de sodio 5 N, utilizando tornasol como indicador. Enfriar de nuevo y completar el volumen hasta 100 ml (solución diluida de miel).

7.2.4.3 Titulación

Como en 7.1.4.4.

7.2.5 Expresión y cálculo de los resultados

Contenido aparente de sacarosa = (Contenido de azúcar invertido después de la inversión menos contenido de azúcar invertido antes de la inversión) x 0,95

El resultado se expresa en g de sacarosa aparente por 100 g de miel.

7.3 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE HUMEDAD

7.3.1 Principio del método

Se basa en el método refractométrico de Wedmore (1955).

7.3.2 Aparatos

Refractómetro

7.3.3 Toma de muestras

La miel se prepara para la toma de muestras como 7.1.3.

7.3.4 Procedimiento

Determinación del índice de refracción

Determinar el índice de refracción de la muestra de ensayo utilizando un refractómetro a temperatura constante, próxima a los 20°C. Convertir la lectura en contenido de humedad (% m/m) utilizando la tabla siguiente. Si la determinación se hace a temperatura diversa de 20°C, convertir la temperatura en temperatura patrón de 20°C, utilizando las correcciones de temperatura indicadas más abajo. En el informe sobre el ensayo debe especificarse el método empleado.

TABLA PARA LA DETERMINACION DEL CONTENIDO DE HUMEDAD
(Wedmore 1955)

Indice de refracción (20°C)	Contenido de humedad (%)	Indice de refracción (20°C)	Contenido de humedad (%)	Indice de refracción (20°C)	Contenido de humedad (%)
1.5044	13.0	1.4935	17.2	1.4830	21.4
1.5038	13.2	1.4930	17.4	1.4825	21.6
1.5033	13.4	1.4925	17.6	1.4820	21.8
1.5028	13.6	1.4920	17.8	1.4815	22.0
1.5023	13.8	1.4915	18.0	1.4810	22.2
1.5018	14.0	1.4910	18.2	1.4805	22.4
1.5012	14.2	1.4905	18.4	1.4800	22.6
1.5007	14.4	1.4900	18.6	1.4795	22.8
1.5002	14.6	1.4895	18.8	1.4790	23.0
1.4997	14.8	1.4890	19.0	1.4785	23.2
1.4992	15.0	1.4885	19.2	1.4780	23.4
1.4987	15.2	1.4880	19.4	1.4775	23.6
1.4982	15.4	1.4875	19.6	1.4770	23.8
1.4976	15.6	1.4870	19.8	1.4765	24.0
1.4971	15.8	1.4865	20.0	1.4760	24.2
1.4966	16.0	1.4860	20.2	1.4755	24.4
1.4961	16.2	1.4855	20.4	1.4750	24.6
1.4956	16.4	1.4850	20.6	1.4745	24.8
1.4951	16.6	1.4845	20.8	1.4740	25.0
1.4946	16.8	1.4840	21.0		
1.4940	17.0	1.4835	21.2		

Correcciones de temperatura

Indice de refracción

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

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

7.4 DETERMINACION GRAVIMETRICA DEL CONTENIDO DE SOLIDOS INSOLUBLES EN AGUA

7.4.1 Toma de muestras

La miel se prepara para la toma de muestras como en 7.1.3.

7.4.2 Procedimiento

7.4.2.1 Preparación de la muestra de ensayo

Pesar la miel (20 g) con precisión al centígramo (10 mg), disolverla en una cantidad adecuada de agua destilada a 80°C y mezclar bien.

7.4.2.2 Determinación gravimétrica

Filtrar la muestra de ensayo a través de un crisol fino de vidrio sinterizado (tamaño de los poros, 15-40 micras), previamente secado y tarado, y lavarla a fondo con agua caliente (80°C) hasta eliminar los azúcares (ensayo de Mohr). Dejar secar el crisol durante una hora a 135°C, enfriar y pesar con una aproximación de 0,1 mg.

7.4.3 Expresión de los resultados

El resultado se expresa en g de sólidos insolubles en agua por 100 g de miel.

7.5 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE SUSTANCIAS MINERALES (CENIZA)

7.5.1 Toma de muestras

La miel se prepara para la toma de muestras como en 7.1.3

7.5.2 Procedimiento

7.5.2.1 Calcinación de la miel

Tomar 5-20 g de miel pesados con exactitud y colocarlos en una cápsula de platino o de sílice, calcinada y previamente pesada, y calentar suavemente en un horno de mufla hasta que la muestra se ennegrezca y seque y no haya peligro de pérdidas por formación de espuma y desbordamiento. Puede utilizarse también una lámpara de rayos infrarrojos para carbonizar la muestra antes de introducirla en el horno. En caso necesario pueden añadirse unas gotas de aceite de oliva para impedir la formación de espuma. A continuación, calcinar la muestra a 600°C hasta que el peso permanezca constante. Enfriar la muestra y pesar.

7.5.3 Expresión de los resultados

El resultado se expresa en % de cenizas (m/m).

7.6 DETERMINACION DE LA ACIDEZ

7.6.1 Toma de muestras

La miel se prepara para la toma de muestras como en 7.1.3.

7.6.2 Reactivos

7.6.2.1 Hidróxido de sodio 0,1 N (libre de carbonatos)

7.6.2.2 Indicador de fenolftaleína al 1% (m/v) en etanol, neutralizado.

7.6.2.3 Agua destilada, previa extracción del dióxido de carbono hirviéndola y enfriándola a continuación.

7.6.3 Procedimiento

7.6.3.1 Preparación de la muestra de ensayo

Pesar la miel (10,0 g) y disolverla en 75 ml de agua destilada (7.6.2.3)

7.6.3.2 Titulación

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

7.6.4 Expresión y cálculo de los resultados

El resultado se expresa en miliequivalentes de ácido por 1000 g de miel y se calcula como sigue :

Acidez = $10 \frac{v}{y}$
donde v = el número de ml de NaOH 0,1 N
utilizado en la neutralización de
10 g de miel.

7.7 DETERMINACION DE LA ACTIVIDAD DIASTASICA

7.7.1 Principio del método

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

7.7.2 Reactivos

7.7.2.1 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 obtener 1 litro.

7.7.2.2 Solución de yodo 0,0007 N

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. Anadir 5,0 ml de solución madre de yodo y completar hasta volumen. Preparar una solución nueva a días alternos.

7.7.2.3 Amortiguador de acetato - pH 5,3 (1,59 M)

Disolver 87 g de acetato de sodio, 3 H₂O en 400 ml de agua, anadir unos 10,5 ml de ácido acético glacial disuelto en un poco de agua y completar hasta 500 ml. Ajustar el pH a 5,3 con acetato de sodio o ácido acético, en la cantidad necesaria, utilizando un medidor del pH.

7.7.2.4 Solución de cloruro de sodio 0,5 M

Disolver 14,5 g de cloruro de sodio de calidad para análisis en agua destilada hervida y completar hasta 500 ml. El tiempo de conservación se ve limitado por la formación de mohos.

7.7.2.5 Solución de almidón (*)

Emplear un almidón con un índice de azul comprendido entre 0,5 y 0,55, utilizando una célula de 1 cm. Para determinar el índice de azul, úsese el método descrito más abajo.

Pesar una cantidad de almidón equivalente a 2,0 g de almidón anhidro. Mezclar con 90 ml de agua en un matraz cónico 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 a un matraz aforado de 100 ml, poner el matraz en un baño de María a 40°C hasta que el líquido alcance esa temperatura, y completar hasta volumen a 40°C.

Método para determinar el índice de azul de almidón

Disolver por el método anterior una cantidad de almidón equivalente a 1 g de almidón anhidro, enfriar la solución, añadir 2,5 ml de amortiguador de acetato y completar el 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 N y 1,5 ml de solución de yodo 0,0007 N. Anadir a continuación 0,5 ml de solución de almidón y completar con agua hasta volumen. Dejar reposar una hora en la oscuridad y leer después en un espectrofotómetro a 660 nm, empleando células de 1 cm y un testigo que contenga todos los ingredientes anteriores excepto la solución de almidón.

Lectura en la escala de absorbencia = índice de azul.

7.7.3 Aparatos

7.7.3.1 Baño de María a 40±0,2°C

7.7.3.2 Espectrofotómetro que permita leer a 660 nm.

(*) El empleo de este reactivo se aprobó a condición que en un próximo futuro se establezca un centro internacional de referencia encargado de facilitar determinados reactivos químicos, tales como almidón patrón anhidro.

7.7.4 Toma de muestras

La muestra de miel se prepara como en 7.1.3, sin calentar.

7.7.5 Procedimiento

7.7.5.1 Preparación de las muestras de miel

Solución de miel : Poner 10,0 g de miel en un vaso de precipitados de 50 ml y añadir 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 solución de cloruro de sodio en un matraz aforado de 50 ml, pasar a este matraz la muestra de miel disuelta y completar el volumen hasta 50 ml.

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

Normalización de la solución de almidón

Calentar la solución de almidón a 40°C y, mediante una pipeta, echar 5 ml de esta solución en 10 ml de agua a 40°C y mezclar bien. Con una pipeta, verter 1 ml de esta última solución en 10 ml de solución de yodo 0,0007 N, diluida en 35 ml de agua, y mezclar bien. Leer la coloración a 660 nm contra un testigo de agua, utilizando una célula de 1 cm.

La absorbencia debe ser $0,760 \pm 0,020$. En caso necesario, ajustar el volumen de agua añadido hasta obtener la absorbencia exacta.

7.7.5.2 Determinación de la absorbencia

Mediante una pipeta, verter 10 ml de solución de miel en un vaso cilíndrico graduado y colocarlo en un baño de María a $40^\circ \pm 0,2^\circ\text{C}$, junto con el matraz que contiene la solución de almidón. Transcurridos 15 minutos, echar con una pipeta 5 ml de solución de almidón en la solución de miel, mezclar y poner en marcha un cronómetro. A intervalos de 5 minutos, sacar porciones de 1 ml y echarlas en 10,00 ml de solución de yodo 0,0007 N. Mezclar y diluir hasta 50 ml. Determinar la absorbencia a 660 nm en el espectrofotómetro, empleando una célula de 1 cm. Seguir tomando porciones de 1 ml a intervalos hasta lograr una absorbencia inferior a 0,235.

7.7.6 Expresión y cálculo de los resultados

Representar gráficamente la absorbencia en función del tiempo (minutos) sobre un papel cuadrículado. Trazar una recta que una al menos los tres últimos puntos del gráfico, para determinar el momento en que la mezcla reactiva alcanza una absorbencia de

0,235. Dividir 300 por el tiempo en minutos, para obtener el índice de diastasa (ID). Este índice expresa la actividad diastásica en ml de solución de almidón al 1% hidrolizada por la enzima contenida en 1 g de miel en 1 hora a 40°C. Este índice corresponde al número de la escala Gothe.

Actividad de la diastasa = $ID = \frac{\text{ml de solución de almidón (1\%)}}{\text{g de miel/h a 40°C}}$

7.8 DETERMINACION FOTOMETRICA DEL CONTENIDO DE HIDROXIMETILFURFURAL (H.M.F.)*

7.8.1 Principio del método

Se basa en el método de Winkler (1955).

7.8.2 Reactivos

7.8.2.1 Solución de ácido barbitúrico : Tomar una porción de 500 mg de ácido barbitúrico y ponerla en un matraz graduado de 100 ml empleando 70 ml de agua. Colocar en un baño de María caliente hasta solución, enfriar y completar hasta volumen.

7.8.2.2 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 María. Pasar a un Matraz graduado de 100 ml con isopropanol y añadir 10 ml de ácido acético glacial. Enfriar y completar hasta volumen con isopropanol. Conservar la solución en lugar oscuro. No emplearla durante al menos 24 horas.

7.8.2.3 Agua destilada (libre de oxígeno)

Hacer pasar nitrógeno gaseoso a través de agua destilada en ebullición y enfriar el agua.

7.8.3 Aparatos

7.8.3.1 Espectrofotómetro que permita leer a 550 nm.

7.8.3.2 Baño de María.

7.8.4 Toma de muestras

La miel se prepara como en 7.1.3, sin calentar.

7.8.5 Procedimiento

7.8.5.1 Preparación de la muestra de ensayo

Pesar 10 g de la muestra de miel y disolver, sin calentamiento, en 20 ml de agua destilada libre de oxígeno

(*) Método sancionado con intención de substituirlo en el futuro por un método espectrofotométrico.

(**) Aviso : la p-toluidina es una sustancia de propiedades cancerígenas bien conocidas.

(7.8.2.3). Pasar esta solución a un matraz graduado de 50 ml y completar hasta volumen (solución de miel). La muestra debe ser sometida a ensayo inmediatamente después de preparada.

7.8.5.2 Determinaciones fotométricas

Con una pipeta, verter 2,0 ml de solución de miel en sendos tubos de ensayo y añadir en cada uno de ellos 5,0 ml de solución de p-toluidina. Echar en uno de los tubos, con una pipeta, 1 ml de agua, y en el otro 1 ml de solución de ácido barbitúrico, y agitar ambas mezclas. El tubo al que se ha añadido agua sirve como testigo de agua. La adición de los reactivos debe hacerse ininterrumpidamente y terminarse en 1 ó 2 minutos.

Inmediatamente después de alcanzar el valor máximo, leer la absorbencia de la muestra contra el testigo, a 550 nm, empleando una célula de 1 cm.

7.8.6 Expresión y cálculo de los resultados

El método se puede verificar utilizando una solución patrón de aldehído hidroximetilfurfurílico (H.M.F.) normalizado, disolviendo HMF comercial o preparado en laboratorio y ensayando espectrofotométricamente cuando $\epsilon = 16,830$ (J.A. Turner 1954) a 284 nm, empleando patrones de 0,300 g. La ecuación siguiente permite calcular aproximadamente los resultados :

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

Los resultados se expresan en miligramos de HMF por kilogramo de miel.

7.9 BIBLIOGRAFIA

- Hadorn H. (1961), Mitt. Gebiete Lebensm. und Hyg., 52, 67
 Kiermeier F., Köberlein W. (1954), Z. Unters. Lebensmitt., 98, 329
 Lane J.H., Eynon L. (1923), J. Soc. Chem. Ind. 42, 32T, 143T, 463T
 Schade J.E., Marsh G.L., Eckert J.E. (1958), Food Research, 23, 446
 Turner J.H., Rebers P.A., Barrick P.L., Cotton R.H. (1954), Anal. Chem., 26, 898
 Walker H.S. (1917), J. Ind. Eng. Chem., 2, 490
 Wedmore E.B. (1955), Bee World, 36, 197
 White J.W., Kushnir I., Subors M.H. (1964), Food Technol. 18, 558
 White J.W., Pairent F.W. (1959), J.A.O.A.C., 42, 344
 Winkler O. (1955), Z. Lebensm. Untersuch u. Forch., 102, 161

Mediante succión, pasar el contenido del vaso de precipitados al embudo de Büchner, evitando que se derrame sobre el borde del papel. Succionar hasta que el vaso quede vacío y lavar el producto que permanece en el filtro con alcohol al 80% (v/v) hasta que el agua de los lavados resulte clara e incolora.

Pasar el filtro de papel y los sólidos insolubles en alcohol a la taza usada para preparar el papel; secar, sin tapar, durante 2 horas, a la temperatura de ebullición del agua; tapar la taza, enfriar en desecado y pesar inmediatamente. De este peso, restar el peso de la taza, la tapa y el papel.

3. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Calcular el porcentaje, en peso, de sólidos insolubles en alcohol.

4. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

4.1 A.O.A.C. (1965) 30.015 - Alcohol Insoluble Solids in Canned Peas (6). Official.

4.2 ALINORM 69/23 pár. 49.

D. Sólidos solubles totales

El método siguiente ha sido sancionado para :

Compota de manzana en conserva

DETERMINACION DE LOS SOLIDOS SOLUBLES TOTALES

1. PROCEDIMIENTO

Determinación mediante refractómetro, como se describe en A.O.A.C. (1965), 29.011, 43.009, 43.008.

2. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Grados Brix o porcentaje, en peso, de sacarosa, sin correcciones para sólidos insolubles o acidez, pero con correcciones de temperatura para obtener los valores equivalentes a 20°C.

3. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

3.1 A.O.A.C. (1965), 29.011 : (Solids) by Means of Refractometer (4). Official, Final action - 43.009: (Reference tables) Corrections for determining % sucrose in sugar solutions by means of either Abbé or immersion refractometer when reading are made at temperature other than 20°C (International Temperature Correction Table, 1936) - 43.008: Refractive indices of sucrose solutions at 20°C (International Scale, 1936).

3.2 ALINORM 69/23, pár 50.

E. Mediciones de jarabe

El método siguiente ha sido sancionado para :

Pomelos, piña, melocotón, macedonia de fruta,
ciruelas, frambuesas y fresas en conserva.

MEDICIONES DE JARABE
(Método refractométrico)

1. PROCEDIMIENTO

Determinación mediante refractómetro, como se indica en A.O.A.C. (1965), 29.011, 43.009, 43.008.

2. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Grados de Brix o porcentaje, en peso, de sacarosa, con correcciones de temperatura para obtener los valores equivalentes a 20°C.

3. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- 3.1 A.O.A.C. (1965) 29.011: (Solids) by Means of Refractometer (4). Official, Final action - 43.009: Reference tables) Corrections for determining % sucrose in sugar solutions by means of either Abbé or immersion refractometer when reading are made at temperatures other than 20°C (International Temperature Correction Table, 1936) - 43.008: Refractive indices of sucrose solution at 20°C (International Scale, 1936).

F. Reacción de sales de calcio

El método siguiente ha sido sancionado para :

Tomates en conserva

DETERMINACION DEL CALCIO DE LAS HORTALIZAS
EN CONSERVA

1. PRINCIPIO DEL METODO - Titulación complexométrica.

2. REACTIVOS

Emplear H₂O redestilada de cristal (preferible) o H₂O desionizada, y los reactivos siguientes :

2.1 Solución de hidróxido potásico - cianuro potásico

Disolver 280 g KOH y 66 g KCN en 1 litro H₂O.

2.2 Carbonato cálcico - Grado normal primario, secado durante 2 horas a 285°.

2.3 Azul de hidroxinaftol - Indicador de calcio (a). Conservar en lugar oscuro. Al cabo de un año, emplear una provisión nueva de este indicador.

(a) Mallinkrodt n° 5630 en botella erogatoria, pronto para el uso, o equivalente.

MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS PARA FRUTAS Y HORTALIZAS
ELABORADAS

Los métodos de análisis y toma de muestras descritos a continuación son métodos internacionales de arbitraje sancionados por el Comité del Codex sobre métodos de análisis y toma de muestras.

I. MÉTODOS DE ANÁLISIS

A. Peso escurrido

(a) El método siguiente ha sido sancionado para:

Habichuelas verdes, frijolillos, melocotones, pomelos, maíz dulce, piña, espárragos, hongos (envasado ordinario, en vinagre, en vino), guisantes verdes de huerta, macedonia de fruta, ciruelas, frambuesas y fresas en conserva.

DETERMINACION DEL PESO ESCURRIDO - METODO I

1. DEFINICION El peso escurrido expresa el porcentaje de contenido sólido, determinado por el procedimiento descrito más abajo.

2. INSTRUMENTOS

2.1 Especificaciones para tamices circulares

2.1.1 Si el contenido total de los recipientes es menor de 1,5 kg (3 libras), emplear un tamiz de 20 cm (8 pulgadas) de diámetro.

2.1.2 Si el contenido total del recipiente es 1,5 kg (3 libras) o más, emplear un tamiz de 30 cm (12 pulgadas) de diámetro.

2.1.3 Las mallas de estos tamices se preparan con alambre tejido de manera que forme aberturas cuadradas de 2,8 mm de lado (a), (b).

3. PROCEDIMIENTO

Pesar la lata llena, abrirla y echar todo el contenido sobre un tamiz circular, cuya tara se habrá determinado de antemano. Sin remover el producto, inclinar el tamiz para facilitar el escurrido. Escurrir durante 2 minutos, pesar las sustancias sólidas escurridas o el líquido directamente y pesar la lata vacía y seca.

(a) Ref.: Recomendación R 565 de la ISO.

(b) Estos tamices pueden sustituirse por tamices de los Estados Unidos de malla tipo n° 8 (tamaño de la abertura, 2,38 mm).

4. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Con los pesos así obtenidos, determinar el porcentaje de líquido y el porcentaje de peso escurrido (contenido sólido).

5. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

5.1 A.O.A.C. (1965) 30.001: Drained weight

5.2 ALINORM 69/23, par. 48

(b) El método siguiente ha sido sancionado para:

Tomates en conserva

DETERMINACION DEL PESO ESCURRIDO - METODO II

1. DEFINICION El peso escurrido expresa el porcentaje de contenido sólido, determinado por el procedimiento descrito más abajo.

2. INSTRUMENTOS

2.1 Especificaciones para tamices circulares

2.1.1 Si el contenido total de los recipientes es menor de 1,5 kg (3 libras), emplear un tamiz de 20 cm (8 pulgadas) de diámetro.

2.1.2 Si el contenido total del recipiente es 1,5 kg (3 libras) o más, emplear un tamiz de 30 cm (12 pulgadas) de diámetro

2.1.3 Las mallas de estos tamices se preparan con alambre tejido de manera que forme aberturas cuadradas de 11,2 mm de lado (a),(b).

3. PROCEDIMIENTO

3.1 Quitar la tapa del recipiente, pero en el caso de un recipiente con tapa fijada por doble costura, no quitar ni alterar la altura de la doble costura.

3.2 Inclinar el recipiente abierto de modo que el contenido se distribuya sobre las mallas de un tamiz circular que se ha pesado previamente o para el cual se ha fijado una tara.

3.3 Sin remover los tomates, inclinar el tamiz de modo que se facilite el escurrido del líquido.

(a) Ref.: Recomendación R 565 de la ISO.

(b) Estos tamices pueden sustituirse por tamices de los Estados Unidos de malla 2 (tamaño de la abertura, 11,3 mm).

- 3.4 Dejar escurrir durante 2 minutos.
- 3.5 Al cabo de los 2 minutos de escurrimiento, pesar los tomates sin sacarlos del tamiz, teniendo en cuenta la tara (o el peso del tamiz).

4. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Con los pesos así obtenidos, determinar el porcentaje de líquido y el porcentaje de peso escurrido (contenido sólido).

5. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- 5.1 ALINORM 69/23, pár. 48
-

B. PESO ESCURRIDO LAVADO

El método siguiente ha sido sancionado para:

Envasados en salsa, en aceite (para setas en conserva)

DETERMINACION DEL PESO ESCURRIDO LAVADO

1. DEFINICION

El peso escurrido lavado expresa el porcentaje de contenido sólido después de lavado con agua caliente, determinado por el procedimiento descrito más abajo.

2. INSTRUMENTOS

2.1 Especificaciones para tamices circulares

[Tamiz n° 50 de los Estados Unidos, de malla fina] (a)
de 20 cm (8 pulgadas) de diámetro.

3. PROCEDIMIENTO

- 3.1 Pesar la lata cerrada.
- 3.2 Abrir la lata y derramar el contenido sobre un tamiz de malla fina tarado.
- 3.3 Lavar el contenido del tamiz con agua corriente fría y luego con agua caliente hasta que quede libre de sustancias solubles.
- 3.4 Una vez lavados, extender los hongos sobre el fondo del tamiz, dejar escurrir durante 5 minutos y pesar.
- 3.5 Pesar el envase vacío y seco y determinar el contenido neto (o peso total del producto).

(a) A sustituir por el tamiz correspondiente de la ISO.

4. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Calcular el porcentaje (%) de peso escurrido sobre el contenido neto (o peso total del producto).

C. Sólidos insolubles en alcohol

El método siguiente ha sido sancionado para:

Guisantes de huerta verdes en conserva

DETERMINACION DE LOS SOLIDOS INSOLUBLES EN ALCOHOL

1. INSTRUMENTOS

1.1 Especificaciones para tamices circulares

1.1.1 Si el contenido total del recipiente es menor de 1,5 kg (3 libras), emplear un tamiz de 20 cm (8 pulgadas) de diámetro.

1.1.2 Si el contenido total del recipiente es 1,5 kg (3 libras) o más, emplear un tamiz de 30 cm (12 pulgadas) de diámetro.

1.1.3 Las mallas de estos tamices se preparan con alambre tejido de manera que forme aberturas cuadradas de 2,8 mm de lado (a), (b).

2. PROCEDIMIENTO

Echar la muestra en un tamiz circular. Extender los guisantes uniformemente y dejar escurrir. Pasar los guisantes a una cazoleta blanca y separar las sustancias extrañas. Anadir H₂O en volumen doble al de la muestra original.

Echar de nuevo los guisantes en el tamiz, extenderlos uniformemente, inclinar el tamiz tanto como sea posible sin que los guisantes se sobrepongan y escurrir durante 2 minutos. Con un paño, secar la humedad excedente en la superficie inferior del tamiz. Triturar los guisantes escurridos en una trituradora hasta que los cotiledones queden reducidos a una pasta blanda homogénea, remover e introducir 20 g de esa pasta en un vaso de precipitados de 600 ml. Anadir 300 ml de alcohol al 80% (v/v), remover, tapar el vaso de precipitados y hervir. Mantener en ebullición ligera durante 300 minutos.

Colocar en un embudo de Büchner un papel de filtro del tamaño adecuado (preparado previamente desecándolo en una taza de fondo plano durante dos horas, a la temperatura de ebullición del agua, cubriéndolo con una tapa hermética, enfriándolo en un desecador y pesándolo inmediatamente

(a) Recomendación R 565 de la ISO.

(b) Estos tamices pueden sustituirse con tamices de los Estados Unidos de malla tipo n° 8 (tamaño de la abertura, 2,38 mm).

MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS PARA FRUTAS Y HORTALIZAS

ELABORADAS

Índice del Apéndice IV

Págs.

1	I. MÉTODOS DE ANÁLISIS	1
1	A. Peso escurrido	1
1	a) Método I	1
1	b) Método II	1
3	B. Peso escurrido y lavado	3
4	C. Sólidos insolubles en alcohol	4
5	D. Sólidos solubles totales	5
6	E. Mediciones de jarabe	6
6	F. Reacción de sales de calcio	6
8	G. Ensayo de veta fuerte	8
10	H. Método de recuento de mohos	10
10	I. Método para distinguir los tipos de gusantes	10
11	J. Determinación de las proporciones de fruta	11
12	II. MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS	12
12	A. Planes propuestos de toma de muestras para evaluar la calidad de frutas y hortalizas elaboradas	12
12	B. Tamaño de la unidad de muestra	12
12	a) Método I	12
12	b) Método II	12

MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS
PARA FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

2.5 Solución normalizada de etilén-diamino-tetracetato (EDTA) dihidrogenado disódico 0,01 M

Disolver 3,72 g de EDTA (pureza, más del 99%) en H₂O en un matraz aforado de 1 litro y diluir hasta el enrase. Pesar atentamente CaCO₃ en cantidad suficiente para obtener una titulación de 40 ml de EDTA 0,01 M y pasar a un vaso de precipitados de 400 ml. Añadir 50 ml de H₂O y HCL al 10% para disolver el CaCO₃. Diluir en H₂O hasta obtener aproximadamente 150 ml y añadir 15 ml de NaOH 1 N, sin tener en cuenta precipitados ni turbideces. Añadir unos 200 mg de indicador de azul de hidroxinaftol y titular desde el rosado hasta el punto final azul oscuro, empleando un agitador magnético. Añadir los últimos pocos ml de solución de EDTA gota a gota.

Concentración molal de la solución de EDTA = $\frac{\text{mg CaCO}_3}{\text{ml EDTA} \times 100,09}$.

3. APARATOS

3.1 Patrón de valoración - Con iluminación fluorescente, como el Titralite Precision Scientific Co., o equivalente.

3.2 Columna intercambiadora de iones - De unos 20 x 600 mm, dotada de taza de vidrio sinterizado groseramente porosa y llave de paso Teflon. Colocar 30-40 g de resina húmeda de Amberlite 1R-4B (resina intercambiadora de iones con gran capacidad de fosfato) en un vaso de precipitados de 600 ml e inactivar con tres dosis de 250 ml de Na₂CO₃ al 5% o NaOH. Lavar con H₂O hasta eliminar la base en exceso. Tratar la resina con tres dosis de 250 ml de HCL al 3% (3+22) (a), mezclando perfectamente después de cada tratamiento. Enjuagar con H₂O hasta eliminar el color y pasar a la columna, con H₂O. La columna está lista para ser utilizada cuando se ha extraído todo el agua hasta la parte superior de la columna de resina. (La capacidad intercambiadora de fosfato es de unos 1500 mg; por tanto, se pueden pasar por la columna numerosas dosis antes de que sea necesario regenerarla. Antes de cada utilización, enjuagar la columna con unos 250 ml de H₂O, hasta que el líquido resulte incoloro).

4. PREPARACION DE LA MUESTRA

4.1 Líquido de tomates enteros en conserva - Escurrir el líquido de los tomates, centrifugar y filtrar a través de papel fuerte. Pesar 100 g del líquido filtrado y verterlos en una taza de platino o de porcelana. Evaporar hasta desecación total, empleando un horno de tiro forzado, radiaciones infrarrojas u otro procedimiento adecuado. Carbonizar a temperatura no superior a 525° hasta que aparentemente esté libre de C (gris o marrón). Enfriar, añadir 20 ml de H₂O, remover con una barra agitadora y añadir 10 ml de HCL, con cuidado, bajo un vidrio de reloj. Escurrir el vidrio de reloj sobre la taza y evaporar hasta desecación total en baño de vapor. Añadir 50 ml de HCL (1+9) (b), calentar en baño de vapor durante 15 minutos y filtrar a través de papel para análisis cuantitativos, dejando caer el líquido en un matraz aforado de 200 ml. Lavar el papel y la taza a fondo con H₂O. Enfriar el líquido filtrado, diluir hasta el enrase y mezclar.

(a) 3 volúmenes de HCl concentrado mezclados con 22 volúmenes de H₂O.

(b) 1 volumen de HCl concentrado mezclado con 9 volúmenes de H₂O.

- 4.2 Hortalizas en conserva - Desmenuzar completamente el contenido de la lata (una porción representativa, si la lata tiene más de 8 cm de diámetro) en una mezcladora de gran velocidad. Pesar 50 g de la muestra (100 g si no hay ninguna indicación de que se ha añadido Ca) y colocarlos en una taza de platino o de porcelana. Evaporar hasta desecación total empleando un horno de tiro forzado, irradiación u otro procedimiento adecuado. Incinerar y tratar como se ha indicado para el líquido de los tomates enteros en conserva.

5. DETERMINACION

Pasar una porción de 50 ó 100 ml de la muestra preparada a un vaso de precipitados de 250 ml y ajustar el pH a 3,5 con solución de KOH al 10% (añadida gota a gota), empleando un medidor del pH y un agitador magnético. Pasar la muestra a través de la columna de resina (la columna está en un molde de cloruro), recogiendo el líquido que sale en un vaso de precipitados de 400 ml y regulando la velocidad de flujo a 2-3 ml/min. Lavar la columna a fondo con 100 ml de H₂O en dos dosis de 50 ml. Pasar los primeros 50 ml por la columna a la misma velocidad de flujo que las muestras. Pasar la segunda porción a 6-7 ml/min. Por fin, pasar libremente H₂O en cantidad suficiente para obtener un volumen total de 250-300 ml. Mezclar completamente y ajustar el pH a 12,5-13,0 (empleando un medidor del pH y un agitador magnético) con solución de KOH-KCN 2.1 (unos 10 ml). Añadir 0,100 g de ácido ascórbico y 200-300 mg de indicador de azul de hidroxinaftol. Titular inmediatamente con solución de EDTA 0,01 M, pasando del rosado al punto final azul oscuro, empleando un agitador magnético.

6. EXPRESSION DE LOS RESULTADOS

Porción de 50 ml % Ca = Titulación x 0,4008 x 4 x 100 mg muestra.
Porción de 100 ml % Ca = Titulación x 0,4008 x 2 x 100/mg muestra.

7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

J.A.O.A.C. 1966, 49, 211; 1968, 51, 494.
ALINORM 69/23, pár. 52.

G. Ensayo de veta fuerte

El método siguiente ha sido sancionado para :

Habichelas verdes y frijolillos en conserva

ENSAYO DE HEBRA TENAZ

1. DEFINICION

Una hebra tenaz es aquella que, sometido a prueba según el procedimiento descrito más abajo, se demuestra capaz de soportar un peso de 250 g durante 5 o más segundos.

2. PRINCIPIO

Separar las hebras de cada vaina, enganchar cada una a una pinza con un peso total de 250 g y suspenderla de tal forma que la hebra soporte todo el peso. Si la hebra resiste el peso durante 5 segundos o más, se considera tenaz.

3. APARATOS

3.1 Pinza con peso

Utilizar una pinza de batería (con dientes limados o doblados hacia atrás), una pinza para ropa, con muelle, o un sujetador con la superficie de sujeción plana. Añadir un peso, hasta que el conjunto de peso y pinza pese 250 g. Véase la figura. (Como peso, puede utilizarse un saquito con perdigones de plomo).

4. PROCEDIMIENTO

4.1 Elegir del producto escurrido una muestra representativa de no menos de 285 g. Anotar el peso de esta muestra de ensayo

4.2 Romper las habichuelas y separar aquéllas en las que parece haber hebras tenaces. Separarlas de las vainas y conservar éstas para pesarlas.

4.3 Asegurar la pinza con peso en un extremo de la hebra. Asir el otro extremo de la hebra con los dedos (para sostener mejor la hebra puede emplearse un paño) y alzarla suavemente.

4.4 Si la hebra soporta el peso de 250 g durante al menos 5 segundos, se puede considerar que la habichuela en cuestión contiene hebras tenaces. Si se rompe en menos de 5 segundos, volver a someter a prueba las partes rotas cuya longitud sea de 13 o más mm, para determinar si dichas porciones son tenaces.

4.5 Pesar las habichuelas que contienen hebras tenaces determinar el porcentaje en peso respecto al peso de la muestra de ensayo (4.1).

5. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El porcentaje (%) de vainas que contienen hebras tenaces es igual al peso de las vainas que las contienen dividido entre el peso de la muestra de ensayo.

6. INFORME SOBRE LA PRUEBA

Informar sobre el porcentaje de vainas que contienen hebras tenaces, con una precisión del 0,1%.

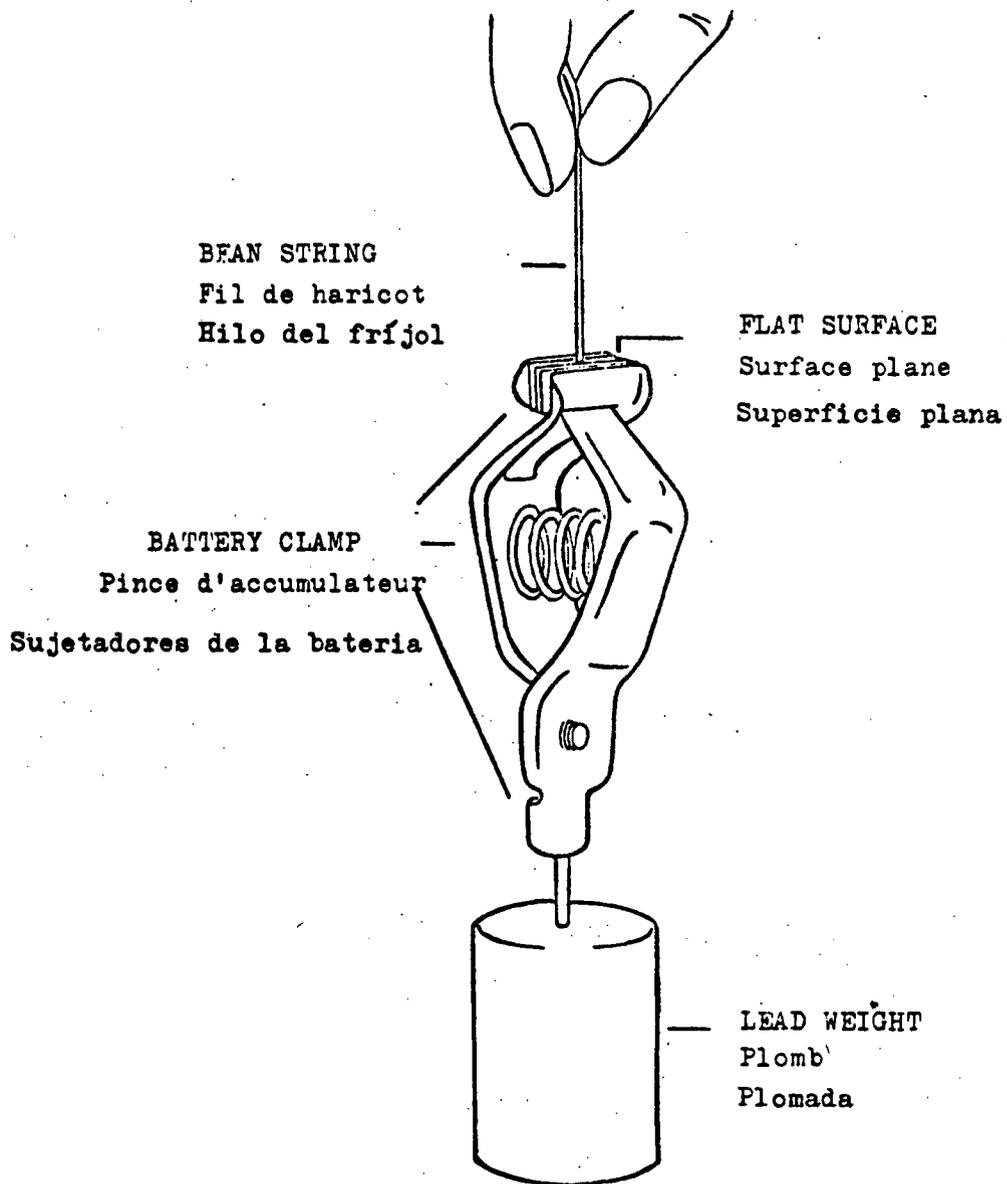
7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

ALINORM 69/23, pár. 51.

TOUGH STRING TESTER FOR GREEN OR WAX BEANS

DISPOSITIF D'EVALUATION DES FILS DURS DES HARICOTS VERTS OU HARICOTS BEURRE

DISPOSITIVO DE EVALUACION DE LOS HILOS Duros DE FRIJOLES VERDES Y FRIJOLILLOS



H. Método de recuento de mohos

El método siguiente ha sido sancionado para:

Tomates en conserva

MÉTODOS DE RECUESTO DE MOHOS

1. PRINCIPIO DEL METODO

Identificación y recuento de los filamentos de moho analizando microscópicamente un volumen dado del producto, según el procedimiento de Howard.

2. APARATOS

Aparato y accesorios de microscopio de Howard para el recuento de mohos (Véase A.O.A.C. (1965) 36.001).

3. MUESTRAS

El líquido obtenido en la "Determinación del peso escurrido, método II", par. 3.

4. PROCEDIMIENTO

El descrito en A.O.A.C. (1965) 36.069.

5. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Calcular la proporción de campos positivos sobre los resultados del examen de todos los campos observados, y expresarla como porcentaje (%) de campos que contienen filamentos de moho.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

A.O.A.C. (1965) 36.069: Molds (12) - Official, Final Action, 36.001, 36.003 (h) (11).

I. Método para distinguir los tipos de guisantes

El método siguiente ha sido sancionado para:

Guisantes de huerta verdes en conserva

METODO PARA DISTINGUIR LOS TIPOS DE GUI SANTES

1. REACTIVOS E INSTRUMENTOS

1.1 Microscopio compuesto - 100 a 250 aumentos
- Contraste de la fase

1.2 Portaobjetos y cubreobjetos del microscopio

1.3 Espátula

1.4 Etanol - 95% (v/v)

1.5 Glicerina

2. PROCEDIMIENTO

2.1 Montaje de la preparación

2.1.1 Separar una pequeña porción del endosperma y colocarla en el portaobjetos.

2.1.2 Con una espátula, mezclar el endosperma con etanol al 95% (v/v).

2.1.3 Añadir una gota de glicerina, cubrir con el cubreobjetos y examinar al microscopio.

2.2 Identificación

Los gránulos de almidón de los tipos de semilla rugosa (guisantes de huerta, dulces) aparecen como partículas netamente independientes, bien definidas, generalmente esféricas.

Los gránulos de almidón de los tipos de semilla lisa (redondeados, Earlys, continentales) se presentan como una masa amorfa, sin forma geométrica bien definida.

J. Determinación de las proporciones de fruta

El método siguiente ha sido sancionado para:

Macedonia de fruta en conserva

DETERMINACION DE LAS PROPORCIONES DE FRUTA

1. PROCEDIMIENTO

1.1 Determinar el peso escurrido y mantener separados el líquido y la fruta.

1.2 Separar los distintos tipos de fruta, apartando las frutas presentes en menor cantidad (tales como cerezas, piña, uvas).

1.3 Pesar los diversos tipos de fruta con la cifra de los gramos exacta.

1.4 Anotar el peso de cada fruta y sumar todos los pesos.

2. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Calcular el porcentaje de los diversos tipos de fruta:

$$\frac{\text{peso de cada fruta}}{\text{suma de los pesos de todas las frutas}} \times 100 = \% \text{ del peso de la fruta (a)}$$

(a) No emplear el peso original escurrido del producto antes de la separación de la fruta.

II. MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS

A. Planes propuestos de toma de muestras para evaluar la calidad de frutas y hortalizas elaboradas

El método siguiente ha sido sancionado para:

Frutas y hortalizas elaboradas

(no aplicable a lotes al por menor ni a factores que pueden representar un riesgo para la salud del consumidor).

PLANES DE TOMA DE MUESTRAS PARA FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

Este método se describe por extenso en ALINORM 69/27 (Véase también el presente informe, par. 80).

B. Tamaño de la unidad de muestra

(a) El método siguiente ha sido sancionado para:

Piña en conserva

TAMAÑO DE LA UNIDAD DE MUESTRA - METODO I

MUESTRAS

1. Para evaluar los requisitos de calidad de todas las formas de presentación que no sean en bocaditos, cubos, aplastadas o en chips, la unidad de muestra deberá ser todo el recipiente.
2. Para evaluar los requisitos de calidad para las formas de presentación en bocaditos, cubos, aplastadas o en chips, la unidad de muestra deberá ser:
 - 2.1 El recipiente completo, si contiene 1,0 litros o menos; o bien
 - 2.2 600 g de fruta escurrida (de una mezcla representativa), si el recipiente contiene más de 1,0 litros.

(b) El método siguiente ha sido sancionado para:

Macedonia de fruta

TAMAÑO DE LA UNIDAD DE MUESTRA - METODO II

MUESTRAS

1. Para evaluar las proporciones de las diversas frutas y el llenado del recipiente (incluido el peso escurrido), la unidad de muestra será el recipiente completo.

2. Para evaluar si se cumplen los requisitos de porcentaje relativos a los tamaños y formas de las frutas y a los defectos, la unidad de muestra deberá ser:
 - 2.1 El recipiente completo, si contiene 1 litro o menos; o bien
 - 2.2 500 g de fruta escurrida (de una mezcla representativa), si el recipiente contiene más de 1 litro.

3. Para evaluar si se cumplen los requisitos relativos al contenido total, la unidad de muestra deberá ser:
 - 3.1 El recipiente completo, si contiene 1 litro o menos; o bien
 - 3.2 850 g de fruta y líquido (de una mezcla representativa y proporcional), si el recipiente contiene más de 1 litro.

PRINCIPIOS GENERALES PARA LA
IMPLANTACION DE METODOS DE ANALISIS
DEL CODEX

PRINCIPIOS GENERALES PARA LA IMPLANTACION DE METODOS DE ANALISIS DEL CODEX

1. Definición de los métodos de análisis y toma de muestras del Codex

Los métodos de análisis y toma de muestras contenidos en el Codex Alimentarius son métodos internacionales de arbitraje para ser empleados en caso de controversia. En cuanto tales, no impiden la utilización de otros métodos existentes para las inspecciones de muestras u otros tipos de control.

Quando los criterios establecidos en las Normas del Codex están en relación con determinados métodos de análisis, esos métodos serán los de arbitraje.

Si se demuestra que otros métodos son equivalentes a los de arbitraje, podrán ser adoptados como métodos alternativos.

2. CRITERIOS para la selección de los métodos de análisis

- (a) Se dará preferencia a los métodos oficiales de análisis elaborados por organizaciones internacionales que se ocupan de un alimento o grupo de alimentos.
- (b) Se dará preferencia a aquellos métodos de análisis cuya seguridad (exactitud, precisión, variaciones registradas entre diversos laboratorios y en un mismo laboratorio) haya sido establecida estadísticamente mediante estudios comparativos o de colaboración realizados en varios laboratorios. Si es posible, deberá hacerse referencia a dichos estudios. A la hora de considerar la adopción de métodos de análisis como métodos del Codex, se tendrá en cuenta, además, en segundo lugar, la rapidez y la sencillez.
- (c) Los métodos de análisis elegidos deberán ofrecer un grado de exactitud y precisión que corresponda a los límites impuestos por la cifra que aparece en la norma a propósito de los criterios a analizar. Se dará prioridad a los métodos relativos a criterios que afectan a la salud del consumidor y a aquéllos a propósito de los cuales la norma establece un criterio numérico.
- (d) Todos los métodos de análisis propuestos deberán concernir directamente a la Norma del Codex a la que están destinados.
- (e) Los métodos de análisis deben medir el criterio que con ellos se quiere medir. Si no se dispone de métodos realmente capaces de medir un criterio, habrá que examinar de nuevo la necesidad de dicho criterio.
- (f) Sólo se elegirán aquellos métodos de análisis que puedan aplicarse en laboratorios equipados con los instrumentos modernos usuales.

- (g) Los métodos de análisis que pueden aplicarse uniformemente a varios grupos de productos se preferirán a aquellos métodos que sólo son válidos para determinados productos.

3. Consideraciones generales

- (a) El Comité del Codex sobre métodos de análisis y toma de muestras mantendrá relaciones lo más estrechas posible con todas las organizaciones interesadas que trabajan sobre métodos de análisis y toma de muestras.
- (b) El Comité del Codex sobre métodos de análisis y toma de muestras organizará sus trabajos de tal forma que pueda tener constantemente en examen todos los métodos de análisis y toma de muestras publicados en el Codex Alimentarius.
- (c) En los métodos de análisis del Codex deberán tenerse en cuenta las variaciones en la concentración y en las características de los reactivos de un país a otro.
- (d) Los métodos de análisis del Codex se han sacado de revistas científicas, tesis o publicaciones que no se encuentran fácilmente o que sólo se encuentran en idiomas diversos de los idiomas oficiales de la FAO y la OMS, y que, por estas u otras razones, es preciso reproducir por extenso en el Codex Alimentarius, deberán adecuarse al esquema tipo para métodos de análisis adoptado por el Comité del Codex sobre métodos de análisis y toma de muestras.
- (e) Cuando se adopten como métodos del Codex métodos de análisis que han sido ya publicados como métodos oficiales de análisis en otras publicaciones accesibles, bastará que en el Codex Alimentarius se indique la referencia.

NORMA PROVISIONAL PARA EL PROCEDIMIENTO

TECNICO DE TOMA DE MUESTRAS DE ALIMENTOS
(Presentada a la Comisión en el Trámite 5)

NORMA PROVISIONAL PARA EL PROCEDIMIENTO TECNICO DE TOMA
DE MUESTRAS DE ALIMENTOS

(Presentada a la Comisión en el Trámite 5)

1. AMBITO DE APLICACION

Procedimiento a seguir en la toma de muestras de alimentos con objeto de obtener una muestra representativa y uniforme de una cantidad cualquiera de un alimento, y en la manipulación de dichas muestras.

2. INSTRUCCIONES GENERALES

2.1 Instrucciones de carácter administrativo

- 2.1.1 La toma de muestras deberá realizarse por un agente autorizado, debidamente instruido en la técnica apropiada. El agente no deberá tener ninguna enfermedad infecciosa.
- 2.1.2 En lo posible, la toma de muestras se realizará en presencia de las partes interesadas.
- 2.1.3 Las muestras deberán ir acompañadas de un informe, firmado por el agente autorizado que haya realizado la toma de muestras y avalado, en caso necesario, por los testigos que estuvieran presentes. En dicho informe se consignarán con precisión el lugar, la fecha y la hora en que ha sido tomada la muestra, el nombre y el título del agente que la ha obtenido y de cada uno de los testigos, el método exacto seguido en la toma de muestras en el caso de que se aparte del método normal establecido, la clase y el número de las unidades que constituyen la partida, con indicación de las marcas de identificación del lote, si se conocen, el número de muestras obtenidas debidamente identificadas en cuanto al lote de procedencia, y el destino que se haya dado a las mismas. Si se conoce, menciónese la naturaleza del examen a realizar, y, si se trata de determinar los residuos de plaguicidas, la historia de las rociaduras. Si procede, en el informe deberán mencionarse igualmente todas las condiciones y circunstancias pertinentes de la toma de muestras, como, por ejemplo, estado de los envases y medio ambiente en que se han conservado, temperatura y humedad de la atmósfera, método de esterilización del material de toma de muestras, eventuales añadiduras de sustancias conservadoras, y cualquier otra información referente al material de donde se toma la muestra. Si se trata de un producto congelado, indíquese si hay indicios de que el producto haya sido descongelado y vuelto a congelar.

- 2.1.4 Cada muestra se precintará y proveerá de una etiqueta en la que se indique la clase del producto, el número asignado a la muestra y las marcas de identificación del lote a que corresponde la muestra, la fecha en que ha sido tomada, y el nombre y firma del agente que la ha obtenido. Cuando sea necesario, podrá exigirse información adicional como, por ejemplo, el peso de la muestra y de la unidad de donde proviene, el nombre y el volumen de las sustancias conservadoras añadidas, e indicaciones sobre si la muestra ha sido tomada en condiciones asépticas.
- 2.1.5 En caso necesario, tómense las muestras por duplicado, conservando la serie duplicada, si es preciso, en cámara frigorífica o de congelación, según convenga, y pónganse lo antes posible a disposición de las partes interesadas. Se recomienda que, cuando así se haya acordado previamente entre las partes, se tomen series adicionales de muestras que se conservarán para un arbitraje independiente, si se demostrara necesario. Las muestras deberán enviarse al laboratorio de análisis inmediatamente después de su obtención.

2.2 Instrucciones de carácter técnico

2.2.1 Material para la toma de muestras

- 2.2.1.1 Características: las establecidas para cada tipo de producto del que se han de extraer las muestras.
- 2.2.1.2 Muestras destinadas al análisis químico: el material y los recipientes para las muestras deberán estar secos y limpios.
- 2.2.1.3 Muestras destinadas a análisis bacteriológicos: todo el material de toma de muestras deberá estar limpio y ser tratado por uno de los siguientes métodos:
- (a) Exposición al aire caliente a 170°C durante dos horas (el material podrá almacenarse en condiciones de esterilización).
 - (b) Exposición al vapor a 120°C (autoclave) durante 15 a 20 minutos (el material podrá almacenarse en condiciones de esterilización).
 - (c) Exposición al vapor a 100°C durante una hora (este material deberá utilizarse el mismo día).

- (d) Inmersión en agua a 100°C durante un minuto (este material deberá utilizarse inmediatamente).
- (e) Inmersión en etanol al 70% y exposición a la llama para eliminar el etanol inmediatamente antes del uso.
- (f) Exposición a la llama de hidrocarburo (propano butano) de forma que todas las superficies útiles del material estén en contacto con la llama inmediatamente antes del empleo.

La elección del procedimiento dependerá de la clase, forma y dimensiones del material y de las condiciones de la toma de muestras. El material utilizado para la toma de muestras deberá esterilizarse siempre que sea posible por uno de los métodos (a) o (b).

Los métodos (c), (d), (e) y (f) se considerarán solamente como métodos secundarios.

2.2.2 Recipientes para las muestras

2.2.2.1 Productos líquidos

Los recipientes deberán ser de un material apropiado, impermeable al agua y a las grasas (vidrio, metal inoxidable, materiales plásticos apropiados), de una calidad que permita la esterilización según los métodos que se indican en 2.2.1.3, si fuera necesario, y de una forma y capacidad adecuadas para el material del que se han de tomar las muestras (tal como se haya definido para cada caso particular).

Los recipientes deberán estar secos y limpios. Los recipientes se cerrarán herméticamente, bien por medio de un tapón de caucho o plástico adecuado, o bien mediante una cápsula de metal o de plástico que cierre a rosca y que esté provista interiormente, si fuera necesario, de un revestimiento de materia plástica impermeable a los líquidos, insoluble, no absorbente, impermeable a las grasas, y que no pueda influir en el olor, sabor o composición de la muestra.

Cuando se utilicen tapones de caucho, antes de introducirlos en la boca del recipiente de las muestras se recubrirán de un material no absorbente, inodoro (como, por ejemplo, un material plástico apropiado). Podrán utilizarse también bolsas de plástico adecuadas.

2.2.2.2 Productos sólidos o semi-sólidos

Se utilizarán recipientes cilíndricos de boca ancha, de un material apropiado, impermeable al agua y a las grasas (vidrio, metal inoxidable, materia plástica apropiada), de una calidad adecuada que permita la esterilización según los métodos indicados en 2.2.1.3, si fuera necesario, y de una capacidad apropiada para el tamaño de la muestra que se ha de tomar (tal como se haya definido en cada caso particular). Los recipientes deberán estar limpios y secos. Deberán ser estancos al aire, según uno de los métodos indicados en 2.2.2.1. Podrán utilizarse también bolsas de plástico adecuadas.

2.2.2.3 Recipientes pequeños para la venta al por menor

El contenido de dichos recipientes, intactos y cerrados, servirá de muestra.

2.2.3 Técnica de la toma de muestras

El método exacto para la toma de muestras, y el peso o volumen del producto que habrá de tomarse como muestra, variarán según la clase de los productos y la finalidad para la que se requiere la toma de muestras, y se definen para cada caso particular.

Cuando se tomen muestras para el análisis bacteriológico, es preciso utilizar técnicas asépticas, colocar la muestra en un recipiente previamente esterilizado por los métodos indicados en 2.2.1.3 (a) o (b), y enviar junto con la muestra controles "abiertos" y "cerrados" de los recipientes usados para la toma de muestras.

2.2.4 Conservación de las muestras

2.2.4.1 En caso necesario, y cuando las muestras tomadas para el análisis químico no estén en el recipiente original sin abrir y herméticamente cerrado, a las muestras de productos líquidos o semi-líquidos podrá añadirse una sustancia conservadora apropiada.

Estas sustancias no deben afectar al análisis subsiguiente, y en la etiqueta y en todos los informes se indicará la naturaleza y cantidad del producto añadido.

No se añadirán sustancias conservadoras a las muestras de productos semi-sólidos, sólidos o desecados destinadas al análisis químico. Las muestras perecederas que no estén en recipientes originales sin abrir y herméticamente cerrados deberán enfriarse rápidamente y conservarse en cámara frigorífica

a una temperatura entre 0 y +5°C, a menos que la norma pertinente indique otra cosa.

2.2.4.2 No se añadirán sustancias conservadoras a las muestras destinadas al análisis bacteriológico u organoléptico. En cambio, y a menos que la norma pertinente indique otra cosa, se mantendrán a baja temperatura (0°C a +5°C), excepto cuando se trate de productos conservados en los que la muestra esté constituida por los recipientes sin abrir, herméticamente cerrados, en los que se vende el producto. Los productos líquidos y semi-líquidos se mantendrán frescos y el análisis bacteriológico de los productos líquidos se hará lo más rápidamente posible y, en todo caso, dentro de las 24 horas a partir del momento en que se ha tomado la muestra.

2.2.4.3 Conservar los alimentos congelados en condiciones de congelación, almacenándolos a -18°C o a temperatura inferior. En estos casos, no es necesario comenzar el examen de laboratorio dentro de las 24 horas.

2.2.5 Transporte de las muestras

Las muestras se llevarán al laboratorio lo antes posible y se manipularán evitando todo cambio material de la calidad o del estado de la muestra, como los que pueden derivarse de la exposición a la luz directa del sol, a temperaturas inferiores a 0°C, o a temperaturas superiores a 10°C, si se trata de productos perecederos. Los alimentos congelados deberán enviarse en condiciones que permitan mantener una temperatura de -18°C o inferior.

ESQUEMA DE NORMA PARA UN METODO CODEX
DE ANALISIS DE ALIMENTOS

ESQUEMA DE NORMA PARA UN METODO CODEX DE ANALISIS
DE ALIMENTOS

GENERALIDADES

1. TITULO
2. OBJETO
3. CAMPO DE APLICACION
4. DEFINICIONES
5. PRINCIPIO DEL METODO, REACCIONES, ESPECIFICIDAD
6. REACTIVOS Y/O PRODUCTOS
7. APARATO
8. TOMA DE MUESTRAS Y MUESTRAS
9. PROCEDIMIENTO
10. CALCULO Y EXPRESION E INTERPRETACION DE LOS RESULTADOS
11. CASOS ESPECIALES
12. NOTAS SOBRE EL PROCEDIMIENTO
13. INFORME DEL ENSAYO
14. REPRESENTACION ESQUEMATICA DEL PROCEDIMIENTO
15. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS
16. APENDICES

Notas sobre el empleo del esquema de Norma

Estas notas proponen los encabezamientos a emplear e incluyen las directrices generales para la redacción de los métodos de análisis de alimentos. Aun cuando fueron proyectados, en principio, para abarcar los ensayos químicos, físicos y organolépticos, pueden aplicarse, igualmente, con modificaciones apropiadas, para los ensayos microbiológicos.

I. GENERALIDADES

1. Aplicación del esquema

Al utilizar este esquema de norma, debe recordarse que es para empleo como esquema general, únicamente con fines de orientación, debiendo ser adaptado para ajustarse a cualquier necesidad particular. Pueden no ser necesarias en algunos casos todas las sub-divisiones previstas, debiendo prescindirse entonces de las mismas. Dentro de estas limitaciones, la adopción de esta forma de esquema y redacción patrón asegurará:

- que los diversos apartados de la información a incluir en la norma estén dispuestos siempre en el mismo orden;
- que no se pase por alto ningún punto importante en la preparación de la norma;
- que la sección buscada pueda encontrarse rápidamente, cualquiera que sea el origen o el objeto de la norma.

(Esto es importante, en particular cuando se maneja una traducción parcial de un texto, o cuando se comparan dos textos.)

2. Plan del documento

Al redactar el método, los temas deben tratarse en el orden indicado en el esquema de norma, omitiendo, sin embargo, todo artículo, cláusula, o encabezamiento, que pueda ser innecesario en el caso particular en cuestión, y agregando, en el lugar más idóneo, si es preciso, los necesarios para abarcar los temas especializados no previstos ya con anterioridad.

Si el documento se refiere únicamente a métodos de análisis, no deben incluirse los encabezamientos tales como "Caracterización del producto", "Requisitos", los cuales tienen un sitio propio únicamente en las normas para el producto alimenticio mismo.

3. Numeración

Se empleará siempre un sistema de numeración decimal consecutivo sencillo, para las secciones y cláusulas de cada documento, incluso cuando éste contenga diversas partes, abarcando cada una un método de ensayo diferente.

4. Unidades y símbolos

4.1 Siempre que sea posible, se utilizarán las unidades, símbolos y

signos establecidos en las Recomendaciones ISO^{1/} o, a falta de éstas, aquellas que estén ya reconocidas internacionalmente.

El mililitro (ml) se emplea normalmente como el nombre especial para el centímetro cúbico (cm³), de acuerdo con la decisión de la XII^a Conferencia General de Pesos y Medidas (Paris, Octubre 1964).

Deben emplearse símbolos para las unidades de medidas, en lugar de los términos mismos, siempre que estén precedidos de un número expresado en cifras; en otros casos, estas unidades deben escribirse generalmente en su totalidad (una excepción típica, es en el encabezamiento de columna en tablas con valores numéricos, en donde es más usual representar las unidades en forma de sus símbolos únicamente).

- 4.2 Signo "%" - A menos que razones estéticas o tipográficas particulares (p.ej. en títulos, etc.) justifiquen lo contrario, el signo % debe utilizarse en lugar de las palabras "per cent" en inglés, "pour cent" en francés y "prozent" en alemán, en las secciones "Reactivos" y "Expresión de los resultados" y en otras partes, en el documento Codex, cuando esté precedido por números. (Ejemplo: escríbase "solución 5% (m/m)" y no "contenido en cobre cinco porciento".)

5. Terminología en general

- 5.1 Cuando, en un idioma del Codex, exista una gama de términos diferentes disponibles para expresar un concepto dado, debe darse preferencia al que se asemeje más al término o términos equivalentes en los otros idiomas del Codex (p.ej. End point = point final = Endpunkt).
- 5.2 Cuando no exista similitud de términos en los diferentes idiomas para expresar el mismo concepto, y cuando existan símbolos o abreviaturas reconocidos internacionalmente, que puedan emplearse, deberán utilizarse éstos entre paréntesis después de los términos mismos en los diferentes idiomas, con el fin de ayudar a los lectores de todas las lenguas.

6. Elección y redacción de los métodos de ensayo

En tanto sea posible y excepto donde, en el caso en cuestión, esto pudiera ser contrario a una práctica razonable y ya establecida que sea conveniente conservar, deben adoptarse los mismos métodos, en todos los documentos del Codex, para la determinación de una característica dada en el mismo producto o en productos alimenticios afines, debiendo ser su redacción tan parecida como sea posible. Si el método seleccionado figura ya en otro

^{1/} Véase, en particular, la Recomendación ISO R.31

documento del Codex, o en una Recomendación ISO, y no se considera necesario repetirlo nuevamente, debe utilizarse la frase "empléese el método descrito en el documento...." o "empléese uno de los métodos descritos en el documento(s)", con una indicación, si es preciso, de todas las modificaciones.

7. Nomenclatura química

Deben seguirse los principios de nomenclatura química establecidos por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada, incluyendo sus reglas para ortografía e impresión de los nombres y símbolos. Cuando se trate de un nombre corriente, puede emplearse con ventaja entre paréntesis, en ciertos casos, después del nombre de la UIQPA.

8. Terminología de las soluciones

8.1 Soluciones acuosas

Por convenio, soluciones acuosas son aquéllas para las cuales no se especifica el disolvente; el empleo del término "acuoso", en la definición de estas soluciones es, por tanto, facultativo y en general superfluo.

8.2 Soluciones de reactivos

8.2.1 Términos equivalentes - Para describir las soluciones de reactivos, deben emplearse los términos equivalentes siguientes en inglés, francés, español y alemán :

TERMINOS EQUIVALENTES			
Inglés	Francés	Español	Alemán
standard volumetric solution	solution titrée	solución valorada	normal-lösung
standard reference solution	solution étalon de référence	solución patrón de referencia	kontrol-lösung
standard solution	solution étalon	solución patrón	standard-lösung
standard matching solution*	solution témoin	solución testigo	standard-vergleichs-lösung

* Este término inglés se emplea únicamente como término genérico para este tipo de disolución, debiéndose definir cada disolución más exactamente, con el fin de mostrar la característica a contrastar, p.ej. "Solución colorimétrica testigo", "Solución turbidimétrica testigo", etc.

Estos términos se definen como sigue :

8.2.1.1 Solución valorada : Una solución empleada en volumetría, cuya concentración puede conocerse con anterioridad a su empleo en el ensayo, o

bien cuando se aplica en las valoraciones durante el ensayo mismo, habiendo sido, de hecho, determinada o no su concentración como una parte del procedimiento.

- 8.2.1.2 Solución patrón de referencia : Una solución empleada como solución de referencia para normalizar otra solución. Estas soluciones se preparan a partir de patrones primarios o normalizados de algún otro modo.
- 8.2.1.3 Solución patrón : Una solución de concentración exactamente conocida referida a un elemento particular, ión, compuesto o grupo, derivado del producto empleado para su preparación. Ejemplo: Solución férrica patrón, solución de sulfato patrón.
- 8.2.1.4 Soluciones testigo : Soluciones en las cuales la denominada característica relevante es conocida o definida (p.ej. color, turbidez, etc.) exactamente y se utiliza en un ensayo de contraste para valorar la concentración de la solución de ensayo mediante dicha característica. Pueden prepararse a partir de las soluciones 8.2.1.1, 8.2.1.2, 8.2.1.3 o de otras soluciones con la característica requerida.

8.2.2 Expresión de la concentración de las soluciones

- 8.2.2.1 Soluciones valoradas : La concentración de estas soluciones debe expresarse en forma de normalidad o molaridad, empleándose esta última únicamente cuando sea necesario para evitar ambigüedades. La concentración se representa por un número entero (N, 2N, M, etc.) o mediante un número decimal (0,1 N, 0,06 N, 2,5 N, 0,5 M, etc.). En ciertos casos, la concentración de la solución puede expresarse en gramos por litro, debiendo emplearse la abreviatura g/l cuando va precedida de un valor numérico expresado en cifras.
- 8.2.2.2 Soluciones patrones de referencia : La concentración de estas soluciones debe expresarse de la misma forma que la de las soluciones valoradas (8.2.2.1).
- 8.2.2.3 Soluciones patrón : La concentración de estas soluciones debe expresarse, usualmente, en gramos por litro o en submúltiplos de los mismos.
- 8.2.2.4 Soluciones testigo : La concentración de estas soluciones debe expresarse de acuerdo con las indicaciones de las cláusulas 8.2.2.1, 8.2.2.2 y 8.2.2.3, cuando sean aplicables.

8.2.2.5 Otras soluciones

8.2.2.5.1 Cuando la concentración de una solución haya de darse en masa por masa o volumen por volumen, su valor debe calcularse en tantos por ciento y escribirse de la forma siguiente :

....% (m/m) o% (v/v)

8.2.2.5.2 En los casos en que la concentración de la solución esté expresada en unidades dimensionalmente heterogéneas de masa y volumen, el valor debe expresarse en gramos por litro o en sus submúltiplos, cuando sea adecuado.

8.2.2.5.3 En los casos en que una solución se prepare por dilución de otra solución especificada, deben observarse los siguientes convenios :

"diluido $P_1 \rightarrow P_2$ " significa que P_1 partes en volumen de la solución especificada se han diluido para dar P_2 partes en volumen de mezcla final;

"diluido $P_1 + P_2$ " significa que P_1 partes en volumen de la solución especificada se han agregado a P_2 partes en volumen del disolvente.

Nota (i) No deben emplearse las expresiones tales como " $P_1 : P_2$ " o " P_1/P_2 " que tienen diferentes significados en distintos países.

Nota (ii) No deben emplearse expresiones de concentración empleadas comúnmente o tradicionalmente, distintas de las descritas en las anteriores sub-cláusulas (8.2.2.1 a 8.2.2.5), p.ej. "peróxido de hidrógeno de 12 volúmenes".

9. Densidad y densidad relativa

- Densidad (símbolo ρ) es el cociente de la masa por el volumen. La unidad de densidad a adoptar es el gramo por centímetro cúbico (g/cm^3) para la cual puede emplearse el símbolo g/ml.

- Densidad relativa (símbolo d) es la relación de la densidad de un cuerpo homogéneo a la densidad de un cuerpo de referencia bajo condiciones que deben especificarse para ambos cuerpos.

10. Terminología de las muestras

- La "muestra de laboratorio" es el producto tal como se prepara para entrega al laboratorio.
- La "muestra de ensayo" es el producto en el estado de preparación en que se somete al análisis.
- La "porción para ensayo" es la cantidad de producto realmente extraída de la muestra de ensayo (o de la muestra de laboratorio, si ambas son iguales) y sobre la cual se realiza realmente el análisis.

TERMINOS EQUIVALENTES			
Inglés	Francés	Español	Alemán
Laboratory sample	Echantillon pour laboratoire	Muestra de laboratorio	Laboratoriumsprobe
Test sample	Echantillon pour essai	Muestra de ensayo	Testprobe
Test portion	Prise d'essai	Porción para ensayo	Testportion

11. Empleo de notas al texto

Están destinadas a recalcar o proporcionar una información adicional y útil que no es necesariamente una parte esencial del método. Deben restringirse al máximo y utilizarse únicamente cuando no es conveniente dar la información en un Apéndice. Deben colocarse al final del párrafo al cual se refieren, y debe dárseles un número si se desea referirse a ellas en relación con una palabra o frase específica del texto.

12. Notas al pie

Están destinadas únicamente para referencias e informaciones relativas a fuentes de materiales. No deben contener nunca ningún tipo de información o instrucciones esenciales para el método.

II. NOTAS SOBRE LOS ARTICULOS DE LOS TEMAS INDIVIDUALES

1. TITULO

El título debe reflejar clara y concisamente el contenido de la norma, indicando la naturaleza de la determinación y los productos a que se aplica. Si ha de constar de diversas partes, éstas deben ir del aspecto general al particular.

Ejemplo: "Leche. Determinación del contenido graso. Método de referencia gravimétrico, basado en el de Röse-Gottlieb".

2. OBJETO

El objeto debe definir el contenido de la norma, es decir, el método de ensayo y los productos a los cuales se aplica. En particular, debe contener cualquier información adicional, pero útil, que sea demasiado extensa para incluirse en el título. En casos sencillos, puede igualmente definir la aplicabilidad del método; esto evita después la necesidad de un epígrafe aparte "Campo de aplicación".

3. CAMPO DE APLICACION

Esta sección debe contener toda información sobre el campo de aplicación de la norma que ayude al usuario a juzgar rápidamente si la norma es aplicable a los productos considerados o si existen limitaciones. En particular, debe contener :

- una indicación de los productos a los cuales se aplica el método de análisis y, si existen diversos métodos en la norma, una forma de diferenciar claramente sus respectivos campos de aplicación;
- los límites dentro de los cuales puede emplearse el método sin modificación, para la determinación de una característica dada o de un grupo de características (p.ej. elemento) en un producto dado o grupo de productos; estos límites tienen en cuenta la presencia de las características de los otros constituyentes o elementos del producto o productos en cuestión y sus propios contenidos limitantes.

Siempre que la norma incluya diversos métodos, debe establecerse una distinción neta entre los campos individuales de aplicación de cada uno de los métodos establecidos, ya que esto suele ser realmente necesario para la determinación de un componente dado, dependiendo, por ejemplo, de la naturaleza de los productos a analizar, de sus contenidos diferentes de dicho componente o de la precisión requerida de los resultados.

Si es preciso introducir modificaciones al método básico, por ejemplo para eliminar interferencias debidas a la presencia o ausencia de ciertos

componentes o porque el producto está en una forma diferente, estas modificaciones deben tratarse como "casos especiales" e incluirse con los de la sección 11, haciéndose mención a ello en la presente sección.

Igualmente pueden incluirse datos sobre la utilidad del método para valorar la calidad del producto, y sobre cualquier reglamento establecido.

4. DEFINICIONES

Si son precisas descripciones o definiciones de ciertos términos para hacer más fácilmente comprensible el texto, deben hacerse en esta sección.

5. PRINCIPIO DEL METODO, REACCIONES, ESPECIFICIDAD

La cláusula del "principio del método" debe incluir brevemente las fases esenciales del método empleado, dando si es necesario las razones que justifiquen la elección de ciertos procedimientos; deben emplearse preferentemente frases en sustantivo (p.ej. "valoración con") mejor que las correspondientes formas infinitivas, imperativas o narrativas.

En el caso de métodos químicos, y cuando se considere útil para una mejor comprensión del texto o de la base de cálculos, se recomienda dar una breve indicación de las reacciones implicadas, pero únicamente como orientación y no pretendiendo con ello establecer ninguna cuestión de controversia. Dichas indicaciones pueden ayudar, en particular, a aclarar el método, cuando, por ejemplo, en la determinación de un elemento dado, tienen lugar durante el procedimiento diversos cambios sucesivos en la valencia del elemento.

Si se requieren detalles particulares relativos a la especificidad del método, pueden igualmente darse en esta sección o en la Sección 13 "Notas sobre el procedimiento".

Igualmente debe darse información adicional en una nota a esta sección o en la Sección 13.

6. REACTIVOS Y/O PRODUCTOS

Esta sección enumera todos los reactivos, disolventes, indicadores, y otros productos, requeridos durante el análisis, excluyendo, sin embargo, los requeridos únicamente en la preparación de otros reactivos. Debe indicar sus características esenciales y, en particular, en el caso de reactivos, su composición, grado de pureza, y concentración, juntamente, cuando sea necesario, con las precauciones a adoptar para su almacenamiento y tiempo que pueden ser almacenados.

Cuando se empleen soluciones patrones especiales, su preparación y, si se requiere, su normalización, debe describirse, o, si esto ha sido objeto de una Recomendación ISO, debe darse una referencia a dicha Recomendación. Cuando deba comprobarse la ausencia de un elemento perturbador en los reactivos,

puede ser útil igualmente, dar los detalles de los análisis que hayan de utilizarse a este fin.

La lista debe redactarse en un orden sistemático, agrupando los párrafos, por ejemplo, en el orden siguiente :

- (i) productos puros (excluidas soluciones)
- (ii) soluciones o suspensiones de concentración aproximada declarada (excluidas las soluciones patrones)
- (iii) soluciones patrones de concentración exacta declarada
- (iv) indicadores.

Cada párrafo debe identificarse mediante un número; indicando este número entre paréntesis en el texto del procedimiento, después de su nombre abreviado, es posible evitar el tener que repetir todas las características del párrafo en cuestión y, de esta forma, mantener conciso el texto.

En la lista, deben emplearse únicamente nombres químicos o nombres vulgares reconocidos y evitar marcas registradas y nombres de productos patentados, a menos que se requiera un producto específico de este tipo, por una razón bien definida. En este caso, debe indicarse la marca registrada, si es posible, únicamente en una nota al pie incluyendo la frase "... ha sido encontrado satisfactorio para este fin".

Para cada párrafo, debe indicarse primeramente el nombre químico o el nombre vulgar, seguido de términos descriptivos, por ejemplo :

- (1) Hidróxido potásico, en barras
- (2) Hidróxido sódico, solución patrón, 0,1 N.
- (3) Almidón, solución al 1% (m/m)

Cuando se den instrucciones para la preparación y normalización, éstas deben seguir inmediatamente, redactando las frases tan concisas como sea posible.

- 6.1 Calidad de los reactivos, etc. Es aconsejable encabezar la lista de los reactivos, etc. con una declaración sobre las características generales y especiales a las cuales deben adaptarse los productos. En particular, deben especificarse productos químicos de grado reactivo cuando sea necesario, e indicarse claramente la calidad del agua u otros disolventes a emplear.
- 6.2 Productos puros: Los productos puros deben describirse sin ambigüedades, dando todos los detalles necesarios para su identificación precisa, es decir, el nombre químico reconocido y/o nombre común por el cual son conocidos usualmente, y por su fórmula química en el caso de que, sin ella, la descripción pudiera ser ambigua (incluyendo, para los productos sólidos en particular, su agua de cristalización, si la poseen).

- 6.3 Expresión de la concentración de las soluciones: La concentración de las soluciones enumeradas debe expresarse en la forma descrita en la anterior Sección I.8.
- 6.4 Factores de corrección relacionados con las concentraciones de las soluciones: Para las soluciones valoradas dadas en la lista de reactivos, la concentración indicada en números redondos no debe suponerse que sea necesariamente la que haya que emplearse exactamente, ya que el analista puede disponer frecuentemente de una cierta tolerancia a este respecto. Cuando se emplee esta tolerancia, deberá aplicarse un factor de corrección apropiado en el método y, en particular, en el cálculo final de los resultados del ensayo. En este caso, se recomienda no hacer referencia a dichos factores de corrección en la cláusula "Expresión de los resultados" como tal, sino colocar en un lugar apropiado del documento la nota normalizada siguiente, u otra semejante, y hacer referencia a ella en las cláusulas "Reactivos" y "Expresión de los resultados".

Nota: Si las soluciones patrón o las soluciones valoradas utilizadas no tienen exactamente la concentración indicada en la lista de reactivos, debe emplearse un factor de corrección adecuado al calcular los resultados y en otras partes del procedimiento, cuando sea apropiado.

7. APARATO

Esta sección debe enumerar en un orden lógico, el aparato requerido para el análisis, excluyendo los aparatos de laboratorio corrientes, pero incluyendo las formas modificadas especialmente o los tamaños no usuales de dicho equipo. Además, deben incluirse los aparatos que, aunque estén disponibles normalmente en los laboratorios, requieran una descripción demasiado detallada para incluirla convenientemente en las cláusulas del procedimiento, así como los aparatos que juegan una parte importante en la seguridad, precisión o reproductibilidad del método. Cuando sea conveniente, debe hacerse referencia a cualquier Recomendación ISO existente; puede ser útil ilustrar los tipos especiales de aparatos y su conjunto mediante un diagrama; en este caso, se hará de acuerdo con las Recomendaciones ISO apropiadas.

Normalmente, no deben incluirse los aparatos empleados únicamente en la preparación de los reactivos.

Esta sección debe incluir igualmente, todas las instrucciones necesarias para la limpieza, montaje, ajuste o normalización del aparato a utilizar, cuando no convenga más incluirlas en "Procedimiento".

8. TOMA DE MUESTRAS Y MUESTRAS

- 8.1 Muestra de laboratorio (véase definición en la Sección I.10)
La toma de muestras necesaria para la preparación de la muestra de laboratorio y antes de la misma, no se considera, en general, como una parte del método de análisis propiamente, bastando generalmente indicar en esta sección del documento, la norma adecuada relacionada específicamente con esta cuestión, o en la sección

correspondiente de la norma del producto.

Sin embargo, cuando no existan dichos textos, puede ser necesario incluir en esta sección un plan de toma de muestras y un procedimiento de toma de muestras adecuados trazados de acuerdo con las recomendaciones sobre terminología y tratamiento estadístico establecido en este terreno por la ISO/TC 69 "Tratamiento estadístico de una serie de observaciones".

Este procedimiento debe, por tanto, especificar las operaciones necesarias para obtener una muestra de laboratorio verdaderamente representativa del producto (o lote) sobre el cual va a realizarse el análisis; puede incluir información útil sobre el volumen o masa requerida de muestra, y sobre la forma de preservarla, p.ej. características del recipiente para muestras a emplear (tipo, capacidad, estanqueidad al aire, etc.) y condiciones de almacenamiento.

- 8.2 Preparación de la muestra de ensayo (véase definición en la Sección I.10): Esta cláusula debe dar toda la información necesaria para la preparación de la "muestra de ensayo" a partir de la cual, se extraerán las "porciones de muestra" para los fines del ensayo en cuestión. Esta muestra se prepara directamente a partir de la "muestra de laboratorio" (Cláusula 8.1) o puede proceder indirectamente de la misma como resultado de manipulaciones relacionadas con otro ensayo. En este último caso, el origen de la muestra de ensayo debe indicarse claramente, p.ej. "Solución A (o filtrado B, o precipitado C) procedente de la determinación de ...". En cualquier caso, deben indicarse todas las fases de preparación (p.ej. evaporación, molienda, tamizado, secado, disolución, etc.), juntamente con la información apropiada sobre el tamaño de muestra requerido, tipo de recipiente, y condiciones de almacenamiento propugnadas, así como cualquier otra característica importante (p.ej. pH).

9. PROCEDIMIENTO

Esta sección debe describir en detalle, las fases sucesivas del procedimiento, dividiéndose para ello en tantas cláusulas como fases separadas o etapas de operaciones se realicen. Cada una de estas operaciones deberá describirse exactamente, de preferencia en el orden cronológico de realización, agrupando las fases en cláusulas y párrafos en una forma lógica para facilitar la descripción, comprensión y aplicación del método.

Si el número de operaciones es grande, se recomienda que las cláusulas que cubran cada una se dividan en nuevas cláusulas, correspondiendo cada una a una operación analítica dada.

Las cláusulas siguientes son las incluidas normalmente bajo el epígrafe "Procedimiento"; en cada caso particular que lo precise, se omitirá cualquiera

de ellas que no sea importante y se agregarán otras que lo sean.

- 9.1 Aparato : Inclúyase bajo este encabezamiento todas las instrucciones detalladas para la limpieza, montaje, ajuste y normalización del aparato que puedan ser necesarias o únicas para el método, y las cuales, si no se las ha incluido más adecuadamente en la sección 7 anterior, pueden ser tratadas como una parte del "Procedimiento". Especifíquese, en particular, todas las operaciones necesarias, antes del ensayo, para asegurar que el aparato funciona correctamente.
- 9.2 Patrones de referencia y curvas de calibración : Inclúyanse instrucciones detalladas para la preparación de las tablas o curvas o de calibración y sobre el empleo de los patrones de referencia, incluyendo las muestras patrón utilizadas para verificar la validez del método o para asegurar la uniformidad de la técnica de análisis.
- 9.3 Precauciones de seguridad : Si existen riesgos de explosión, incendio, toxicidad y otros peligros y son necesarias precauciones especiales, deben incluirse en el procedimiento declaraciones preventivas claras, en letras mayúsculas o itálicas negritas, en un lugar apropiado del texto. Después, pueden darse, en un Apéndice, advertencias más detalladas sobre los procedimientos de seguridad e indicaciones de primeros auxilios.
- 9.4 Porciones de ensayo : Esta cláusula debe dar toda la información necesaria para la extracción de las porciones de ensayo procedentes de la muestra de ensayo (Cláusula 8.2) (o de la muestra de laboratorio si ambas son iguales). Cuando sea apropiado, debe establecerse en particular el método de pesada o de medida de estas porciones de ensayo (p.ej. empleando una pipeta graduada). Debe establecerse la masa o el volumen de las porciones de ensayo, la precisión con la cual deben medirse, así como cualquier otra característica importante.

9.4.1 Medición en masa de las porciones de ensayo

Existen normalmente dos caminos para medir en masa las porciones de ensayo:

- (a) se precisa del operador para pesar, con la precisión requerida, una cantidad prescrita exactamente de muestra de ensayo,
- y (b) se precisa del operador para tomar una cantidad establecida aproximadamente de muestra de ensayo y, después, pesarla con la precisión especificada para averiguar su masa exacta.

Estos casos se llaman de diferentes formas, como en los ejemplos siguientes :

Ejemplo del caso (a) : "pesar al 0,001 g más próximo exactamente 5 g de muestra de ensayo"

Ejemplo del caso (b) : "pesar al 0,001 g más próximo aproximadamente 5 g de muestra de ensayo".

Nota : En este contexto, la expresión "aproximadamente" se supone generalmente que significa "dentro del $\pm 10\%$ " de la cifra indicada. Caso de precisarse una tolerancia más estrecha, se recomienda indicarlo claramente, p.ej. (en el ejemplo anterior):

"pesar al 0,001 g más próximo 4,8 a 5,2 g de muestra de ensayo".

9.4.2 Medición en volumen de las porciones de ensayo

Existen dos expresiones recomendadas para indicar la precisión con la cual han de medirse las porciones de ensayo; a saber,

- (a) cuando la precisión está supeditada a la del aparato empleado: indicando que la de este último es, por ejemplo: "medir 10 ml de la muestra de ensayo con una pipeta que precise los 0,005 ml".
- (b) cuando no está indicada la precisión del aparato a emplear: indicando en la forma convencional el valor numérico del volumen en cuestión con la precisión requerida, por ejemplo "medir 10,00 ml de muestra de ensayo" o (lo que es lo mismo) "medir $10 \pm 0,005$ ml de muestra de ensayo".

9.5 Ensayo en blanco : Debe especificarse bajo este epígrafe, siempre que sea necesario, un ensayo en blanco para el control del método, en parte o en su totalidad, o de la pureza de los reactivos empleados, así como especificarse claramente las condiciones para realizar este ensayo. El ensayo en blanco debe realizarse normalmente en paralelo con el análisis mismo, empleando el mismo procedimiento que en este último, y las mismas cantidades de todos los reactivos, pero omitiendo el producto que se está analizando. Sin embargo, en ciertos casos, esta ausencia en el ensayo en blanco de los componentes que constituyen el producto, puede dar lugar a que las condiciones en el ensayo en blanco difieran tanto de las del ensayo mismo que estas diferencias interfieran con la aplicación del método. En tales casos, deben establecerse claramente en esta cláusula las modificaciones en el procedimiento que hayan de aplicarse en el ensayo en blanco o en un ensayo en blanco auxiliar, con el fin de rectificar estas diferencias mientras se mantienen las mismas cantidades de reactivos que en el ensayo mismo.

9.6 Determinación(es) : Las operaciones mediante las cuales se realiza la determinación deben describirse preferentemente en su

orden cronológico de realización y expresarse en forma fácilmente legible para ayudar al conocimiento y aplicación del procedimiento. Si fuera necesario, en el transcurso de estas operaciones, conservar el producto de una de las fases del procedimiento (p.ej. filtrado o precipitado) para utilización como una "muestra de ensayo" en una determinación posterior, esto se debe indicar claramente y tenerlo en cuenta para darle un símbolo o letra de referencia mediante el cual pueda ser identificado nuevamente más adelante. En este caso, puede utilizarse satisfactoriamente en las cláusulas pertinentes de los métodos una forma de expresión, tal como la siguiente: "conservar el filtrado (D) para la determinación de ..." y más adelante: "utilizar el filtrado (D) procedente de la determinación de ...".

10. CALCULO, EXPRESION E INTERPRETACION DE LOS RESULTADOS

Esta sección debe dar las instrucciones sobre cómo han de calcularse y evaluarse los resultados.

- 10.1 Métodos de cálculo y fórmulas : Esta cláusula se emplea únicamente cuando el análisis da valores numéricos de las observaciones y requiere resultados numéricos obtenidos por cálculo a partir de estos valores. Por tanto, debe dar todas las instrucciones necesarias para este cálculo de los resultados, incluyendo las instrucciones para cualquier corrección que haya de aplicarse a las observaciones efectuadas durante el ensayo. Para ello, esta cláusula debe dar las fórmulas completas para el cálculo en forma de símbolos de letras, adjuntando, cuando sea necesario, una fórmula simplificada; debe definir el significado de estos símbolos; incluir las unidades en que están expresados y debe establecer sin ambigüedades el producto medido, p.ej. mediante su fórmula química completa. Con fines de uniformidad, se recomienda emplear los símbolos de letras siguientes :

Mo o Vo para la masa y el volumen de la porción de ensayo

M, M₁, M₂, etc. para valores de masa

V, V₁, V₂, etc. para valores de volumen

Un ejemplo o forma de presentación de esta cláusula es la siguiente :

"El porcentaje, en masa, de óxido de arsénico, As₂O₃, en el producto es igual a :

$$0..... \times V \frac{1000}{500} \times \frac{100}{Mo}$$

en donde :

Mo es la masa, en gramos de la porción de ensayo.
V es el volumen, en mililitros, de la solución A (véase Sección 9).

Tómese como resultado la media aritmética de las determinaciones si han sido satisfactorias las condiciones de reproductibilidad. Dése el resultado con cuatro cifras significativas. Si el método precisa el empleo de soluciones patrones, deberá incluirse la siguiente nota :

"Si las soluciones patrón o las soluciones valoradas empleadas no tienen exactamente la concentración indicada en la lista de reactivos, debe incluirse un factor de corrección apropiado al calcular los resultados."

- 10.2 Cifras significativas y reglas de redondeo : Los datos experimentales y los resultados de los cálculos de los mismos, deberán tener un número de cifras significativas, lógicamente relacionadas con la sensibilidad y la precisión del método teniendo en cuenta, igualmente, hasta qué punto es verdaderamente representativa la muestra de ensayo de los productos que se analizan. El redondeo debe hacerse como última operación en los cálculos y de acuerdo con las siguientes reglas :

"Si el primer dígito descartado es mayor de 5, o si es 5 seguido de, al menos, una cifra distinta de 0, increméntese el último dígito retenido en una unidad.

Si el primer dígito descartado es un 5 seguido de ceros, redondéese hacia arriba el último dígito retenido si es un número impar; no se redondee si es un número par.

Si el primer dígito descartado es menor de 5, no hacer ningún reajuste al último dígito retenido."

- 10.3 Precisión y confiabilidad :

10.3.1 Sensibilidad del método: Esta deberá tenerse en cuenta y considerarla cuando sea un factor de importancia en los valores observados y, por tanto, en la interpretación de los resultados.

10.3.2 Precisión del método: Esta se define como la densidad de concordancia entre los resultados obtenidos al aplicar el procedimiento experimental varias veces bajo las condiciones prescritas. Combinado con un conocimiento de todas las posibilidades de desviación del método, es una medida de la exactitud y confiabilidad del método. Cuando se hayan realizado ensayos comparativos sobre el método, se recomienda indicar la precisión bajo los dos epígrafes de repetibilidad y reproductibilidad, los cuales se definen y deben expresarse como sigue :

- Repetibilidad. La densidad de concordancia entre resultados repetidos obtenidos con el mismo método, sobre idéntico material de ensayo, por el mismo analista, en el mismo laboratorio, empleando el mismo aparato, al

mismo tiempo o en rápida sucesión. Deberá expresarse en el texto del método como sigue:

"La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente, o en rápida sucesión por el mismo analista, no debe exceder de".

- Reproductibilidad. La densidad de concordancia entre los resultados individuales obtenidos con el mismo método sobre idéntico material de ensayo pero bajo condiciones diferentes (analistas diferentes, aparato diferente, laboratorios diferentes y/o tiempos diferentes). Deberá expresarse en el texto del método como sigue:

"La diferencia entre los resultados obtenidos en dos laboratorios diferentes sobre la misma muestra no debe exceder de ...".

- 10.4 Posibilidad de desviaciones: Toda posibilidad de un error o desviación sistemático en el método como tal, o en los resultados de las observaciones, realizadas, debe discutirse brevemente, y evaluarse numéricamente, si es posible, sobre todo, si se estima que pueda haber diferencias entre los resultados obtenidos empleando otros métodos normalizados para la determinación en cuestión.
- 10.5 Evaluación total (absoluta) de los resultados: Por último, deberá exigirse bajo este epígrafe, una interpretación total de los resultados del análisis, sobre la base de los principios estadísticos reconocidos y teniendo en cuenta los diversos factores anteriormente citados, que sirven para juzgar la aceptabilidad de estos resultados.

11. CASOS ESPECIALES

Esta sección reúne todas las modificaciones al procedimiento exigidas por la presencia o la ausencia de componentes específicos en el producto a analizar, o debido a estar el producto en forma diferente. Las modificaciones requeridas por este motivo deberán ya haber sido indicadas en la Sección 3, "Campo de aplicación". A cada caso especial deberá darse un sub-título exacto.

El texto del método modificado deberá incluir las siguientes subdivisiones:

- Principio, es decir, la modificación o modificaciones en que el principio del procedimiento general, o, posiblemente el fundamento del nuevo procedimiento;
- Toma de muestras, es decir, cualquier modificación en el método general de toma de muestras;
- Procedimiento, es decir, el nuevo procedimiento o una explicación de las modificaciones consideradas. Si se trata de una modificación parcial, es necesario relatar claramente la parte alterada del procedimiento general, indicando el último párrafo no modificado del procedimiento y su posición en el texto o, preferiblemente, reproduciéndolo completamente. Después, se

señalará la parte modificada y se indicará de la misma forma el primer párrafo inalterado que sigue a la modificación;

- Expresión de los resultados, es decir, lo aplicable al procedimiento modificado o adicional.

Es preferible, incluso aunque la modificación sea muy pequeña, redactar una sección titulada "Caso especial", mejor que describir esta modificación en una nota, ya que el procedimiento anterior es preferible desde el punto de vista de la claridad.

12. NOTAS SOBRE EL PROCEDIMIENTO

Debe colocarse al final del párrafo o cláusula a que se refiera, toda nota destinada a completar la descripción del procedimiento y a facilitar la aplicación del método. Sin embargo, si éstas precisaran un texto relativamente largo, deberán colocarse bajo una sección especial "Notas sobre el procedimiento", después de "Procedimiento".

13. INFORME DEL ENSAYO

Esta Sección deberá dar todas las indicaciones necesarias para la identificación de la muestra, el método empleado, los resultados y la forma en que están expresados y toda operación no especificada en la norma o considerada como facultativa, que pueda influir en el resultado.

14. REPRESENTACION ESQUEMATICA DEL PROCEDIMIENTO

Particularmente con los procedimientos largos, que constan de múltiples operaciones, es útil, a veces, tener una representación esquemática de las diferentes fases del procedimiento. Dicho diagrama debe redactarse de forma que queden claramente separadas las distintas fases y agrupada sobre una línea vertical la secuencia de operaciones realizadas en un estado intermedio determinado (precipitado, filtrado, residuo, etc.). Debe indicarse explícitamente si un orden determinado de operaciones finaliza en una fase determinada (p.ej. "el filtrado se tirará").

15. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

Esta sesión se incluirá únicamente en aquellos casos en que el número de referencias bibliográficas sea grande o cuando sea interesante agruparlas bajo un epígrafe separado. En otros casos, puede ser más conveniente presentarlas en el texto mismo de las secciones respectivas o como notas al pie a las mismas. Únicamente deberán darse referencias a las publicaciones que confirmen o contengan información suplementaria necesaria. No son convenientes las referencias que tengan solamente valor histórico o de agradecimiento.

16. APÉNDICES

Los apéndices deberán emplearse cuando sea conveniente descargar el contenido del documento de información detallada que puede presentarse más adecuadamente en aquella forma. Ejemplo de esto son :

- Información valiosa pero no estrictamente esencial, que no haya sido incluida en el texto, con fines de simplificación.
- Una descripción de las formas meramente recomendadas de aparato.
- Un esquema dimensionado, con descripción detallada, de aparato, cuando sea necesario.
- Una variante del método, citada únicamente como ejemplo.
- Otro método posible que puede emplearse para fines de rutina pero que no conviene incluir en el texto principal de la norma.
- Tablas para el cálculo de los resultados.
- Un ejemplo numérico de los cálculos e informe del ensayo.
- Extractos bibliográficos.
- Resultados experimentales sobre los cuales se ha determinado la precisión del método.
- Procedimiento de seguridad recomendado e indicaciones de primeros auxilios.

✓

DENSIDAD RELATIVA
DE
GRASAS Y ACEITES COMESTIBLES

DENSIDAD RELATIVA DE GRASAS Y ACEITES COMESTIBLES

El método siguiente para la determinación de la densidad relativa ha sido sancionado para:
Aceites comestibles (excepto aceite de oliva),
manteca y grasa de cerdo fundida, premier jus y
sebo comestible.

DETERMINACION DE LA DENSIDAD RELATIVA DE GRASAS Y ACEITES A 20°C

1. AMBITO

Este método es aplicable a las grasas y aceites líquidos que, a la temperatura de la determinación, no depositan estearina.

2. DEFINICION

La densidad relativa a $t/20^{\circ}\text{C}$ de un aceite o grasa es la razón entre el peso en el aire de un volumen dado del aceite o grasa en cuestión a $t^{\circ}\text{C}$ y el mismo volumen de agua a 20°C , efectuando las pesadas con los pesos ajustados para equilibrar las pesas de bronce en el aire.

3. PROCEDIMIENTO

Calibrar una botella de densidad relativa o un picnómetro (de al menos 25 ml de capacidad), en la forma siguiente. Limpiar y secar la botella y pesarla; llenarla de agua destilada apenas hervida y enfriada y conservarla en un baño de María a 20°C hasta que alcance esta temperatura. Si se utiliza una botella, introducir el tapón de tal manera que el capilar quede totalmente lleno de agua, y a continuación mantener a 20°C hasta que no se produzca ninguna alteración del volumen. Secar el tapón. Si se emplea un picnómetro, ajustar el volumen del líquido al nivel señalado. Sacar la botella o el picnómetro del baño, secar la parte exterior, dejar reposar por algunos momentos y pesar.

Vaciar y secar la botella o el picnómetro. Llenarla con la muestra de aceite o grasa que previamente se habrá calentado hasta una temperatura cercana a $t^{\circ}\text{C}$. Conservar la botella o el picnómetro en un baño a $t^{\circ}\text{C}$ hasta que el aceite o grasa alcance esa temperatura. Si se emplea una botella, introducir el tapón de tal forma que el capilar quede totalmente lleno de aceite o grasa y luego mantener a la temperatura $t^{\circ}\text{C}$ hasta que no se produzca ninguna alteración del volumen. Secar el tapón. Si se emplea un picnómetro, ajustar el volumen del líquido al nivel señalado. Sacar el aparato del baño, secar el exterior, dejar reposar por algunos momentos y pesar. Efectuar todas las pesadas en el aire, ajustando los pesos hasta equilibrar las pesas de bronce en el aire.

4. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

$$\text{Densidad relativa a } \underline{t}/20^{\circ}\text{C en el aire} = \frac{\underline{P}_2}{\underline{P}_1 [1 + \alpha(\underline{t} - 20^{\circ}\text{C})]}$$

donde: \underline{P}_2 = peso en gramos del aceite o grasa obtenido en el ensayo

\underline{P}_1 = peso en gramos del agua, obtenido en el ensayo comparativo

y α = el coeficiente de expansión cúbica del vidrio a la temperatura dada:

0,000 03 para el vidrio de sosa;

0,000 01 para el vidrio de borosilicato.

5. NOTA

Supuesto que a una temperatura próxima a $t^{\circ}\text{C}$ no se deposite estearina ni estén presentes en el aceite o grasa humedad o impurezas visibles, la densidad relativa puede determinarse a cualquier temperatura comprendida entre $(t + 5)^{\circ}\text{C}$ y $(t - 5)^{\circ}\text{C}$. La densidad relativa a $t^{\circ}\text{C}$ se calcula a partir de la cifra así obtenida añadiendo 0,000 69 a la cifra en cuestión por cada grado centígrado en que la temperatura a que se ha realizado la observación supera los $t^{\circ}\text{C}$ o sustrayendo a dicha cifra 0,000 69 por cada grado centígrado en que dicha temperatura es inferior a $t^{\circ}\text{C}$.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- 6.1 British Standard 684: 1958, p. 10: Determination of the specific gravity at $t/15,5^{\circ}\text{C}$ in air and the apparent density (g/ml) in air of fatty oils. Método 1.

REPRODUCIDO DEL INFORME DEL TERCER
PERIODO DE SESIONES DEL COMITE DEL
CODEX SOBRE METODOS DE ANALISIS Y
TOMA DE MUESTRAS- (ALINORM 68/23 1967)

MÉTODOS PROPUESTOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS PARA AZÚCARESI. MÉTODOS DE ANÁLISIS1. AZÚCAR BLANCO

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión a/</u>	<u>Referencia</u>
Polarización expresada en sacarosa	Método de ICUMSA para los azúcares brutos (sin plomo). No se empleará la defecación con plomo más que en caso necesario; no se efectuará corrección alguna respecto al "efecto del plomo"	$\pm 0,1^{\circ}\text{S}$	Ic.R1958p.84
Azúcar invertido	Método de KNIGHT y ALLEN cuando el contenido sea menor de 0,02%	$\pm 0,005\%$	Ic.M.p.29
	Método del INSTITUTO DE BERLIN cuando el contenido oscile entre 0,02% y 0,10%	$\pm 0,005\%$	Ic.M.p.25
	Método de LANE y EYNON cuando el contenido sea mayor de 0,1%	$\pm 0,01\%$	Ic.M.p.13
Cenizas de conductividad	Método de ICUMSA para las cenizas de conductividad empleando soluciones de 5 g/100 ml o 28 g/100 g; con 5 g/100 ml, la conductividad expresada en micromhos/cm se multiplicará por el factor de proporcionalidad $C \ 18 \times 10^{-4}$	$\pm 0,001\%$	Ic.R1962p.12
Pérdidas por desecación	Método de ICUMSA empleando un peso mínimo de muestra de 20 g (no molida)	$\pm 0,005\%$	Ic.M.p.44

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Color (unidades ICUMSA)	Determinado por el Método 4 de ICUMSA en una solución de 50 g/100 g después de filtrarla por un filtro de membrana de un tamaño de poro 0,4 μ a 0,6 μ . Los resultados se expresarán en "unidades ICUMSA" según se definen en IC.M.p.58	No se ha establecido todavía	IcM.pp 57 y 58 IcR 1958 p.52
Bióxido de azufre	Método de CARRUTHERS, HEANY y OLDFIELD. La amplitud y la precisión dependen de la concentración de la solución de ensayo:		
	1-7 mg/kg, solución de ensayo de 40 g/100 ml	$\pm 0,3$ mg/kg	
	2-15 mg/kg, solución de ensayo de 20 g/100 ml	$\pm 0,5$ mg/kg	
	5-30 mg/kg, solución de ensayo de 10 g/100 ml	$\pm 1,0$ mg/kg	I.S.J. 1965 p.364
	10-60 mg/kg, solución de ensayo de 5 g/100 ml	$\pm 2,0$ mg/kg	
Arsénico (As)	Método del dietilditiocarbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietilditiocarbamato de plata		AOAC 1965 24.011
Plomo (Pb)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas, satisfactorio con un contenido menor de 0,5 mg/kg	$\pm 0,1$ mg/kg	Ic.M.p.48(c)
Cobre (Cu)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas para los límites mencionados en las normas del Codex	$\pm 0,5$ mg/kg	Ic.M.p.106

^{a/} Véase párrafo 8 (d) de ALINORM 68/23

2. AZUCARES BLANDOS

(a) Blando a pardo oscuro

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Sucrosa (sacacosa) + azúcar invertido expresado en sacarosa	Modificación por inversa tasa de TATE y LYLE del método de LANE y EYNON		Ic.M.p.71
Azúcar invertido	Método de LANE y EYNON (sin inversión)		Ic.M.p.71
Cenizas sulfatadas	Método gravimétrico de doble sulfatación		Ic.M.p.36
Pérdidas por desecación	Método de ICUMSA empleando 10 g		Ic.M.p.44
Dióxido de azufre	Método de CARRUTHERS, HEANEY y OLDFIELD.		
<p>La amplitud y la precisión dependen de la concentración de la solución de ensayo:</p>			
	1-7 mg/kg, solución de ensayo de 40 g/100 ml	± 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solución de ensayo de 20 g/100 ml	± 0,5 mg/kg	
	5-30 mg/kg, solución de ensayo de 10 g/100 ml	± 1,0 mg/kg	I.S.J.1965 p.364
	10-60 mg/kg, solución de ensayo de 5 g/100 ml	± 2,0 mg/kg	
Arsénico (As)	Método del dietilditiocarbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietilditiocarbamato de plata		AOAC, 1965 24.011
Plomo (Pb)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas, satisfactorio con un contenido menor de 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M.p.48(o)

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Cobre (Cu)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas para los contenidos límites establecidos en las normas del Codex	$\pm 0,5$ mg/kg	Ic.M.p.106
(b) Azúcar blanco blando			
Sucrosa (sacrosa) + azúcar invertido expresado en sacarosa	Método de LANE y EYNON con la modificación por invertasa de TATE y LYLE		Ic.M.p.71
Cenizas de conductividad	Método de ICUMSA para las cenizas de conductividad empleando soluciones de 5 g/100 ml o 28 g/100 g; con 5 g/100 ml la conductividad expresada en micro mhos/cm se multiplicará por el factor de proporcionalidad C 18×10^{-4}		Ic.R.1962p.12
Color (unidades ICUMSA)	Medición según el método 4 de ICUMSA con una solución de 50 g/100 g después de filtrada por un filtro de membrana de tamaño de poro $0,4 \mu$ a $0,6 \mu$		Ic.M.pp.57 y 58 Ic.R.1958p.52

a/ Véase párrafo 8 (d) de ALINORM 68/23

3. LACTOSA

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión</u> ^{a/}	<u>Referencia</u>
Lactosa anhydra	Método de LANE y EYNON		Io.P.p.13
Cenizas sulfatadas	Sulfatación simple		Io.M.p.100
Pérdidas por desecación	Método U.S.P. (secado 16 horas a 130°C) o método de KARL FISCHER		U.S.P.1965 p.336 Angew.Chem. 1935,48,394
pH (solución al 10%)	Mediante peachímetro		Io.M.p.44
Arsénico (As)	Método del dietilditio-carbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietilditio-carbamato de plata		AOAC, 1965 24.011
Plomo (Pb)	El método de ICUMSA con cenizas húmedas es satisfactorio para un contenido menor de 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Io.M.p.48(o)
Cobre (Cu)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas para los contenidos límites que figuran en las normas del Codex	± 0,5 mg/kg	Io.M.p.106

^{a/} Véase párrafo 8 (d) de ALINORM 68/23

X

4. JARABE DE GLUCOSA, JARABE DE GLUCOSA DESHIDRATADO

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión $\frac{a}{b}$</u>	<u>Referencia</u>
Extracto seco total	Desecado en estufa de vacío		Método E.42 C.I.R.F.
Equivalente en dextrosa (azúcares reductores expresados en D-glucosa)	Método de LANE y EYNON		Ic.M.p.101
Cenizas sulfatadas	Método simple de sulfatación		Ic.M.p.100
Bióxido de azufre	Método de CARRUTHERS, HEANY y OLDFIELD. La amplitud y la precisión dependen de la concentración de la solución de ensayo, es decir		
	1-7 mg/kg, de solución de ensayo de 40 g/100 ml	$\pm 0,3$ mg/kg	
	2-15 mg/kg, solución de ensayo de 20 g/100 ml	$\pm 0,5$ mg/kg	
	5-30 mg/kg, solución de ensayo de 10 g/100 ml	$\pm 1,0$ mg/kg	
	10-60 mg/kg, solución de ensayo de 5 g/100 ml	$\pm 2,0$ mg/kg	I.S.J.1965 p.364
	-600 mg/kg, solución de ensayo de 0,5 g/100 ml	± 20 mg/kg	
Arsénico (As)	Método del dietilditiocarbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietilditiocarbamato de plata		AOAC, 1965 24.011
Plomo (Pb)	El método ICUMSA con cenizas húmedas es satisfactorio para un contenido menor de 0,5 mg/kg	$\pm 0,1$ mg/kg	Ic.M.p.48(c)

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión</u> ^{a/}	<u>Referencia</u>
Cobre (Cu)	El método ICUMSA con cenizas húmedas para los contenidos límites establecidos en las normas del Codex	± 0,5 mg/kg	Ic.M.p.106

^{a/} Véase párrafo 8 (d) de ALIQUOT 08/23

5. DEXTROSA MONOHIDRATADA Y DEXTROSA ANHIDRA

<u>Determinación analítica</u>	<u>Método</u>	<u>Precisión ^{a/}</u>	<u>Referencia</u>
Dextrosa (expresada en D-glucosa)	Método de LANE y EYNON		Io.M.p.101
Extracto seco total	Desecación a 100°C durante 4 horas a presión reducida		Io.M.p.113
Cenizas sulfatadas	Método de sulfatación simple		Io.M.p.100
Bióxido de azufre	Método de CARRUTHERS, HEANEY y OLDFIELD. La amplitud y la precisión dependen de la concentración de la solución de ensayo, es decir		
	1-7 mg/kg, solución de ensayo de 40 g/100 ml	± 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solución de ensayo de 20 g/100 ml	± 0,5 mg/kg	
	5-30 mg/kg, solución de ensayo de 10 g/100 ml	± 1,0 mg/kg	
	10-60 mg/kg, solución de ensayo de 5 g/100 ml	± 2,0 mg/kg	I.S.J.1965p.364
Arsénico (As)	Método del dietilditio carbamato empleando cenizas húmedas y medición colorimétrica con dietil ditiocarbamato de plata		AOAC 1965 24.011
Plomo (Pb)	El método de ICUMSA con cenizas húmedas es satisfactorio para un contenido menor de 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Io.M.p.48(c)
Cobre (Cu)	Método de ICUMSA con cenizas húmedas para los contenidos límites establecidos en las normas del Codex	± 0,5 mg/kg	Io.M.p.106

^{a/} Véase párrafo 8 (d) de ALINORM 68/23

II. METODO DE TOMA DE MUESTRAS
(para azúcares blancos y blandos)

1. Toma de muestra en sacos (Ic.M.p.86)

Las muestras deberán tomarse preferiblemente de sacos abiertos. Cuando esto no sea posible, las muestras se tomarán perforando los sacos con una sonda del tipo descrito en la pág. 80 de Ic.M; las perforaciones se cerrarán adecuadamente, por ejemplo, cuando los sacos perforados sean de papel, con cinta adhesiva. Cuando se trate de envases nacionales, de hasta 5 kg de peso, deberá tomarse como muestra todo el envase.

2. Número de muestras que deben tomarse

El peso máximo del lote será de 500 toneladas. El número de paquetes del que deben tomarse las muestras será igual a $\sqrt[3]{T}$ (donde T es el tonelaje del lote) con un mínimo de tres paquetes. En todos los casos, la muestra general apartada pesará por lo menos 2 kilos y, si fuese necesario, los sacos se perforarán varias veces con la sonda.

3. Preparación de la muestra para el análisis (Ic.M.p.83)

De la muestra general, tomada según se describe anteriormente y mezolada, se prepararán cuatro submuestras de 500 gramos cada una por lo menos, según el método ICUMSA, para los azúcares brutos, y se envasarán en paquetes cerrados herméticamente e impermeables.

III. ABREVIATURAS EMPLEADAS EN EL APENDICE

Ic.M.	= ICUMSA Methods of Sugar Analysis (1964)
Ic.R.	= ICUMSA Report (Report of the Proceedings of the Session)
I.S.J.	= International Sugar Journal
C.I.R.F.	= Corn Industries Research Foundation
A.O.A.C.	= Association of Official Analytical Chemists
