

comisión del codex alimentarius

ORGANIZACION DE LAS NACIONES UNIDAS
PARA LA AGRICULTURA
Y LA ALIMENTACION

ORGANIZACION MUNDIAL
DE LA SALUD

OFICINA CONJUNTA: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROMA Tel.: +39(06)57051 Télex: 625852-625853 FAO I E-mail : Codex@fao.org Facsimile: +36(06)570.4593

Tema 6 del orden del día

CX/MMP 00/16
Enero 2000

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMITE DEL CODEX SOBRE LA LECHE Y LOS PRODUCTOS LACTEOS **Cuarta reunión**

Wellington, Nueva Zelandia, 28 de febrero - 3 de marzo de 2000

MÉTODOS DE MUESTREO Y ANÁLISIS PARA PRODUCTOS LÁCTEOS¹

INFORME DEL GRUPO DE TRABAJO DE LOS ORGANISMOS FIL /ISO/AOAC PARA MÉTODOS DE MUESTREO Y ANÁLISIS

INTRODUCCIÓN

Este documento ofrece referencias relativas a los Métodos de Muestreo y Análisis necesarios con respecto a las Normas del Codex y a los proyectos y propuestas de proyectos de normas para productos lácteos.

Las listas de métodos se enumeran en el Apéndice I para su examen por parte del Comité. Las listas contienen: métodos recomendados por el Grupo de Trabajo Tripartito para los proyectos y propuestas de proyecto de normas en elaboración; así como los métodos descritos en las normas adoptadas que han sido impugnados por los Comités del Codex para la Leche y los Productos Lácteos, y en los Métodos de Muestreo y Análisis (CCMAS). Tan pronto como el Comité acuerde los métodos, éstos serán remitidos al CCMAS para su aprobación. Las listas se presentan en la clasificación del Volumen 13 del *Codex Alimentarius* al cual se añadirán, en última instancia, las entradas. Al principio de la lista aparecen aquellos métodos aplicables a todos o a la mayoría de los productos lácteos.

Los datos de precisión de los métodos están siendo revisados por los organismos FIL, ISO y AOAC International. Los detalles serán comunicados a la Secretaría del Codex, antes de su remisión al CCMAS.

Los métodos (Normas Internacionales) de análisis y muestreo que se publicaron o revisaron por última vez hace cinco años son revisados de manera sistemática cada año por los organismos FIL, ISO (ISO/TC 34/SC 5) y AOAC International. Los métodos normalizados, después de su revisión, se confirmarán o revisarán.

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA ADITIVOS ALIMENTARIOS Y CONTAMINANTES

ADITIVOS

Los organismos FIL, ISO y AOAC International han tomado nota de las decisiones del CCFAC referentes a los métodos de análisis para aditivos (ALINORM 97/12, Apéndice IV) y los criterios para dar prioridad y seleccionar los métodos (ALINORM 97/12, párr. 28) en el siguiente orden:

"- IDA definitiva establecido por el JECFA;

¹ Este documento incluye en el Apéndice II temas propuestos durante la 22ª reunión del Comité del Codex para Métodos de Análisis y Toma de Muestras que pueden presentar implicaciones para la labor de este Comité.

- disposiciones para aditivos o contaminantes establecidas por el Codex;
- los métodos propuestos deberán haber sido certificados;
- la utilización del aditivo provoca o tiene el potencial de provocar problemas al comercio internacional, y;
- el aditivo se utiliza en un alimento principal o en un ingrediente principal".

Considerando que virtualmente todos los aditivos enumerados en las normas no se utilizan únicamente en los productos lácteos, los organismos FIL, ISO y AOAC International se preocupan específicamente en lo referente a los requisitos de la pimaricina (natamicina).

CONTAMINANTES

Métodos de análisis en uso son aquellos que se aplican a todos los productos lácteos. Se enumeran al principio del cuadro adjunto (excepto los correspondientes al plomo). El CCMAS recomendó que los Comités de cada producto deben seleccionar métodos de entre los existentes métodos generales del Codex, siempre que sea factible.

OTRAS DISPOSICIONES QUE CARECEN DE MÉTODOS

Se ha solicitado a los expertos que identifiquen métodos adecuados para determinar las cantidades especificadas en estas disposiciones. Dichos métodos se presentarán tan pronto como se encuentren disponibles en la forma que cumpla los requisitos del CCMAS.

ASUNTOS PRESENTADOS DURANTE LA 3ª SESIÓN DEL CCMMP Y LA 22ª SESIÓN DEL CCMAS

Los organismos FIL, ISO y AOAC International han dedicado una atención particular a las cuestiones presentadas referentes a los métodos para el análisis y la muestreo de la leche y los productos lácteos durante la 3ª Sesión del CCMMP (Montevideo, mayo 1998) y la 22ª Sesión del CCMAS (Budapest, noviembre 1998) de lo que informan a continuación. Algunos de los comentarios siguientes están relacionados con los métodos presentados durante la 4ª Sesión del CCMMP (Wellington, feb. - mar. 2000).

PARTE 1 DISPOSICIONES RELATIVAS A LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS EN LAS NORMAS DEL CODEX PARA LOS PRODUCTOS LÁCTEOS

Mantequilla[†] – Plomo

El nivel máximo es de 0,05 mg/kg.

El método AOAC 972.25 es especialmente adecuado para productos que contengan un elevado nivel de calcio; puede que no sea adecuado en el caso de la mantequilla. Es posible que AOAC 994.02 y su equivalente IUPAC sean adecuados. El método 972.25 del AOAC ha sido aprobado por el CCMAS en el caso de la mantequilla, los productos elaborados con caseína alimentaria y suero en polvo. El método puede retirarse (sólo en el caso de la mantequilla) si el Comité así lo decide.

Mantequilla– Contenido en Grasa Láctea, contenido en Sólidos Magros Lácteos

El CCMAS ha aceptado la Norma de la FIL 80:1997/ISO 3727:1977/AOAC 938.06 y 920.116 (método de gravimetría). Sin embargo, el método ha recibido críticas referidas a su escasa fiabilidad. El método se encuentra bajo revisión y estará disponible a principios del 2001, o antes.

Los métodos aceptados se conservan de momento, a la espera de la conclusión de la revisión.

Queso - Contenido en agua

El CCMAS no aceptó ni la Norma de la FIL 4A:1982/ISO 5534:1985 (método de gravimetría, secado a 102 °C) ni la AOAC 926.08 (método de horno al vacío) pues solamente puede aceptarse un método del

[†] En algunos países de América Latina se utiliza el Término “manteca” en lugar de “mantequilla”.

tipo I para una sola combinación analítica/producto. Solicitó al CCMMMP recomendar sólo uno de estos dos métodos de Tipo I.

La cuestión general referente a la determinación del agua y extracto graso en el queso es qué principio elegir para el método. En Norteamérica se utiliza el horno al vacío. En los demás lugares parece más común el secado a 102°C. Puede tratarse de un tema de equivalencia.

Los organismos FIL/ISO/AOAC International no han sido capaces de establecer si se han llevado a cabo algunas pruebas de verificación cruzada o comparativas. Aunque es necesario elegir un sólo método de Tipo I para la determinación de la humedad en el queso, a fecha de hoy la selección sólo puede realizarse de manera arbitraria.

Queso – Contenido en sólidos

Como ocurre en el caso del Queso - contenido en agua, el CCMAS no ha adoptado ni la Norma de la FIL 4A:1982/ ISO 5534:1985 (método de gravimetría, secado a 102 °C) ni AOAC 926.08 (método de horno al vacío) puesto que solamente puede adoptarse un método de Tipo I para la combinación analítica/producto. Se solicitó al CCMMMP que recomendara uno sólo de estos dos métodos del Tipo I.

El mismo método está involucrado en el contenido de agua en el queso y de extracto seco en el queso en salmuera. Parece ser que no se han llevado a cabo pruebas de verificación cruzada ni comparativas. A pesar de que es necesario elegir un sólo método de Tipo I para la determinación de los sólidos en el queso, a fecha de hoy la selección sólo puede realizarse de manera arbitraria.

Quesos en salmuera - Extracto seco

Los contenidos mínimos en extracto seco son: Blando 40%; y Semiduro 52%.

El CCMAS no adoptó ni la Norma de la FIL 4A:1982/ISO 5534:1985 (método de gravimetría, secado a 102 °C) ni AOAC 926.08 (método de horno al vacío) puesto que solamente puede adoptarse un método de Tipo I para una sola combinación analítica/producto. Se solicitó al CCMMMP que recomendara uno sólo de estos dos métodos del Tipo I.

Los organismos FIL/ISO/AOAC International no han sido capaces de establecer si se han llevado a cabo algunas pruebas de verificación cruzada o comparativas. Aunque es necesario elegir un sólo método de Tipo I para la determinación del extracto seco en los quesos en salmuera, a fecha de hoy la selección sólo puede realizarse de manera arbitraria.

Leches evaporadas – Contenido en proteínas

El límite para todos los tipos de leches evaporadas es de un contenido mínimo de proteína en sólidos lácteos magros del 34 % (m/m).

El CCMAS adoptó el método AOAC, 945.48H, pero no el FIL 20B:1993/AOAC 991.21-23 puesto que solamente puede haber un método de tipo I y puesto que el CCMAS fue informado de que no se ha demostrado que este método sea aplicable al producto en cuestión. Además, se retiró ISO/DIS 8968 debido a su condición de proyecto.

AOAC 945.48H remite a AOAC 991.20 para la determinación Kjeldahl y esto se identifica con la Norma de la FIL 20B:1993. Los métodos de las Normas de la FIL 20B:1993 / AOAC 991.20-23 son métodos Tipo I idénticos.

Productos a base grasa de la leche– Antioxidantes

El que se utilicen o no antioxidantes afectará la determinación de los productos contemplados en las normas. Los niveles máximos para los antioxidantes son los siguientes:

310	Galato de propilo	100 mg/kg
321	Butilhidroxitolueno (BHT)	75 mg/kg
320	Butilhidroxianisol (BHA)	175 mg/kg

Cualquier combinación de galato de propilo, BHA y BHT, 200 mg/kg siempre que los límites indicados anteriormente no se sobrepasen.

306	Concentrado de tocoferoles	500 mg/kg individualmente o en combinación
307	α -Tocoferol	
304	Palmitato de ascorbilo	
305	Estearato de ascorbilo	

Antioxidantes Sinérgicos

330	Ácido cítrico	Limitado por las BPF
331	Citrato de sodio	Limitado por las BPF

La Norma 165:1993 de la FIL, adoptada por el CCMAS, propone métodos para el galato de propilo, BHT, BHA. Los demás antioxidantes no cuentan con métodos de momento.

Productos a base de grasa de la leche - Contenido en cobre

El nivel mínimo es de 0,05 mg/kg en los productos a base de grasa de la leche y en la mantequilla.

El CCMAS adoptó AOAC 985.35 y la Norma de la FIL 76A:1980/ISO 5738:1980/AOAC 960.40 (método fotométrico, dietilditiocarbamato) para la determinación de la presencia de cobre en cantidades iguales o superiores a 5 mg/kg en los productos lácteos. Sin embargo, el CCMAS no adoptó la Norma de la FIL 76A:1980/ISO 5738:1980/AOAC 960.40 para la determinación de la presencia de cobre en cantidades iguales o superiores a 0,05 mg/kg (en mantequilla y productos a base de grasa de la leche) pues no estaba convencido de la aplicabilidad del método a los productos ricos en grasas. Se solicitó al CCMMP que revisara el método al respecto, así como que considerara la aplicabilidad del método AOAC 990.05, Método IUPAC (Química pura y aplicada 60 (6))(espectrofotometría de absorción atómica, horno de grafito).

La replicabilidad del método, Norma FIL 76A /ISO 5738 para mantequilla y grasa láctea, $r = 0,004$ mg/kg. Con tal valor de r , debería ser posible determinar un bajo contenido, como pueden ser 0,05 mg/kg, incluso inferior.

Productos a base de grasa de la leche – Hierro

El nivel máximo de hierro en productos elaborados con grasa láctea es 0,2 mg/kg

Norma FIL 130A:1986 / ISO 6732. La replicabilidad para la grasa láctea, mantequilla y grasa láctea $r = 0,02$ y $0,005$ respectivamente. Con tal valor de r , debería ser posible determinar un bajo contenido como pueden ser 0,2 mg/kg, incluso inferior.

Productos a base de grasa de la leche – Plomo

Véase Mantequilla - Plomo, indicado anteriormente.

Productos a base de grasa de la leche – Valor peróxido

El CCMAS adoptó AOAC 965.33 para la determinación del valor peróxido de la grasa de leche anhidra. Sin embargo, no adoptó el de la Norma de la FIL 74A:1991/ISO 3976:1977 (método, $FeCl_3/NH_4CNS$ fotométrico) recomendado para todos los productos a base de grasa de la leche. El CCMAS solicita al CCMMP que considere si AOAC 965.33 es aplicable para la determinación de los valores de peróxido de otros productos a base de grasa de la leche (grasa de leche, aceite de mantequilla, ghee, aceite de mantequilla deshidratado).

Leches en Polvo y Nata en Polvo - Acidez libre

Puesto que el CCMAS ha adoptado la Norma de la FIL 86:1981, no parece necesario dedicar más tiempo a la cuestión.

Leche condensada edulcorada - Contenido en proteínas

El límite para todos los tipos de leche condensada edulcorada es de un contenido de proteína láctea en sólidos lácteos magros del 34 % (m/m).

El CCMAS adoptó AOAC 920.115G pero no el método de la FIL 20B:1993/AOAC 991.21-23 puesto que solamente puede existir un método de Tipo I y se informó al CCMAS que no se había demostrado

que el segundo fuera aplicable al producto en cuestión. Además, de había retirado ISO/DIS 8968 debido a su condición de proyecto.

AOAC 920.115G remite a AOAC 991.20 para la determinación Kjeldahl, lo cual se identifica con la Norma de la FIL 20B:1993. Los métodos, Norma FIL 20 B: 1993/ AOAC 991.20-23 son idénticos de Tipo I.

Leche condensada edulcorada - Contenido en sólidos

El CCMAS no adoptó ni la Norma de la FIL 15B:1991 / ISO 6734 (método de gravimetría, secado a 102 °C) ni AOAC 920.115D (método de horno al vacío) puesto que solamente puede adoptarse un método de Tipo I para la combinación analítica/producto. Se solicitó al CCMMP que recomendara únicamente uno de estos dos métodos de Tipo I.

La cuestión general para la determinación del extracto seco en la leche condensada edulcorada es qué método elegir como método. En Norteamérica se utiliza el horno al vacío. En los demás lugares parece más común el secado a 102°C. Puede tratarse de un tema de equivalencia.

Observar que en el caso de los sólidos en la leche evaporada, el CCMAS adoptó el método del desecado a (98-100) °C (Norma FIL 21B / ISO 6731 / AOAC 925.23 A) en lugar del método del horno al vacío (AOAC 920.107) para el cual no se ofrecen cifras precisas en el caso de la leche evaporada.

Suero en polvo - Lactosa (expresada como lactosa anhidra)

El límite es de un mínimo del 61%.

Como la Norma de la FIL 79B:1991 / ISO/DIS 5765 presenta «dos métodos» (enzimático en la mitad glucosa (método A) y en la mitad galactosa (método B)), el CCMAS no adoptó el método y solicitó al CCMMP que indicara que método prefiere.

Los métodos A y B son complementarios entre sí. No se mencionó nada referente a la presentación de resultados similares en el estudio colaborativo mencionado en el Boletín de la Federación Internacional de Lechería, N° 285/1993. Los resultados mencionados, como tales, pueden utilizarse para comparativas.

Cualquier intento de utilizar únicamente uno solo de estos dos métodos es arbitrario.

Suero en polvo – Proteína

El método en la Norma de la FIL 92:1979 / ISO 5549 (volumétrico, Kjeldahl) ha sido adoptado por el CCMAS como método de Tipo IV (sin datos precisos).

Como la norma se refiere a caseína y caseinatos, puede que sea necesario para establecer su idoneidad para el suero en polvo así como para aportar datos de precisión. Actualmente se está llevando a cabo, de manera específica, con respecto al método Dumas.

PARTE 2 DISPOSICIONES REFERENTES A LOS MÉTODOS DE MUESTREO EN LAS NORMAS DEL CODEX PARA PRODUCTOS LÁCTEOS

Quesos en salmuera

El CCMAS, al adoptar este método, solicitó el esclarecimiento del texto del método que aparece en la sección de muestreo de la Norma para Quesos en Salmuera (citado a continuación) por si contuviera contradicciones:

*«Se coloca una porción representativa del queso sobre una tela o una lámina de papel no absorbente * durante un período de 5 a 10 minutos. Se corta una loncha de unos 2-3 cm y se envía al laboratorio en una caja aislante sellada para su análisis».*

**) texto en cursiva seleccionado por la Secretaría del Codex para su aclaración.*

Los organismos FIL/ISO/AOAC International propusieron rectificar la primera frase de modo que dijera: «Una porción representativa de queso se coloca sobre una tela o una lámina de papel absorbente durante un período de 5 a 10 min.»

Se invita al CCMMP que adopte la enmienda propuesta.

Muestreo por atributos

El CCMAS sugirió que se revisaran las Normas para la muestreo estadística de la leche y los productos lácteos. Se ha iniciado el trabajo de revisión de la Norma de la FIL 113, aunque todavía no ha concluido.

Muestreo por variables

Se ha iniciado el trabajo de revisión de la Norma de la FIL 136A, aunque todavía no ha concluido.

APÉNDICE I: MÉTODOS DE MUESTREO Y ANÁLISIS PARA PRODUCTOS LÁCTEOS

1. Métodos para Requisitos/Especificaciones en Proyectos y Propuestas de Proyectos en Elaboración (excepto aditivos alimentarios)

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA ₃
Productos lácteos	Cobre <= 5 mg/kg (suero en polvo, productos elaborados con caseína alimentaria)	AOAC 985.35	Espectrofotometría de absorción atómica	E/II
Productos lácteos	Cobre <= 5 mg/kg (suero en polvo, productos elaborados con caseína alimentaria)	Norma de la FIL 76A:1980 ISO 5738:1980 AOAC 960.40 (Método general del Codex)	Fotometría, dietilditiocarbamato	E/III
Productos lácteos	Hierro <= 20 mg/kg (suero en polvo deshidratado por aspersion, productos elaborados con caseinato alimentario excepto los caseinatos deshidratados por remolino), <= 50 mg/kg (suero en polvo y caseinatos deshidratados por remolino) <= 2.0 mg/kg (mantequilla) <= 0.2 mg/kg (productos elaborados con grasa láctea)	NMKL 139.1991 (Método general del Codex)		E/II
Productos lácteos	Hierro <= 20 mg/kg (suero en polvo deshidratado por aspersion, productos elaborados con caseinato alimentario excepto los caseinatos deshidratados por remolino), <= 50 mg/kg (suero en polvo y caseinatos deshidratados por remolino) <= 2,0 mg/kg (mantequilla) <= 0,2 mg/kg (productos elaborados con grasa láctea)	Norma de la FIL 103A:1986 ISO 6732:1985	Fotometría, batofenantrolina	E/IV

² Los métodos FIL/ISO se revisan de manera sistemática cada cinco años después de su publicación o de la última revisión efectuada. Después de la revisión los métodos normalizados pueden ser confirmados o revisados.

³ El estado de aprobación (E=aprobado por el CCMAS; NE=no aprobado; en blanco=todavía no ha sido considerado por el CCMAS) y, si el método ha sido aprobado, su Tipo.

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA ₃
Productos lácteos	Muestreo	Norma de la FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Instrucciones generales	E/-
Productos lácteos	Muestreo	Norma de la FIL 113A:1990 ISO 5538:1987	Inspección por atributos	E/-
Productos lácteos	Muestreo	Norma de la FIL 136A:1992 ISO 8197:1988	Instrucciones generales	E/-
Queso (A-6, C)	Grasa láctea (especificada en las normas individuales)	Norma de la FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05	Gravimetría (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	E/I
Queso (A-6, C)	Agua (especificada en las normas individuales)	Norma de la FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimetría, secado a 102 °C	NE
Queso (A-6, C)	Agua (especificada en las normas individuales)	AOAC 926.08	Horno al vacío	NE
Queso (A-6, C)	Muestreo	Norma de la FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Instrucciones generales	E/-
Queso (A-6, C)	Sólidos (especificado en las normas individuales)	Norma de la FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimetría, secado a 102 °C	NE
Queso (A-6, C)	Sólidos (especificado en las normas individuales)	AOAC 926.08	Horno al vacío	NE
Quesos individuales (C)	Extracto seco (especificado en las normas individuales)	Norma de la FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimetría, secado a 102 °C	
Quesos, individuales (C)	Grasa láctea en extracto seco >=48 % (48-55) %	Norma de la FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05	Gravimetría (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	
Natas, Natas Batidas y Natas Fermentadas (A-9)	Sólidos lácteos magros <= 20 g/kg	Norma de la FIL 80:1977 ISO 3727:1977 AOAC 920.116	Gravimetría	
Natas, Natas Batidas y Natas Fermentadas (A-9)	Sólidos lácteos magros <= 20 g/kg	Norma de la FIL 11A:1986	Gravimetría	

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA 3
Natas, Natas Batidas y Natas Fermentadas (A-9)	Caseinatos <= 6 g/kg	-		
Natas, Natas Batidas y Leches Fermentadas (A-9)	Gelatina y almidones <= 6 g/kg, individualmente, etc.	-		
Nata (A-9)	Grasa láctea >= xx % m/m	Norma de la FIL 16C:1987 ISO 2450:1999 AOAC 995.19	Gravimetría	
Natas con bajo contenido en grasa	Grasa láctea >= 10 %	Norma de la FIL 16C:1987 ISO 2450:1999 AOAC 995.19	Gravimetría	
Natas, Natas Batidas y Natas Fermentadas (A-9)	Muestreo	Norma de la FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Instrucciones generales	
Productos lácteos para untar	Grasa láctea (59-61) %	Norma de la FIL 80:1977 ISO 3727:1977 AOAC 938.06	Gravimetría	
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Cenizas (incluyendo P ₂ O ₅) >= 7,5 % (caseína del cuajo), <= 2,5 % (caseína ácida)	Norma de la FIL 90:1979 ISO 5545:1978	Horno, 825 °C	E/IV
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Caseína en proteína >= 95 %	Norma de la FIL 29:1964	Valorimétrico, Kjeldahl	
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Ácido libre <= 0,27 ml 0,1 N NaOH/g	Norma de la FIL 91:1979 ISO 5547:1978	Valorimétrico, extracto acuoso	E/IV
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Lactosa <= 1,0 %	Norma de la FIL 106:1982 ISO 5548:1980	Fotometría, fenol y H ₂ SO ₄	E/IV
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Plomo <= 1 mg/kg	AOAC 972.25 (Método general del Codex)	Espectrofotometría de absorción atómica	E/II

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA ₃
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Plomo <= 1 mg/kg	Norma de la FIL 133A:1992	Espectrometría, 1,5-difeniltiocarbazona	E/III
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Plomo <= 1 mg/kg	AOAC 982.23 (Método general del Codex)	Voltimetría de separado anódico	E/III
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Plomo <= 1 mg/kg	NMKL 139.1991 (Método general del Codex)	Espectrofotometría de absorción atómica	E/III
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Grasa láctea <= 2,0 %	Norma de la FIL 127A:1988 ISO 5543:1986	Gravimetría (Schmidt-Bondzynski-Ratslaff)	E/I
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Agua <= 12 % (caseína del cuajo y caseína ácida), <= 8 % (caseinatos)	Norma de la FIL 78C:1991 ISO 5550:1978	Gravimetría, secado a 102 °C	E/I
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	pH <= 7,5 (caseinatos)	Norma de la FIL 115A:1989 ISO 5546:1979	Electrometría	E/IV
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Proteína (total N x 6,38 en extracto seco) >= 84 % (caseína del cuajo), >= 90 % (caseína ácida), >= 88 % (caseinatos)	Norma de la FIL 92:1979 ISO 5549:1978	Valorimétrico, Kjeldahl	E/IV
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Muestreo	Norma de la FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Instrucciones generales	E/-
Productos a base de caseína alimentaria (A-18)	Sedimento (partículas quemadas) (en 25 g) <= 15 mg (caseína del cuajo), <= 22,5 mg (caseína ácida, caseinatos deshidratados por aspersión), <= 81,5 mg (caseinatos deshidratados por remolino)	Norma de la FIL 107A:1995 ISO 5739:1983	Comparación visual con discos estándar, tras la filtración	E/IV
Leches Fermentadas (A-11)	Sólidos lácteos magros (nivel no especificado)	-		
Leches Fermentadas (A-11)	Proteína en sólidos lácteos magros >= 34 % (excepto en el caso del kumys)	-		

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA ₃
Leches fermentadas (A-11)	Ácido láctico >= 0,6 % (m/m) (yoghurt, leche acidophilus, leche con cultivos, suero de mantequilla con cultivos, leche fermentada con bifidobacteria, kefir), >= 0,7 % (m/m) (kumys)	Norma de la FIL 150:1991 ISO 11869:1997	Potenciometría	
Leches fermentadas (A-11)	Ácido láctico >= 0,6 % (m/m) (yoghurt, leche acidophilus, leche con cultivos, suero de mantequilla con cultivos, leche fermentada con bifidobacteria, kefir), >= 0,7 % (m/m) (kumys)	AOAC 937.05	Espectrofotometría (para ácido láctico en leche y productos lácteos)	
Leches fermentadas (A-11)	Proteína >= 2,8 % (m/m) (excepto en el caso del kumys)	Norma de la FIL 20B:1993 ISO DIS 8968 AOAC 991.20-23	Valorimétrico (Kjeldahl)	
Leches fermentadas (A-11)	Muestreo	Norma de la FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Instrucciones generales	
Leches fermentadas (Leche acidophilus) (A-11)	<i>Lactobacillus acidophilus</i> >= 10 ⁷ cfu/g	-		
Leches fermentadas (Leche con cultivos, Suero de mantequilla con cultivos) (A-11)	Ácido láctico mesofílico productor de bacterias, ya sea cultivo simple o cultivos combinados >= 10 ⁷ cfu/g o, en el caso de bifidobacteria,	-		
Leches fermentadas (Leche fermentada con bifidobacteria) (A-11)	Bifidobacteria >= 10 ⁶ cfu/g	-		
Leches fermentadas (Kefir) (A-11)	<i>Kluyveromyces marxianus</i> , <i>Saccharomyces omnisporus</i> , <i>S. cerevisiae</i> & <i>S. Exiguus</i> >= 10 ⁴ cfu/g	-		
Leches fermentadas (Kefir) (A-11)	<i>Lactobacillus kefir</i> y especies de <i>Leuconostoc</i> , <i>Lactococcus</i> & <i>Acetobacter</i> >= 10 ⁷ cfu/g	-		

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA 3
Leches fermentadas (Kumys) (A-11)	<i>Kluyveromyces marxianus</i> ≥ 10 ⁴ cfu/g	-		
Leches fermentadas (Kumys) (A-11)	<i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>Bulgaricus</i> ≥ 10 ⁷ cfu/g	-		
Leches fermentadas (A-11)	Cultivos de fermento láctico de bacterias del ácido láctico (LAB)	Norma de la FIL 149A:1997 (Anexo A)	Recuento de colonia a 25 °C, 30 °C, 37 °C y 45 °C según el organismo de cultivo de que se trate	
Leches fermentadas (Yoghurt) (A-11)	<i>Streptococcus thermophilus</i> & <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>Bulgaricus</i> ≥ 10 ⁷ cfu/g	Norma de la FIL 117B:1997 ISO DIS 7889	Recuento de colonia a 37°C	
Leches fermentadas (Yoghurt) (A-11)	<i>Streptococcus thermophilus</i> & <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> ≥ 10 ⁷ cfu/g	Norma de la FIL 146:1991 ISO CD 9232	Prueba para identificación	
Productos lácteos obtenidos de Leches Fermentadas tratadas térmicamente tras la fermentación (A-11)	Sólidos lácteos magros (sin nivel especificado)	-		
Productos lácteos obtenidos de Leches Fermentadas tratadas térmicamente tras la fermentación (A-11)	Proteína en sólidos lácteos magros ≥ 34 %	-		

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA ₃
Productos lácteos obtenidos de Leches Fermentadas tratadas térmicamente tras la fermentación (A-11)	Sólidos magros (sin nivel especificado)	-		
Productos lácteos obtenidos de Leches Fermentadas tratadas térmicamente tras la fermentación (A-11)	Proteína $\geq 2,8$ % (m/m)	Norma de la FIL 20B:1993 ISO DIS 8968 AOAC 991.20-23	Valorimétrico (Kjeldahl)	
Productos lácteos obtenidos de Leches Fermentadas tratadas térmicamente tras la fermentación (A-11)	Muestreo	Norma de la FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Instrucciones generales	E/-
Productos a base de queso fundido (A-8)	Extracto seco ≥ 20 %	Norma de la FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimetría, secado a 102 °C	
Productos a base de queso fundido (A-8)	Extracto seco ≥ 20 %	AOAC 926.08	Gravimetría, horno al vacío	
Productos a base de queso fundido (A-8)	Gelatina y almidón ≤ 10 g/kg por separado y/o en combinación con estabilizantes/espesantes (preparados elaborados con queso fundido)	AOAC 940.24 (queso cottage)		
Productos a base de queso fundido (A-8)	Grasa láctea (base seca) (sin nivel especificado)	Norma de la FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05	Gravimetría (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	
Yoghurt Edulcorado (A-11)	Etanol $\geq 0,5$ % (v/w) (kumys)	-		

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA ₃
Quesos no sometidos a maduración incluidos los quesos Frescos	Gelatina y almidón <= 5 g/kg	-		
Quesos no sometidos a maduración incluidos los quesos Frescos	Extracto seco [sin decidir (queso no curado/fresco)] >= 3,5% (queso de nata)	Norma de la FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimetría, secado a 102 °C	
Quesos no sometidos a maduración incluidos los quesos Frescos	Agua con relación a contenido magro > 67 % (m/m)	-		
Quesos no sometidos a maduración incluidos los quesos Frescos	Extracto seco [sin decidir (queso no curado/fresco)] >= 35 % (m/m), < Restringido por el MMFB	Norma de la FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimetría, secado a 102 °C	
Quesos no sometidos a maduración incluidos los quesos Frescos	Extracto seco [sin decidir (queso no curado/fresco)] >= 3,5 % (queso de nata)	AOAC 926.08	Gravimetría, horno al vacío	
Quesos no sometidos a maduración incluidos los quesos Frescos	Grasa láctea en extracto seco >= 60 % (queso de nata)	-		
Quesos no sometidos a maduración incluidos los quesos Frescos	Proteína >= 60 % (en extracto seco magro sin adición de alimentos y sustancias aromatizantes)	Norma de la FIL 20B:1993 ISO DIS 8968 AOAC 991.20/920.123	Valorimétrico, Kjeldahl	
Suero en polvo (A-15)	Cenizas <= 9,5 % (suero en polvo), <= 15,0 % (suero ácido en polvo)	Norma de la FIL 90:1979 ISO 5545:1978	Horno, 825 °C	E/IV
Suero en polvo (A-15)	Lactosa (expresada como lactosa anhidra) >= 61,0 %	Norma de la FIL 79B:1991 ISO CD 5765	Método enzimático; Mitad glucosa (método A), Mitad galactosa (método B)	NE
Suero en polvo (A-15)	Plomo <= 1 mg/kg	AOAC 972.25 (Método general del Codex)	Espectrofotometría de absorción atómica	E/II
Suero en polvo (A-15)	Grasa láctea <= 2 %	Norma de la FIL 9C:1987 ISO 1736:1985 AOAC 932.06	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	E/I

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO ²	PRINCIPIO	NOTA ₃
Suero en polvo (A-15)	Agua, «Sin» <= 5,0 % (suero en polvo), <= 4,5 % (suero ácido en polvo)	Norma de la FIL 58:1970 ISO 2920:1974	Gravimetría, secado a 88 °C	E/IV
Suero en polvo (A-15)	pH (en una solución del 10 %) > 5,1 (suero en polvo), <= 5,1 (suero ácido en polvo)	-		
Suero en polvo (A-15)	Proteína (total N x 6.38) >= 11 % (suero en polvo), >= 10 % (suero ácido en polvo)	Norma de la FIL 92:1979 ISO 5549:1978	Valorimétrico, Kjeldahl	E/IV
Suero en polvo (A-15)	Muestreo	Norma de la FIL 113A:1990 ISO 5538:1987	Inspección por atributos	E/-
Suero en polvo (A-15)	Muestreo	Norma de la FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Instrucciones generales	E/-

2. Métodos para Normas del Codex adoptadas acerca de los cuales el CCMMP o el CCMAS han presentado objeciones (excepto aditivos alimentarios)⁴

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	NOTA ⁵
Productos lácteos	Cobre <=0,05 mg/kg (mantequilla, productos elaborados con grasa láctea)	AOAC 985.35	Espectrofotometría de absorción atómica	⁶
Productos lácteos	Cobre <= 0,05 mg/kg (suero en polvo, productos elaborados con caseína alimentaria)	Norma de la FIL 76A:1980 ISO 5738:1980 AOAC 960.40 (Método general del Codex)	Fotometría, dietilditiocarbamato	NE
Quesos en salmuera (208)	Extracto seco >= 40 % (blando), >= 52 % (semiduro)	Norma de la FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimetría, secado a 102 °C	NE

⁴ Véase también la Parte 1 del texto de este documento.

⁵ El estado de aprobación (E=aprobado por el CCMAS; NE=no aprobado; en blanco=todavía no ha sido considerado por el CCMAS) y, si el método ha sido aprobado, su Tipo.

⁶ Aprobado para el nivel <=5 mg/kg.

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	NOTA ⁵
Quesos en salmuera (208)	Extracto seco >= 40 % (blando), >= 52 % (semiduro)	AOAC 926.08	Gravimetría, horno al vacío	NE
Productos elaborados con Grasa Láctea (A-2)	Galato de propilo, BHT, BHA (utilización o no utilización)	Norma de la FIL 165:1993	Cromatografía de luz descendente en fase invertida	E/II
Productos elaborados con Grasa Láctea (A-2)	Valor peróxido (expresado como miliequivalentes de oxígeno/kg de grasa) <= 0,3 (grasa láctea anhidra, mantequilla líquida anhidra), <= 0,6 (grasa láctea, mantequilla líquida, ghee)	Norma de la FIL 74A:1991 ISO 3976:1977	Fotometría, FeCl ₃ /NH ₄ CNS	NE
Leches Condensadas Edulcoradas (A-4)	Sólidos >= 28 % (leche condensada edulcorada), >= 24 % (leche desnatada condensada edulcorada, leche parcialmente desnatada condensada edulcorada)	Norma de la FIL 15B:1991 ISO 6734:1989	Gravimetría, secado a 102 °C	NE
Leches Condensadas Edulcoradas (A-4)	Sólidos >= 28 % (leche condensada edulcorada), >= 24 % (leche desnatada condensada edulcorada, leche parcialmente desnatada condensada edulcorada)	AOAC 920.115D	Gravimetría, horno al vacío	NE

3. Métodos establecidos para aditivos alimentarios

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	NOTA ⁷
Queso y Productos elaborados con Queso Fundido	Ácido cítrico	Norma de la FIL 34C:1992	Enzimático	E/II
Queso y Productos elaborados con Queso Fundido	Ácido cítrico	ISO 2963:1997 AOAC 976.15	Fotometría	E/II

⁷ El estado de aprobación (E=aprobado por el CCMAS; NE=no aprobado; en blanco=todavía no ha sido considerado por el CCMAS) y, si el método ha sido aprobado, su Tipo

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	NOTA ⁷
Queso y Queso con corteza	Pimaricina (Natamicina) 2 mg/dm ² superficie. Inexistente a 5 mm de profundidad	Norma de la FIL 140A:1992 ISO 9233:1991	Espectrometría de absorción molecular y HPLC (extracción)	E/II
Productos elaborados con Queso Fundido	Fosfato añadido (expresado como fosforoso)	Norma de la FIL 51B:1991	Cálculo	
Productos elaborados con Queso Fundido	Agentes Emulsionantes elaborados con citratos	Norma de la FIL 52A:1992 ISO 12082:1997	Cálculo a partir del contenido en ácido cítrico y lactosa	
Productos elaborados con Queso Fundido	Fosforoso	Norma de la FIL 33C:1987 ISO 2962:1984 AOAC 990.24	espectrofotometría, ácido molibdato-ascórbico	

APÉNDICE II: ASUNTOS PLANTEADOS DURANTE LA 22ª SESIÓN DEL COMITÉ DEL CODEX PARA MÉTODOS DE MUESTREO Y ANÁLISIS QUE PUEDAN PRESENTAR IMPLICACIONES PARA LA LABOR DEL COMITÉ
(Preparado por la Secretaría del Codex)

1. ADOPCIÓN DE MÉTODOS DE MUESTREO Y ANÁLISIS EN LOS PROYECTOS DE NORMAS PARA PRODUCTOS LÁCTEOS⁸ (ALINORM 99/23, APÉNDICE III)

El Comité para Métodos de Muestreo y Análisis consideró la adopción de los métodos de análisis contenidos en los Proyectos de Norma para la Mantequilla, Productos elaborados con Grasa Láctea, Leches Evaporadas, Leches Condensadas Edulcoradas, Leche en Polvo y Nata en Polvo, Queso, Queso de Suero y Quesos en Salmuera, además de los aplicables a todos o a la mayoría de productos lácteos, presentados por este Comité. Adoptó muchos de ellos pero no adoptó varios métodos de Tipo I puesto que se habían presentado más de un método de Tipo I y no estaba claro cual de ellos era el más adecuado.

El Comité adoptó todos los métodos de muestreo presentados pero solicitó aclaraciones referentes al enunciado relativo a la muestreo de los quesos en salmuera.

2. ASUNTOS GENERALES REFERENTES A LA SELECCIÓN DE MÉTODOS ANÁLISIS Y SU PRESENTACIÓN PARA SU ADOPCIÓN

- i. El Comité recomendó que los comités de cada producto seleccionaran el método a partir del actual Método general del Codex siempre que ello fuera posible y utilizaran el sistema de unidades SI en las especificaciones de las normas del Codex (ALINORM 99/23, párr. 61-62)
- ii. El Comité solicitó a los comités de cada producto que presentaran información tal como se requiere en las listas de verificación Contenidas en el Volumen 13 del *Codex Alimentarius* y el *Manual de Procedimientos de la Comisión del Codex Alimentarius*, cuando envíen Métodos de Muestreo y Análisis al Comité (ALINORM 99/23, párr. 60)
- iii. El Comité acordó no poner objeción alguna a la utilización de los métodos oportunos, siempre que se consiguieran resultados similares mediante otro(s) método(s) (ALINORM 99/23, párr. 8)

3. SOLICITUD DE INFORMACIÓN (ALINORM 99/23, PÁRR. 9-13)

En el proceso de elaboración de Directrices Generales referentes a la Muestreo, el Comité debatió la utilización de un enfoque «estadístico» en contraposición a un enfoque «práctico». El Comité acordó que debe solicitarse información referente a la aceptación del enfoque estadístico a la muestreo al definir la conformidad con las especificaciones reseñadas en las normas del Codex.

⁸ Véase el texto de este documento.