I

(Actos cuya publicación es una condición para su aplicabilidad)

REGLAMENTO (CE) Nº 454/95 DE LA COMISIÓN

de 28 de febrero de 1995

por el que se establecen las normas de aplicación de la intervención en el mercado de la mantequilla y de la nata

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento (CEE) nº 804/68 del Consejo, de 27 de junio de 1968, por el que se establece la organización común de mercados en el sector de la leche y de los productos lácteos (1), cuya última modificación la constituye el Acta de adhesión de Austria, de Finlandia y de Suecia, y, en particular, el apartado 6 del artículo 6 y los artículos 28 y 30,

Considerando que el Reglamento (CEE) nº 985/68 del Consejo, de 15 de julio de 1968, por el que se establecen las normas generales reguladoras de las medidas de intervención en el mercado de la mantequilla y de la nata (2), cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 2045/91 (3) será derogado con efecto desde el 1 de marzo de 1995 por el Reglamento (CE) nº 2807/94 del Consejo (4); que, en consecuencia, es necesario incluir las reglas que no se habían incorporado al Reglamento (CEE) nº 804/68 en las normas de aplicación de la intervención en el mercado de la mantequilla y de la nata establecidas en el Reglamento (CEE) nº 685/69 de la Comisión (5), cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) nº 393/94 (6); que la importancia de las adaptaciones que deben introducirse en el Reglamento (CEE) nº 685/69, así como el elevado número de modificaciones de que dicho Reglamento ya ha sido objeto aconsejan su refundición por razones de claridad y de transparencia; que, en consecuencia, es necesario derogar el Reglamento (CEE) nº 685/69;

Considerando que los organismos de intervención sólo pueden comprar mantequilla que responda a la definición y a las condiciones de calidad y presentación requeridas; que, habida cuenta de las especificaciones técnicas relativas a la determinación de la calidad de la mantequilla, es necesario fijar los requisitos cualitativos a que debe responder la mantequilla, así como los métodos de análisis y las normas de control de calidad; que, no obstante, conviene disponer que los Estados miembros tengan la posibilidad de instaurar un sistema de autocontrol en determinadas condiciones;

Considerando que las clases nacionales de calidad de la mantequilla siguen siendo válidas como condición para recibir ayuda al almacenamiento privado y pueden indicarse igualmente en el envase de la mantequilla comprada en intervención; que es necesario determinar las clases nacionales correspondientes;

Considerando que la mantequilla puede ser comprada en intervención por un organismo de intervención de un Estado miembro distinto de aquel en cuyo territorio se ha elaborado la mantequilla; que, por lo tanto, es preciso establecer los medios que permitan al organismo de intervención comprador cerciorarse de que se respetan las condiciones de calidad y presentación, y precisar que la distancia entre el almacén del vendedor y la frontera del Estado miembro del organismo de intervención comprador no se debe tener en cuenta para calcular la distancia máxima sobre la cual se basa el pago de los gastos complementarios de transporte;

Considerando que, con objeto de garantizar el correcto funcionamiento del régimen de intervención, procede precisar las condiciones de autorización de las empresas de elaboración y el control del cumplimiento de las mismas así como las obligaciones que incumben a los Estados miembros para la correcta conservación de las cantidades almacenadas, estableciendo el acceso a los lotes y su identificación así como el seguro para cubrir los riesgos de los productos almacenados; que, para garantizar una frecuencia y un grado de control uniformes, procede también precisar el tipo y el número de inspecciones a los almacenistas que deben realizar las autoridades nacionales;

Considerando que, para evitar que se produzcan pagos indebidos por la mantequilla comprada, es conveniente acortar el período probatorio de la mantequilla y precisar que, antes del pago, debe comprobarse que se cumplen todos los requisitos exigidos; que la facultad que tenía el vendedor de sustituir las cantidades de mantequilla defectuosas puede suprimirse sin que ello tenga consecuencias perjudiciales para los agentes económicos;

Considerando que, para facilitar el control de la presencia en el almacén de los productos objeto de contratos de almacenamiento privado, conviene establecer que se

(1) DO nº L 148 de 28. 6. 1968, p. 13.
(2) DO nº L 169 de 18. 7. 1968, p. 1.
(3) DO nº L 187 de 13. 7. 1991, p. 1.
(4) DO nº L 298 de 19. 11. 1994, p. 1.
(5) DO nº L 90 de 15. 4. 1969, p. 12.
(6) DO nº L 53 de 24. 2. 1994, p. 11.

saquen del almacén por lotes, salvo que el Estado miembro autorice una cantidad inferior;

Considerando que, a la vista de la situación actual del mercado de la mantequilla y la nata, procede retrasar la fecha de comienzo de las operaciones de almacenamiento privado y acortar la duración máxima de almacenamiento con objeto de que la gestión del régimen de almacenamiento privado sea más clara, y disponer que el importe de la ayuda se fije anualmente;

Considerando que, por lo demás, las disposiciones sobre las medidas de intervención, incluidas las relativas a la comercialización de la mantequilla en poder de los organismos de intervención, han demostrado su idoneidad y, por tanto, pueden mantenerse con algunas adaptaciones técnicas;

Considerando que los hechos generadores del tipo de conversión agrario aplicable al régimen de almacenamiento público y de almacenamiento privado están determinados en el Reglamento (CEE) nº 1756/93 de la Comisión [1], cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) nº 267/95 [2];

Considerando que el Comité de gestión de la leche y de los productos lácteos no ha emitido dictamen alguno en el plazo establecido por su presidente,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

En el presente Reglamento se establecen las normas de aplicación de las medidas de intervención del sector de la leche y los productos lácteos adoptadas en el artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68.

TÍTULO I

Compras y comercialización de intervención pública de la mantequilla

Artículo 2

Los organismos de intervención únicamente comprarán mantequilla que responda a la definición incluida en el apartado 1 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 y a los requisitos de calidad contemplados en el Anexo I y que cumpla las condiciones siguientes:

a) el control de calidad se habrá efectuado según los métodos de análisis de los Anexos I, III y IV y a partir de muestras tomadas según las normas del Anexo V. No obstante, los Estados miembros podrán instaurar, previo acuerdo de la Comisión, un sistema de autocontrol de la calidad, que estará bajo la supervisión de aquellos, para determinados requisitos de calidad y para determinadas empresas autorizadas;

b) la mantequilla no sobrepasará los niveles máximos admisibles de radiactividad aplicables según la normativa comunitaria.

Los niveles aplicables a los productos de origen comunitario serán los establecidos en el artículo 3 del Reglamento (CEE) nº 737/90 del Consejo [3]. El control del nivel de contaminación radiactiva del producto sólo se efectuará cuando lo exija la situación y durante el período que sea necesario. Si fuera preciso, la duración y el alcance de las medidas de control se determinarán según el procedimiento establecido en el artículo 30 del Reglamento (CEE) nº 804/68;

c) la mantequilla se habrá fabricado durante el período de catorce días anterior a la fecha de recepción de la oferta de venta de la mantequilla por el organismo de intervención;

d) se respeterán la cantidad mínima, el acondicionamiento y el envase contemplados en el artículo 4 del presente Reglamento.

Artículo 3

1. La empresa contemplada en el apartado 1 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 sólo se autorizará si:

a) está autorizada con arreglo al artículo 10 de la Directiva 92/46/CEE del Consejo [4] y dispone de las instalaciones técnicas adecuadas;

b) se compromete a llevar permanentemente los libros de registro establecidos por el organismo competente de cada Estada miembro y a anotar el origen de las materias primas, las cantidades de mantequilla obtenidas, el acondicionamiento, la identificación y la fecha de salida de cada lote de producción para la intervención pública;

c) acepta someter a un control oficial específico su fabricación de la mantequilla que pueda ser ofrecida a la intervención y, en su caso, cumplir los criterios de la clasificación nacional de calidad contemplada en el Anexo II;

d) se compromete a informar al organismo competente encargado del control, con una antelación mínima de dos días laborables, de su intención de fabricar mantequilla para la intervención púbica, pudiendo no obstante el Estado miembro fijar un plazo más breve.

2. A fin de garantizar el cumplimiento de las disposiciones del presente Reglamento, los organismos competentes realizarán controles sobre el terreno sin previo aviso, en función del programa de fabricación de la mantequilla de intervención de las empresas correspondientes.

Estos controles incluirán como mínimo:

— un control por período de veintiocho días de fabricación para la intervención y, al menos, una vez por semestre, a fin de examinar los elementos indicados en la letra b) del apartado 1,

[1] DO nº L 161 de 2. 7. 1993, p. 48.
[2] DO nº L 31 de 10. 2. 1995, p. 6.
[3] DO nº L 82 de 29. 3. 1990, p. 1.
[4] DO nº L 268 de 14. 9. 1992, p. 1.

— un control por semestre, a fin de verificar el cumplimiento de las condiciones de autorización indicadas en el apartado 1.

3. La autorización será retirada si dejan de cumplirse los requisitos previos establecidos en el apartado 1. A instancia de la empresa correspondiente, la autorización podrá restablecerse tras un período de seis meses una vez realizado un control minucioso.

En caso de que se compruebe que una empresa no ha respetado alguno de los compromisos a que se refieren las letras b), c) y d) del apartado 1, salvo que haya sido por causa de fuerza mayor, se dejará en suspenso la autorización durante un período comprendido entre uno y doce meses, en función de la gravedad de la irregularidad.

El Estado miembro podrá decidir no imponer dicha suspensión cuando se demuestre que la irregularidad no ha sido cometida deliberadamente o por negligencia grave y que reviste poca importancia en relación con la eficacia de los controles establecidos en el apartado 2.

4. Los controles efectuados con arreglo a los apartados 2 y 3 deberán ser objeto de un informe en el que se precisen los siguientes aspectos :

— la fecha del control,

— su duración,

— las operaciones efectuadas.

Este informe deberá ir firmado por el oficial responsable.

5. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión las medidas adoptadas en relación con los controles establecidos en los apartados 2 y 3 en el plazo de un mes a partir de su adopción.

6. En caso de que la mantequilla se ofrezca a la intervención en un Estado miembro diferente del de producción, la compra estará supeditada a la presentación de un certificado expedido por el organismo competente del Estado miembro de producción en el que figuren los datos indicados en las letras a), b) y d) del apartado 4 del artículo 4.

En caso de que el Estado miembro de producción haya efectuado los controles señalados en la letra a) del artículo 2, los resultados de este control figurarán también en el certificado que se refiere el apartado 3 del artículo 4 deberá precintarse con una etiqueta numerada del organismo competente del Estado miembro de producción. El número de la etiqueta deberá figurar también en el certificado antes mencionado.

Artículo 4

1. La cantidad mínima de las ofertas será de 10 toneladas. Los Estados miembros podrán disponer que la mantequilla se ofrezca por toneladas completas.

2. La mantequilla estará acondicionada en bloques de 25 kilogramos netos, como mínimo.

3. Los envases serán nuevos, de materiales resistentes, concebidos para proteger la mantequilla a lo largo de todas las operaciones de transporte, almacenamiento y comercialización.

4. El envase incluirá como mínimo las siguientes indicaciones que, en su caso, se codificaránn :

a) el número de autorización que identifique la fábrica y el Estado miembro de producción ;

b) la fecha de fabricación ;

c) la fecha de entrada en almacén ;

d) el número de la entrega y del bulto ;

e) la indicación « mantequilla de nata no acidificada », cuando corresponda según el pH de la fase acuosa de la mantequilla ;

f) la clase nacional de calidad contemplada en el Anexo II en caso de que el Estado miembro de producción lo exija.

Los Estados miembros podrán disponer que no se aplique la obligación de inscribir en los envases la fecha de entrada en almacén, si el responsable del depósito de almacenamiento se compromete a llevar un registro en el que se anoten, el mismo día de entrada en almacén, las indicaciones que figuran en el párrafo anterior.

5. El organismo de intervención tomará nota del día de recepción de la oferta de venta, de las cantidades y fechas de fabricación correspondientes y del lugar en que se encuentre almacenada la mantequilla ofrecida. Una vez comprobadas las características de la oferta, el organismo de intervención expedirá sin demora un albarán de entrega fechado y numerado en el que aparezcan :

a) la cantidad que debe entregarse ;

b) el calendario de entrega de la mantequilla ;

c) los almacenes frigoríficos en los que debe efectuarse la entrega.

Artículo 5

1. A efectos de aplicación del presente título, el día de la recepción será el día de la entrada de la mantequilla en el almacén frigorífico designado por el organismo de intervención, que no podrá ser anterior al día siguiente al de expedición del albarán de entrega. El pago de la mantequilla será efectuado entre el día cuadragésimo quinto y el sexagésimo quinto a partir de la recepción de la mantequilla, siempre y cuando se haya comprobado el cumplimiento de los requisitos del artículo 2.

2. La mantequilla se someterá a un período de prueba de almacenamiento. Dicho período será de treinta días a partir del día de recepción.

3. Mediante su oferta, el vendedor se comprometerá, en caso de que en el control realizado a la entrada en el almacén designado por el organismo de intervención se comprobara que la mantequilla no se ajusta a los requisitos establecidos en el artículo 2, o en caso de que al final del período de prueba de almacenamiento la disminución de la calidad organoléptica mínima de la mantequilla fuera inferior a la fijada en el Anexo I :

— a hacerse cargo de la mantequilla correspondiente,

— a pagar los gastos de almacenamiento de la mantequilla correspondiente a partir del día de la recepción y hasta el día de la salida.

Estos gastos de almacenamiento se fijan globalmente por tonelada de la forma siguiente :

a) 28,00 ecus por gastos fijos ;

b) 0,45 ecus por día de almacenamiento, por gastos de almacenamiento frigorífico.

Los importes se abonarán en la cuenta de la Sección de Garantía del Fondo Europeo de Orientación y de Garantía Agrícola (FEOGA).

Artículo 6

1. Los Estados miembros establecerán normas técnicas, incluida una temperatura de almacenamiento igual o inferior a − 15 °C, para los almacenes frigoríficos contemplados en el tercer párrafo del apartado 1 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 y adoptarán las medidas necesarias para garantizar la buena conservación de la mantequilla. Los riesgos correspondientes serán cubiertos por un seguro que adoptará la forma de una obligación contractual de los almacenistas o bien de un seguro global del organismo de intervención ; el Estado miembro podrá ser también su propio asegurador.

2. Los organismos de intervención exigirán que la entrada en almacén y el almacenamiento de la mantequilla se efectúen en paletas y de forma que se constituyan lotes fácilmente identificables y de acceso sencillo.

3. El organismo competente encargado del control procederá al control sin previo aviso para comprobar la presencia de los productos en el almacén, establecido en el artículo 4 del Reglamento (CEE) nº 618/90 de la Comisión (1).

Artículo 7

1. El organismo de intervención elegirá el almacén frigorífico disponible más cercano al lugar donde esté almacenada la mantequilla.

No obstante, siempre que la elección de otro almacén no implique gastos suplementarios de almacenamiento, el organismo podrá :

a) elegir otro almacén dentro de la distancia contemplada en el apartado 2 ;

b) más allá de esta distancia, elegir otro almacén cuando esto suponga un gasto menor, teniendo en cuenta los gastos de almacenamiento y transporte correspondientes. En este caso, el organismo de intervención comunicará su elección sin demora a la Comisión.

2. La distancia máxima contemplada en el párrafo cuarto del apartado 1 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 se establece en 350 kilómetros. Más allá de esta distancia, los gastos suplementarios de transporte a cargo del organismo de intervención se fijan en 0,065 ecus por tonelada y kilómetro.

No obstante, en caso de que el organismo de intervención comprador dependa de otro Estado miembro distinto de aquél en cuyo territorio esté almacenada la mantequilla ofrecida, para el cálculo de la distancia máxima contemplada anteriormente no se tendrá en cuenta la distancia entre el almacén del vendedor y la frontera del Estado miembro del organismo de intervención comprador.

3. Los gastos complementarios contemplados en el apartado 2 sólo serán sufragados por el organismo de intervención si la temperatura de la mantequilla no es superior a 6 °C a su llegada al almacén.

Artículo 8

1. En el momento de la salida de almacén de la mantequilla, el organismo de intervención, en caso de entrega a la salida del almacén frigorífico, entregará la mantequilla en el muelle del almacén, cargada en paletas y, en su caso, en el medio de transporte, si se trata de un camión o de un vagón de ferrocarril. Los gastos que esto entrañe correrán a cargo del organismo de intervención y, en su caso, los de estiba y descarga de las paletas, a cargo del comprador de la mantequilla.

2. En el contexto de los suministros por ayuda alimentaria, serán aplicables las disposiciones del apartado 1.

3. Las demás disposiciones relativas a la comercialización de la mantequilla en poder del organismo de intervención se determinarán caso por caso.

TÍTULO II

Ayudas al almacenamiento privado de mantequilla o nata

Artículo 9

Los contratos de almacenamiento privado de la nata y de la mantequilla contempladas en el apartado 2 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 se celebrarán entre los organismos de intervención de los Estados miembros y personas físicas o jurídicas, en lo sucesivo denominadas « contratantes ».

Artículo 10

1. Sólo podrán ser objeto de un contrato de almacenamiento privado la nata y la mantequilla contempladas en el apartado 2 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 que se hayan producido en una empresa autorizada con arreglo a las disposiciones del apartado 1 del artículo 3 durante el período de veintiocho días anteriores a la fecha de inicio del almacenamiento contractual. La mantequilla deberá corresponder a la clase nacional de calidad del Estado miembro de producción que se contempla en el Anexo II y no deberá sobrepasar los niveles máximos admisibles de radiactividad señalados en la letra b) del artículo 2.

(1) DO nº L 67 de 15. 3. 1990, p. 21.

No podrá celebrarse ningún contrato de almacenamiento respecto a mantequilla o nata :

a) para las que se haya solicitado la concesión de una ayuda al consumo directo establecida por otras disposiciones comunitarias ;

b) que se hayan incluido en el régimen contemplado en el apartado 1 del artículo 5 del Reglamento (CEE) nº 565/80 del Consejo (1) ; la inclusión posterior en este régimen se considerará como salida de almacén tal como se define en el apartado 7.

2. A efectos de aplicación del presente título, se entenderá por lote una cantidad de mantequilla o de nata de una tonelada como mínimo y de composición y calidad homogéneas, procedente de la misma empresa autorizada y que haya entrado en almacén el mismo día y en el mismo almacén.

3. Cuando el almacenamiento de la mantequilla se efectúe en un Estado miembro distinto del de producción, la celebración del contrato de almacenamiento estará supeditada a la presentación de un certificado expedido por el organismo competente del Estado miembro de producción en el que figuren las indicaciones establecidas en las letras a), b) y d) del apartado 6 y a la confirmación de que la mantequilla corresponde a la clase nacional de calidad del Estado miembro de producción que se contempla en el Anexo II.

4. El contrato de almacenamiento se establecerá por escrito respecto a uno o varios lotes e incluirá disposiciones relativas :

a) a la cantidad de mantequilla o de nata a la que se aplique el contrato ;

b) al importe de la ayuda, sin perjuicio del artículo 16 ;

c) a las fechas relativas a la ejecución del contrato, habida cuenta de las disposiciones de la segunda frase del párrafo cuarto del apartado 2 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 ;

d) a la identificación de los almacenes frigoríficos.

5. Las medidas de control, especialmente las señaladas en el artículo 11, y las indicaciones a que se refiere el apartado 6 se regirán por un pliego de condiciones elaborado por el organismo de intervención del Estado miembro de almacenamiento. El contrato de almacenamiento remitirá a ese pliego de condiciones.

6. El pliego de condiciones establecerá para cada lote que el envase lleve al menos las siguientes indicaciones, en su caso codificadas :

a) el número de autorización que identifique la fábrica y el Estado miembro de fabricación ;

b) la fecha de fabricación ;

c) la fecha de entrada en almacén ;

d) el número de lote ;

e) la mención « salada » cuando se trate de la mantequilla contemplada en el tercer guión del párrafo primero del apartado 2 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 ;

f) la clase nacional de calidad contemplada en el Anexo II ;

g) el peso neto.

Los Estados miembros podrán disponer que no se aplique la obligación de inscripción de la fecha de entrada en almacén en los envases si el responsable del almacén se compromete a llevar un registro y a anotar en él el día de entrada en almacén las indicaciones que figuran en el párrafo anterior.

7. El día de comienzo del almacenamiento contractual será el día siguiente al de entrada en almacén. El último día de almacenamiento contractual será el anterior al día de salida de almacén.

La solicitud de ayuda del contratista sólo podrá referirse a lotes de mantequilla o de nata cuyas operaciones de entrada en almacén hayan terminado.

Dicha solicitud deberá llegar al organismo de intervención en el plazo máximo de treinta días a partir de la fecha de entrada en almacén. El organismo de intervención registrará el día de recepción de la solicitud. En caso de que la solicitud llegue al organismo de intervención dentro de los cinco días hábiles siguientes al plazo máximo antes indicado, podrá celebrarse el contrato de almacenamiento pero reduciendo un 30 % el importe de la ayuda.

El contrato de almacenamiento se celebrará en el plazo máximo de treinta días a partir de la fecha del registro de la solicitud.

En el caso contemplado en el apartado 3, el contrato de almacenamiento se celebrará en el plazo máximo de sesenta días a partir de la fecha de registro de la solicitud.

Artículo 11

1. El Estado miembro velará por que se cumplan todas las condiciones que dan derecho al pago de la ayuda.

2. El contratante conservará a disposición del organismo competente encargado del control de la medida toda la documentación que permita comprobar, en lo relativo a los productos objeto de almacenamiento privado, los siguientes datos :

a) el número de autorización que permita identificar la fábrica y el Estado miembro de fabricación ;

b) la fecha de fabricación ;

c) la fecha de la entrada en almacén ;

d) el número de lote ;

e) la presencia en el almacén ;

f) la fecha de la salida de almacén.

3. El contratante o, en su caso, el almacenista en su lugar llevará, por cada contrato, una contabilidad de las existencias que se conservará en el almacén e incluirá los siguientes datos :

(1) DO nº L 62 de 7. 3. 1980, p. 5.

a) identificación, por número de lote, de los productos objeto de almacenamiento privado;

b) fechas de entrada y salida de almacén;

c) cantidad de mantequilla o nata, indicada por lote;

d) localización de los productos en el almacén.

4. Los productos almacenados deberán ser fácilmente identificables, ser de fácil acceso y estar individualizados por contrato.

5. Con objeto de cerciorarse de que los productos almacenados cumplen los requisitos para optar a la ayuda, el organismo de intervención efectuará controles a la entrada en almacén o durante un plazo de veintiún días tras la fecha de registro de la solicitud de ayuda. Esos controles incluirán, entre otros aspectos, un comprobación del peso de los productos, la identificación de éstos y una verificación de su naturaleza por muestreo.

6. La autoridad nacional encargada del control procederá:

a) — bien a precintar, en el momento del control indicado en el apartado 5, la totalidad de los productos por contratos, lotes o cantidades inferiores, o

— bien a un control inopinado por muestreo de la presencia de los productos en el almacén; la muestra tomada deberá ser representativa y corresponder a un mínimo del 10 % de la cantidad contractual global por la que se solicite ayuda al almacenamiento privado;

b) a un control por muestreo, a la salida de almacén de los productos, del peso y la identificación del producto. Con tal fin, el almacenista informará al organismo competente del comienzo de las operaciones de salida de almacén cinco días hábiles antes, como mínimo, precisando qué lotes van a salir. No obstante, el Estado miembro podrá aceptar un plazo más breve.

7. Los controles efectuados en virtud de los apartados 5 y 6 deberán ser objeto de un informe en el que se precisen:

— la fecha del control,

— su duración,

— las operaciones efectuadas.

El informe de control deberá ir firmado por el oficial responsable.

8. En caso de irregularidades que afecten al 5 % o más de las cantidades de los productos sometidos al control, éste se ampliará a una muestra mayor determinada por el organismo competente.

Artículo 12

1. La ayuda al almacenamiento privado establecida en el apartado 2 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68 sólo podrá concederse si la duración mínima del almacenamiento es de noventa días. El importe de la ayuda no podrá ser superior a un importe correspondiente a una duración de almacenamiento de doscientos diez días.

2. Las operaciones de entrada en almacén sólo podrán realizarse entre el 15 de abril y el 15 de agosto del mismo año. Las operaciones de salida de almacén sólo podrán realizarse a partir del 16 de agosto del año de almacenamiento.

3. La ayuda al almacenamiento privado únicamente podrá concederse si la duración mínima del almacenamiento es de noventa días. La salida de almacén se efectuará por lotes enteros o, si el organismo competente lo autoriza, por cantidades inferiores. No obstante, en el caso indicado en el primer guión de la letra a) del apartado 6 del artículo 11, sólo podrán salir del almacén cantidades precintadas.

4. Cada año se determinará, según el procedimiento señalado en el artículo 30 del Reglamento (CEE) nº 804/68, el importe de la ayuda a que se refiere el apartado 2 del artículo 6 de dicho Reglamento, que será el aplicable a los contratos de almacenamiento privado que comiencen en el transcurso de ese año.

Si la situación del mercado lo requiere, tanto el importe de la ayuda como los períodos de las operaciones de entrada y salida de almacén y la duración máxima de almacenamiento podrán modificarse durante el año en el caso de los contratos que vayan a celebrarse.

5. La ayuda se pagará, previa solicitud del interesado, a más tardar en el plazo de ciento veinte días calculados a partir del último día de almacenamiento contractual. No obstante, cuando esté realizándose una encuesta administrativa sobre el derecho a la ayuda, el pago no se realizará hasta que se haya reconocido el derecho a la ayuda.

Después de sesenta días de almacenamiento contractual y a instancia del interesado, podrá concederse un solo anticipo sobre la ayuda siempre y cuando el almacenista deposite un garantía igual al importe del anticipo más un 10 %. Dicho anticipo se calculará sobre la base de un período de almacenamiento de ciento veinte días.

Artículo 13

1. En caso de que, al final de los sesenta primeros días de almacenamiento, la disminución de la calidad de la mantequilla o de la nata sea superior a la que resulta normalmente de la conservación, los contratantes estarán autorizados a sustituir, a sus expensas y una vez por lote, las cantidades defectuosas por una misma cantidad de mantequilla o de nata contempladas en el apartado 2 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 804/68.

2. En el caso contemplado en el apartado 1, para calcular la ayuda se considerará como primer día del almacenamiento contractual el día de inicio del almacenamiento contractual indicado en el contrato con arreglo al párrafo primero del apartado 7 del artículo 10.

Artículo 14

1. En lo relativo a la mantequilla y no obstante lo dispuesto en el apartado 3 del artículo 12, pasado un período de almacenamiento contractual de sesenta días, el contratante podrá proceder a sacar de almacén uno o

varios lotes contratados, o una cantidad inferior si el organismo competente lo autoriza, a condición de que, en el plazo de sesenta días a partir del de la salida de almacén, la mantequilla, sin transformar o previa transformación en buteroil :

— haya salido del territorio aduanero de la Comunidad,

— haya llegado a su destino en los casos contemplados en el apartado 1 del artículo 5 del Reglamento (CEE) nº 3665/87 de la Comisión [1], o bien

— haya sido colocada en un almacén de aprovisionamiento autorizado con arreglo a lo dispuesto en el artículo 38 del Reglamento (CEE) nº 3665/87.

El contratante informará de ello al organismo de intervención con una antelación mínima de cinco días laborables antes del inicio de las operaciones de salida de almacén, indicando las cantidades destinadas a la exportación. No obstante, el Estado miembro podrá aceptar un plazo más breve.

2. En el caso contemplado en el apartado 1 :

a) se presentará la prueba de la exportación, como en lo relativo a las restituciones, con arreglo a lo dispuesto en el Reglamento (CEE) nº 3665/87 ;

b) la ayuda determinada con arreglo al apartado 4 del artículo 12 se calculará en función de la disminución de la duración del almacenamiento ;

c) si no se respeta el plazo de sesenta días contemplado en el apartado 1, el importe de la ayuda por la cantidad correspondiente se reducirá un 15 %, y un 5 % suplementario con respecto a la parte restante, por cada día que se sobrepase el plazo de sesenta días ;

d) la garantía contemplada en el párrafo segundo del apartado 5 del artículo 12 se liberará en cuanto se presente la prueba de la exportación con arreglo a las disposiciones de la letra a), una vez deducido el importe correspondiente a la reducción de la ayuda contemplada en la letra b).

Artículo 15

1. Únicamente podrá concederse ayuda al almacenamiento de nata por nata pasteurizada cuyo contenido en materia grasa sea igual como mínimo al 35 % y como máximo al 80 %.

No obstante, los Estados miembros podrán permitir a los contratantes que se comprometan voluntariamente, respecto a todos los lotes de todos los contratos celebrados durante la campaña, a respetar un contenido mínimo de materia grasa único fijado previamente dentro de los límites contemplados en el párrafo anterior.

2. Para el cálculo de la ayuda, las cantidades de nata se convertirán en equivalentes de mantequilla con relación a la mantequilla con un 82 % de materia grasa, multiplicando por 1,20 la cantidad de materia grasa contenida en la nata.

3. El control del contenido en materia grasa contemplado en el párrafo primero del apartado 1 se efectuará antes de la congelación de la nata por un laboratorio autorizado por el organismo competente.

4. En caso de aplicación del párrafo segundo del apartado 1, la ayuda se concederá tomando como base el contenido mínimo de materia grasa fijado previamente.

En ese caso, los Estados miembros procederán a realizar controles de la materia grasa con arreglo al apartado 3, por muestreos realizados en visitas frecuentes e inopinadas.

Si en un control de este tipo se observa que el contenido de materia grasa es inferior al contenido mínimo establecido previamente, se aplicarán las disposiciones siguientes a todos los lotes que hayan entrado en almacén desde el último control que no haya dado lugar a observaciones :

a) no se pagará ninguna ayuda por los lotes correspondientes ; no obstante, si el contenido de materia grasa observado es menos de un 2 % inferior al contenido mínimo fijado previamente, la ayuda se pagará en función del contenido de materia grasa observado, previa deducción de un importe del 10 % ;

b) el párrafo segundo del apartado 1 dejará de aplicarse al almacenista correspondiente durante el resto del período de almacenamiento.

Artículo 16

En caso de que el precio máximo de compra fijado por licitación con arreglo al Reglamento (CEE) nº 1589/87 de la Comisión [2] expresado en moneda nacional, válido el día de inicio del almacenamiento contractual :

a) sea superior al válido el último día de almacenamiento contractual, la ayuda determinada de acuerdo con el apartado 4 del artículo 12 se incrementará en un importe igual a la parte de la disminución del precio máximo de compra que exceda del 2 % del precio válido el día de inicio del almacenamiento contractual ;

b) sea inferior al válido el último día de almacenamiento contractual, la ayuda determinada de acuerdo con el apartado 4 del artículo 12 se reducirá en un importe igual a la parte del aumento del precio máximo de compra que exceda del 2 % del precio válido el día de inicio del almacenamiento contractual. No obstante, el importe de la reducción de la ayuda no podrá superar el importe total de la ayuda.

[1] DO nº L 351 de 14. 12. 1987, p. 1.

[2] DO nº L 146 de 6. 6. 1987, p. 27.

Artículo 17

Queda derogado el Reglamento (CEE) nº 685/69. No obstante, seguirá siendo aplicable a los contratos de almacenamiento privado celebrados antes de la entrada en vigor del presente Reglamento.

Las referencias al Reglamento (CEE) nº 685/69 se entenderán hechas al presente Reglamento.

Artículo 18

El presente Reglamento entrará en vigor el tercer día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas.*

Será aplicable a partir del 1 de marzo de 1995.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 28 de febrero de 1995.

Por la Comisión

Franz FISCHLER

Miembro de la Comisión

ANEXO I

REQUISITOS DE COMPOSICIÓN, CARACTERÍSTICAS DE CALIDAD Y MÉTODOS ANALÍTICOS

La mantequilla consiste en una emulsión sólida principalmente del tipo de agua en aceite con las siguientes características de composición y de calidad :

Parámetros	Características de contenido y calidad	Método de referencia
Grasa	Mínimo 82 %	Norma FIL 80/1977
Agua	Máximo 16 %	Norma FIL 80/1977
Sólidos no grasos	Máximo 2 %	Norma FIL 80/1977
Ácidos grasos libres (1)	Máximo 1,2 mmol/100 g de grasa	Norma FIL 6B/1989
Índice de peróxidos (1)	Máximo 0,3 mequiv. oxígeno/1 000 g de grasa	Norma FIL 74A/1991 Aislamiento de la grasa láctea : tal como se describe en la Norma FIL 6B/1989 (protección contra la luz)
Coliformes	No detectables en 1 g	Norma FIL 73A/1985
Grasa de origen no lácteo (1)	No detectable por análisis de triglicéridos	Anexo III
Marcadores de esteroles (2)	No detectables	Reglamento (CE) nº 86/94 de la Comisión (DO nº L 17 de 20. 1. 1994, p. 7)
Otros marcadores (2)	No detectables	Métodos aprobados por las autoridades competentes
Características organolépticas	Como mínimo 4 puntos sobre 5 de aspecto, aroma y consistencia	Anexo IV
Dispersión de agua	Como mínimo 4 puntos	Norma FIL 112A/1989

(1) Las normas correspondientes a estos tres parámetros serán aplicables a los seis meses a partir de su publicación en el Diario Oficial. Las normas se revisarán en caso necesario en función de los datos obtenidos en los Estados miembros y presentados a la Comisión.

(2) Marcadores aceptados en virtud de los Reglamentos (CEE) nºs 3143/85, 570/88 y 429/90.

ANEXO II

CLASE NACIONAL DE CALIDAD

— « Beurre de laiterie ; qualité extra ; melkerijboter ; extra kwaliteit » en lo relativo a la mantequilla belga,

— « Smør af første kvalitet » en lo relativo a la mantequilla danesa,

— « Markenbutter » en lo relativo a la mantequilla alemana,

— « pasteurisé A » en lo relativo a la mantequilla francesa,

— « Irish creamery butter » en lo relativo a la mantequilla irlandesa,

— producto exclusivamente a partir de nata de leche sometida a un tratamiento de centrifugación y pasteurización, en lo relativo a la mantequilla italiana,

— « Marque Rose » o « Beurre de première qualité » en lo relativo a la mantequilla luxemburguesa,

— « Extra kwaliteit » en lo relativo a la mantequilla neerlandesa,

— « Extra selected » en lo relativo a la mantequilla de Gran Bretana y « premium » en lo relativo a la mantequilla de Irlanda del Norte,

— producto exclusivamente a partir de nata de leche sometida a un tratamiento de centrifugación y pasteurización, en lo relativo a la mantequilla griega,

— « Producto exclusivamente a partir de leche de vaca » o « de nata de leche pasteurizada » en lo relativo a la mantequilla española,

— producto exclusivamente a partir de leche o de nata de leche de vaca pasteurizada en lo relativo a la mantequilla portuguesa,

— clasificada « Teebutter » en lo relativo a la mantequilla de calidad austríaca,

— clasificada « Meijerivoi/mejerismör » en lo relativo a la mantequilla finlandesa,

— clasificada « Svenskt smör » en lo relativo a la mantequilla sueca.

ANEXO III

MÉTODO DE REFERENCIA PARA LA DETECCIÓN DE GRASAS EXTRAÑAS EN LA GRASA DE LA LECHE MEDIANTE ANÁLISIS DE TRIGLICÉRIDOS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES — REVISIÓN 1

1. Objetivo y ámbito de aplicación

En esta norma se establece un método de detección de grasas extrañas, tanto vegetales como animales, sebo de bovino y manteca de cerdo en la grasa láctea de la leche y de los productos lácteos, mediante análisis de triglicéridos por cromatografía de gases.

El uso de fórmulas definídas de triglicéridos permite detectar cualitativa y cuantitativamente las grasas vegetales y animales en la grasa láctea pura, independientemente de las condiciones de alimentación o lactancia.

Nota 1: Aunque el ácido butírico (C4), que sólo se presenta en la grasa láctea, permite que se hagan estimaciones cuantitativas de cantidades pequeñas a medias de grasa láctea en grasas vegetales, es difícil que proporcione información cualitativa y cuantitativa en caso de adición de hasta, al menos, 20 % (en peso) de grasa extraña a grasa láctea pura, debido o la amplia variación de C4, que oscila aproximadamente entre 3,5 y 4,5 % (en peso).

Nota 2: Prácticamente sólo pueden obtenerse resultados cuantitativos con el análisis de triglicéridos, ya que el contenido en esteroles de las grasas vegetales es diferente según las condiciones de producción y tratamiento.

2. Definición

En la presente norma, se entenderá por grasas extrañas en la grasa láctea todas las grasas vegetales y animales excepto la grasa láctea.

3. Principio del método

Tras extracción de la grasa láctea, se prepara una solución madre. A partir de esta solución, se determinan los triglicéridos (números de carbono total) por cromatografía de gases en columnas empaquetadas. Introduciendo el peso porcentual de las moléculas grasas de diferente tamaño (C24 — C54 — sólo números pares) en la fórmula de triglicéridos, las grasas extrañas se detectan cualitativamente o bien se determinan cuantitativamente.

Nota: Para la evaluación descrita aquí, puede utilizarse la cromatografía capilar de gases, si se tienen garantías de obtener resultados comparables (1).

4. Reactivos

Deben utilizarse productos químicos de calidad analítica.

4.1. Gas portador: nitrógeno, pureza ≥ 99,996 %.

4.2. Triglicéridos patrón (2) saturados, así como colesterol, para normalizar una grasa láctea patron, con arreglo a la sección 6.5.4.

4.3. Metanol, exento de agua.

4.4. n-Hexano.

4.5. n-Heptano.

4.6. Tolueno.

4.7. Solución de dimetilclorosilano: se disuelven 50 ml de dimetilclorosilano en 283 ml de tolueno.

4.8. Gas combustible: hidrógeno y aire sintético.

4.9. Fase estacionaria: 3 % OV-1 sobre 125/150 µm (100/120 mallas) de Gas ChromQ (3).

4.10. Solución al 10 % de manteca de cacao.

(1) Ya se han descrito métodos adecuados; véase D. Precht y J. Molkentin: *Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns,* Chrompack News 4, 16-17 (1993).
(2) Existen productos adecuados en el comercio.
(3) Los nombres comerciales, por ejemplo, Extrelut, Gas ChromQ, Chrompack, indican la existencia de productos adecuados disponibles en el comercio especializado. Esta información sirve para facilitar la preparación del patrón por el usuario, pero no supone que se exija utilizar este producto. La indicación del grano se pasó a la unidad del SI µm con arreglo a BS 410: 1988 « British Standard Specification for test sieves ».

5. **Instrumentos**

Equipo normal de laboratorio y, en particular, el siguiente :

5.1. Cromatógrafo de gases de temperatura elevada, apropiado para funcionar al menos a 400 o 450 °C, equipado con un detector de ionización de llama y un controlador de flujo de masa constante para el gas portador. Gas de combustión : 30 ml/min H_2, 270 ml/min de aire sintético.

Debido a lo elevado del flujo de gas portador, la boquilla de la llama debe ser particularmente ancha.

Nota : Debido a las elevadas temperaturas que se dan durante el análisis de los triglicéridos, las piezas de contacto de cristal en el detector o en el sistema inyector deben limpiarse frecuentemente.

El cromatógrafo de gases debe estar dotado de diafragmas, resistentes a las temperaturas elevadas, que puedan utilizarse frecuentemente y muestren en general un grado muy bajo de fugas.

Nota : Son adecuados los diafragmas Chromblue (marca comercial) (Chrompack).

Los diafragmas deben cambiarse periódicamente, por ejemplo cada 100 inyecciones aproximadamente o tan pronto como la resolución disminuya (véase la figura 4).

5.2. Columna de cromatografía :

Columna de vidrio en forma de U (2 mm de diámetro interno, 500 mm de longitud), que se silaniza en primer lugar según la seccion 6.1 con dimetilclorosilano, a fin de desactivar la superficie del vidrio.

Nota : También son adecuadas las columnas empaquetadas algo más largas (800-2 000 mm de longitud), con las que puede lograrse una reproducibilidad de los resultados ligeramente superior. Por otra parte, la fase estacionaria presenta ocasionalmente fracturas tras el funcionamiento, lo que puede provocar, a su vez, peores resultados cuantitativos. Por otra parte, la llama del detector se apaga fácilmente como resultado del elevadísimo flujo del gas portador necesario, que es de 75 a 85 ml/min.

5.3. Dispositivo para rellenar la columna (véase la figura 1) :

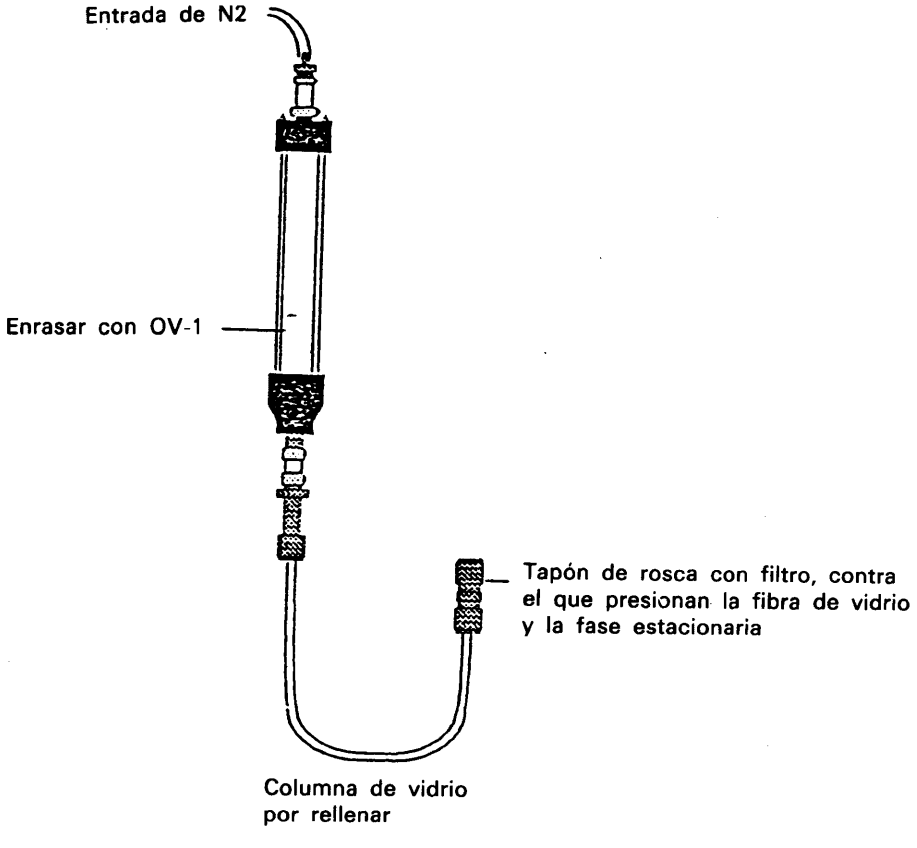


Figura 1 : Rellenado de la columna

5.3.1. Columna de plástico con extremos dotados de tapones de rosca, provista de un enrase hasta el que puede ponerse la cantidad necesaria de fase estacionaria.

5.3.2. Tamiz fino (tamaño de malla de 100 µm) con tapón de rosca, adecuado para cerrar la columna de vidrio según la figura 1.

5.3.3. Lana de vidrio desactivada y silanizada.

5.3.4. Vibrador para distribuir uniformemente la fase estacionaria durante la operación de rellenado.

5.4. Columna Extrelut (1) de 1 a 3 ml con silica gel. Esta columna puede utilizarse de forma alternativa en la extracción para obtener la grasa láctea.

5.5. Junta de grafito de 6,4 mm (1/4") con perforación de 6 mm.

5.6. Dispositivos para silanizar la superficie de vidrio de la columna según la sección 6.1.

5.6.1. Frasco de Woulff.

5.6.2. Bomba de succión de agua.

5.7. Baño María, regulable a (50 ± 2) °C.

5.8. Estufa secadora, regulable (50 ± 2) °C y (100 ± 2) °C.

5.9. Pipeta de microlitro.

5.10. Pipeta graduada de 5 ml para medir 1,5 ml de metanol.

5.11. Matraz redondo de 50 ml.

5.12. Matraz Erlenmeyer, de 50 ml de volumen nominal.

5.13 Embudo.

5.14. Filtro de poro fino.

5.15. Evaporador giratorio.

5.16. Ampollas de 1 ml de volúmen nominal, con tapón de aluminio, con diafragma en el interior.

5.17. Jeringa de inyección, cuyo émbolo no debe llegar a la boquilla de la aguja.

Nota : Estas jeringas permiten obtener una reproducibilidad mejor de los resultados.

A fin de evitar que se estropee el diafragma, es necesario verificar periódicamente el estado de la boquilla de la aguja (por ejemplo, con un microscopio binocular).

6. **Procedimiento**

6.1. Preparación de la columna (silanización) :

Tras conectar el frasco de Woulff, según se indica en la figura 2, con la bomba de succión de agua se introduce el tubo 2 en la solución del punto 4.7. Al cerrar la llave se llena la columna ; posteriormente se retiran los dos tubos.

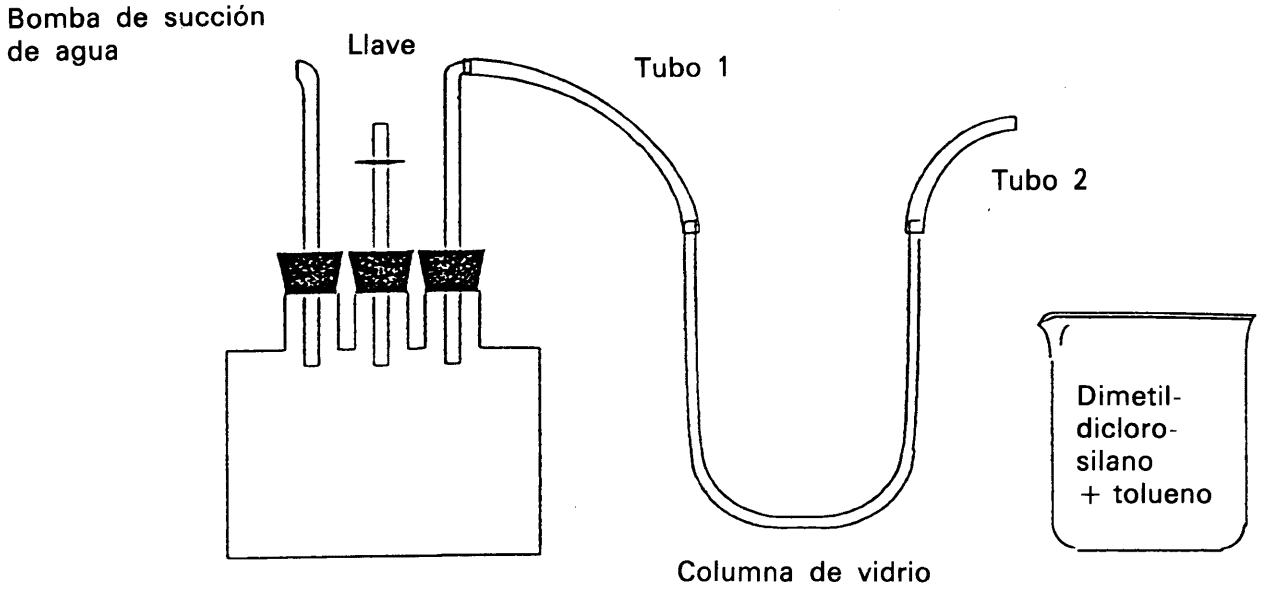


Figura 2 : Montaje para la silanización

(1) Véase la nota 3 de la pagina 11.

La columna se fija a un soporte y se rellena completamente con la solución de dimetildiclorosilano mediante una pipeta.

Al cabo de 20 o 30 minutos, el frasco de Woulff es sustituido por un frasco de vacío y se vacía la columna conectándola con la bomba de succión de agua (véase la figura 3).

6.2. Rellenado de la columna:

A continuación se lava sucesivamente con 75 ml de tolueno y 50 ml de metanol; después, la columna vaciada se seca en la estufa secadora a 100 °C durante unos 30 minutos.

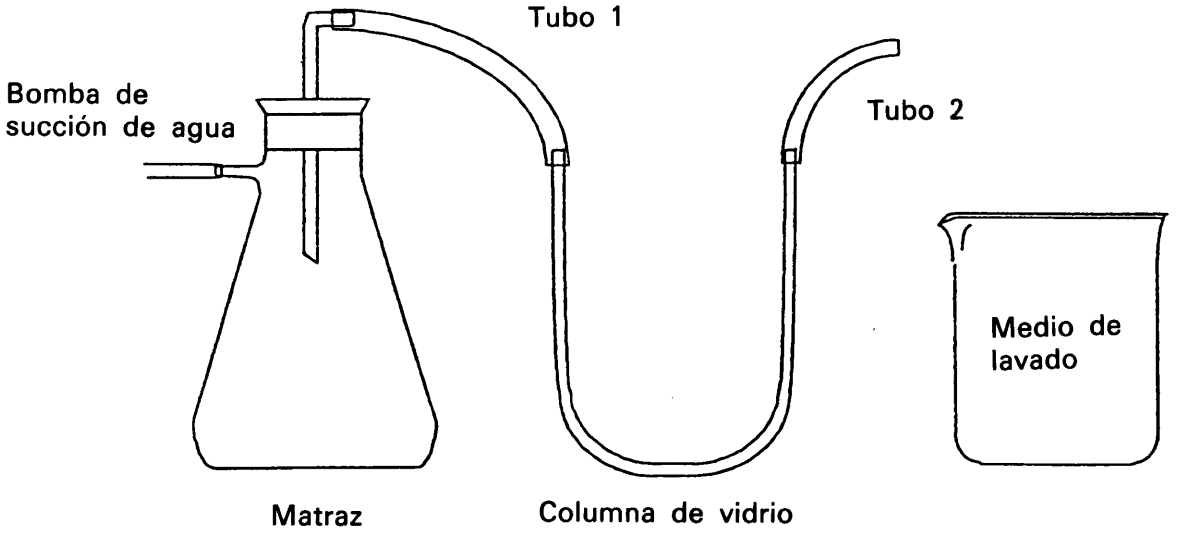


Figura 3: Montaje para el lavado

Para el rellenado de la columna, se utiliza el montaje representado en la figura 1. La fase estacionaria del punto 4.9 se introduce en la columna de plástico hasta el enrase.

El extremo inferior de la columna de vidrio que debe rellenarse se cierra con un tapón, de aproximadamente 1 cm de longitud, de lana de vidrio, previamente silanizada, y que se aprieta mediante una varilla de acero. Después se cierra el extremo de la columna con el tamiz del punto 5.3.2.

La columna se rellena a presión (3 bar, con N_2) con la fase estacionaria. Para obtener un empaquetamiento uniforme, continuo y firme, se va desplazando un vibrador arriba y abajo de la columna de vidrio durante la operación de rellenado. Una vez terminado éste, se introduce un tapón sólido de lana de vidrio silanizada que se aprieta en el otro extremo de la columna empaquetada, se cortan los extremos salientes y se aprieta con una espátula para que el tapón se introduzca en la columna unos cuantos milímetros.

6.3. Preparación de la muestra:

Para la preparación de la muestra puede seguirse uno de los tres métodos siguientes:

6.3.1. Aislamiento de la grasa láctea de la mantequilla.

Se funden de 5 a 10 g de mantequilla en un recipiente adecuado mediante un baño María (5.7) a 50 °C.

Se calientan a 50 °C en la estufa secadora un matraz Erlenmeyer de 50 ml y un embudo con filtro (5.14). Se filtra por aquí la capa grasa de la muestra fundida de mantequilla.

Esta grasa láctea está casi exenta de fosfolípidos.

6.3.2. Extracción de la fracción grasa según el método de Röse-Gottlieb.

La extracción se puede hacer según la norma FIL IC : 1987, 16C : 1987, 116A : 1987 o 22B : 1987.

Con esta grasa láctea, los fosfolípidos permiten que se obtenga un pico de colesterol que se encuentra aumentado en, aproximadamente, un 0,1 %.

El especto de triglicéridos normalizado a 100 con el colesterol se ve así influido sólo en una proporción despreciable.

6.3.3. Extracción de la leche con columnas de gel de sílice.

Con una pipeta de un microlitro se ponen 0,7 ml de una muestra de leche atemperada a 20 °C en una columna Extrelut de 1 a 3 ml (5.4) y se deja que se distribuya de forma uniforme por el gel de sílice durante unos 5 minutos.

Para desnaturalizar los complejos proteicolipídicos, se añade con pipeta 1,5 ml de metanol. Posteriormente se extrae la muestra con 20 ml de n-hexano. El n-hexano se va añadiendo lentamente en pequeñas cantidades y se recoge a la salida en un matraz redondo de 50 ml, previamente desecado hasta alcanzar un peso constante y conocido.

Tras la extracción, se deja escurrir la columna hasta que quede vacía.

Se eliminan por destilación los disolventes del eluido mediante un evaporador giratorio en un baño María a la temperatura de 40 o 50 °C.

Se seca el matraz y se determina la cantidad de grasa mediante pesada.

Nota : Las extracciones de grasa según los métodos de Gerber, Weibull-Berntrop, Schmid-Bondzynski-Ratzlaff o de aislamiento de grasa láctea con detergentes (método BDI) no son adecuados para el análisis de triglicéridos, ya que estos métodos permiten que pasen a la fase grasa cantidades más o menos grandes de fosfolípidos o glicéridos parciales.

6.4. Preparación de la solución de muestra.

Para la cromatografía de gases, se utiliza una solución al 5 % de la grasa en n-heptano obtenida según la sección 6.3. Para preparar esta solución de la muestra, se pesan y disuelven en cantidades correspondientes de n-heptano las cantidades proporcionales de la muestra obtenida con arreglo a las secciones 6.3.1 y 6.3.2.

Si se ha preparado la muestra con arreglo a la sección 6.3.3, la cantidad de n-heptano que debe añadirse a la muestra contenida del matraz se calcula según el resultado de la pesada y en ella se disuelve el residuo.

Se pone en una ampolla (5.16) aproximadamente 1 ml de la solución de la muestra.

6.5. Determinación de los triglicéridos por cromatografía.

Con las elevadas temperaturas de hasta 350 °C para eluir los triglicéridos de cadena larga C 52-C 56, es fácil que se produzca un aumento en la línea de base, especialmente si las columnas no se han acondicionado de forma adecuada al principio. Esta elevación de la línea de base a temperaturas elevadas puede evitarse completamente combinando 2 columnas o bien mediante sustracción de la línea de base.

Con el modo de compensación o funcionamiento con columnas sencillas, así como para las piezas de contacto de vidrio del inyector y del detector, deberán utilizarse juntas de grafito (5.5).

6.5.1. Corrección de la línea de base.

Para evitar la elevación de la línea de base se utilizará uno de los 4 métodos siguientes :

6.5.1.1. Combinación de columnas.

Se utilizan 2 columnas empaquetadas en modo de compensación.

6.5.1.2. Corrección de la línea de base por el cromatógrafo de gases.

Mediante aplicación de un ciclo del cromatógrafo de gases sin inyección de solución de grasa y posterior sustracción de la línea de base mantenida puede evitarse la elevación de la línea de base.

6.5.1.3. Correción de la línea de base mediante programas informáticos de integración.

Mediante aplicación de un ciclo por el sistema de integración sin inyección de solución de grasa y posterior sustracción de la línea de base mantenida, puede evitarse la elevación de la línea de base.

6.5.1.4. Corrección de la línea de base por acondicionamiento adecuado.

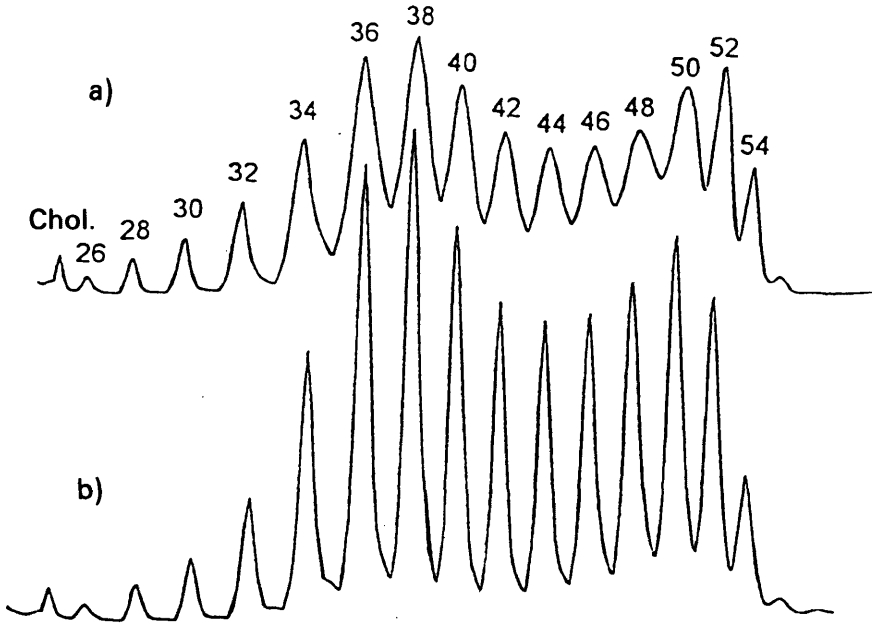
Con un acondicionamiento inicial adecuado de la columna, y unas 20 inyecciones con soluciones de grasa láctea, la elevación de la línea de base a temperaturas elevadas suele ser tan baja que no es necesario aportar ninguna corrección.

6.5.2. Técnica de la inyección.

A fin de evitar efectos discriminatorios, se aplica la técnica de la « inyección caliente » para lograr mejores resultados cuantitativos con los componentes de los triglicéridos de elevado punto de ebullición. De esta forma, la solución de grasa se introduce en la jeringa y la aguja fría de ésta se calienta antes de realizar la inyección durante unos 3 segundos en la cabeza del inyector. Después se procede a inyectar rápidamente el contenido de la jeringa.

Nota : Con esta técnica de inyección se reduce el riesgo de fenómenos de fraccionamiento dentro de la jeringa o del bloque de inyección. La inyección directa « en columna » en la parte superior, extendida y calentada de la columna no se aplica porque los fragmentos de diafragma que se acumulan en este punto y las contaminaciones pueden eliminarse fácilmente con la técnica utilizada cambiando periódicamente la pieza de contacto del inyector sin tener que desmontar la columna.

Debe evitarse absolutamente curvar el extremo de la aguja por tocar el fondo del vaso de la muestra (incluso aunque apenas sea visible al ojo humano), a fin de no estropear el diafragma.



a) mala resolución como resultado de un diafragma estropeado.

b) buena resolución.

Figura 4 : Cromatograma de los triglicéridos de una muestra de grasa láctea

6.5.3. Acondicionamiento de una columna empaquetada.

Durante las fases a) a c), la parte superior de la columna no estará conectada al detector para evitar contaminaciones.

Las columnas rellenadas de acuerdo con la sección 6.2 se acondicionarán de la forma siguiente :

a) 15 minutos de flujo de N_2 de 40 ml/min a 50 °C ;

b) calentamiento al ritmo de 1 °C/min hasta llegar a 355 °C con 10 ml N_2/min ;

c) mantenimiento a 355 °C durante 12 o 15 horas ;

d) 2 inyecciones de 1 µl de la solución de manteca de cacao (4.10) y programa respectivo de temperatura ;

e) 20 inyecciones de 0,5 µl de una solución de grasa láctea durante 2 o 3 días, con arreglo a la sección 6.4.

Nota: La manteca de cacao consiste casi esclusivamente en triglicéridos de elevado punto de ebullición C 50 a C 56. La inyección de manteca de cacao sirve para el acondicionamiento especial de esta gama de cadenas largas. Con los triglicéridos de elevado punto de ebullición C 50 a C 54, pueden darse parcialmente factores de respuesta de hasta, aproximadamente, 1,20. Normalmente, al repetir la inyección de una solución de grasa láctea, puede esperarse la reducción de los factores de respuesta inicialmente elevados para C 50 a C 54. Con los triglicéridos de bajo número c acílico, el factor se aproxima a 1.

Se preparan tres pares de columnas rellenadas con arreglo a la sección 6.2. Se someten a prueba estos pares acondicionados con un análisis de grasa láctea para ensayo sistemático. Se seleccionará el par que presente los mejores resultados cuantitativos (factores de respuesta casi iguales a 1). Deben desecharse las columnas con factores de respuesta superiores a 1,20.

6.5.4. Calibración.

Para la calibración se determinarán los factores de respuesta de los triglicéridos correspondientes, así como del colesterol, de una grasa láctea (grasa normalizada), utilizando los triglicéridos normalizados (al menos los triglicéridos saturados C 24, C 30, C 36, C 42, C 48 y C 54, así como colesterol; es mejor añadir también C 50 y C 52). Los factores de respuesta intermedios pueden obtenerse mediante interpolación matemática.

Deben hacerse cada día 2 o 3 calibraciones con la grasa normalizada. Si se obtienen resultados casi idénticos, se obtendrán buenos resultados cuantitativos reproducibles en el análisis de triglicéridos de las muestras.

La grasa láctea normalizada tiene un período de validez de varios meses a una temperatura máxima de almacenamiento de − 18 °C y, por tanto, puede utilizarse como patrón.

6.5.5. Programa de temperatura, gas portador y otras condiciones del análisis de los triglicéridos.

Programa de temperatura: temperatura inicial de la columna 210 °C, mantenida durante 1 min, después programar a 6 °C/min hasta 350 °C y mantener la temperatura final durante 5 minutos.

Temperatura del detector y del inyector: 370 °C.

Nota: Las temperaturas del detector, del inyector y del horno (temperatura inicial) deben mantenerse constantes (también durante la noche, fines de semana y vacaciones).

Gas portador: nitrógeno, caudal de 40 ml/min.

Nota: Si se utilizan columnas de 80 cm, el caudal debe ser como mínimo de 75 ml/min N_2. El flujo de gas portador debe mantenerse constante (también durante la noche, fines de semana y vacaciones). El flujo del gas portador debe ajustarse de manera que, independientemente de la longitud de la columna, el C 54 se eluya a 341 °C.

Duración del análisis: 29,3 minutos.

Volumen de inyección: 0,5 µl.

Nota: La jeringa debe aclararse varias veces con heptano puro tras cada inyección.

Condiciones del detector de ionización de llama: véase la sección 5.1.

Nota: El detector de ionización de llama se encenderá al iniciarse cada día de trabajo.

7. Integración, evaluación y control de las condiciones de medición

Los triglicéridos con un número impar de c acílico (2n + 1) se combinan con el triglicérido precedente de número par (2n). No se tienen en cuenta los bajos contenidos poco reproducibles de C 56. Los restantes triglicéridos (área de los picos) del cromatograma, incluido el colesterol (pico junto a C 24) se multiplican por los respectivos factores de respuesta de la grasa patrón (última calibración) y se normalizan conjuntamente a 100. Junto al colesterol libre, se evalúan, pues, los triglicéridos C 24, C 26, C 28, C 30, C 32, C 34, C 36, C 38, C 40, C 42, C 44, C 46, C 48, C 50, C 52 y C 54. Los resultados se dan en % en peso (g/100 g).

La evaluación de los picos del cromatograma debe hacerse con un integrador, con el que pueda representarse gráficamente la línea de base. Debe ser posible reintegrar con parámetros optimizados de integración.

Las figuras 5 y 6 muestran dos ejemplos de cromatogramas de triglicéridos. La figura 5 presenta un cromatograma que puede evaluarse bien, mientras que la figura 6 representa un error esporádico en la gama de C 50 a C 54, ya que la línea de base es incorrecta en relación con la de la figura 5. Estos errores típicos pueden detectarse con un elevado grado de certidumbre y evitarse sólo mediante el uso de un integrador con el que se represente gráficamente la línea de base.

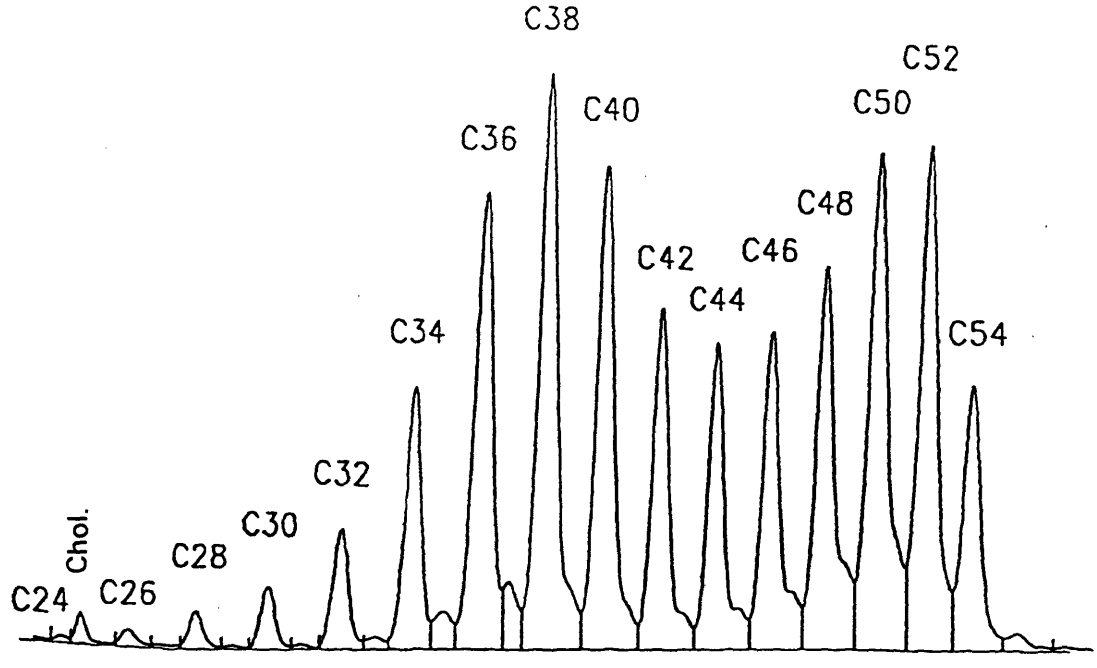


Figura 5 : Cromatograma de triglicéridos de fácil evaluación de una grasa láctea con la línea de base dibujada

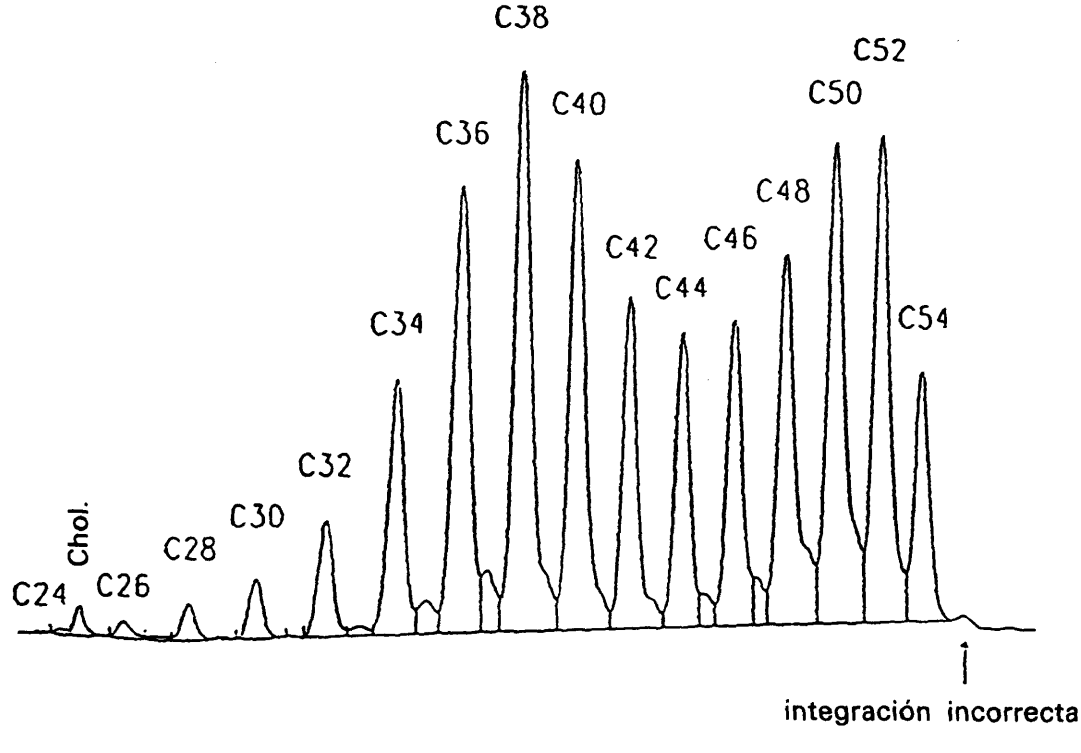


Figura 6 : Cromatograma de grasa láctea con integración errónea

Para controlar las condiciones de medición, el cuadro 1 presenta los valores medios y las desviaciones típicas (DT) de una grasa láctea de invierno típica respecto a los diferentes triglicéridos procedentes de 19 análisis de la misma grasa :

Cuadro 1 : Composición en triglicéridos de una grasa láctea
Valores medios y DT procedentes de 19 análisis

(en g/100 g)

Triglicérido	Media	DT
C24	0,04	0,004
C26	0,26	0,007
C28	0,66	0,020
C30	1,31	0,023
C32	2,92	0,030
C34	6,73	0,053
C36	12,12	0,030
C38	12,92	0,054
C40	9,70	0,019
C42	7,62	0,020
C44	7,35	0,025
C46	7,91	0,029
C48	9,09	0,048
C50	9,97	0,038
C52	7,76	0,042
C54	3,32	0,020

Si se obtienen DT que indiquen una desviación superior a los valores del cuadro 1, los cromatogramas no son válidos y es necesario comprobar el estado de los diafragmas o el flujo del gas. Asimismo, ciertos componentes pequeños del diafragma pueden haber formado depósitos sobre la lana de vidrio a la entrada de la columna o la columna puede haberse estropeado por envejecimiento, influencia de la temperatura, etc., (véase la figura 3).

8. **Detección cualitativa de grasas extrañas**

Para la detección de grasas extrañas, se han elaborado fórmulas de triglicéridos (véase el cuadro 2) con límites S (véase el cuadro 3), dentro de los que pueden fluctuar los valores S de las grasas lácteas puras. Si se superan estos límites, puede aceptarse la presencia de una grasa extraña.

Las fórmulas más sensibles para la detección de la adición de manteca de cerdo es, por ejemplo :

$$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C54 = S \quad (1)$$

Nota : Utilizando 755 muestras diferentes de grasa láctea, se estableció un margen de confianza del 99 % de S = 98,05 — 101,95 para las muestras de grasa láctea pura con una desviación rípica para todos los valores S de DT = 0,39897.

A partir de la composición en triglicéridos de una muestra de grasa desconocida, una fórmula de este tipo permite, sin tener que recurrir a un ordenador, verificar de forma simple si la suma del contenido en triglicéridos observado aquí con los factores correspondientes cae fuera del margen de 98,05—101,95 y es muy probable que se trate entonces de un caso de adición de grasa extraña.

Para detectar distintas grasas extrañas, el cuadro 2 presenta diferentes fórmulas de triglicéridos. Para la detección de las grasas extrañas de aceite de soja, aceite de girasol, aceite de oliva, aceite de colza, aceite de linaza, aceite de germen de trigo, aceite de germen de maíz, aceite de algodón y aceite hidrogenado de pescado, para las grasas vegetales, grasa de coco y grasa de palmiste, así como para aceite de palma y sebo de vacuno, puede utilizarse una fórmula común.

Dado que la composición en triglicéridos de las grasas extrañas también está sujeta a fluctuaciones, se han utilizado hasta 4 datos diferentes sobre triglicéridos de grasas extrañas, medidas experimentalmente, del mismo tipo. [Con los mismos tipos de grasa extraña, se ha considerado el límite menos favorable en cada caso (véase el cuadro 4)].

Con la siguiente « fórmula total » pueden obtenerse resultados igualmente buenos con todas las grasas extrañas :

$$-2{,}7575 \cdot C26 + 6{,}4077 \cdot C28 + 5{,}5437 \cdot C30 - 15{,}3247 \cdot C32 + 6{,}2600 \cdot C34 + 8{,}0108 \cdot C40 - 5{,}0336 \cdot C42 + 0{,}6356 \cdot C44 + 6{,}0171 \cdot C46 = S \quad (2)$$

Se ha visto con cálculos realizados para la detección de cualquier combinación de grasas extrañas en la grasa láctea que, por ejemplo, aunque con la fórmula para la manteca de cerdo indicada en el cuadro 2 el límite para esta grasa extraña es bajo, tan sólo del 2,7 %, otras grasas como la grasa de coco, el aceite de palma o la grasa de palmiste con límites de detección de, respectivamente, 26,8, 12,5 y 19,3 %, sólo pueden detectarse con esta fórmula si se han añadido a la grasa láctea cantidades muy elevadas. Esto es aplicable también a otras fórmulas del cuadro 2.

Cuadro 2 : Fórmulas de triglicéridos para detectar diversas grasas extrañas en la grasa láctea, con indicación de las desviaciones típicas DT del valor S

Fórmula para aceite de soja, de girasol, de oliva, de colza, de linaza, de germen de trigo, de germen de maíz, de algodón y de pescado
$2{,}0983 \cdot C30 + 0{,}7288 \cdot C34 + 0{,}6927 \cdot C36 + 0{,}6353 \cdot C38 + 3{,}7452 \cdot C40 - 1{,}2929 \cdot C42 + 1{,}3544 \cdot C44 + 1{,}7013 \cdot C46 + 2{,}5283 \cdot C50 = S$; SD = 0,38157
Fórmula para grasa de coco y de palmiste
$3{,}7453 \cdot C32 + 1{,}1134 \cdot C36 + 1{,}3648 \cdot C38 + 2{,}1544 \cdot C42 + 0{,}4273 \cdot C44 + 0{,}5809 \cdot C46 + 1{,}2926 \cdot C48 + 1{,}0306 \cdot C50 + 0{,}9953 \cdot C52 + 1{,}2396 \cdot C34 = S$; SD = 0,11323
Fórmula para aceite de palma y sebo de vacuno
$3{,}6644 \cdot C28 + 5{,}2297 \cdot C30 + 12{,}5073 \cdot C32 + 4{,}4285 \cdot C34 - 0{,}2010 \cdot C36 + 1{,}2791 \cdot C38 + 6{,}7433 \cdot C40 - 4{,}2714 \cdot C42 + 6{,}3739 \cdot C46 = S$; SD = 0,81094
Fórmula para manteca de cerdo
$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C54 = S$; SD = 0,39897

Por tanto, para comprobar una muestra de grasa desconocida deberán utilizarse todas las fórmulas recogidas en el cuadro 2 y la fórmula total (2), si es probable que la muestra consista en una mezcla de grasa láctea y una de las catorce diferentes grasas extrañas o una combinación de dichas grasas extrañas. Si, al introducir los triglicéridos de una muestra de grasa para analizar se obtiene un valor S que cae fuera de los márgenes del cuadro 3 de sólo una de las cinco fórmulas, entonces lo más probable es que la muestra consista en una grasa láctea modificada. La detección de una grasa extraña en grasa láctea mediante una de las cuatro fórmulas del cuadro 2 no permite extraer conclusiones sobre el tipo de la mezcla de grasa extraña.

Cuadro 3 : Límites S para grasas lácteas

Fórmula para la detección	Margen de S
De aceite de soja, girasol, oliva, colza, linaza, germen de trigo, germen de maíz, algodón, pescado	98,05 — 101,95
De grasa de coco y de palmiste	99,42 — 100,58
De aceite de palma y sebo de vacuno	95,90 — 104,10
De manteca de cerdo	97,96 — 102,04
Fórmula total	95,68 — 104,32

En el cuadro 4, se indican los límites de detección correspondientes a las distintas grasas extrañas con una confianza del 99 %. La primera columna presenta los límites mínimos de detección correspondientes a las mejores fórmulas de grasa láctea del cuadro 2. En la segunda columna se muestran los límites de detección correspondientes a la fórmula total. Aunque los límites son algo superiores, sólo esta fórmula es necesaria para detectar cantidades ligeramente más elevadas de grasas extrañas. Con todas las fórmulas pueden detectarse también combinaciones de las distintas grasas extrañas. Los márgenes de variación de los triglicéridos de diferentes grasas extrañas de un solo tipo no tienen influencia considerable sobre los límites de detección.

Cuadro 4 : Límites de detección del 99 % por adición de grasa extraña a la grasa láctea en %

	Fórmula individual	Fórmula total
Aceite de soja	2,1	4,4
Aceite de girasol	2,3	4,8
Aceite de oliva	2,4	4,7
Grasa de coco	3,5	4,3
Aceite de palma	4,4	4,7
Grasa de palmiste	4,6	5,9
Aceite de colza	2,0	4,4
Aceite de linaza	2,0	4,0
Aceite de germen de trigo	2,7	6,4
Aceite de germen de maíz	2,2	4,5
Aceite de algodón	3,3	4,4
Manteca de cerdo	2,7	4,7
Sebo de vacuno	5,2	5,4
Aceite hidrogenado de pescado	5,4	6,1

Nota : Los márgenes de S se calculan de forma que sólo se supone la presencia de grasa extraña si se exceden los límites de las distintas fórmulas (véase el cuadro 4).

9. **Determinación cuantitativa de las grasas extrañas**

A fin de obtener información cuantitativa sobre la concentración de grasa extraña en una muestra de grasa láctea, se utiliza la siguiente fórmula :

$$X\ (\%) = 100 \cdot |\ (100 - S) / (100 - S_F)\ |, \qquad (3)$$

donde X es la cantidad de grasa extraña o mezcla de grasas extrañas desconocidas en una grasa láctea desconocida. S se obtiene de la adición de una grasa extraña desconocida introduciendo los triglicéridos de la mezcla grasa extraña/grasa láctea en la fórmula total de triglicéridos recogida anteriormente. Si se añade a la grasa láctea una grasa extraña desconocida, se elige para S_F el valor medio de S de las distintas grasas extrañas para la fórmula total ; este valor medio de S se obtiene introduciendo los datos de los triglicéridos de las grasas extrañas puras en esta fórmula y calculando un valor medio (S_F = 7,46). También se obtienen buenos resultados cuntatitativos en relación con las adiciones de cualquier grasa extraña utilizando la fórmula correspondiente al aceite de palma/sebo de vacuno (cuadro 2) y un valor medio S_F de 10,57.

Si se conocen los tipos de grasa extraña, se introducirán los siguientes valores de S_F en la fórmula anterior y se tomará del cuadro 2 la fórmula respectiva de grasa extraña :

Cuadro 5 : Valores de S_F correspondientes a varías grasas extrañas

Grasa extraña	S_F
Aceite de soja	8,18
Aceite de girasol	9,43
Aceite de oliva	12,75
Grasa de coco	118,13
Aceite de palma	7,55
Grasa de palmiste	112,32
Aceite de colza	3,30
Aceite de linaza	4,44
Aceite de germen de trigo	27,45
Aceite de germen de maíz	9,29
Aceite de algodón	41,18
Manteca de cerdo	177,55
Sebo de vacuno	17,56
Aceite de pescado	64,12

10. **Ámbito de aplicación del método de detección**

El método descrito se aplica a leche de mezcla y se basa en la representatividad de las muestras de grasa láctea.

Sería posible una detección muy específica si, con un número representativo de grasas lácteas, se derivaran fórmulas como las descritas anteriormente para distintos países.

Podrían obtenerse posibilidades de detección especialmente adecuadas si en los diferentes países se elaboraran fórmulas, como las descritas aquí, de un número representativo de grasas lácteas. En este caso, no es necesario el uso de complejos programas informáticos, si se aplican las combinaciones de triglicéridos utilizadas en el cuadro 2 y se vuelven a determinar los factores utilizando el método de los mínimos cuadrados.

Aplicando los márgenes de S indicados en el cuadro 3, las fórmulas son de aplicación general, en condiciones particulares de alimentación como, por ejemplo, subalimentación o alimentación de vacas con levaduras de pienso o jabones de Ca. Solo en caso de condiciones extremas de alimentación (por ejemplo, elevada ingesta de aceites puros en piensos, elevada administración de jabones de Ca combinados con grasa de piensos, etc.), las fórmulas indican parcialmente una grasa láctea modificada.

Nota : Las grasas lácteas fraccionadas se reconocen generalmente como grasa láctea sin modificar, si se supone una modificación sólo cuando se superan los límites. Sólo con grasas lácteas fraccionadas con una composición inusual, como, por ejemplo, sucede con una fracción dura obtenida por fraccionamiento con métodos físicos a temperaturas elevadas de aproximadamente 30 °C con bajo rendimiento de un pequeño porcentaje o con fraccionamiento con CO_2 supercrítico, las fórmulas indican una modificación.

No obstante, el fraccionamiento de la grasa láctea puede detectarse mediante otros procedimientos como, por ejemplo, calorimetría de exploración diferencial.

11. **Exactitud del método**

Determinada con grasa láctea a partir de las fórmulas del cuadro 2 y de los márgenes de S del cuadro 3.

11.1. Repetibilidad

Diferencia de los valores S de dos determinaciones realizadas en el plazo mínimo posible de tiempo por un solo operador siguiendo el mismo procedimiento y utilizando la misma muestra en condiciones idénticas (misma persona, mismos instrumentos o aparato, mismo laboratorio) :

Cuadro 6 : Límites de repetibilidad (r) de las diferentes fórmulas

Fórmula para la detección	r
De aceite de soja, girasol, oliva, colza, linaza, germen de trigo, germen de maíz, algodón, pescado	0,67
De grasa de coco y de palmiste	0,12
De aceite de palma y sebo de vacuno	1,20
De manteca de cerdo	0,58
Fórmula total	1,49

11.2. Reproducibilidad

Diferencia de los valores S de dos determinaciones realizadas por distintos operadores en laboratorios diferentes, siguiendo el mismo procedimiento con la misma muestra en condiciones diferentes (persona diferente, instrumentos diferentes) en momentos diferentes.

Cuadro 7 : Límites de reproducibilidad (R) de las distintas fórmulas

Fórmula para la detección	R
De aceite de soja, girasol, oliva, colza, linaza, germen de trigo, germen de maíz, algodón, pescado	1,08
De grasa de coco y de palmiste	0,40
De aceite de palma y sebo de vacuno	1,81
De manteca de cerdo	0,60
Fórmula total	2,07

11.3. Diferencia crítica

A partir de los límites de repetibilidad (r) y de reproducibilidad (R) pueden calcularse las diferencias críticas de todos los márgenes de S del cuadro 3 (análisis duplicado). En el cuadro 8 se recogen los valores correspondientes.

Cuadro 8 : Diferencias críticas de todas las fórmulas de triglicéridos

Fórmula para la detección	Margen
De aceite de soja, girasol, oliva, colza, linaza, germen de trigo, germen de maíz, algodón, pescado	97,43 — 102,57
De grasa de coco y de palmiste	99,14 — 100,86
De aceite de palma y sebo de vacuno	94,91 — 105,09
De manteca de cerdo	97,65 — 102,35
Fórmula total	94,58 — 105,42

11.4. Aceptabilidad de los resultados

Todos los contenidos en triglicéridos calibrados y redondeados a la segunda cifra decimal de C24, C26, C28 a C54, así como el colesterol, deben normalizarse exactamente a 100.

Los resultados del análisis duplicado se utilizarán para comprobar la repetibilidad. Si la diferencia absoluta entre los dos resultados S correspondientes a la totalidad de las cinco fórmulas de triglicéridos no supera el límite de repetibilidad r del cuadro 6, entonces se cumple el requisito de repetibilidad.

Para, controlar las condiciones óptimas de cromatografía de gases y, especialmente, la calidad de la columna, debe garantizarse que con diez ciclos repetidos, la diferencia entre los valores máximo y mínimo de S de la totalidad de las cinco fórmulas de triglicéridos no se sale del margen $x * r$, siendo $x = 1{,}58$ (para diez ciclos, véase la referencia bibliográfica 16) y r los límites de repetibilidad del cuadro 6 correspondientes a las distintas fórmulas.

12. Normas citadas

DIN 10 336 : 1994	Nachweis und Bestimmung von Fremdfetten in Milchfett anhand einer gaschromatographischen Triglyceridanalyse
Norma FIL 1C : 1987	Leche. Determinación del contenido en grasa — Método gravimétrico de Röse Gottlieb.
Norma FIL 16C : 1987	Nata. Determinación del contenido en grasa — Método gravimétrico de Röse Gottlieb.
Norma FIL 116A : 1987	Helados y mezclas de helados comestibles a base de leche. Determinación del contenido en grasa — Método gravimétrico de Röse Gottlieb.
Norma FIL 22B : 1987	Leche desnatada, lactosuero y suero de mantequilla. Determinación del contenido en grasa — Método gravimétrico de Röse Gottlieb.

13. Bibliografía

1. Comisión de las Comunidades Europeas : *Detection of foreign fats in milk fat by means of gas chromatographic triglyceride analysis,* Doc. nº VI/5202/90-EN, VI/2645/91.
2. Comisión de las Comunidades Europeas : *Control of butter fat purity of 100 different samples of different feeding periods from 11 EEC countries,* Doc. nº VI/4577/93.
3. Comisión de las Comunidades Europeas : *Consideration of results from the first, second, third, fourth, fifth and sixth EEC collaborative trial : Determination of triglycerides in milk fat,* Doc. nº VI/2644/91, VI/8.11.91, VI/1919/92, VI/3842/92, VI/5317/92, VI/4604/93.
4. Timms, R. E. : *Detection and quantification of non-milk fat in mixtures of milk and non-milk fats.* Dairy Research 47 295-303 (1980).
5. Precht, D., Heine, K. : *Nachweis von modifiziertem Milchfett mit der Triglyceridanalyse. 2. Fremdfettnachweis im Milchfett mit Hilfe von Triglyceridkombinationen* 41 406-410 (1986).
6. Luf, W., Stock, A., Brandl, E. : *Zum Nachweis von Fremdfett in Milchfett über die Trigylceridanalyse.* Österr. Milchwirtsch. Wissensch. Beilage 5, 42 20-35 (1987).

7. Precht, D.: *Bestimmung von pflanzlichen Fetten oder tierischen Depotfetten in Milchfett. Kieler Milchwirtsch.* Forschungsber. 42 143-157 (1989).

8. Precht D.: *Schnelle Extraktion von Milchfett, Kieler Milchwirtsch.* Forschungsber. 42 119-128 (1990).

9. Precht, D.: *Schnelle gaschromatographische Triglyceridanalyse von Milchfett.* Kieler Milchwirtsch. Forschungsber. 42 139-154 (1990).

10. Precht, D.: *Control of milk fat purity by gas chromatographic triglyceride analysis.* Kieler Milchwirtsch. Forschungsber. 43 (3) 219-242 (1991).

11. Precht, D.: *Detection of adulterated milk fat by fatty acid and triglyceride analysis.* Fat Sci. Technol. 93 538-544 (1991).

12. Precht, D.: Detection for foreign fat in milk fat. I, Qualitative detection by triacylglycerol formulae. II, Quantitative evaluation of foreign fat mixtures. Z. Lebensm. Unters. Forsch. 194 1-8, 107-114 (1992).

13. Precht, D.: *Gas chromatography of triacyglycerols and other lipids on packed columns in* CRC Handbook of Chromatography: Analysis of Lipids, p. 123-138, Ed. K. D. Mukherjee, N. Weber, J. Sherma, CRC Press, Boca Raton (1993).

14. Precht, D., Molkentin, J.: *Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns,* Chrompack News 4 16-17 (1993).

15. Molkentin, J., Precht, D.: *Comparison of packed and capillary columns for quantitative gas chromatography of triglycerides in milk fat.* Chromatographia 39 (5/6) 265-270 (1994).

16. Stange, K.: *Angewandte Statistik, Erster Teil, Eindimensionale Probleme,* Springer-Verlag, Berlin, p. 378 (1970).

ANEXO IV

EVALUACIÓN ORGANOLÉPTICA DE LA MANTEQUILLA

1. Ámbito

El objetivo de este método de evaluación organoléptica de la mantequilla consiste en proporcionar un método uniforme aplicable en todos los Estados miembros.

2. Definiciones

Se entenderá por :

Evaluación organoléptica : el examen de los atributos de un producto mediante los órganos sensoriales.

Comisión : un grupo de catadores seleccionados que trabajen durante la prueba sin comunicarse entre sí y sin influirse mutuamente.

Puntuación : la evaluación organoléptica realizada por una comisión utilizando una escala numérica. Debe utilizarse una nomenclatura de los defectos.

Clasificación : una clasificación cualitativa realizada a partir de la puntuación obtenida.

Documentos de control : los documentos utilizados para registrar las puntuaciones obtenidas respecto a cada atributo y la clasificación final del producto. (Este documento puede utilizarse también para registrar la composición química.)

3. Sala de prueba

3.1. Deben tomarse precauciones a fin de que los catadores situados en la sala de prueba no se vean influidos por factores externos.

3.2. La sala de prueba debe estar libre de olores extraños y ser de fácil limpieza. Las paredes deben ser de color claro.

3.3. La sala de prueba y su iluminación deben ser tales que no se vean afectadas las propiedades de los productos examinados. La sala debe estar provista de un control adecuado de la temperatura.

4. Selección de los catadores

El catador debe conocer los productos de la mantequilla y ser competente para realizar la clasificación organoléptica. Su competencia debe evaluarse de forma periódica (al menos una vez al año) por las autoridades competentes.

5. Requisitos de la comisión

El número de catadores de la comisión debe ser impar, con un mínimo de tres. En su mayoría serán funcionarios de la autoridad competente o personas autorizadas que no estén empleadas en la industria láctea.

6. Evaluación de cada atributo

6.1. La evaluación organoléptica debe realizarse con relación a los tres siguientes atributos : aspecto, consistencia y aroma.

El aspecto implica los siguientes caracteres : color, pureza visible, crecimiento de mohos y dispersión de agua. La dispersión de agua se evalúa de acuerdo con la Norma FIL 112A/1989.

La consistencia implica los siguientes caracteres : firmeza y untabilidad.

Pueden aplicarse métodos físicos para la evaluación de la consistencia de la mantequilla. La Comisión prevé armonizar estos métodos en el futuro.

El aroma supone los siguientes caracteres : sabor y olor.

Una desviación significativa respecto a la temperatura recomendada impide que se realice una evaluación fiable de la consistencia y del aroma. La temperatura tiene una importancia capital.

6.2. Cada atributo debe evaluarse organolépticamente por separado. Debe darse una puntuación con arreglo al cuadro 1.

6.3. Puede ser conveniente que los catadores puntúen conjuntamente, antes de iniciar la evaluación, una o más muestras de referencia en cuanto a su aspecto, consistencia y aroma, a fin de aplicar criterios uniformes.

6.4. La puntuación para la aceptación es de la forma siguiente :

	Máximo	Necesario
Aspecto	5	4
Consistencia	5	4
Aroma	5	4

Cuando no se obtenga la puntuación necesaria, deberá describirse el defecto. La puntuación dada por cada evaluador para cada atributo debe registrarse en el documento de control. El producto se acepta o rechaza a partir de una decisión de la mayoría. No deben darse frecuentemente (no más de una vez cada 20 muestras) casos en que las diferencias entre la puntuación individual de cada atributo sea mayor que la distancia entre puntos adyacentes. En caso contrario, el presidente de la comisión deberá comprobar la competencia de dicha comisión.

7. Supervisión

Será responsable generalmente de todo el procedimiento un presidente de la comisión, que debe ser funcionario de la autoridad competente y puede ser miembro de la comisión. Debe registrar las puntuaciones individuales de cada atributo en el documento de control y certificar si el producto es aceptado o rechazado.

8. Toma y preparación de las muestras

8.1. — Es conveniente que se oculte la identidad de las muestras durante la evaluación, para evitar cualquier posible desviación.

— Este aspecto debe ser organizado por el presidente de la comisión antes de la evaluación y sin que estén presentes los otros miembros de la comisión.

8.2. Cuando la evaluación organoléptica se realice en el almacén frigorífico, se tomará la muestra utilizando una sonda para mantequilla. Si la evaluación organoléptica se realiza en un lugar distinto del almacén frigorífico, se tomará como mínimo una muestra de 500 g.

8.3. Durante la evaluación, la mantequilla deberá estar a la temperatura de 10 o 12 °C. Deberán evitarse a toda costa las desviaciones importantes de esta temperatura.

9. Nomenclatura

Véase el cuadro 2 adjunto.

Cuadro 1 : Puntuación de la mantequilla

Aspecto			Consistencia			Aroma		
Puntos	Nº (1)	Observaciones	Puntos (Clase de cualidad)	Nº (1)	Observaciones	Puntos (Clase de cualidad)	Nº (1)	Observaciones
5		*Muy bueno* tipo ideal calidad superior (uniforme, seco)	5		*Muy buena* tipo ideal calidad superior (buena untabilidad)	5		*Muy bueno* tipo ideal calidad superior (aroma fino absolutamente puro)
4		*Bueno* (2) (sin defectos evidentes)	4		*Buena* (2)	4		*Bueno* (2) (sin defectos evidentes)
				17	Dura			
				18	Blanda			
3		*Corriente (defectos leves)*	3		*Corriente (defectos leves)*	3		*Corriente (defectos leves)*
	1	Humedad libre		14	Corta, frágil, grumosa		21	Impuro
	2	No uniforme, bicolor		15	Pastosa, grasienta		22	Aroma extraño
	3	Entreverado		16	Untuosa		25	Ácido
	4	Veteado, jaspeado		17	Dura		27	Aroma de cocido, aroma de quemado
	5	Manchado		18	Blanda			
	6	Separación de aceite					33	Aroma de pienso
	7	Exceso de color					34	Acre, amargo
	8	Textura porosa					35	Demasiado salado
2		*Pobre (defectos evidentes)*	2		*Pobre (defectos evidentes)*	2		*Pobre (defectos evidentes)*
	1	Humedad libre		14	Corta, frágil, grumosa		21	Impuro
	3	Entreverado		15	Pastosa, grasienta		22	Aroma extraño
	4	Veleado, jaspeado		16	Untuosa		23	Aroma a viejo
	5	Manchado		17	Dura		25	Ácido
	6	Separación de aceite		18	Blanda		32	Aroma de óxido, aroma metálico
	10	Materia extraña						
	11	Enmohecido					33	Aroma de pienso
	12	Sal sin disolver					34	Acre, amargo
							35	Demasiado salado
							36	Mohoso, soso, corrompido
							38	aroma químico
1		*Muy pobre (defectos importantes)*	1		*Muy pobre (defectos importantes)*	1		*Muy pobre (defectos importantes)*
	1	Humedad libre		14	Corta, frágil, grumosa		22	Aroma extraño
	3	Entreverado		15	Pastosa, grasienta		24	Caseoso, aroma a queso ácido
	4	Veteado, jaspeado		16	Untuosa			
	5	Manchado		17	Dura		25	Ácido
	6	Separación de aceite		18	Blanda		26	Aroma de levadura
	7	Demasiado color					28	Aroma de moho
	9	Granuloso					29	Rancio
	10	Materia extraña					30	Aceitoso, aroma de pescado
	11	Enmohecido						
	12	Sal sin disolver					31	Aroma de sebo
							32	Aroma de óxido, aroma metálico
							34	Acre, amargo
							36	Mohoso, soso, corrompido
							37	Aroma de malta
							38	Aroma químico

(1) Cuadro 2.

(2) Los defectos mencionados bajo « bueno » son desviaciones muy pequeñas respecto al tipo ideal.

Cuadro 2 : Nomenclatura de defectos de la mantequilla

I. *Aspecto*

1. Humedad libre
2. No uniforme, bicolor
3. Entreverado
4. Veteado, jaspeado
5. Manchado
6. Separación de aceite
7. Exceso de color
8. Textura porosa
9. Granuloso
10. Materia extraña
11. Enmohecido
12. Sal sin disolver

II. *Consistencia*

14. Corta, frágil, grumosa
15. Pastosa, grasienta
16. Untuosa
17. Dura
18. Blanda

III. *Aroma*

20. Sin aroma
21. Impuro (1)
22. Aroma extraño
23. Aroma a viejo
24. Caseoso, aroma a queso ácido
25. Ácido
26. Aroma de levadura
27. a) Aroma de cocido
    b) Aroma de quemado
28. Aroma de moho
29. Rancio
30. Aceitoso, aroma de pescado
31. Aroma de sebo
32. a) Aroma de óxido
    b) Aroma metálico
33. Aroma de pienso
34. Acre, amargo
35. Demasiado salado
36. Mohoso, soso, corrompido
37. Aroma de malta
38. Aroma químico

(1) Esta designación debe utilizarse lo menos posible y sólo cuando el defecto no pueda describirse de forma más precisa.

ANEXO V

TOMA DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS QUÍMICO Y MICROBIOLÓGICO Y EVALUACIÓN ORGANOLÉPTICA

1. Análisis químico y microbiológico

Cantidad de matequilla (kg)	Número mínimo de muestras (> 100 g)
≤ 1 000	2
> 1 000 ≤ 5 000	3
> 5 000 ≤ 10 000	5
> 10 000 ≤ 15 000	5
> 15 000 ≤ 20 000	6
> 20 000 ≤ 25 000	7
> 25 000	7 + 1 por tramo de 25 000 kg o parte

Las muestras para el análisis microbiológico deben tomarse asépticamente.

Las muestras deben tomarse aleatoriamente a partir de diferentes partes de la cantidad presentada y someterse a prueba antes o en el momento de entrar en el almacén frigorífico designado por el organismo de intervención.

Pueden combinarse hasta cinco muestras de 100 g en una sola muestra, que se analizará previa homogeneización completa.

Preparación de una muestra compuesta de mantequilla (análisis químico):

a) Utilizando una sonda para mantequilla, limpia y seca, u otro instrumento adecuado similar, extraer una porción de mantequilla de 30 g como mínimo y colocarlo en un recipiente de muestras. La muestra compuesta puede cerrarse entonces y enviarse al laboratorio para su análisis.

b) En el laboratorio, la muestra compuesta se calienta a 30 °C en el recipiente original sin abrir, agitándola frecuentemente, hasta obtener una emulsión fluida homogénea, libre de partículas sin disolver. La muestra debe ocupar entre la mitad y los dos tercios del recipiente.

De cada fabricante que presente mantequilla para la intervención, deberán analizarse dos muestras al año en cuanto a la grasa no láctea y una muestra en cuanto a los marcadores.

2. Evaluación organoléptica

Cantidad de mantequilla (kg)	Número mínimo de muestras
1 000 ≤ 5 000	2
> 5 000 ≤ 25 000	3
> 25 000	3 + 1 por tramo de 25 000 kg o parte

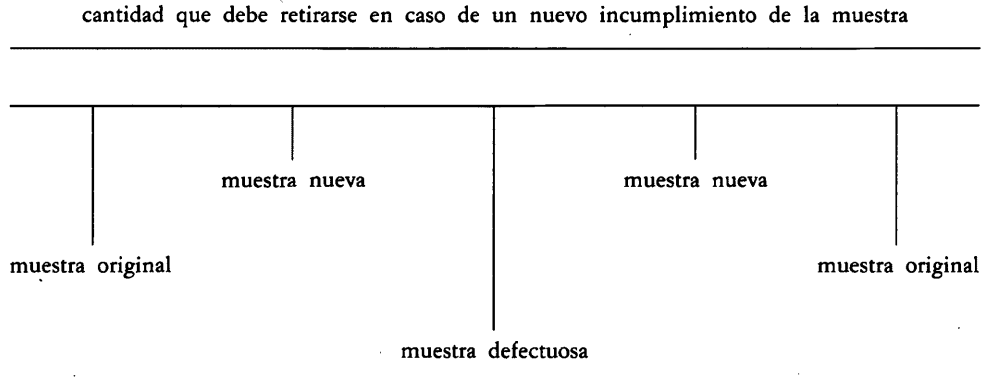
La muestras deben tomarse aleatoriamente de diferentes partes de la cantidad presentada, entre 30 y 35 días después de la recepción, y deben ser clasificadas.

Cada muestra debe ser evaluada individualmente con arreglo al Anexo IV. No se permite repetir la toma de muestras ni la evaluación.

3. **Orientaciones en caso de incumplimiento de la muestra**

a) Análisis químico y microbiológico

— Cuando se analicen muestras individuales, podrá autorizarse la presencia de una sola muestra con un solo defecto por cada 5 a 10 muestras o dos muestras con un solo defecto cada una por cada 11 a 15 muestras, respectivamente. En caso de incumplimiento de una muestra ; deberán tomarse dos nuevas muestras a ambos lados de la mustra defectuosa y se someterán a prueba respecto al parámetro defectuoso. Si ninguna de las muestras cumple la especificación, deberá retirarse de la cantidad ofrecida la cantidad de mantequilla entre las dos muestras originales a ambos lados de la muestra defectuosa.



— Cuando se analicen muestras compuestas, en caso de que una muestra compuesta falle en un solo parámetro, la cantidad representada por dicha muestra compuesta se retirará de la cantidad ofrecida.

b) Evalución organoléptica :

Cuando una muestra no pase la evaluación organoléptica, se retirará de la cantidad ofrecida la cantidad de mantequilla situada entre la dos muestras adyacentes a ambos lados de la muestra defectuosa.

c) En caso de incumplimiento químico o microbiológico e incumplimiento organoléptico, se rechazará toda la cantidad.