

**REGLAMENTO (CE) Nº 2799/1999 DE LA COMISIÓN  
de 17 de diciembre de 1999**

**por el que se establecen las disposiciones de aplicación del Reglamento (CE) nº 1255/1999 en relación con la concesión de una ayuda a la leche desnatada y a la leche desnatada en polvo destinadas a la alimentación animal y con la venta de dicha leche desnatada en polvo**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento (CE) nº 1255/1999 del Consejo, de 17 de mayo de 1999, por el que se establece la organización común de mercados en el sector de la leche y de los productos lácteos <sup>(1)</sup>, y, en particular, sus artículos 10 y 15,

Considerando lo siguiente:

- (1) El Reglamento (CE) nº 1255/1999 sustituyó al Reglamento (CEE) nº 804/68 del Consejo <sup>(2)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) nº 1587/96 <sup>(3)</sup>, y, entre otros, al Reglamento (CEE) nº 986/68 del Consejo, de 15 de julio de 1968, que regulaba la concesión de ayudas para la leche desnatada y la leche desnatada en polvo, destinadas a la alimentación animal <sup>(4)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) nº 1802/95 <sup>(5)</sup>. Para tener en cuenta el nuevo régimen y la experiencia adquirida, procede modificar y, en su caso, simplificar las disposiciones del Reglamento (CEE) nº 1725/79 de la Comisión, de 26 de julio de 1979, relativo a las modalidades de concesión de las ayudas para la leche desnatada transformada en piensos compuestos y para la leche desnatada en polvo destinada a la alimentación de los terneros <sup>(6)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) nº 83/96 <sup>(7)</sup>. Con ocasión de estas modificaciones, conviene, por razones de claridad, proceder a la refundición de dicho Reglamento incorporando también las disposiciones del Reglamento (CEE) nº 3398/91 de la Comisión, de 20 de noviembre de 1991, relativo a la venta mediante licitación de leche desnatada en polvo, destinada a la fabricación de piensos compuestos y por el que se modifica el Reglamento (CEE) nº 569/88 <sup>(8)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) nº 124/1999 <sup>(9)</sup>, así como las del Reglamento (CEE) nº 1634/85 de la Comisión, de 17 de junio de 1985, por el que se fija la ayuda concedida a la leche desnatada y la leche desnatada en polvo destinadas a la alimentación animal <sup>(10)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 1802/95.
- (2) El objetivo de la medida de ayuda contemplada en el artículo 11 del Reglamento (CE) nº 1255/1999 consiste en apoyar la utilización de las proteínas de la leche. Parece, por tanto, conveniente vincular el pago de la ayuda al contenido en proteínas lácteas de la leche desnatada o de la leche desnatada en polvo correspondiente.
- (3) Es conveniente garantizar que la leche desnatada y la leche desnatada en polvo a las que se concedan ayudas sean efectivamente utilizadas para la alimentación animal. Por consiguiente, procede prever que el beneficio de las ayudas se reserve para la leche desnatada y la leche desnatada en polvo transformadas en piensos compuestos o desnaturalizadas con arreglo a determinados requisitos. Asimismo, es conveniente prever disposiciones adecuadas para evitar que el mismo producto se beneficie de la ayuda varias veces.
- (4) El Reglamento (CE) nº 1043/97 de la Comisión <sup>(11)</sup> prevé la inaplicación de algunas disposiciones de control del Reglamento (CEE) nº 1725/79. Es conveniente tener en cuenta esta inaplicación en el marco de los controles contemplados en el presente Reglamento y derogar el Reglamento (CE) nº 1043/97.
- (5) Es oportuno conceder las ayudas sólo si los piensos compuestos se ajustan a ciertas normas de composición habitualmente observadas en la industria y si han llegado a la última fase de la fabricación industrial. Además, resulta necesario, a efectos de control, que los citados productos estén acondicionados en envases que permitan su identificación. Es conveniente que los Estados miembros tengan la posibilidad de precisar las formas de cumplir los mencionados requisitos.
- (6) No es necesario un envase particular cuando los piensos compuestos llevan harina de alfalfa. Por otra parte, esta exigencia no está adaptada al transporte por cisternas o contenedores practicado por algunos usuarios, y, en consecuencia, es conveniente aplicar a tal forma de transporte normas especiales de control y establecer que el pago de la ayuda se produzca tan sólo después del control previsto.
- (7) Un control de la utilización de la leche desnatada y la leche desnatada en polvo a precio reducido sólo es posible si las empresas que se benefician de las ayudas ofrecen garantías suficientes. A este respecto, resulta conveniente exigir la autorización de la empresa transformadora por parte del organismo competente del Estado miembro de que se trate y disponer que se lleve una contabilidad adaptada a los requisitos de la concesión de las ayudas.
- (8) Respecto a los métodos de referencia aplicables a los análisis previstos por este régimen de ayudas, procede acudir a la lista publicada cada año en aplicación del Reglamento (CE) nº 2721/95 de la Comisión, de 24 de noviembre de 1995, por el que se establecen las disposiciones de aplicación de los métodos de referencia y de rutina para el análisis y la evaluación de la calidad de la

<sup>(1)</sup> DO L 160 de 26.6.1999, p. 48.

<sup>(2)</sup> DO L 148 de 28.6.1968, p. 13.

<sup>(3)</sup> DO L 206 de 16.8.1996, p. 21.

<sup>(4)</sup> DO L 169 de 18.7.1968, p. 4.

<sup>(5)</sup> DO L 174 de 26.7.1995, p. 27.

<sup>(6)</sup> DO L 199 de 7.8.1979, p. 1.

<sup>(7)</sup> DO L 17 de 23.1.1996, p. 3.

<sup>(8)</sup> DO L 320 de 22.11.1991, p. 16.

<sup>(9)</sup> DO L 16 de 21.1.1999, p. 19.

<sup>(10)</sup> DO L 158 de 18.6.1985, p. 7.

<sup>(11)</sup> DO L 152 de 11.6.1997, p. 6.

leche y de los productos lácteos en el marco de la organización común de mercados <sup>(1)</sup>. No obstante, en ausencia de métodos de referencia para la determinación de la cantidad de leche desnatada en polvo en los piensos compuestos, para la determinación de suero de cuajo en la leche desnatada en polvo y para la detección cualitativa del almidón en la leche desnatada en polvo, es procedente establecer métodos apropiados en el marco del presente Reglamento.

- (9) Por lo que se refiere a la venta de leche desnatada en polvo de las existencias públicas, conviene aplicar el procedimiento de licitación permanente para garantizar la igualdad de acceso de todos los compradores, fijar un precio de venta que refleje las condiciones del mercado y contabilizar eficazmente las cantidades destinadas a la fabricación de piensos compuestos. El nivel de los precios ofrecidos puede variar sensiblemente, en función sobre todo de la edad y de la localización de las cantidades de leche en polvo puestas a la venta. Es conveniente prever la posibilidad de fijar precios mínimos diferenciados.
- (10) El plazo de entrada en existencias a efectos de la venta debe estar previsto en el presente Reglamento. Por tanto, es procedente derogar el Reglamento (CEE) n° 3536/91 de la Comisión, de 2 de diciembre de 1991, por el que se determina la fecha límite de entrada en los almacenes de la leche desnatada en polvo vendida con arreglo a lo dispuesto en el Reglamento (CEE) n° 3398/91 <sup>(2)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 2508/1999 <sup>(3)</sup>.
- (11) La experiencia adquirida pone de manifiesto que el régimen de ayuda previsto por el Reglamento (CEE) n° 1105/68 de la Comisión, de 27 de julio de 1968, relativo a las modalidades de concesión de las ayudas para la leche destinada a la alimentación animal <sup>(4)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) n° 1802/95, plantea numerosos problemas en lo que se refiere a su aplicación y al control de los beneficiarios. Además, las cantidades de leche desnatada acogidas a esta medida han disminuido mucho los últimos años, tanto que el efecto de este régimen de ayuda en el equilibrio del mercado lácteo ha llegado a ser marginal. Por otra parte, el mercado de la leche desnatada seguirá recibiendo apoyo gracias a la ayuda concedida para su transformación en piensos compuestos. En consecuencia, es oportuno suprimir la medida de ayuda prevista por el Reglamento (CEE) n° 1105/68 y derogar dicho Reglamento.
- (12) El Comité de gestión de la leche y los productos lácteos no ha emitido ningún dictamen dentro del plazo señalado por su presidente,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

## CAPÍTULO I

### DISPOSICIONES GENERALES

#### Artículo 1

El presente Reglamento establece las disposiciones de aplicación del Reglamento (CE) n° 1255/1999 en lo que se refiere a:

- la concesión, con arreglo al artículo 11 de dicho Reglamento, de una ayuda a la leche desnatada, a la leche desnatada en polvo, al suero de mantequilla y al suero de mantequilla en polvo destinados a la alimentación animal;
- la venta, de conformidad con lo dispuesto en el apartado 4 del artículo 7 de dicho Reglamento, de leche desnatada en polvo destinada a la alimentación animal.

#### Artículo 2

Según el presente Reglamento, se entenderá por:

- «leche»: el producto del ordeño de una o varias vacas, al que no se ha añadido nada y que a lo sumo ha sufrido un desnatado parcial;
- «leche desnatada»: la leche que contiene como máximo un 1 % de materias grasas y cuyo contenido en materia proteica del extracto seco magro es de al menos un 31,4 %;
- «leche desnatada en polvo»: el producto obtenido por eliminación de agua de la leche que contiene como máximo un 11 % de materias grasas y un 5 % de agua y cuyo contenido en materia proteica del extracto seco magro es de al menos un 31,4 %;
- «suero de mantequilla»: el subproducto de la fabricación de la mantequilla, obtenido después de batido o butirificación de la nata y separación de la fase grasa sólida que contiene como máximo un 1 % de materias grasas y cuyo contenido en materia proteica del extracto seco magro es de al menos un 31,4 %;
- «suero de mantequilla en polvo»: el producto obtenido por eliminación de agua del suero de mantequilla que contiene como máximo un 11 % de materias grasas y un 5 % de agua y cuyo contenido en materia proteica del extracto seco magro es de al menos un 31,4 %.

#### Artículo 3

A efectos de la aplicación del presente Reglamento, el suero de mantequilla y el suero de mantequilla en polvo se asimilarán, respectivamente, a la leche desnatada y a la leche desnatada en polvo.

#### Artículo 4

Se considerarán mezclas destinadas a la fabricación de piensos compuestos (denominadas en lo sucesivo «mezclas»), los productos que presenten la composición siguiente:

<sup>(1)</sup> DO L 283 de 25.11.1995, p. 7.

<sup>(2)</sup> DO L 335 de 6.12.1991, p. 8.

<sup>(3)</sup> DO L 304 de 27.11.1999, p. 21.

<sup>(4)</sup> DO L 184 de 29.6.1968, p. 24.

- a) leche desnatada en polvo;
- b) materias grasas;
- c) vitaminas;
- d) sales minerales;
- e) sacarosa;
- f) agentes antiaglomerantes y/o fluidificantes al 0,3 % como máximo;
- g) otros agentes tecnológicos liposolubles, como antioxidantes y emulgentes.

#### Artículo 5

1. Se considerarán piensos compuestos los productos:
  - a) que contengan por 100 kg de producto terminado,
    - i) 50 kg como mínimo y 80 kg como máximo de leche desnatada en polvo,
    - y
    - ii) 5 kg de materias grasas no butíricas como mínimo y al menos 2 kg de almidón o almidón inflado,
    - o
    - iii) 2,5 kg de materias grasas no butíricas como mínimo y al menos 2 kg de almidón o almidón inflado en caso de que esté incorporado, por 100 kg de leche desnatada en polvo, 5 kg de harina de alfalfa o harina de hierba que contenga al menos un 50 % (m/m) de partículas que no superen las 300 micras; las partículas que no superen las 300 micras deben estar distribuidas en la mezcla de manera uniforme;
  - b) directamente utilizables para la alimentación animal y que no se transformen, ni se mezclen antes de llegar al usuario final.

2. Cuando se establezca que el producto fabricado contiene una cantidad de leche desnatada en polvo superior a la cantidad máxima de 80 kg citada en el inciso i) de la letra a) del apartado 1 pero no superior a la de 81 kg, la ayuda podrá pagarse, no obstante, sobre la base de un contenido en leche desnatada en polvo de 80 kg.

Si el producto fabricado no contiene la cantidad mínima de 50 kg de leche desnatada en polvo citada en el inciso i) de la letra a) del apartado 1, se concederá una ayuda, cuyo importe quedará reducido en un 15 %, a la leche desnatada en polvo efectivamente incorporada, a condición de que el contenido en leche desnatada en polvo sea al menos igual a 45 kg por 100 kg de producto terminado.

#### Artículo 6

1. Se considerarán leche desnatada en polvo desnaturalizada los productos cuya composición responda a una de las fórmulas siguientes:

- a) Fórmula A: por 100 kg de leche desnatada en polvo se añaden:
  - i) al menos 9 kg de harina de alfalfa o harina de hierba que contenga al menos un 50 % (m/m) de partículas que no superen las 300 micras,

- y
- ii) al menos 2 kg de almidón o almidón inflado (pregelatinizado).
- b) Fórmula B: por 100 kg de leche desnatada en polvo se añaden:
  - i) al menos 5 kg de harina de alfalfa o harina de hierba que contenga al menos un 50 % (m/m) de partículas que no superen las 300 micras,
  - y
  - ii) al menos 12 kg de harina de pescado no desodorizada o con un olor bien marcado, con al menos un 30 % (m/m) de partículas que no superen las 300 micras,
  - y
  - iii) al menos 2 kg de almidón o almidón inflado (pregelatinizado).

Se considerarán equivalentes a las dimensiones máximas contempladas para las partículas del producto en cuestión, aquéllas que, según la norma BS 410-1976, sean las más cercanas sin por ello ser inferiores.

2. Las sustancias añadidas a la leche desnatada en polvo deberán estar repartidas en la mezcla de manera uniforme.

No está permitido someter la leche desnatada en polvo, en su estado natural o previa desnaturalización, a un método cualquiera que pueda debilitar o neutralizar los efectos de la desnaturalización, en particular por lo que se refiere a los agentes desodorantes, o que modifique el gusto y el olor por eliminación de los componentes responsables de la percepción gustativa u olfativa, así como por adición de ingredientes cuyo gusto y olor se superpongan a los de la harina de pescado.

## CAPÍTULO II

### AYUDA DE LA LECHE DESNATADA EN POLVO

#### Sección 1

#### Importe de la ayuda y condiciones relativas a la aplicación

#### Artículo 7

1. El importe de la ayuda se fija en:
  - a) 5,80 euros por 100 kg de leche desnatada cuyo contenido en materia proteica del extracto seco magro sea al menos el 35,6 %;
  - b) 5,12 euros por 100 kg de leche desnatada cuyo contenido en materia proteica del extracto seco magro sea al menos el 31,4 % pero inferior al 35,6 %;
  - c) 71,51 euros por 100 kg de leche desnatada en polvo cuyo contenido en materia proteica del extracto seco magro sea al menos el 35,6 %;
  - d) 63,07 euros por 100 kg de leche desnatada en polvo cuyo contenido en materia proteica del extracto seco magro sea al menos el 31,4 % pero inferior al 35,6 %.
2. Para las cantidades de leche desnatada en polvo cuyo grado de humedad supere el 5 %, se reducirá el importe de la ayuda en un 1 % por cada fracción suplementaria de 0,2 % del grado de humedad.

### Artículo 8

Para beneficiarse de la ayuda, la leche desnatada y la leche desnatada en polvo deberán cumplir las condiciones siguientes:

- a) utilizarse en una empresa autorizada de conformidad con lo dispuesto en el artículo 9:
  - i) en su estado natural o previa incorporación a una mezcla para la fabricación de piensos compuestos, o bien
  - ii) en su estado natural para la fabricación de leche desnatada en polvo desnaturalizada;
- b) no beneficiarse de una ayuda o de una reducción de precio en virtud de otras medidas comunitarias.

### Artículo 9

1. Las empresas que produzcan mezclas, piensos compuestos o leche desnatada en polvo desnaturalizada deberán estar autorizadas a tal efecto por el organismo competente del Estado miembro en cuyo territorio tenga lugar la producción.

2. La autorización se concederá a las empresas que:

- a) dispongan de las instalaciones técnicas convenientes y de los medios administrativos y contables que permitan la aplicación de las disposiciones contempladas en el presente Reglamento y de las condiciones suplementarias establecidas por el Estado miembro;
- b) se sometan a un control efectuado por el organismo competente.

3. Cuando se compruebe que una empresa ha dejado de cumplir las condiciones citadas en el apartado 2, u otra obligación derivada del presente Reglamento, excepto en caso de fuerza mayor, la autorización se suspenderá durante un período de uno a doce meses, teniendo en cuenta la gravedad de la irregularidad.

Después de este período, la autorización será retirada si no se cumplen las condiciones citadas en el apartado 2. Previa solicitud de la empresa interesada, la autorización podrá restablecerse tras un período mínimo de seis meses como resultado de un control minucioso.

Dicha suspensión no se impondrá cuando el Estado miembro determine que la irregularidad no se ha cometido deliberadamente ni por negligencia grave y que reviste una importancia mínima.

### Artículo 10

1. Los envases de las mezclas deberán llevar las indicaciones siguientes:

- a) una o varias de las indicaciones contempladas en la letra A del anexo II;
- b) la indicación del contenido en leche desnatada en polvo, el contenido en sales minerales y en sacarosa añadidos, y el contenido en materias grasas, incluidos los agentes tecnológicos liposolubles;
- c) una inscripción que permita identificar la empresa por referencia a su número de autorización.

2. Sin perjuicio de lo dispuesto en el artículo 11 y en la Directiva 79/373/CEE del Consejo <sup>(1)</sup>, los piensos compuestos se envasarán en sacos u otros recipientes cerrados con un contenido máximo de 50 kg que llevarán las indicaciones siguientes:

- a) una o varias de las indicaciones contempladas en la letra B del anexo II;
- b) una inscripción que permita identificar la empresa por referencia a su número de autorización;
- c) el contenido en leche desnatada en polvo;
- d) el número del lote de fabricación;
- e) la fecha de fabricación cuando ésta no pueda identificarse a partir del número del lote de fabricación.

Estas indicaciones deberán ser claramente legibles e indelebles y se recogerán en el envase, en el recipiente o en una etiqueta fijada a éste.

3. Los Estados miembros podrán precisar las posibilidades de realizar el marcado de los envases previsto en el apartado 2, así como las indicaciones complementarias que puedan figurar en el envase, en el recipiente o en la etiqueta. Comunicarán a la Comisión las medidas que adopten a tal efecto.

### Artículo 11

Las disposiciones del apartado 2 del artículo 10 no serán aplicables a los piensos compuestos:

- a) que contengan harina de alfalfa o de hierba en las condiciones establecidas en el inciso iii) de la letra a) del apartado 1 del artículo 5;
- b) entregados por medio de cisternas o contenedores a una explotación agrícola o una explotación pecuaria o de engorde que utilice tales piensos compuestos, en las condiciones establecidas en los artículos 12 y 13.

### Artículo 12

La empresa beneficiaria de la ayuda será autorizada, previa solicitud, a entregar los piensos compuestos en cisternas o contenedores. Esta autorización será concedida por el organismo competente del Estado miembro en cuyo territorio esté establecida la empresa.

La entrega se llevará a cabo bajo control administrativo. Dicho control garantizará, en particular, que la entrega se efectúe a una explotación agrícola o una explotación pecuaria o de engorde que utilice los piensos compuestos.

### Artículo 13

1. En caso de que la entrega por cisternas o contenedores tenga lugar en un Estado miembro distinto del Estado miembro de producción, la prueba de la entrega bajo control administrativo de conformidad con lo dispuesto en el artículo 12 será aportada por la presentación del ejemplar de control contemplado en los artículos 471 a 495 del Reglamento (CEE) n° 2454/93 de la Comisión <sup>(2)</sup>.

<sup>(1)</sup> DO L 86 de 6.4.1979, p. 30.

<sup>(2)</sup> DO L 253 de 11.10.1993, p. 1.

2. La casilla 104 del ejemplar de control deberá incluir una o varias de las indicaciones contempladas en la letra C del anexo II.

3. El Estado miembro de destino controlará que el destinatario cumpla las condiciones contempladas en el párrafo segundo del artículo 12.

#### Sección 2

### Medidas de control

#### Artículo 14

1. Las empresas productoras de piensos compuestos sólo podrán beneficiarse de la ayuda si llevan registros, extraídos de la contabilidad, correspondientes al ritmo de pago fijado por el Estado miembro y que comprendan al menos las indicaciones siguientes:

- a) cantidades de productos lácteos comprados o fabricados y su fecha de entrega o de producción;
- b) fecha de entrega y cantidades de leche desnatada y de leche desnatada en polvo fabricadas o entregadas en su estado natural o en forma de mezclas utilizadas para la elaboración de piensos compuestos, así como el nombre y el domicilio del suministrador, junto con el contenido de estos productos en proteínas lácteas;
- c) fecha de fabricación y cantidades de piensos compuestos fabricados y comprados, con indicación de la composición de los productos y el porcentaje de elementos constitutivos, precisando las cantidades de caseína y caseinatos añadidos en su estado natural o en forma de mezcla;
- d) fecha de venta y cantidades de leche desnatada, leche desnatada en polvo y piensos compuestos, así como el nombre y el domicilio del destinatario;
- e) pérdidas, muestras, cantidades devueltas o sustituidas de leche desnatada, leche desnatada en polvo y piensos compuestos.

2. Las indicaciones contempladas en el apartado 1 se justificarán mediante los albaranes de entrega y las facturas.

3. Los Estados miembros podrán exigir que las empresas lleven una contabilidad de existencias específica donde consignen las indicaciones complementarias que consideren necesarias para facilitar la aplicación del presente Reglamento.

#### Artículo 15

Con objeto de garantizar el cumplimiento de las disposiciones del presente capítulo, los Estados miembros adoptarán en particular las medidas de control contempladas en los artículos 16 a 18.

Los resultados de estos controles serán inscritos por el organismo encargado del control en boletines que incluirán los datos contemplados en el anexo I del presente Reglamento.

#### Artículo 16

1. Sin perjuicio de lo dispuesto en el apartado 2, en lo relativo al contenido en proteínas, en agua y en materias grasas de la leche desnatada y de la leche desnatada en polvo incorporadas, el control se efectuará antes de su utilización o, como muy tarde, a la vez que ésta, en su estado natural o en forma de mezcla, en la fabricación de piensos compuestos o su utilización en su estado natural en la fabricación de leche desnatada en polvo desnaturalizada.

2. Cuando la leche desnatada en polvo utilizada, en su estado natural o en forma de mezcla, provenga directamente del establecimiento de producción, el control contemplado en el apartado 1 podrá efectuarse antes de la salida de la leche desnatada en polvo de dicho establecimiento de producción. En tal caso se aplicarán las normas siguientes:

- a) el organismo competente adoptará las disposiciones necesarias para que la cantidad de leche desnatada en polvo que haya sido objeto del control se utilice en la fabricación de piensos compuestos o de leche desnatada en polvo desnaturalizada;
- b) los sacos, envases o recipientes en que esté acondicionada la leche desnatada en polvo llevarán las indicaciones que permitan identificar la leche desnatada en polvo, así como el establecimiento de producción, y mencionarán la fecha de fabricación, el peso neto y los contenidos en proteínas, en agua y en materias grasas de la leche desnatada en polvo;
- c) los documentos de control extendidos por el organismo de control deberán:
  - i) indicar la cantidad de leche desnatada en polvo, su contenido en proteínas, en agua y en materias grasas, su identidad y su fecha de fabricación,
  - ii) acompañar la leche desnatada en polvo hasta su incorporación a los piensos compuestos,
  - iii) adjuntarse a los registros contemplados en el apartado 1 del artículo 14.

#### Artículo 17

1. En lo que se refiere a la utilización de la leche desnatada y la leche desnatada en polvo, en su estado natural o en forma de mezcla, en la elaboración de piensos compuestos, las normas del control, determinadas por el Estado miembro correspondiente, cumplirán por lo menos las condiciones previstas en los apartados 2 a 5.

2. El control de las empresas de que se trate tendrá por objeto, en particular:

- a) la composición de la leche desnatada y la leche desnatada en polvo en su estado natural utilizadas;
- b) la composición de las mezclas utilizadas;
- c) la composición de los piensos compuestos fabricados.

3. Los controles de las empresas de que se trate se llevarán a cabo *in situ* y tendrán por objeto, en particular, las condiciones de fabricación establecidas mediante:

- el examen de las materias primas utilizadas;
- el control de las entradas y salidas de los productos;
- la toma de muestras;
- comprobaciones relativas a la tenencia de los registros a que se refiere el apartado 1 del artículo 14.

4. Los controles se llevarán a cabo de forma inesperada por lo menos una vez cada catorce días de fabricación. Por otra parte, se establecerá su frecuencia teniendo en cuenta, en particular, la importancia de las cantidades de leche desnatada en polvo utilizadas por la empresa de que se trate y la frecuencia del control exhaustivo de su contabilidad, con arreglo a lo dispuesto en el apartado 5.

Las empresas que no utilicen leche desnatada o leche desnatada en polvo de manera permanente comunicarán su programa de fabricación al organismo de control del Estado miembro en cuestión para que pueda prever los controles correspondientes.

El ritmo de estos controles no se tendrá en cuenta cuando la fabricación de los piensos compuestos sea objeto de un control permanente *in situ*.

5. Los controles citados en el apartado 4 se completarán mediante un control minucioso e inesperado de los documentos mercantiles y registros contemplados en el apartado 1 del artículo 14.

Este control complementario se efectuará al menos cada doce meses. Si se efectúa al menos cada tres meses, el ritmo de los controles citados al apartado 3 podrá pasar de un mínimo de catorce días a un mínimo de veintiocho días de fabricación.

#### Artículo 18

1. La fabricación de la leche desnatada en polvo desnaturalizada se controlará *in situ* al menos una vez al día durante el proceso de desnaturalización.

2. La empresa que fabrique la leche desnatada en polvo desnaturalizada comunicará por escrito o por cualquier otro medio de telecomunicación escrita al organismo competente antes de la fabricación:

- el número de autorización que identifica a la fábrica;
- la cantidad de leche desnatada en polvo que vaya a desnaturalizarse;
- el lugar donde se realice la desnaturalización;
- las fechas previstas para la desnaturalización.

El organismo competente fijará el plazo para la comunicación de las fechas de fabricación y podrá pedir informaciones complementarias.

#### Artículo 19

A reserva del artículo 20, los métodos de referencia aplicables a los análisis previstos por el presente Reglamento serán los que

figuran en la lista elaborada en aplicación del artículo 2 del Reglamento (CE) nº 2721/95 de la Comisión.

#### Artículo 20

1. El contenido en leche desnatada en polvo de las mezclas y piensos compuestos se comprobará por medio de un análisis, efectuado al menos por duplicado, de acuerdo con el método que se indica en el anexo III, completado por las medidas de control mencionadas en el apartado 3 del artículo 17. En caso de discordancia entre los resultados de estas comprobaciones, el resultado de los controles realizados *in situ* será determinante.

2. La ausencia de suero de cuajo se determinará según el método descrito en el anexo IV.

3. El contenido en almidón de los piensos compuestos se determinará con las medidas de control mencionadas en el apartado 3 del artículo 17, que deberán completarse con el método de análisis cualitativo que figura en el anexo V.

4. El contenido en humedad del suero de mantequilla ácido en polvo se determinará según el método descrito en el anexo VI.

5. El contenido en harina de hierba o de alfalfa, el contenido en almidón y el contenido en harina de pescado de la leche desnatada en polvo desnaturalizada se determinarán bien mediante análisis de laboratorio, bien mediante el control *in situ* contemplado en el apartado 1 del artículo 18.

#### Artículo 21

Con el fin de efectuar los controles analíticos previstos en el presente capítulo, los Estados miembros podrán establecer, previo acuerdo con la Comisión y bajo su vigilancia, un sistema de autocontrol para determinados establecimientos autorizados.

#### Sección 3

#### Pago de la ayuda

#### Artículo 22

1. El importe de la ayuda será el aplicable, según el caso, el día de la transformación de la leche desnatada o la leche desnatada en polvo en piensos compuestos o el día de la desnaturalización de la leche desnatada en polvo.

2. La ayuda la pagará el organismo competente designado por el Estado miembro en cuyo territorio se encuentre el fabricante que haya utilizado la leche desnatada o la leche desnatada en polvo, según el caso, para la fabricación de piensos compuestos o para la desnaturalización.

3. La ayuda se pagará basándose en una solicitud presentada por el fabricante de los piensos compuestos o la leche desnatada en polvo desnaturalizada (denominado en lo sucesivo «el beneficiario»), ante el organismo competente, en la que figuren los datos siguientes:

- a) nombre, apellidos y dirección del beneficiario;
  - b) cantidad de leche desnatada o leche desnatada en polvo para la que solicita la ayuda con la indicación de su contenido en proteínas;
  - c) cuando proceda, la cantidad de piensos compuestos a la que se incorpora la leche desnatada o la leche desnatada en polvo a que se refiere la letra b), con una posible referencia a los números de los lotes de fabricación a los que se refiera.
4. El ritmo de los pagos de la ayuda lo fijará cada Estado miembro, si bien el período que sea objeto de la solicitud de pago no deberá ser superior a un mes.

#### Artículo 23

1. El pago de la ayuda se supeditarán a las condiciones previstas en los apartados 2 a 4.
2. El resultado de los análisis previstos en el presente capítulo y el de los controles contemplados en el artículo 15 sobre el período de pago anterior a aquel para el que se solicita la ayuda deberán poner de manifiesto que se han cumplido las disposiciones del presente capítulo.
3. El beneficiario deberá demostrar, a satisfacción de la autoridad competente, que la cantidad correspondiente de leche desnatada o de leche desnatada en polvo se ha desnaturalizado o transformado en piensos compuestos durante el período para el que se solicita la ayuda.
4. En el supuesto contemplado en el artículo 12, el beneficiario proporcionará, a satisfacción de la autoridad competente, los justificantes que permitan determinar que se ha efectuado la entrega de piensos compuestos, mediante cisternas o contenedores, a una explotación agraria o una explotación pecuaria o de engorde que utilice los piensos compuestos.

#### Artículo 24

1. Sin perjuicio de lo dispuesto en el artículo 25, si el resultado de los análisis previstos en el presente capítulo y el de los controles contemplados en el artículo 15 ponen de manifiesto que el beneficiario no ha cumplido las disposiciones del presente capítulo durante el período de pago anterior, se suspenderá el pago de la ayuda para el período que sea objeto de la solicitud, en espera del resultado de los controles efectuados para este período. Además, se recuperará la ayuda indebidamente pagada en el período anterior de que se trate.
2. El importe de la ayuda indebidamente pagada tendrá por objeto la totalidad de la leche desnatada o la leche desnatada en polvo utilizada durante el período comprendido entre la fecha del control anterior que no haya dado lugar a observaciones y la fecha del control que determine que el beneficiario cumple de nuevo las disposiciones del presente Reglamento.

No obstante, si el beneficiario así lo solicita, el organismo encargado del control efectuará cuanto antes una investigación especial a cargo de aquel. Si se presenta la prueba de que la

cantidad es inferior a la contemplada en el párrafo primero, el importe que deba recuperarse se adaptará en consecuencia.

#### Artículo 25

Con tal que la condición prevista en el apartado 3 del artículo 23 se cumpla, se autorizará a los Estados miembros a pagar un anticipo, según lo dispuesto en el artículo 18 del Reglamento (CEE) nº 2220/85 de la Comisión <sup>(1)</sup>, cuyo importe será igual al de la ayuda solicitada, previa constitución de una garantía igual al 110 % del importe anticipado.

En este caso, los justificantes que demuestren el derecho a la ayuda se presentarán en el plazo de seis meses a partir del pago del anticipo.

### CAPÍTULO III

#### VENTA DE LECHE DESNATADA EN POLVO PROCEDENTE DE EXISTENCIAS PÚBLICAS

##### Sección 1

#### Organización y participación en las licitaciones

#### Artículo 26

1. La venta de leche desnatada en polvo se efectuará por el procedimiento de licitación permanente organizada por cada uno de los organismos de intervención.
2. La venta tendrá por objeto la leche desnatada en polvo que haya entrado a formar parte de las existencias antes del 31 de diciembre de 1997.
3. Se publicará un anuncio de licitación permanente en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas* como mínimo ocho días antes de que finalice el primer plazo previsto para la presentación de las ofertas.
4. El organismo de intervención publicará un anuncio de licitación en el que se indiquen el plazo y el lugar de presentación de las ofertas.

Asimismo, el organismo de intervención indicará con respecto a las cantidades de leche desnatada en polvo que obren en su poder:

- a) la localización de los almacenes donde se encuentre la leche desnatada en polvo destinada a la venta;
  - b) las cantidades de leche desnatada en polvo puestas en venta en cada almacén.
5. El organismo de intervención llevará al día y pondrá a disposición de los interesados, a petición de éstos, una lista con las informaciones a que se refiere el apartado 4. Además, el organismo de intervención publicará periódicamente dicha lista actualizada, de una forma apropiada, que indicará en el anuncio de licitación.
  6. El organismo de intervención tomará las disposiciones necesarias para permitir a los interesados:
    - a) examinar por cuenta suya, antes de la oferta, muestras de la leche desnatada en polvo puesta en venta;

<sup>(1)</sup> DO L 205 de 3.8.1985, p. 5.

- b) comprobar los resultados de los análisis contemplados en el artículo 3 del Reglamento (CEE) nº 322/96 de la Comisión <sup>(1)</sup>.

#### Artículo 27

1. Durante el período de validez de la licitación permanente, el organismo de intervención efectuará licitaciones específicas.
2. El plazo de presentación de ofertas de cada licitación específica vencerá a las 12 horas (hora de Bruselas) del segundo y cuarto martes de cada mes, exceptuando el segundo martes del mes de agosto y el cuarto martes del mes de diciembre. Si el martes coincidiera con un día festivo, el plazo vencerá a las 12 horas (hora de Bruselas) del último día hábil anterior.

#### Artículo 28

1. La leche desnatada en polvo que se venda en aplicación del presente capítulo podrá disfrutar de la ayuda prevista en la letra a) del artículo 1.
2. Los interesados participarán en la licitación específica bien por carta certificada, bien presentando la oferta escrita ante el organismo de intervención, con acuse de recibo, bien por cualquier otro medio de telecomunicación escrita.

La oferta se presentará ante el organismo de intervención en poder del cual se encuentre la leche desnatada en polvo.

3. En la oferta se indicarán los datos siguientes:
  - a) nombre, apellidos y domicilio del licitador;
  - b) cantidad solicitada;
  - c) precio de salida de almacén expresado en euros ofrecido por cada 100 kilogramos de leche desnatada en polvo, excluidos los impuestos internos;
  - d) Estado miembro en cuyo territorio vaya a llevarse a cabo la desnaturalización o la transformación en piensos compuestos;
  - e) cuando proceda, almacén donde se encuentre la leche desnatada en polvo y, en su caso, almacén de sustitución.
4. Las ofertas únicamente serán válidas cuando:
  - a) se refieran a una cantidad mínima de 10 toneladas; no obstante, cuando la cantidad disponible en un almacén sea menor, la cantidad disponible constituirá la cantidad mínima para la oferta;
  - b) vayan acompañadas del compromiso escrito del licitador de cumplir las condiciones siguientes:
    - i) transformar o hacer transformar la leche desnatada en polvo comprada en piensos compuestos o en leche desnatada en polvo desnaturalizada en el plazo de sesenta días desde el cierre del plazo para la presentación de las ofertas relativas a la licitación específica a que se refiere el apartado 2 del artículo 27,
    - ii) cumplir o hacer cumplir las disposiciones del presente Reglamento;
  - c) se presente la prueba de que el licitador ha constituido, en el Estado miembro donde se presente la oferta y antes de la expiración del plazo para la presentación de las ofertas, una

garantía de licitación de 36 euros por tonelada para la licitación específica de que se trate.

5. No podrá retirarse la oferta una vez cerrado el plazo contemplado en el apartado 2 del artículo 27.

#### Artículo 29

Por lo que se refiere a la garantía de licitación prevista en la letra c) del apartado 4 del artículo 28, el mantenimiento de la oferta después del cierre del plazo para la presentación de las ofertas, la constitución de la garantía de transformación contemplada en el apartado 3 del artículo 30 y el pago del precio constituyen exigencias principales según lo dispuesto en el artículo 20 del Reglamento (CEE) nº 2220/85.

#### Sección 2

### Ejecución de la licitación

#### Artículo 30

1. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión, el mismo día del cierre del plazo contemplado en el apartado 2 del artículo 27, las cantidades y los precios ofrecidos por los licitadores así como la cantidad de leche desnatada en polvo puesta en venta.

2. Habida cuenta de las ofertas recibidas para cada licitación específica, la Comisión fijará un precio mínimo de venta de la leche desnatada en polvo con arreglo al procedimiento previsto en el artículo 42 del Reglamento (CE) nº 1255/1999. Este precio podrá ser diferente en función de la edad y la localización de las cantidades de leche desnatada en polvo puestas en venta.

Podrá decidirse no proceder a la licitación.

3. La Comisión fijará el importe de la garantía de transformación por cada 100 kilogramos de leche desnatada en polvo al mismo tiempo que el precio mínimo de venta y con arreglo al mismo procedimiento que éste.

La garantía de transformación está destinada a asegurar la ejecución de la exigencia principal según lo dispuesto en el artículo 20 del Reglamento (CEE) nº 2220/85 sobre la utilización de la leche desnatada en polvo de acuerdo con el compromiso contemplado en la letra b) del apartado 4 del artículo 28. Esta garantía se constituirá en el Estado miembro en cuyo territorio se efectúe la desnaturalización o la transformación en piensos compuestos, ante el organismo designado por este Estado miembro.

#### Artículo 31

Se rechazará la oferta si el precio propuesto fuera inferior al precio mínimo.

#### Artículo 32

1. El organismo de intervención procederá a la adjudicación del contrato teniendo en cuenta las normas previstas en los apartados 2 a 5.

<sup>(1)</sup> DO L 45 de 23.2.1996, p. 5.

2. La leche desnatada en polvo se asignará en función de su fecha de entrada en las existencias, partiendo del producto de más edad de la cantidad total disponible en el almacén o almacenes designados por el agente económico.

3. Sin perjuicio de las disposiciones del artículo 31, el adjudicatario será el que ofrezca el precio más elevado. Si la cantidad disponible no se agota, el contrato se adjudicará, para la cantidad restante, a los demás adjudicatarios en función de los precios ofrecidos partiendo del precio más elevado.

4. Cuando la aceptación de una oferta conduzca, respecto al almacén en cuestión, a superar la cantidad de leche desnatada en polvo aún disponible, el contrato sólo se adjudicará al licitador en cuestión respecto de esa cantidad.

No obstante, el organismo de intervención podrá designar, de acuerdo con el licitador, otros almacenes para alcanzar la cantidad que figure en la oferta.

5. En caso de que, al aceptarse varias ofertas para un mismo almacén que propongan el mismo precio, se sobrepase la cantidad disponible, el contrato se adjudicará distribuyendo la cantidad disponible de forma proporcional a las cantidades que figuren en las ofertas.

No obstante, en caso de que esa distribución suponga adjudicar cantidades inferiores a cinco toneladas, la adjudicación se realizará por sorteo.

#### Artículo 33

Los derechos y deberes derivados de la licitación no serán transferibles.

#### Artículo 34

1. El organismo de intervención informará inmediatamente a cada licitador del resultado de su participación en la licitación específica.

La garantía contemplada en el artículo 29 se liberará sin demora en el caso de las ofertas que no se seleccionen.

2. Por cada cantidad de leche desnatada en polvo que vaya a retirar, el adjudicatario pagará al organismo de intervención el importe correspondiente a su oferta antes de proceder a la retirada y en el plazo previsto en el apartado 2 del artículo 35 y constituirá la garantía de transformación a que se refiere el apartado 3 del artículo 30.

#### Artículo 35

1. Cuando se haya efectuado el pago del importe contemplado en el apartado 2 del artículo 34 y constituido la garantía a que se refiere el apartado 3 del artículo 30, el organismo de

intervención liberará la garantía de licitación mencionada en el artículo 29 y expedirá un albarán de retirada en el que se indique:

- a) la cantidad con respecto a la cual se cumplan los requisitos contemplados en la frase preliminar;
- b) el almacén donde se encuentre;
- c) el plazo de retirada de la leche desnatada en polvo;
- d) el plazo de desnaturalización o transformación en piensos compuestos.

2. En un plazo de treinta días a partir del último día fijado para la presentación de ofertas, el adjudicatario retirará la leche desnatada en polvo que le haya sido adjudicada. La retirada podrá llevarse a cabo de forma fraccionada.

Excepto en caso de fuerza mayor, si la retirada de la leche desnatada en polvo no se produjera en el plazo fijado en el párrafo primero, el almacenamiento de la leche desnatada en polvo correrá por cuenta del adjudicatario a partir del primer día siguiente a la fecha de expiración del plazo.

3. El organismo de intervención entregará la leche desnatada en polvo en envases que lleven una referencia al presente Reglamento en caracteres claramente visibles y legibles.

A petición del interesado, el organismo de intervención entregará una copia del certificado sobre la composición de los productos comprados, previsto en el artículo 3 del Reglamento (CE) n° 322/96.

4. Además de las indicaciones previstas en el Reglamento (CEE) n° 3002/92 de la Comisión <sup>(1)</sup>, en la casilla 104 del ejemplar de control T5 deberá figurar una o varias de las contempladas en la letra D del anexo II. La casilla 106 deberá indicar el plazo de desnaturalización o transformación en piensos compuestos.

### CAPÍTULO IV

#### DISPOSICIONES TRANSITORIAS Y FINALES

#### Artículo 36

Quedan derogados los Reglamentos (CEE) n° 1105/68, (CEE) n° 1725/79, (CEE) n° 1634/85, (CEE) n° 3398/91, (CEE) n° 3536/91 y (CE) n° 1043/97.

Las referencias a los Reglamentos (CEE) n° 1725/79 y (CEE) n° 3398/91 se entenderá que se hacen al presente Reglamento.

#### Artículo 37

Los envases impresos contemplados en los apartados 2 y 4 del artículo 4 del Reglamento (CEE) n° 1725/79 podrán utilizarse hasta el 30 de junio de 2000.

Las autorizaciones concedidas de conformidad con lo dispuesto en el apartado 5 del artículo 4 y el apartado 2 del artículo 8 del Reglamento (CEE) n° 1725/79 seguirán siendo válidas en el marco de la aplicación del presente Reglamento.

Las disposiciones del Reglamento (CEE) n° 1725/79 seguirán siendo aplicables a las cantidades de leche desnatada en polvo adjudicadas en el marco del Reglamento (CEE) n° 3398/91.

<sup>(1)</sup> DO L 301 de 17.10.1992, p. 17.

*Artículo 38*

El presente Reglamento entrará en vigor el 1 de enero de 2000.

Sólo se aplicará a las cantidades de leche desnatada o leche desnatada en polvo transformadas en piensos compuestos o en leche desnatada en polvo desnaturalizada a partir de esa fecha.

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

Hecho en Bruselas, el 17 de diciembre de 1999.

*Por la Comisión*  
Franz FISCHLER  
*Miembro de la Comisión*

---

## ANEXO I

**CONTROLES ANALÍTICOS**

Por lo que se refiere a la toma de muestras, serán aplicables las disposiciones adoptadas de acuerdo con la Directiva 70/373/CEE del Consejo, de 20 de julio de 1970, relativa a la introducción de métodos para la toma de muestras y de métodos de análisis comunitarios para el control oficial de la alimentación animal (DO L 170 de 3.8.1970, p. 21).

**A. Leche desnatada en polvo en su estado natural**

## 1. Dosificación:

- a) del contenido en agua;
- b) del contenido en proteínas;
- c) del contenido en materia grasa.

## 2. Detección de productos extraños según las normas establecidas por las autoridades nacionales:

- a) almidón y almidón inflado;
- b) harina de hierba o alfalfa;
- c) suero de cuajo;
- d) harina de pescado;
- e) otros productos y, en particular, suero ácido, cuya detección exijan las autoridades nacionales.

**B. Leche desnatada en polvo incorporada a una mezcla**

Pruebas suplementarias a las contempladas en la letra A.

Dosificación:

- a) del contenido en leche desnatada en polvo;
- b) del contenido en materias grasas incluidos los agentes tecnológicos liposolubles.

**C. Leche desnatada en polvo desnaturalizada**

Pruebas suplementarias a las contempladas en la letra A.

## 1. En caso de desnaturalización según la fórmula A:

Dosificación:

- a) del contenido en harina de hierba o alfalfa;
- b) del contenido en almidón.

Granulometría de la harina de hierba o alfalfa.

## 2. En caso de desnaturalización según la fórmula B:

Dosificación:

- a) del contenido en harina de hierba o alfalfa;
- b) del contenido en almidón;
- c) del contenido en harina de pescado.

Granulometría:

- a) de la harina de hierba o alfalfa;
- b) de la harina de pescado.

Olor: el control por adición de polvo inerte podrá efectuarse antes de la desnaturalización (dilución 1:20) o después de ésta (dilución 1:2). Se deberá constatar aún un olor característico y bien señalado.

**D. Piensos compuestos**

Dosificación:

- a) contenido en leche desnatada en polvo;
- b) contenido en harina de hierba o alfalfa;
- c) contenido en materias grasas.

Detección de la presencia de almidón.

Granulometría de la harina o de alfalfa (controlada antes de la incorporación).

---

## ANEXO II

**A. Indicaciones que deben figurar en los envases de las mezclas**

- Mezcla destinada a la fabricación de piensos compuestos — Reglamento (CE) n° 2799/1999
- Blanding bestemt til fremstilling af foderblandinger — Forordning (EF) nr. 2799/1999
- Mischung zur Herstellung von Mischfutter — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
- Μείγμα που προορίζεται για την παρασκευή συνθέτων ζωοτροφών — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
- Mixture intended for the manufacture of compound feedingstuffs — Regulation (EC) No 2799/1999
- Mélange destiné à la fabrication d'aliments composés — Règlement (CE) n° 2799/1999
- Miscela destinata alla fabbricazione di alimenti composti — Regolamento (CE) n. 2799/1999
- Voor de vervaardiging van mengvoeders bestemd mengsel — Verordening (EG) nr. 2799/1999
- Mistura destinada ao fabrico de alimentos compostos — Regulamento (CE) n.º 2799/1999
- Rehuseosten valmistukseen tarkoitettu esiseos — asetus (EY) N:o 2799/1999
- Blandning avsedd för framställning av foderblandningar — Förordning (EG) nr 2799/1999

**B. Indicaciones que deben figurar en los envases de los piensos compuestos**

- Pienso compuesto que contiene leche desnatada en polvo — Reglamento (CE) n° 2799/1999
- Foderblanding med indhold af skummetmælkspulver — Forordning (EF) nr. 2799/1999
- Magermilchpulver enthaltendes Mischfutter — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
- Σύνθετη ζωοτροφή που περιέχει αποκορυφωμένο γάλα σε σκόνη — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
- Compound feedingstuff containing skimmed-milk powder — Regulation (EC) No 2799/1999
- Aliment composé pour animaux contenant du lait écrémé en poudre — Règlement (CE) n° 2799/1999
- Alimento composto per animali contenente latte scremato in polvere — Regolamento (CE) n. 2799/1999
- Mageremelkpoeder bevattend mengvoeder — Verordening (EG) nr. 2799/1999
- Alimento composto para animais com leite em pó desnatado — Regulamento (CE) n.º 2799/1999
- Rasvatonta maitojauhetta sisältävä rehuseos — asetus (EY) N:o 2799/1999
- Foderblandning innehållande skummjölkspulver — Förordning (EG) nr 2799/1999

**C. Indicaciones especiales que deben figurar en la casilla 104 del ejemplar de control T5 tratándose de una entrega mediante cisternas o contenedores**

- Piensos compuestos destinados a una explotación agraria o una explotación pecuaria o de engorde que utilice los piensos compuestos — Reglamento (CE) n° 2799/1999
- Foderblanding til brug på en landbrugsbedrift, en opdrætnings- eller en opfædningsvirksomhed — Forordning (EF) nr. 2799/1999
- Für landwirtschaftliche Betriebe bzw. Aufzucht- oder Mastbetriebe bestimmtes Mischfutter — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
- Σύνθετες ζωοτροφές που θα χρησιμοποιηθούν από γεωργική εκμετάλλευση ή κτηνοτροφική εκμετάλλευση ή εκμετάλλευση παχύνσεως — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
- Compound feedingstuffs bound for a farm or breeding or fattening concern which uses feedingstuffs — Regulation (EC) No 2799/1999
- Aliments composés pour animaux destinés à une exploitation agricole ou à une exploitation d'élevage ou d'engraissement utilisatrice — Règlement (CE) n° 2799/1999
- Alimenti composti per animali destinati ad un'azienda agricola o ad un'azienda dedita all'allevamento o all'ingrasso che utilizzano gli alimenti composti — Regolamento (CE) n. 2799/1999
- Mengvoeder, bestemd voor een dit voeder gebruikend landbouwbedrijf of veeteelt — of veemesterijbedrijf-Verordening (EG) nr. 2799/1999
- Alimentos compostos para animais destinados a uma exploração agrícola, pecuária ou de engorda utilizadora — Regulamento (CE) n.º 2799/1999
- Maatilalle, jalostuskarjatilalle tai lihakarjatilalle tarkoitettu rehuseos — asetus (EY) N:o 2799/1999
- Foderblandningar avsedda att användas i ett jordbruksföretag, eller för uppfödning eller gödning — Förordning (EG) nr 2799/1999

**D. Indicaciones especiales que deben figurar en la casilla 104 del ejemplar de control T5 tratándose de una entrega mediante cisternas o contenedores**

- Debe transformarse en piensos compuestos o desnaturalizarse — Reglamento (CE) n° 2799/1999
  - Skal forarbejdes til foderblandinger eller denatureres — Forordning (EF) nr. 2799/1999
  - Zur Verarbeitung zu Mischfutter oder zur Denaturierung — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
  - Να μεταποιηθεί σε σύνθετες ζωοτροφές ή να μετουσιωθεί — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
  - To be processed into compound feedingstuffs or denatured — Regulation (EC) No 2799/1999
  - À transformer en aliments composés pour animaux ou à dénaturer — Règlement (CE) n° 2799/1999
  - Da trasformare in alimenti composti per animali o da denaturare — Regolamento (CE) n. 2799/1999
  - Moet tot mengvoeder worden verwerkt of worden gedensureerd — Verordening (EG) nr. 2799/1999
  - Para transformação em alimentos compostos para animais ou desnaturação — Regulamento (CE) n.º 2799/1999
  - Rehuseoksiksi jalostettavaksi tai denaturoitavaksi — asetus (EY) N:o 2799/1999
  - För bearbetning till foderblandningar eller denaturering — Förordning (EG) nr 2799/1999
-

## ANEXO III

**DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE LECHE DESNATADA EN POLVO PRESENTE EN LOS PIENSOS COMPUESTOS POR COAGULACIÓN ENZIMÁTICA DE LA PARACASEÍNA****1. Objetivo**

Determinación de la cantidad de leche desnatada en polvo presente en un pienso compuesto por coagulación enzimática de la paracaseína.

**2. Ámbito de aplicación**

Este método se aplica a los piensos compuestos que contengan al menos un 10 % de leche desnatada en polvo; la presencia de cantidades importantes de suero de mantequilla o de determinadas proteínas no lácteas puede provocar interferencias.

**3. Principio del método**

- 3.1. Solubilización de la caseína contenida en el pienso compuesto por extracción con una solución de citrato de sodio.
- 3.2. Restablecimiento de la concentración en iones calcio necesaria para la precipitación de la paracaseína; transformación de la caseína en paracaseína por medio del cuajo.
- 3.3. Determinación del nitrógeno de la paracaseína previa mineralización por el método de Kjeldahl, contemplado en la norma FIL 20 A 1986; cálculo de la cantidad de leche desnatada en polvo presente tomando como base un contenido mínimo en caseína del 27,5 % (véase el punto 9.1).

**4. Reactivos**

Los reactivos utilizados serán de pureza analítica. El agua utilizada será agua destilada o de pureza equivalente. Con excepción del cuajo (4,5), todos los reactivos y soluciones empleados deberán estar libres de sustancias nitrogenadas.

- 4.1. Citrato trisódico dihidratado (solución al 1 % p/v)
- 4.2. Cloruro de calcio (solución 2 M). Pesar 20,018 g de  $\text{CaCO}_3$  (pureza analítica) en una cápsula de porcelana de tamaño adecuado (150-200 ml) o en un vaso de precipitados. Cubrir con agua destilada y transferir a un baño maría. Añadir lentamente de 50 a 60 ml de una solución de HCl (proporción HCl: agua = 1:1) para disolver completamente el carbonato. Mantener en el baño maría hasta deshidratación del  $\text{CaCl}_2$  para eliminar el HCl que no haya reaccionado. Trasvasar con agua destilada a un matraz redondo aforado de 100 ml y diluir hasta enrasar. Controlar el valor de pH para que no sea inferior a 4,0. Guardar la solución en refrigerador.
- 4.3. Hidróxido de sodio 0,1 N
- 4.4. Ácido clorhídrico 0,1 N
- 4.5. Solución de cuajo normalizada al 1:10 000 (extracto de cuajar de ternero); conservar en frigorífico a 4-6 °C.
- 4.6. Reactivos para la determinación del nitrógeno según el método de Kjeldahl contemplado en la norma FIL 20 A 1986.

**5. Equipo**

Material habitual de laboratorio y, en particular:

- 5.1. Mortero o molino homogeneizador
- 5.2. Balanza analítica
- 5.3. Centrifugadora de mesa (de 2 000 a 3 000 rpm) con tubos de centrifuga de 50 ml
- 5.4. Agitador magnético con varillas de 10-15 mm
- 5.5. Vasos de precipitados de 150-200 ml
- 5.6. Matraces de 250 ml y de 500 ml
- 5.7. Embudos de vidrio de 60-80 mm de diámetro
- 5.8. Filtros circulares sin cenizas, de filtración rápida, con un diámetro de 150 mm (S.S. 589<sup>2</sup> S.S. 595 1/2)
- 5.9. Pipetas de diferentes tamaños

- 5.10. Baño maría con termostato regulado a 37 °C
- 5.11. pHmetro
- 5.12. Mineralizador y destilador para el método de Kjeldahl con los accesorios correspondientes
- 5.13. Bureta graduada de 25 ml para la determinación
- 5.14. Frasco lavador de plástico para agua destilada
- 5.15. Espátulas de acero inoxidable
- 5.16. Termómetro
- 5.17. Horno de temperatura regulable

## 6. Procedimiento

### 6.1. Preparación de la muestra

Triturar 10-20 g de la muestra en un mortero o agitarlos en un homogeneizador mezclador con el fin de obtener una mezcla homogénea.

### 6.2. Disolución de la leche en polvo y separación del residuo insoluble

6.2.1. Pesar 1,000 g  $\pm$  0,002 g de pienso compuesto bien homogeneizado (6.1) directamente en un tubo de centrifuga de 50 ml. Añadir 30 ml de solución de citrato trisódico (4.1) previamente calentado a 45 °C. Dispersar el polvo por agitación magnética durante 5 minutos como mínimo.

6.2.2. Centrifugar a 500 g (de 2 000 a 3 000 rpm) durante 10 minutos y recoger el sobrenadante acuoso en un vaso de precipitados de 150-200 ml. Evitar la pérdida de partículas insolubles durante el trasvase del sobrenadante.

6.2.3. Realizar otras dos extracciones del residuo, siguiendo el mismo procedimiento y mezclando los tres extractos acuosos.

6.2.4. En caso de que se produjera una subida de materia grasa, enfriar hasta solidificación de la fase grasa, y quitarla a continuación con una espátula.

### 6.3. Coagulación de la caseína por las enzimas del cuajo

6.3.1. Al extracto acuoso total (alrededor de 100 ml) añadir gota a gota, con agitación, 3,4 ml de una solución saturada de cloruro de calcio (4.2). Ajustar el pH a 6,4 - 6,5 con soluciones diluidas de NaOH (4.3) o HCl (4.4). Poner la solución en un baño termostático a 37 °C durante 15 o 20 minutos para que se establezca el equilibrio salino, que se manifestará por la aparición de un aspecto lactescente.

6.3.2. Trasvasar el líquido a uno o dos tubos de centrifuga y centrifugar a 2 000 g durante 10 minutos para eliminar el precipitado. Trasvasar el sobrenadante, sin lavar el sedimento, a uno o dos tubos de centrifuga.

6.3.3. Llevar la temperatura del sobrenadante a 37 °C. Añadir gota a gota al extracto, agitando a la vez, 0,5 ml de cuajo líquido (4.5). La coagulación se producirá en 1 o 2 minutos.

6.3.4. Poner de nuevo la muestra en el baño maría y dejarlo a la temperatura de 37 °C durante 15 minutos. Sacar la muestra del baño y romper el coágulo por agitación. Centrifugar a 2 000 g durante 10 minutos. Filtrar el sobrenadante con un filtro de papel adecuado <sup>(1)</sup> (Whatman n° 541 o equivalente) y conservar el filtro. Lavar el sedimento en el tubo de centrifuga con 50 ml de agua a 35 °C, aproximadamente, agitando el sedimento.

Centrifugar de nuevo a 2 000 g durante 10 minutos. Filtrar el sobrenadante empleando el mismo filtro anterior.

### 6.4. Determinación del nitrógeno caseínico

6.4.1. Después del lavado, transferir cuantitativamente el sedimento al mismo papel de filtro (6.3.4) utilizando agua destilada. Introducir el filtro en el matraz Kjeldahl. Determinar el nitrógeno siguiendo el método Kjeldahl descrito en la norma FIL 20 A 1986.

## 7. Ensayo en blanco

7.1. Efectuar sistemáticamente un ensayo en blanco utilizando un filtro sin cenizas (5.8) humedecido con una mezcla compuesta de 90 ml de solución de citrato de sodio (4.1), 1 ml de solución saturada de cloruro de calcio (4.2) y 0,5 ml de cuajo líquido (4.5), y lavado 3 veces con 15 ml de agua antes de su mineralización por el método Kjeldahl contemplado en la norma FIL 20 A 1986.

7.2. Restar al volumen de ácido (4.4) utilizado para la determinación de la muestra examinada el volumen necesario para el ensayo en blanco.

<sup>(1)</sup> Deberá usarse un papel de filtro rápido sin cenizas.

**8. Ensayo de control**

- 8.1. Con el fin de controlar el procedimiento analítico y los reactivos mencionados más arriba, realizar una determinación con un pienso compuesto, de composición normalizada, cuyo contenido en leche desnatada en polvo se haya establecido mediante un análisis circular. El resultado medio de una determinación por duplicado no deberá apartarse en más de un 1 % del obtenido por el análisis circular.

**9. Expresión de los resultados**

- 9.1. El porcentaje de leche desnatada en polvo en el pienso compuesto se calculará mediante la fórmula siguiente

$$\% \text{ MMP} = \frac{\left( \frac{N \times 6,38}{27,5} \times 100 \right) - 2,81}{0,908}$$

donde N representa el porcentaje en nitrógeno de la paracaseína; 27,5 es el factor de conversión de la caseína determinada en porcentaje de leche desnatada en polvo; 2,81 y 0,908 son factores de corrección obtenidos por análisis de regresión.

**10. Precisión del método****10.1. Repetibilidad**

Al menos en el 95 % de los casos estudiados, la diferencia entre dos resultados individuales, obtenidos con una misma muestra, en el mismo laboratorio y por el mismo operador, no deberá superar los 2,3 g de leche desnatada en polvo por 100 g de pienso compuesto examinado.

**10.2. Reproducibilidad**

Al menos en el 95 % de los casos estudiados, la diferencia entre los resultados obtenidos por los laboratorios con una misma muestra no deberá superar los 6,5 g de leche desnatada en polvo por 100 g de pienso compuesto examinado.

**11. Límite de tolerancia**

El valor  $CrD_{95}$  (diferencia crítica; límite de confianza del 95 %) se calculará aplicando la siguiente fórmula (ISO 5725):

$$CrD_{95} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - r^2 \left( \frac{n-1}{n} \right)}$$

(R: reproducibilidad; r: repetibilidad)

Doble determinación:  $CrD_{95} = 4,5$  g

Si el resultado del análisis químico no difiere del contenido declarado de leche desnatada en polvo en más de 4,5 g (doble determinación), se considerará que la partida de piensos compuestos cumple esta disposición del Reglamento.

**12. Observaciones**

- 12.1. La adición de un porcentaje importante de determinadas proteínas no lácteas, como las de soja, siempre que se hayan calentado con la leche desnatada en polvo, produce resultados demasiado elevados debido a la coprecipitación de éstas con la paracaseína de la leche.
- 12.2. La adición de suero de mantequilla puede originar a veces cifras demasiado bajas, pues la determinación no se refiere más que al extracto magro. La adición de determinados sueros de mantequilla de nata ácida puede dar lugar a cifras claramente inferiores, ya que su disolución en la solución de citrato no es completa.
- 12.3. La adición de, al menos, 0,5 % de lícitina puede dar lugar asimismo a resultados demasiado bajos.
- 12.4. La incorporación de leche en polvo calentada a alta temperatura (*high-heat*) puede producir valores demasiado elevados, debido a la coprecipitación de determinadas proteínas del lactosuero con la paracaseína de la leche.

## ANEXO IV

**DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS DE SUERO DE QUESERÍA EN LA LECHE DESNATADA EN POLVO Y EN MEZCLAS CONFORME AL REGLAMENTO (CEE) N° 1725/79**

1. **Ámbito:** detección de la adición de sólidos de suero lácteo a:
  - a) leche desnatada en polvo según la definición del artículo 1 del Reglamento (CEE) n° 986/68, y
  - b) mezclas según la definición del apartado 3 del artículo 1 del Reglamento (CEE) n° 1725/79.
2. **Referencias:** norma internacional ISO 707  
Leche y productos lácteos: métodos de muestreo conforme a las directrices que figuran en la letra c) del apartado 2 del anexo I del Reglamento (CEE) n° 625/78.
3. **Definición**  
El contenido en sólidos de suero de quesería se define como el porcentaje en masa determinado por el procedimiento que se describe a continuación.
4. **Principio**  
Determinación de la cantidad de glicomacropéptido A ( $GMP_A$ ) conforme al anexo V del Reglamento (CEE) n° 625/78. Las muestras que den resultado positivo se analizarán con vistas a la detección de glicomacropéptido A por el procedimiento de cromatografía líquida de alta resolución en fase inversa (procedimiento HPLC). El resultado se evaluará por comparación con muestras patrón constituidas por leche desnatada en polvo exenta o con adición de un porcentaje conocido de suero lácteo en polvo. Si se obtiene un resultado superior al 1 % (m/m), ello es prueba de la presencia de sólidos de suero.
5. **Reactivos**  
Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida. El agua que se emplee será destilada, o de pureza al menos equivalente. El acetonitrilo deberá ser de calidad espectroscópica o adecuada para la HPLC.  
Los reactivos necesarios para el procedimiento descrito en el Reglamento (CEE) n° 625/78 se describen en el anexo V de dicho Reglamento.  
Reactivos para HPLC con inversión de fase.
  - 5.1. *Solución de ácido tricloroacético*  
Disolver 240 g de ácido tricloroacético ( $CCl_3COOH$ ) en agua y completar hasta 1 000 ml.
  - 5.2. *Eluyentes A y B*  
Eluyente A: 150 ml de acetonitrilo ( $CH_3CN$ ), 20 ml de isopropanol ( $CH_3CHOHCH_3$ ) y 1,00 ml de ácido trifluoroacético (TFA,  $CF_3COOH$ ) se llevan con agua hasta 1 000 ml. Eluyente B: 550 ml de acetonitrilo, 20 ml de isopropanol y 1,00 ml de TFA se llevan con agua hasta 1 000 ml. Antes de utilizarla, filtra la solución de eluyente a través de una membrana filtrante con un diámetro de poro de 45  $\mu m$ .
  - 5.3. *Conservación de la columna*  
Tras los análisis, la columna se lava con el eluyente B (mediante un gradiente) y a continuación se llena de acetonitrilo (mediante un gradiente en 30 minutos). La columna se guarda en acetonitrilo.
  - 5.4. *Muestras patrón*
    - 5.4.1. Leche desnatada en polvo conforme a los requisitos del Reglamento (CEE) n° 625/78, es decir, (0).
    - 5.4.2. La misma leche en polvo adulterada con un 5 % (m/m) del suero lácteo en polvo de composición media, es decir, (5).
    - 5.4.3. La misma leche en polvo adulterada con un 50 % de suero lácteo en polvo de composición media, es decir, (50) (\*).
6. **Aparatos**  
Los aparatos necesarios para el procedimiento descrito en el Reglamento (CEE) n° 625/78 se describen en el anexo V de dicho Reglamento.  
Aparatos para la HPLC con inversión de fase.

(\*) El suero de quesería en polvo de composición media, así con la leche en polvo adulterada, pueden obtenerse de NIZO, Kernhemseweg 2, PO Box 20, NL-6710 BA Ede.  
No obstante, también pueden emplearse otros productos en polvo que den resultados equivalentes al de los productos NIZO.

- 6.1. Balanza analítica.
- 6.2. Centrifugadora capaz de alcanzar una fuerza centrífuga de 2 200 g, equipada con tubos para centrifugar tapados, de una capacidad de aproximadamente 50 ml.
- 6.3. Agitador mecánico con dispositivo para agitar a una temperatura de 50 °C.
- 6.4. Agitador magnético.
- 6.5. Embudos de vidrio de un diámetro de 7 cm aproximadamente.
- 6.6. Filtros de papel de filtración media, de aproximadamente 12,5 cm de diámetro.
- 6.7. Dispositivo de filtración de vidrio provisto de una membrana filtrante con un diámetro de poro de 0,45 µm.
- 6.8. Pipetas graduadas que permitan medir 10 ml (ISO 648, clase A, o ISO R/835) o un sistema capaz de introducir 10,0 ml en 2 minutos.
- 6.9. Baño de agua en termostato regulado a  $25 \pm 0,5$  °C.
- 6.10. Equipo de HPLC, compuesto de:
  - 6.10.1. Sistema de bombeo de gradiente binario.
  - 6.10.2. Inyector manual o automático, con capacidad de 100 µl.
  - 6.10.3. Columna Dupont Protein Plus ( $25 \times 0,46$  cm de diámetro interior) o una columna equivalente de inversión de fase de poro grueso a base de sílice.
  - 6.10.4. Horno de columna con termostato regulado a  $35 \pm 1$  °C.
  - 6.10.5. Detector de luz ultravioleta de longitud de onda variable, que permita tomar medidas a 210 nm (de ser necesario, puede utilizarse una longitud de onda mayor, hasta 220 nm), con una sensibilidad de 0,02 Å.
  - 6.10.6. Integrador capaz de medir la altura de los picos.

#### Observación

Se puede trabajar con la columna a temperatura ambiente, con tal de que ésta no fluctúe en más de 1 °C; de no cumplirse esta condición, se produce una variación excesiva del tiempo de retención del GMP<sub>A</sub>.

### 7. Muestreo

- 7.1. Norma internacional ISO 707 — Leche y productos lácteos — Métodos de muestreo conformes a las directrices que figuran en la letra c) del apartado 2 del anexo I del Reglamento (CEE) n° 625/78.
- 7.2. La muestra se conservará en condiciones que eviten cualquier tipo de deterioro o de modificación en la composición.

### 8. Procedimiento

#### 8.1. Preparación de la muestra problema

Transferir la leche en polvo a un recipiente de capacidad aproximadamente doble del volumen del polvo y que posea una tapadera hermética. Cerrar el recipiente inmediatamente. Mezclar bien la leche invirtiendo varias veces del recipiente.

#### 8.2. Porción de ensayo

Pesar  $2,00 \pm 0,001$  g de la muestra problema y transferirlos al tubo de centrifuga (6.2) o a un matraz apropiado con tapón (50 ml).

#### 8.3. Eliminación de la grasa y las proteínas

- 8.3.1. Añadir 20,0 g de agua tibia (50 °C) a la porción de ensayo. Disolver el polvo agitándolo durante 5 minutos, o 30 minutos en el caso de mazada ácida, empleando un agitador mecánico (6.3). Situar el tubo en un baño de agua (6.9) y mantenerlo hasta que se establezca a 25 °C.
- 8.3.2. Añadir en 2 minutos, de forma constante, 10,0 ml de solución de ácido tricloroacético a 25 °C (5.1) a la vez que se agita vigorosamente con el agitador magnético (6.4). Mantener el tubo en reposo en un baño de agua (6.9) durante 60 minutos.
- 8.3.3. Centrifugar (6.2) durante 10 minutos a 2 200 g, o pasar a través de un filtro de papel (6.6), desechando los primeros 5 ml del filtrado.

#### 8.4. Determinación cromatográfica

- 8.4.1. Realizar el análisis por HPLC tal como se especifica en el anexo V del Reglamento (CEE) n° 625/78. Si el resultado es negativo, se concluye que la muestra no contiene una cantidad detectable de sólidos de suero lácteo. En caso de resultado positivo debe aplicarse el procedimiento de HPLC en fase inversa descrito más abajo. La presencia de mazada ácida en polvo puede dar lugar a falsos resultados positivos, posibilidad que queda excluida gracias al método de HPLC con inversión de fase.

- 8.4.2. Antes de llevar a cabo el análisis por HPLC con inversión de fase deben optimizarse las condiciones de gradiente. Un tiempo de retención de 26 minutos  $\pm$  2 minutos para GMP<sub>A</sub> es óptimo para sistemas de gradiente con un volumen muerto de aproximadamente 6 ml (volumen desde el punto en que confluyen los solventes hasta el volumen del circuito de inyección, incluido este último). Para los sistemas de gradiente con un volumen muerto inferior (por ejemplo, 2 ml) debería emplearse un tiempo de retención óptimo de 22 minutos.

Tomar soluciones de las muestras patrón (5.4) con y sin un 50 % de suero lácteo.

Inyectar 100  $\mu$ l de sobrenadante o filtrado (8.3.3) en el aparato de HPLC que deberá funcionar en las condiciones de gradiente de exploración que figuran en la tabla 1.

Tabla 1. Condiciones de gradiente de exploración para la optimización de la cromatografía

Tiempo (en minutos)	Flujo (en ml/minutos)	% A	% B	Curva
Inicial	1,0	90	10	*
27	1,0	60	40	lin
32	1,0	10	90	lin
37	1,0	10	90	lin
42	1,0	90	10	lin

La situación del pico del GMP<sub>A</sub> se obtendrá por comparación de los dos cromatogramas.

La composición inicial del solvente que deberá emplearse para el gradiente normal (apartado 8.4.3) se obtiene a partir de la fórmula siguiente:

$$\% B = 10 - 2,5 + [13,5 + (RT_{gmpA} - 26)/6] * 30/27$$

$$\% B = 7,5 + [13,5 + (RT_{gmpA} - 26)/6] * 1,11$$

siendo

RT<sub>gmpA</sub>: el tiempo de retención del GMP<sub>A</sub> en el gradiente de exploración % B inicial del gradiente de exploración

10: el % B inicial del gradiente de exploración

2,5: % B en el punto medio menos % B en el punto inicial del gradiente normal

13,5: el tiempo correspondiente al punto medio del gradiente de exploración

26: el tiempo de retención requerido del GMP<sub>A</sub>

6: la proporción de las pendientes del gradiente normal y del de exploración

30: % B en el punto inicial menos % B a 27 minutos en el gradiente de exploración

27: tiempo de recorrido del gradiente de exploración.

- 8.4.3. Tomar soluciones de las muestras problema

Inyectar 100  $\mu$ l de sobrenadante o filtrado (8.3.3), medidos con precisión, en el aparato HPLC que deberá estar funcionando a un caudal de 1,0 ml de solución de eluyente (5.2) por minuto.

La composición del eluyente al iniciarse el análisis se obtiene de 8.4.2. Normalmente se sitúa próxima a A : B = 76 : 24 (5.2). Inmediatamente después de la inyección se inicia un gradiente lineal que da lugar, al cabo de 27 minutos, a un porcentaje de B superior en un 5 %. A continuación comienza un gradiente lineal por el cual la composición del eluyente alcanza el 90 % de B en 5 minutos. Esta composición se mantiene durante 5 minutos, transcurridos los cuales la composición se modifica mediante un gradiente lineal para alcanzar en 5 minutos la composición inicial. Dependiendo del volumen interno del sistema de bombeo, la siguiente inyección puede llevarse a cabo 15 minutos después de haberse alcanzado las condiciones iniciales.

#### Observaciones

- El tiempo de retención del glicomacropéptido debe ser de unos 26 minutos  $\pm$  2 minutos, lo cual puede conseguirse haciendo variar las condiciones iniciales y finales del primer gradiente. Sin embargo, la diferencia de % B entre las condiciones iniciales y finales del primer gradiente debe mantenerse en 5 % B.
- Los eluyentes deben desgasificarse suficientemente y mantenerse desgasificados. Ello es esencial para que el sistema de bombeo por gradiente pueda funcionar correctamente. La desviación típica del tiempo de retención del pico de los GMP debe ser inferior a 0,1 minutos ( $n = 10$ ).
- Cada 5 muestras debe inyectarse la muestra testigo (5) y emplearse para calcular un nuevo factor de respuesta R (9.1.1).

- 8.4.4. Los resultados del análisis cromatográfico de la muestra problema (E) se obtienen en forma de un cromatograma en el que el pico de los GMP se identifica por su tiempo de retención de 26 minutos aproximadamente.

El integrador (6.10.6) calcula automáticamente la altura máxima H del pico de los GMP. La situación de la línea de base deberá comprobarse en cada cromatograma y se repetirá el análisis o la integración si esta línea no estaba situada correctamente.

Con el fin de detectar las anomalías eventuales debidas ya sea a un mal funcionamiento del aparato o de las columnas, ya sea por el origen y naturaleza de la muestra analizada, es necesario observar el aspecto de cada cromatograma antes de efectuar una interpretación cuantitativa. En caso de duda, repetir el análisis.

#### 8.5. *Calibrado*

- 8.5.1. Aplicar a las muestras patrón (5.4.1 y 5.4.2) el procedimiento desde el punto 8.2 al 8.4.4, exactamente tal y como se describe. Utilizar soluciones recién preparadas, pues los GMP se degradan en medio tricloroacético al 8 % a temperatura ambiente. A 4 °C, la solución permanece estable durante 24 horas. Cuando se realice una larga serie de análisis, es recomendable emplear una bandeja refrigerada para las muestras en el inyector automático.

##### *Observación*

El punto 8.4.2 puede omitirse si el % B en las condiciones iniciales se conoce por análisis previos.

El cromatograma de la muestra patrón (5) debería ser análogo al representado en la figura 1. Aquí, el pico del GMP<sub>A</sub> viene precedido por dos picos pequeños. Es imprescindible obtener una separación similar.

- 8.5.2. Antes de proceder a una determinación cromatográfica de las muestras, inyectar 100 µl de la muestra patrón sin suero (0) (5.4.1).

El cromatograma no debe presentar un pico en el tiempo de retención del GMP<sub>A</sub>.

- 8.5.3. Determinar los factores de respuesta R inyectando el mismo volumen de filtrados (8.5.1) que el utilizado para las muestras.

### 9. **Expresión de los resultados**

#### 9.1. *Método de cálculo y fórmulas*

- 9.1.1. Cálculo del factor de respuesta R:

pico GMP:  $R = W/H$

siendo

R = el factor de respuesta del pico de los GMP

H = la altura del pico de los GMP

W = la cantidad de suero en la muestra patrón (5)

- 9.2. *Cálculo del porcentaje de suero lácteo en polvo presente en la muestra:*

$W(E) = R \times H(E)$

siendo

W(E) = el porcentaje (m/m) de suero lácteo en la muestra (E)

R = el factor de respuesta del pico de los GMP (9.1.1)

H(E) = la altura del pico de los GMP de la muestra (E)

Si W(E) es superior al 1 % y la diferencia entre el tiempo de retención de la muestra y el de la muestra patrón (5) es inferior a 0,2 minutos, se concluye la presencia de sólidos de suero lácteo.

#### 9.3. *Precisión del método*

##### 9.3.1. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en un breve intervalo de tiempo por el mismo analista, empleando los mismos aparatos y la misma muestra, no debe exceder el 0,2 % m/m.

##### 9.3.2. Reproducibilidad

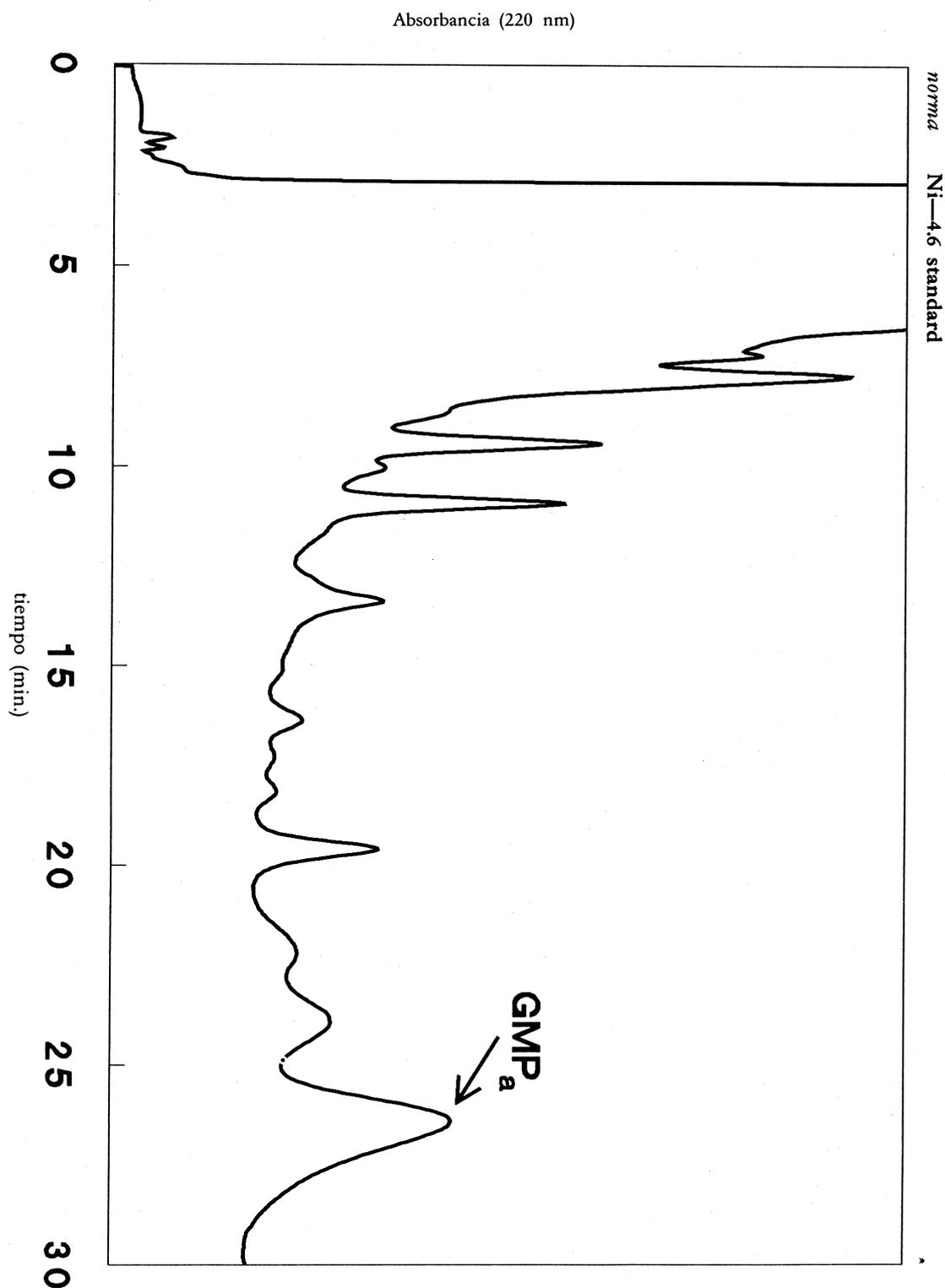
No se ha determinado aún.

##### 9.3.3. Linealidad

Entre 0 y 16 % de suero lácteo debe obtenerse una relación lineal con un coeficiente de correlación > 0,99.

## 9.4. Interpretación

- 9.4.1. Se concluye la presencia de suero si el resultado obtenido en 9.2 es superior al 1 % m/m y el tiempo de retención del pico de los GMP difiere del tiempo correspondiente a la muestra patrón (5) en menos de 0,2 minutos. El límite del 1 % se establece de conformidad con lo dispuesto en los puntos 9.2 y 9.4.1 del anexo V del Reglamento (CEE) nº 625/78.



## ANEXO V

**DETERMINACIÓN CUALITATIVA DEL ALMIDÓN EN LA LECHE DESNATADA EN POLVO, EN LA LECHE EN POLVO DESNATURALIZADA Y EN LOS PIENSOS COMPUESTOS****1. Ámbito**

El presente método sirve para la detección del almidón que se utiliza como marcador en la leche en polvo desnaturalizada.

El nivel más bajo de detección del método es de aproximadamente 0,05 g de almidón por 100 g de muestra.

**2. Principio**

La reacción se basa en la utilizada en yodometría:

- fijación por parte de los coloides del yodo libre en la solución acuosa,
- absorción por parte de las micelas de almidón y formación de color.

**3. Reactivos****3.1. Solución de yodo**

- Yodo..... 1 g,
- Yoduro de potasio..... 2 g,
- Agua destilada..... 100 ml.

**4. Instrumentos**

- 4.1. Balanza analítica.
- 4.2. Baño de agua.
- 4.3. Tubos de ensayo de 25 mm por 200 mm.

**5. Procedimiento**

Pésese 1 g de la muestra y viértase en el tubo de ensayo (4.3).

Añádanse 20 ml de agua destilada y agítese el tubo para dispersar la muestra.

Introdúzcase en el baño de agua hirviendo (4.2) y deposítase en éste durante cinco minutos.

Retírese del baño y enfríese a la temperatura ambiente.

Añádanse 0,5 ml de solución de yodo (3.1), agítese y obsérvese el color resultante.

**6. Expresión de los resultados**

La presencia de almidón nativo en la muestra se refleja mediante una coloración azul.

Si la muestra contiene almidón modificado, es posible que el color no sea azul.

**7. Observaciones**

El color, la intensidad del color y la apariencia microscópica del almidón variarán dependiendo del origen del almidón nativo, por ejemplo, maíz o patata y del tipo de almidón modificado presente en la muestra.

En presencia de almidones modificados, el color se vuelve violeta, rojo o marrón, dependiendo del grado de modificación de la estructura cristalina del almidón nativo.

## ANEXO VI

**DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD EN EL SUERO DE MANTEQUILLA ÁCIDO EN POLVO****1. Objetivo**

Determinar el contenido de humedad del suero de mantequilla ácido en polvo destinado a la alimentación animal.

**2. Principio**

La muestra se seca al vacío. La pérdida de masa se determina pesando la muestra.

**3. Equipo**

3.1. Balanza analítica.

3.2. Recipientes secos de metal inoxidable o de cristal, provistos de tapadera que garantice un cierre hermético; superficie útil que permita obtener un reparto de la muestra del orden de 0,3 g/cm<sup>2</sup>.

3.3. Estufa de vacío de calentamiento eléctrico regulable, provista de una bomba de aceite y de un dispositivo para introducción de aire caliente deshidratado o de un deshidratante (por ejemplo, óxido de calcio).

3.4. Desecador que contenga un deshidratante eficaz.

3.5. Estufa de secado ventilada, controlada termostáticamente, a 102 ± 2 °C.

**4. Método operativo**

Calentar un recipiente (3.2), provisto de tapadera, en la estufa de secado (3.5) durante 1 hora como mínimo. Colocar la tapadera en el recipiente, trasladarlo inmediatamente al desecador (3.4), dejar enfriar a temperatura ambiente y pesar con precisión de 0,5 mg.

Pesar un recipiente (3.2) provisto de tapadera con precisión de 0,5 mg. Pesar en el recipiente pesado, con precisión de 1 mg, aproximadamente 5 g de la muestra, y repartirla uniformemente. Colocar el recipiente sin tapadera en la estufa de vacío (3.3) previamente calentada a 83 °C. Para evitar que la temperatura de la estufa descienda demasiado, introducir el recipiente lo más rápidamente posible.

Llevar la presión a 100 Torr (13,3 kPa) y dejar secar a dicha presión durante 4 horas, bien bajo una corriente de aire seco y caliente, o bien mediante la utilización de un deshidratante (300 gr aproximadamente para veinte muestras). En este último caso, interrumpir la conexión con la bomba de vacío cuando se haya alcanzado la presión establecida. Contar la duración del secado a partir del momento en que la estufa haya alcanzado de nuevo la temperatura de 83 °C. Con precaución, restablecer la presión atmosférica en la estufa. Abrir la estufa, cubrir inmediatamente el recipiente con la tapadera, retirar el recipiente de la estufa, dejar enfriar durante 30 a 45 minutos en el desecador (3.4) y pesar con precisión de 1 mg. Proceder a una desecación complementaria de 30 minutos en la estufa de vacío (3.3) a una temperatura de 83 °C y pesar de nuevo. La diferencia entre las dos pesadas no deberá exceder del 0,1 % de humedad.

**5. Cálculo de los resultados**

$$(E - m) \cdot \frac{100}{E}$$

donde:

E = masa inicial, en gramos, de la muestra,

m = masa, en gramos, de la muestra seca.

**6. Precisión****6.1. Límite de repetibilidad**

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas en el más corto intervalo de tiempo posible por un técnico que utilice el mismo equipo en un material de prueba idéntico no deberá exceder de 0,4 gr de agua por 100 gr de suero de mantequilla ácido en polvo.

6.2. *Límite de reproducibilidad*

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas por técnicos en laboratorios diferentes, utilizando equipos diferentes en un material de prueba idéntico, no deberá exceder de 0,6 gr de agua por 100 gr de suero de mantequilla ácido en polvo.

6.3. *Fuentes de los datos de precisión*

Los datos de precisión fueron determinados en un experimento realizado en 1995 en el que participaron ocho laboratorios y doce muestras (seis experimentos secretos).

---