

REGLAMENTO (CE) N° 880/98 DE LA COMISIÓN**de 24 de abril de 1998****por el que se establecen métodos de referencia para la determinación del contenido de agua, del extracto seco magro y del contenido de materias grasas de la mantequilla**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento (CEE) n° 804/68 del Consejo, de 27 de junio de 1968, por el que se establece la organización de mercados en el sector de la leche y de los productos lácteos ⁽¹⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 1587/96 ⁽²⁾, y, en particular, el apartado 7 de su artículo 6, el apartado 3 de su artículo 12, el apartado 7 de su artículo 14, el apartado 2 de su artículo 16 y el apartado 4 de su artículo 17,

Considerando que el Reglamento (CE) n° 1854/96 de la Comisión ⁽³⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 745/98 ⁽⁴⁾, establece una lista de métodos de referencia para la realización del análisis y la evaluación de la calidad de la leche y de los productos lácteos en el marco de la organización común de mercados;

Considerando que los métodos de referencia aceptados internacionalmente para la determinación del contenido de agua, del extracto seco magro y del contenido de materias grasas de la mantequilla e incluidos en dicha lista no han sido validados; que, por consiguiente, no se dispone de información relativa a las variaciones entre laboratorios de los resultados analíticos;

Considerando que los métodos deben modificarse con el fin de facilitar su aplicación;

Considerando que los métodos han sido validados de conformidad con normas establecidas internacionalmente;

Considerando que los métodos validados deben aplicarse com métodos de referencia;

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión de la leche y de los productos lácteos,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

1. El método de análisis que figura en el anexo I se aplicará como método de referencia para la determinación del contenido de agua de la mantequilla.
2. El método de análisis que figura en el anexo II se aplicará como método de referencia para la determinación del extracto seco magro de la mantequilla.
3. El método de análisis que figura en el anexo III se aplicará como método de referencia para la determinación de contenido de materias grasas de la mantequilla.

Artículo 2

El presente Reglamento entrará en vigor cuatro semanas después de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

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

Hecho en Bruselas, el 24 de abril de 1998.

Por la Comisión

Franz FISCHLER

Miembro de la Comisión

⁽¹⁾ DO L 148 de 28. 6. 1968, p. 13.

⁽²⁾ DO L 206 de 16. 8. 1996, p. 21.

⁽³⁾ DO L 246 de 27. 9. 1996, p. 5.

⁽⁴⁾ DO L 103 de 3. 4. 1998, p. 8.

ANEXO I

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AGUA DE LA MANTEQUILLA

1. Objetivo y ámbito de aplicación

El presente método de referencia especifica un método para la determinación del contenido de agua de la mantequilla.

2. Referencia

Norma IDF Standard 50 C: 1995. «Leche y productos lácteos». Métodos de muestreo.

3. Definición

Contenido de agua de la mantequilla: pérdida de masa tras la realización del proceso de calentamiento especificado en la presente norma. Se expresa en gramos por 100 gramos.

4. Principio

Evaporación del agua de una porción de la muestra en presencia de piedra pómez a la temperatura de 102 °C en una estufa de secado.

5. Materiales y equipo

Equipo normal de laboratorio y, en particular:

- 5.1. Balanza analítica, de 1 mg de sensibilidad.
- 5.2. Desecador provisto de un deshidratante eficaz (por ejemplo, gel de sílice recién deshidratado con indicador higroscópico).
- 5.3. Estufa de secado, ventilada, termostática, que se mantenga a 102 ± 2 °C en todo el espacio de trabajo.
- 5.4. Cápsulas de vidrio, porcelana o metal no corrosivo, de unos 20 mm de altura y 60 a 80 mm de diámetro.
- 5.5. Piedra pómez, granulada y lavada, con diámetro de 0,8-10 mm.

6. Muestreo

Véase la norma IDF 50 C: 1995

7. Procedimiento**7.1. Preparación de la muestra problema**

Calentar la muestra de laboratorio en el recipiente cerrado de vidrio o de plástico adecuado, que debe estar lleno hasta la mitad o los dos tercios, hasta una temperatura a la cual la muestra esté bastante blanda como para conseguir su homogeneización total (con un agitador mecánico o a mano). Normalmente, la temperatura de homogeneización no debe superar los 35 °C. Enfriar la muestra hasta temperatura ambiente. Lo antes posible tras el enfriamiento, abrir el recipiente de la muestra y agitar brevemente (durante no más de 10 s) con un instrumento adecuado, como puede ser una cuchara o una espátula, antes de pesar.

7.2. Determinación del contenido de agua

7.2.1. Poner unos 10 g de piedra pómez en la cápsula (5.4).

7.2.2. Secar la cápsula con la piedra pómez en la estufa (5.3) a 102 ± 2 °C durante al menos 1 h.

Nota: los períodos de secado mencionados en 7.2.2, 7.2.5 y 7.2.7 empiezan a partir del momento en que la temperatura de la estufa alcanza los 102 ± 2 °C.

7.2.3. Dejar enfriar la cápsula en el desecador (5.2) hasta alcanzar la temperatura de la sala de balanzas y pesar con precisión de 1 mg.

7.2.4. Poner en la cápsula, pesando con precisión de 1 mg, una porción de unos 5 g de la muestra problema.

- 7.2.5. Poner la cápsula en la estufa a 102 ± 2 °C y dejarla allí durante 3 h.
- 7.2.6. Dejar enfriar la cápsula en el desecador hasta alcanzar la temperatura de la sala de balanzas y pesar con precisión de 1 mg.
- 7.2.7. Repetir el proceso de secado durante períodos adicionales de 1 h, dejando enfriar y pesando cada vez según se indica en 7.2.6 hasta llegar a masa constante (cuando el cambio de masa no supere 1 mg).

En caso de que haya aumento de masa, tomar para los cálculos la masa más baja que se haya encontrado.

8. Expresión de los resultados

8.1. Método de cálculo y fórmula

Calcular el contenido de agua, W, como porcentaje en masa utilizando la fórmula siguiente:

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

donde

m_0 es la masa en gramos de la cápsula con la piedra pómez (7.2.3)

m_1 es la masa en gramos de la porción de muestra, cápsula y piedra pómez antes del secado (7.2.4)

m_2 es la masa en gramos de la porción de muestra, cápsula y piedra pómez después del secado (7.2.7)

El resultado se redondea a una cifra decimal.

8.2. Repetibilidad

La diferencia absoluta entre los resultados de dos determinaciones simples, realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo operario en las mismas condiciones con un material problema idéntico, no superará el 0,2 %.

8.3. Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados simples e independientes, obtenidos por dos operarios en laboratorios diferentes con un material problema idéntico, no superará el 0,3 %.

9. Informe de la prueba

El informe de la prueba debe especificar el método utilizado y los resultados obtenidos. Debe mencionar asimismo todos los datos del procedimiento que no se especifiquen en esta norma internacional o se consideren optativos, junto con los datos de cualquier incidente que pueda haber influido en los resultados. El informe de la prueba debe incluir toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra.

ANEXO II

DETERMINACIÓN DEL EXTRACTO SECO MAGRO DE LA MANTEQUILLA

1. Objetivo y ámbito de aplicación

La presente norma especifica un método para la determinación del extracto seco magro de la mantequilla.

2. Referencia

Norma IDF Standard 50 C: 1995. «Leche y productos lácteos». Métodos de muestreo.

3. Definición

Extracto seco magro de la mantequilla: porcentaje en masa de las sustancias determinadas por el procedimiento especificado. Se expresa en gramos por 100 gramos.

4. Principio

Evaporación del agua de una masa conocida de mantequilla, extracción de la materia grasa con éter de petróleo y pesada del residuo.

5. Reactivo

Éter de petróleo con un intervalo de ebullición entre 30 y 60 °C. El reactivo no debe dejar más de 1 mg de residuo tras la evaporación de 100 ml.

6. Materiales y equipo

- 6.1. Balanza analítica, de 1 mg de sensibilidad.
- 6.2. Desecador provisto de un deshidratante eficaz (por ejemplo, gel del sílice recién deshidratado con indicador higroscópico).
- 6.3. Estufa de secado, ventilada, termostática, que se mantenga a 102 ± 2 °C en todo el espacio de trabajo.
- 6.4. Cápsulas de vidrio, porcelana o metal no corrosivo, de unos 20 mm de altura del pico y 60 a 80 mm de diámetro, con varilla agitadora de vidrio.
- 6.5. Filtro de vidrio fritado, con poros de 16 a 40 μm de diámetro y con frasco de succión.

7. Muestreo

Véase la norma IDF Standard 50 C: 1995.

8. Procedimiento**8.1. Preparación de la muestra problema**

Calentar la muestra de laboratorio en el recipiente cerrado de vidrio o de plástico adecuado, que debe estar lleno hasta la mitad o los dos tercios, hasta una temperatura a la cual la muestra esté bastante blanda como para conseguir su homogeneización total (con un agitador mecánico o a mano). Normalmente, la temperatura de homogeneización no debe superar los 35 °C. Enfriar la muestra hasta temperatura ambiente. Lo antes posible tras el enfriamiento, abrir el recipiente de la muestra y agitar brevemente (durante no más de 10 s) con un instrumento adecuado, como puede ser una cuchara o una espátula, antes de pesar.

8.2. Determinación

- 8.2.1. Secar la cápsula con la varilla (6.4) y el filtro (6.5) en la estufa (6.3) durante 1 h. Dejar enfriar estos objetos en el desecador y pesarlos todos juntos (es decir, cápsula, varilla y filtro) con precisión de 1 mg (m_0).

Notas: — Como norma, es suficiente un tiempo de enfriamiento de 45 min.

— Es importante que se utilice el mismo conjunto de cápsula, varilla y filtro con cada una de las porciones de muestra si son más de una las analizadas en el lote.

- 8.2.2. Quitar el filtro y anotar el peso de la cápsula junto con la varilla, con precisión de 1 mg (m_1).
- 8.2.3. Poner en la cápsula, pesando con precisión de 1 mg, una porción de la muestra problema (8.1) de unos 5 g (m_2).

- 8.2.4. Poner la cápsula (con la varilla y la mantequilla) en la estufa a $102 \pm 2^\circ\text{C}$ y dejarla hasta el día siguiente.
- 8.2.5. Dejar enfriar la cápsula (8.2.3) hasta alcanzar la temperatura ambiente.
- 8.2.6. Añadir a la cápsula 15 ml de éter de petróleo caliente (a unos 25°C) y despegar todo lo que se pueda del sedimento adherido a la cápsula, utilizando la varilla de vidrio. Pasar el disolvente al filtro y hacer que pase filtrándose al frasco de succión.
- 8.2.7. Realizar la operación 8.2.6 otras cuatro veces. Si no quedan trazas de grasa en la superficie de la cápsula, pasar cuantitativamente al filtro, durante el cuarto lavado, todo lo que se pueda del sedimento. En caso contrario, repetir la operación 8.2.6 hasta la eliminación completa de todas las trazas de grasa.
- 8.2.8. Lavar el sedimento en el filtro con 25 ml de éter de petróleo caliente.
- 8.2.9. Secar la cápsula y la varilla de vidrio, junto con el filtro, en la estufa a $102 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 30 minutos.
- 8.2.10. Dejar enfriar en el desecador hasta temperatura ambiente y pesar con precisión de 1 mg.
- 8.2.11. Repetir las operaciones 8.2.9 y 8.2.10 hasta llegar a masa constante (cuando el cambio de masa no supere 1 mg) de la cápsula, la varilla y el filtro conjuntamente (m_3).

9. Expresión de los resultados

9.1. Cálculo del extracto seco magro

Calcular el extracto seco magro, ESM, como porcentaje en masa utilizando la fórmula siguiente:

$$\text{ESM} = \frac{m_3 - m_0}{m_2 - m_1} \times 100$$

donde

m_0 es la masa en gramos de la cápsula vacía con la varilla de vidrio y el filtro (8.2.1)

m_1 es la masa en gramos de la cápsula vacía con la varilla de vidrio (8.2.2)

m_2 es la masa en gramos de la porción de muestra y la cápsula con la varilla de vidrio (8.2.3)

m_3 es la masa final en gramos de la cápsula con la varilla y el filtro con el sedimento (8.2.11)

El resultado se redondea a una cifra decimal.

9.2. Repetibilidad

La diferencia absoluta entre los resultados de dos determinaciones simples, realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo operario en las mismas condiciones con un material problema idéntico, no superará el 0,1 %.

9.3. Reproducibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados simples e independientes, obtenidos por dos operarios en laboratorios diferentes con un material problema idéntico, no superará el 0,2 %.

10. Informe de la prueba

El informe de la prueba debe especificar el método utilizado y los resultados obtenidos. Debe mencionar asimismo todos los datos del procedimiento que no se especifiquen en esta norma internacional o se consideren optativos, junto con los datos de cualquier incidente que pueda haber influido en los resultados. El informe de la prueba debe incluir toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra.

Nota:

Si se analiza mantequilla salada, la sal añadida se determina como parte del extracto seco magro. Para determinar el extracto seco magro lácteo hay que restar del extracto seco magro el contenido de sal añadida. Las cifras calculadas de precisión para la determinación del extracto seco magro lácteo son las siguientes:

Repetibilidad: $r = 0,104 \%$

Reproducibilidad: $R = 0,206 \%$

Puede aceptarse que las cifras de precisión obtenidas para la determinación del extracto seco magro son válidas para la determinación del extracto seco magro lácteo.

*ANEXO III***DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE MATERIA GRASA DE LA MANTEQUILLA**

El contenido de materia grasa se obtiene indirectamente mediante determinación del contenido de agua y del extracto seco magro con arreglo a los Anexos I y II, respectivamente. El porcentaje, en masa, de materia grasa es igual a:

$$100 - (W + \text{ESM})$$

donde

W es el porcentaje en masa de agua

ESM es el porcentaje en masa de extracto seco magro.

Las cifras calculadas de precisión para la determinación del contenido de materia grasa son las siguientes:

Repetibilidad: $r = 0,22 \%$

Reproducibilidad: $R = 0,36 \%$.
