

I

*(Säädökset, jotka on julkaistava)***KOMISSIO ASETUS (EY) N:o 454/95,****annettu 28 päivänä helmikuuta 1995,****voin ja kerman markkinoiden interventtioiden soveltamista koskevista yksityiskohtaisista säännöistä**

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon maito- ja maitotuotealan yhteisestä markkinajärjestelystä 27 päivänä kesäkuuta 1968 annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 804/68⁽¹⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna Itävallan, Suomen ja Ruotsin liittymistä koskevalla asiakirjalla, ja erityisesti sen 6 artiklan 6 kohdan sekä 28 ja 30 artiklan,

sekä katsoo, että

voin ja kerman markkinoiden interventtiotoimenpiteitä koskevista yleisistä säännöistä 15 päivänä heinäkuuta 1968 annettu neuvoston asetusta (ETY) N:o 985/68⁽²⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (ETY) N:o 2045/91⁽³⁾, kumotaan 1 päivästä maaliskuuta 1995 neuvoston asetuksella (EY) N:o 2807/94⁽⁴⁾, tämän vuoksi on syytä sisällyttää säännöt, jotka eivät sisälly asetukseen (ETY) N:o 804/68, voim ja kerman markkinoiden interventtioiden soveltamista koskeviin yksityiskohtaisiin sääntöihin, joista säädetään komission asetuksella (ETY) N:o 685/69⁽⁵⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (ETY) N:o 393/94⁽⁶⁾, asetukseen (ETY) N:o 685/69 tehtävien mukautusten merkittävyyden ja muutosten suuren määrän vuoksi on aiheellista laatia kyseinen asetusta uudelleen selkeyteen ja avoimuuteen liittyvistä syistä; tämän vuoksi asetusta (ETY) N:o 685/69 on syytä kumota,

interventtioelimet voivat ostaa ainoastaan sellaista voita, joka on vaaditun määritelmän sekä laatua ja tarjontamuotoa koskevien edellytysten mukaista; ottaen huomioon voim laadun määrittämistä koskevat tekniset vaatimukset on syytä vahvistaa laadulliset vaatimukset, jotka voim on täytettävä, sekä määritysmenetelmät ja

laadun valvontaa koskevat yksityiskohtaiset säännöt; olisi kuitenkin säädettävä myös jäsenvaltioiden mahdollisuudesta laatia tietyin edellytyksin itse tehtävää tarkastusta koskeva järjestelmä,

kansalliset voim laatuluokat säilyvät edelleen edellytyksenä sille, että voille voi saada yksityisen varastoinnin tukea, ja laatuluokka voidaan merkitä myös interventtiolla ostetun voim pakkaukseen; on tarpeen määrittää asiaan liittyvät kansalliset luokat,

voim interventtio-ostoja voi tehdä myös sellainen interventtioelin, joka kuuluu muun jäsenvaltion kuin sen alaisuuteen, jonka alueella voi on valmistettu; tämän vuoksi on tässä tilanteessa syytä säätää keinoista, joilla ostava interventtioelin voi varmistua laatua ja tarjontamuotoa koskevien edellytysten täyttymisestä, sekä täsmentää, että myyjän varaston ja ostavan interventtioelimen jäsenvaltion rajan välistä etäisyyttä ei oteta huomioon, kun lasketaan lisäkuljetuskustannusten maksamiseen liittyvää enimmäisetäisyyttä,

interventtiojärjestelmän moitteettoman toiminnan varmistamiseksi on tarpeen täsmentää valmistusyritysten hyväksymistä koskevia edellytyksiä ja niiden noudattamisen valvontaa sekä jäsenvaltioiden velvoitteita varastoitujen määrien asianmukaisen säilymisen varmistamiseksi säätämällä erien käsiteltävyydestä ja tunnistamisesta sekä vakuuttamisesta varastoituja tuotteita koskevien vaarojen varalta; yhteinäisen tarkastusten tiheyden ja tason varmistamiseksi on myös syytä täsmentää niiden tarkastusten luonne ja määrä, joita kansalliset viranomaiset tekevät varastojen luona,

sen varmistamiseksi, ettei ostetusta voista suoriteta maksua väärin perustein, olisi lyhennettävä voita koskevaa koeaikaa ja täsmennettävä, että kaikkien vaadittavien edellytysten täyttyminen on tarkistettava ennen maksun suoritusta; myyjille annettava mahdollisuus vaihtaa virheelliset voierät virheettömiin voidaan peruuttaa niin, ettei siitä aiheudu vahingollisia seurauksia toimijoille,

yksityistä varastointia koskevien sopimusten mukaisesti varastoitujen tuotteiden varastossa oloa koskevien tarkastusten helpottamiseksi olisi säädettävä erittäin tapahtu-

⁽¹⁾ EYVL N:o L 148, 28.6.1968, s. 13

⁽²⁾ EYVL N:o L 169, 18.7.1968, s. 1

⁽³⁾ EYVL N:o L 187, 13.7.1991, s. 1

⁽⁴⁾ EYVL N:o L 298, 19.11.1994, s. 1

⁽⁵⁾ EYVL N:o L 90, 15.4.1969, s. 12

⁽⁶⁾ EYVL N:o L 53, 24.2.1994, s. 11

vasta varastosta poistamisesta, ellei jäsenvaltio hyväksy pienempää määrää,

ottaen huomioon vain ja kerman nykyisen markkinatilanteen on syytä lykätä yksityisen varastoinnin varastoon viemisen toimien aloittamispäivämäärää ja lyhentää varastoinnin enimmäiskesto, jotta varmistetaan yksityisen varastointijärjestelmän selkeämpi hallinto; on myös säädettävä tuen määrän vahvistamisesta vuosittain,

muilta osin säännöksiä, jotka koskevat interventiotöidenpiteitä, mukaan lukien interventioelinten hallussa olevan vain myyntiä koskevia toimenpiteitä voidaan pitää asianmukaisesti vakiintuneina, ja ne voidaan siten tiettyjen teknisten mukautusten jälkeen säilyttää,

julkiseen ja yksityiseen varastointijärjestelmään sovelletta-
vaan maatalouden muutokurssiin vaikuttavat tosiseikat määritetään komission asetuksessa (ETY) N:o 1756/93⁽¹⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 267/95⁽²⁾, ja

maidon ja maitotuotteiden hallintokomitea ei ole antanut lausuntoa puheenjohtajansa asettamassa määräajassa,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

Tässä asetuksessa vahvistetaan interventiotöidenpiteiden soveltamista koskevat yksityiskohtaiset säännöt, joista säädetään maito- ja maitotuotealalla asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklassa.

I OSASTO

Vain julkiset interventio-ostot ja -myynti

2 artikla

Interventioelimet saavat ostaa ainoastaan sellaista voita, joka vastaa asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 1 kohdassa säädettyä määritelmää, liitteessä I tarkoitettuja laatuvaatimuksia ja täyttää seuraavat edellytykset:

- laatu on tarkastettu liitteissä I, III ja IV tarkoitettujen määritysmenetelmien mukaisesti ja liitteessä V olevien yksityiskohtaisten sääntöjen mukaisesti otettujen näytteiden perusteella; siltä osin kuin on kyse laadunvalvonnasta, jäsenvaltiot voivat tiettyjen laatuvaatimusten ja tiettyjen hyväksyttyjen yritysten osalta komission suostumuksella laatia valvonnassaan toimivan, itse tapahtuvaan tarkastukseen perustuvan järjestelmän;

- vain radioaktiivisuus ei ylitä enimmäistasoja, joita sovelletaan yhteisön lainsäädännön perusteella;

yhteisöstä peräisin oleviin tuotteisiin sovelletaan tasojä, jotka vahvistetaan neuvoston asetuksen (ETY) N:o 737/90⁽³⁾ 3 artiklassa; tuotteen radioaktiivisen saastunnan määrä tarkastetaan ainoastaan, jos tilanne niin vaatii, ja vain tarpeellisen ajanjakson kuluessa; valvontatöidenpiteiden kesto ja laajuus määritetään tarvittaessa asetuksen (ETY) N:o 804/68 30 artiklassa säädettävä menettelyä noudattaen;

- voi on valmistettu niiden 14 päivän kuluessa, jotka edeltävät päivää, jona interventioelin vastaanottaa vain myyntitarjouksen;

- tämän asetuksen 4 artiklassa tarkoitettua vähimmäismäärää, käärimistä ja pakkaamista noudatetaan.

3 artikla

- Asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 1 kohdassa tarkoitettu yritys hyväksytään ainoastaan, jos:

- se hyväksytään neuvoston direktiivin 92/46/ETY⁽⁴⁾ 10 artiklan mukaisesti ja sen käytettävissä on asianmukainen tekninen laitteisto;
- se sitoutuu pitämään kunkin jäsenvaltion toimivaltaisen viranomaisen määräämiä rekistereitä, joissa säilytetään tiedot raaka-aineiden alkuperästä, tuotetun vain määristä ja pakkaamisesta sekä kunkin julkiseen interventioon tarkoitun valmistuserän tunnistet ja poistuspäivämäärä;
- se suostuu siihen, että vain, jota voidaan tarjota interventioon, valmistus joutuu erityiseen viralliseen valvontaan, tai tarvittaessa sitoutuu täyttämään liitteessä II tarkoitettun kansallisen luokituksen vaatimukset;
- sitoutuu vähintään kaksi työpäivää etukäteen ilmoittamaan valvonnasta vastaavalle toimivaltaiselle elimelle aikomuksestaan valmistaa voita julkista interventiotä varten. Jäsenvaltio voi kuitenkin asettaa lyhyemmän määräajan.

- Tämän asetuksen noudattamisen varmistamiseksi toimivaltaisten elinten on järjestettävä tarkastuksia paikalla ilman ennakoilmoitusta kyseisten tuotantoyritysten interventiovoim valmistusohjelman mukaan.

Näihin tarkastuksiin on sisällyttävä vähintään:

- yksi tarkastus 28:aa valmistuspäivää kohden, kun on kyse valmistuksesta interventioon, ja vähintään kerran vuosipuoliskon aikana 1 kohdan b alakohdassa tarkoitettujen tietojen tarkastamiseksi,

⁽¹⁾ EYVL N:o L 161, 2.7.1993, s. 48

⁽²⁾ EYVL N:o L 31, 10.2.1995, s. 6

⁽³⁾ EYVL N:o L 82, 29.3.1990, s. 1

⁽⁴⁾ EYVL N:o L 268, 14.9.1992, s. 1

— yksi tarkastus vuosipuoliskoa kohden 1 kohdassa tarkoitettujen hyväksymisedellytysten täyttymisen tarkastamiseksi.

3. Hyväksyminen peruutetaan, jos 1 kohdassa säädetyt alkuedellytykset eivät enää täyty. Asianomaisen yrityksen pyynnöstä hyväksyminen voidaan palauttaa aikaisintaan kuuden kuukauden kuluttua ja perusteellisen tarkastuksen jälkeen.

Jos todetaan, että yritys on muusta syystä kuin ylivoimaisen esteen vuoksi laiminlyönyt 1 kohdan b, c tai d alakohdassa tarkoitettujen velvoitteidensa noudattamisen, hyväksyminen peruutetaan väliaikaisesti 1—12 kuukaudeksi sen mukaan, miten vakavasta sääntöjen vastaisuudesta on kyse.

Jäsenvaltio voi päättää luopua edellä tarkoitettusta hyväksymisen tilapäisestä peruuttamisesta, jos todetaan, että sääntöjen vastaisuus ei ole aiheutunut tahallisesta menettelystä eikä törkeästä huolimattomuudesta ja sen merkitys 2 kohdassa tarkoitettujen tarkastusten tehokkuuden kannalta on vähäinen.

4. Edellä olevien 2 ja 3 kohdan mukaisesti tehdyistä tarkastuksista on laadittava kertomus, jossa on mainittava:

- tarkastuksen päivämäärä,
- tarkastuksen kesto,
- tehdyt toimet.

Vastaavan virkailijan on allekirjoitettava tarkastuskertomus.

5. Jäsenvaltioiden on annettava 2 ja 3 kohdassa säädetyt tarkastuksia koskevat toteutetut toimenpiteet tiedoksi komissiolle yhden kuukauden kuluessa toimenpiteiden vahvistamisesta.

6. Jos voita tarjotaan interventiota varten muussa kuin voim tuottajajäsenvaltiossa, ostoa varten on esitettävä tuottajajäsenvaltion toimivaltaisen elimen antama todistus, jossa on 4 artiklan 4 kohdan a, b ja d alakohdassa tarkoitettut tiedot.

Jos tuottajajäsenvaltio on tehnyt 2 artiklan a alakohdassa tarkoitettut tarkastukset, todistuksessa on myös mainittava niiden tulokset. Tällöin 4 artiklan 3 kohdassa tarkoitettu pakkaus on suljettava tuottajajäsenvaltion toimivaltaisen elimen numeroimalla tarralla. Tämän numeron on oltava edellä tarkoitettussa todistuksessa.

4 artikla

1. Tarjouksen vähimmäismäärä on 10 tonnia. Jäsenvaltiot voivat määrätä, että voita on tarjottava täysinä tonneina.

2. Voi pakataan nettopainoltaan vähintään 25 kilogramman lohkoihin.

3. Pakkausten on oltava uusia, ne on valmistettava kestävästä materiaaleista ja niiden on oltava siten suunniteltuja, että ne suojaavat voita kuljetukseen, varastointiin ja myyntiin liittyvien toimenpiteiden ajan.

4. Pakkauksessa on oltava ainakin seuraavat merkinnät tarvittaessa koodina:

- a) hyväksymisnumero, joka yksilöi tuotantolaitoksen ja tuottajavaltion;
- b) valmistuspäivä;
- c) päivä, jona voi on saapunut varastoon;
- d) toimituksen ja pakkauksen numero;
- e) maininta "imelästä kermasta valmistettua voita", jos voim vesifaasin pH vastaa tätä mainintaa;
- f) liitteessä II tarkoitettu kansallinen laatuluokka, jos tuottajajäsenvaltio vaatii sen.

Jäsenvaltiot voivat määrätä, että varastoon saapumisen päivämäärää ei ole pakko merkitä pakkauksiin, jos varastosta vastaava sitoutuu pitämään rekisteriä, johon edellisessä alakohdassa tarkoitettut tiedot kirjoitetaan varastoon saapumisen päivänä.

5. Interventioelimen on kirjattava päivämäärä, jona se vastaanottaa myyntitarjouksen, vastaavat määrät ja valmistuspäivät sekä paikka, johon tarjottu voi on varastoitu. Kun tarjouksen tiedot on tarkistettu, interventioelimen on viipymättä annettava päivätty ja numeroitu toimitusvahvistus, jossa on seuraavat tiedot:

- a) toimitettava määrä;
- b) voim toimitusaikataulu;
- c) kylmävarastot, joihin voi on toimitettava.

5 artikla

1. Tässä osastossa haltuunottopäivällä tarkoitetaan päivää, jona voi saapuu interventioelimen määräämään kylmävarastoon, kuitenkin aikaisintaan toimitusvahvistuksen antamista seuraavaa päivää. Siltä osin kuin 2 artiklassa tarkoitettujen vaatimusten noudattaminen varmistetaan, maksu voista suoritetaan ajanjaksona, joka alkaa 45 päivää ja päättyy 65 päivää voim haltuunoton jälkeen.

2. Voita koskee varastoinnin koeaika. Tämän koeajan pituudeksi vahvistetaan 30 päivää haltuunottopäivästä.

3. Tarjouksellaan myyjä sitoutuu, jos interventioelimen määräämään varastoon saapumisen yhteydessä tehtävä tarkastus osoittaa, ettei voi ole 2 artiklassa vahvistettujen vaatimusten mukaista, tai jos voim aistinvarainen vähimmäislaatu varastoinnin koeajan lopussa osoittautuu liitteessä I vahvistettua vähimmäislaatua huonommaksi:

- ottamaan kyseisen voim takaisin,
- maksamaan kyseisen voim varastointikustannukset haltuunottopäivästä poistumispäivään.

Nämä varastointikustannukset vahvistetaan kiinteästi tonnia kohden seuraavasti:

- a) 28,00 ecua kiinteiden kulujen osalta;
- b) 0,45 ecua varastointipäivää kohden kylmävarastoinnin kulujen osalta.

Nämä määrät kirjataan hyvityksinä Euroopan maatalouden ohjaus- ja tukirahaston (EMOTR) tukiosaston tilille.

6 artikla

1. Jäsenvaltioiden on vahvistettava tekniset vaatimukset säätämällä erityisesti enintään +15 celsiusasteen varastointilämpötilasta, siltä osin kuin on kyse asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 1 kohdan kolmannessa alakohdassa tarkoitetuista kylmävarastoista, sekä totutettava muut tarvittavat toimenpiteet voim säilymisen takaamiseksi. Tähän liittyvät vaarat katetaan vakuutuksella, joka voi olla muodoltaan sopimukseen perustuva varastojen velvoite tai interventioelimen yleinen vakuutus; jäsenvaltio voi myös toimia omana vakuutuksenantajanaan.

2. Interventioelinten on vaadittava, että voi viedään varastoon ja varastoidaan kuormalavoille siten, että voierät on helppo tunnistaa ja niitä on helppo käsitellä.

3. Tarkastuksista vastaavan toimivaltaisen elimen on myös toteutettava komission asetuksen (ETY) N:o 618/90 (1) 4 artiklassa säädetty tarkastus sen varmistamiseksi, että tuotteet ovat varastossa.

7 artikla

1. Interventioelimen on valittava käytettävissä olevista kylmävarastoista se, joka sijaitsee lähinnä voim varastointipaikkaa.

Jos muun varaston valinta ei aiheuta varastoinnin lisäkustannuksia, elin voi kuitenkin:

- a) valita muun varaston, joka sijaitsee enintään 2 kohdassa tarkoitettua etäisyydellä;
- b) valinta muun, edellä mainittua etäisyyttä kauempana sijaitsevan varaston, jos sen valinta vähentää kustannuksia, kun otetaan huomioon varastoinnista ja kyseisestä kuljetuksesta aiheutuvat kustannukset. Tällöin interventioelimen on viipymättä ilmoitettava valintansa komissiolle.

2. Asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 1 kohdan neljännessä alakohdassa tarkoitetuksi enimmäisetäisyydeksi vahvistetaan 350 kilometriä. Tämän etäisyyden ylittävältä osalta vahvistetaan interventioelimelle aiheutuviksi kuljetuksen lisäkustannuksiksi 0,065 ecua tonnia ja kilometriä kohden.

Jos ostava interventioelin kuuluu muun jäsenvaltion kuin sen alaisuuteen, johon tarjottu voi on varastoitu, ensimmäisessä alakohdassa tarkoitettua enimmäisetäisyyttä laskettaessa ei kuitenkaan oteta huomioon myyjän varaston ja sen jäsenvaltion rajan välistä etäisyyttä, jonka alaisuuteen interventioelin kuuluu.

3. Interventioelin vastaa 2 kohdassa tarkoitetuista lisäkustannuksista ainoastaan, jos voim lämpötila sen saapuessa varastoon on enintään 6 celsiusastetta.

8 artikla

1. Kun voi toimitetaan vapaasti varastosta, interventioelimen on voita pois vietäessä luovutettava voi noudettavaksi kylmävaraston lastauslaiturilla kuormalavoilla ja lastattuna kuljetusvälineeseen, jos tämä on kuorma-auto tai rautatievaunu. Interventioelin vastaa tästä aiheutuneista kustannuksista, ja voim ostaja vastaa mahdollisen ahtauksen tai kuormalavoilta nostamisen kustannuksista.

2. Elintarvikeavun hankinnan yhteydessä sovelletaan 1 kohdan säännöksiä.

3. Interventioelimen hallussa olevan voim myyntiä koskevat muut säännökset vahvistetaan tapauskohtaisesti.

II OSASTO

Voin tai kerman yksityisen varastoinnin tuet

9 artikla

Asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 2 kohdassa tarkoitettujen kerman ja voim yksityistä varastointia koskevien sopimusten osapuolina ovat jäsenvaltioiden interventioelimet ja luonnolliset tai oikeushenkilöt, jäljempänä "sopimusosapuolet".

10 artikla

1. Yksityistä varastointia koskeva sopimus voidaan tehdä ainoastaan asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua kermasta ja voista, jotka on tuotettu 3 artiklan 1 kohdan mukaisesti hyväksytyssä yrityksessä sopimusperusteisen varastoinnin alkamispäivää edeltävien 28 päivän kuluessa. Voim on vastattava liitteessä II tarkoitettua tuottajajäsenvaltion kansallista laatuluokkaa, eikä voim radioaktiivisuus saa ylittää 2 artiklan b alakohdassa tarkoitettuja suurimpia sallittuja arvoja.

(1) EYVL N:o L 67, 15.3.1990, s. 21

Varastointisopimusta ei voida tehdä voista tai kermasta:

- a) joista on haettu muissa yhteisön säännöksissä säädettyä suoran kulutuksen tukea;
- b) jotka ovat neuvoston asetuksen (ETY) N:o 565/80 (1) 5 artiklan 1 kohdassa tarkoitettussa järjestelmässä; myöhempää tähän järjestelmään saattamista pidetään 7 kohdassa tarkoitettuna varastosta poistumisena.

2. Tässä osastossa tarkoitetaan "erällä" vähintään yhden tonnin voi- tai kermamäärää, jonka koostumus ja laatu ovat tasaiset ja joka on saapunut samaan varastoon samana päivänä.

3. Jos voi varastoidaan muussa kuin siinä jäsenvaltiossa, jossa se on tuotettu, sopimuksen tekeminen edellyttää, että esitetään tuottajajäsenvaltion toimivaltaisen elimen antama todistus, jossa on 6 kohdan a, b ja d alakohdissa tarkoitettut tiedot sekä vahvistus siitä, että voi vastaa liitteessä II tarkoitettua tuottajajäsenvaltion kansallista laatuluokkaa.

4. Varastointisopimus laaditaan kirjallisena, se koskee yhtä tai useampaa erää, ja siinä on oltava määräykset seuraavista asioista:

- a) voin tai kerman määrä, johon sopimusta sovelletaan;
- b) tuen määrä, sanotun kuitenkin rajoittamatta 16 artiklan soveltamista;
- c) sopimuksen täytäntöönpanoon liittyvät päivämäärät ottaen huomioon asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 2 kohdan neljännen alakohdan toisen virkkeen säännökset;
- d) kylmävarastojen tunnistetiedot.

5. Valvontatoimenpiteet, erityisesti 11 artiklassa tarkoitettut, sekä 6 kohdassa tarkoitettut tiedot on sisällytettävä toimitusehtoihin, jotka varastointijäsenvaltion interventioelin laatii. Varastointisopimuksessa on viitattava näihin toimitusehtoihin.

6. Toimitusehdoissa on määrättävä, että jokaisen erän pakkauksissa on oltava ainakin seuraavat merkinnät, tarvittaessa koodina:

- a) hyväksymisnumero, joka yksilöi valmistuslaitoksen ja valmistusjäsenvaltion;
- b) valmistuspäivä;
- c) varastoon saapumisen päivä;
- d) erän numero;
- e) maininta "suolattu", jos on kyse asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 2 kohdan ensimmäisen alakohdan kolmannessa luetelmakohdassa tarkoitettusta voista;

f) liitteessä II tarkoitettu kansallinen laatuluokka;

g) nettopaino.

Jäsenvaltiot voivat määrätä, että varastoon saapumisen päivämäärää ei ole pakko merkitä pakkauksiin, jos varastosta vastaava sitoutuu pitämään rekisteriä, johon edellisessä alakohdassa tarkoitettut tiedot kirjoitetaan varastoon saapumisen päivänä.

7. Sopimusperusteisen varastoinnin alkamispäivä on varastoon saapumisen päivää seuraava päivä. Sopimusperusteisen varastoinnin viimeinen päivä on varastosta poistumisen päivää edeltävä päivä.

Varastoijan tukihakemus voi koskea ainoastaan voi- tai kermaeriä, joiden osalta varastoon viemisen toimet on saatettu päätökseen.

Hakemuksen on saavuttava interventioelimelle 30 päivän kuluessa varastoon saapumisen päivästä. Interventioelimen on kirjattava hakemuksen vastaanottopäivä. Jos hakemus kuitenkin saapuu interventioelimelle viiden työpäivän kuluessa edellä tarkoitettun määräajan päättymisestä, varastointisopimus voidaan tehdä, mutta tuen määrää alennetaan 30 prosentilla.

Varastointisopimus on tehtävä 30 päivän kuluessa hakemuksen kirjaamispäivästä.

Edellä 3 kohdassa tarkoitettussa tapauksessa varastointisopimus on tehtävä 60 päivän kuluessa päivästä, jona hakemus kirjataan.

11 artikla

1. Jäsenvaltion on huolehdittava siitä, että tuen saamisen oikeutta koskevia kaikkia edellytyksiä noudatetaan.

2. Sopimuspuolen on annettava toimenpiteen valvonasta vastaavan toimivaltaisen elimen käyttöön kaikki asiakirjat, joiden avulla voidaan erityisesti varmistaa seuraavat asiat, siltä osin kuin on kyse yksityisesti varastoiduista tuotteista:

- a) hyväksymisnumero, joka yksilöi tuotantolaitoksen ja valmistusjäsenvaltion;
- b) valmistuspäivä;
- c) varastoon saapumisen päivä;
- d) erän numero;
- e) tuotteiden paikalla olo varastossa;
- f) varastosta viemisen päivä.

3. Sopimuspuolen tai tarvittaessa tämän asemesta varaston johtajan on pidettävä jokaisen sopimuksen osalta tavarakirjanpitoa, joka on varaston käytettävissä ja johon sisältyvät seuraavat tiedot:

(1) EYVL N:o L 62, 7.3.1980, s. 5

- a) yksityisesti varastoidut tuotteet yksilöivä sopimuksen numero;
- b) varastoon saapumisen ja varastosta viemisen päivämäärät;
- c) voin tai kerman määrä erittäin ilmoitettuna;
- d) tuotteiden sijainti varastossa.

4. Varastoitujen tuotteiden on oltava helposti tunnistettavissa ja käsiteltävissä sekä sopimuskohtaisesti yksilöityjä.

5. Varastoon vietäessä tai 21 päivän kuluessa tukihakemuksen kirjaamispäivästä toimivaltaisen elimen on tehtävä tarkastuksia sen varmistamiseksi, että varastoidut tuotteet ovat tukeen oikeutettuja. Näissä tarkastuksissa on erityisesti tunnistettava tuotteet ja tarkistettava niiden paino sekä tutkittava niiden luonne pistokokein.

6. Valvonnasta vastaavan kansallisen viranomaisen on:

- a) — joko sinetöitävä kaikki tiettyyn sopimukseen, erään tai pienempään määrään liittyvät tuotteet 5 kohdassa tarkoitetun tarkastuksen suoritushetkellä,
 - tai tehtävä ennalta ilmoittamatta pistokoetarkastus sen varmistamiseksi, että tuotteet ovat varastossa. Otetun näytteen on oltava edustava, ja sen on vastattava vähintään 10 prosenttia sopimuksen kattamasta kokonaismäärästä, jota yksityisen varastoinnin tukitoimenpide koskee;
- b) tuotteita varastosta vietäessä tehtävä pistokoetarkastus, joka koskee tuotteiden tunnistamista ja painoa. Tätä varten varastoijan on ilmoitettava varastosta viemisestä toimivaltaiselle elimelle vähintään viisi työpäivää ennen varastosta viemisen toimien aloittamista ja osoitettava varastosta vietävät erät. Jäsenvaltio voi kuitenkin hyväksyä lyhyemmän määräjän.

7. Edellä olevien 5 ja 6 kohdan perusteella tehdyistä tarkastuksista on laadittava kertomus, jossa on mainittava:

- tarkastuspäivä,
- tarkastuksen kesto,
- toteutetut toimet.

Vastuullisen virkailijan on allekirjoitettava tarkastuskertomus.

8. Jos paljastuu poikkeamia, jotka koskevat yli viittä prosenttia tarkastetusta määrästä, tarkastus laajennetaan ottamalla toimivaltaisen elimen määräämä suurempi näyte.

12 artikla

1. Asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua yksityisen varastoinnin tukea voidaan myöntää ainoastaan, jos varastoinnin kesto on vähintään 90 päivää. Tuen enimmäismäärä on 210 päivän varastointia vastaava määrä.

2. Varastoon viemisen toimet voidaan toteuttaa ainoastaan 15 päivän huhtikuuta ja 15 päivän elokuuta välisenä aikana samana vuonna. Varastosta poistamisen toimet voidaan toteuttaa ainoastaan varastointivuoden 16 päivästä elokuuta alkaen.

3. Yksityisen varastoinnin tukea voidaan myöntää ainoastaan, jos varastoinnin kesto on vähintään 90 päivää. Varastosta viemisen tulee tapahtua kokonaisina erinä tai toimivaltaisen elimen luvalla tätä pienempinä määrinä. Edellä 11 artiklan 6 kohdan a alakohdan ensimmäisessä luetelmakohdassa tarkoitettua tapauksessa varastosta vieminen voi koskea ainoastaan sinetöityä määrää.

4. Asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 2 kohdassa tarkoitettu tuen määrä määritetään vuosittain kyseisen vuoden aikana alkavien yksityisen varastoinnin sopimusten osalta mainitun asetuksen 30 artiklassa säädettyä menetettyä noudattaen.

Tuen määrää, varastoon viemisen ja varastosta poistamisen toimien ajanjaksoja sekä varastoinnin enimmäiskestoja voidaan muuttaa tehtävien sopimusten osalta kyseisen vuoden aikana, jos markkinatilanne tätä edellyttää.

5. Tuki maksetaan asianosaisen pyynnöstä viimeistään 120 päivän kuluttua sopimusperusteisen varastoinnin viimeisestä päivästä. Jos meneillään on kuitenkin hallinnollinen tutkinta, joka koskee oikeutta tukeen, maksu suoritetaan vasta, kun oikeus tukeen on vahvistettu.

Kun sopimusperusteinen varastointi on jatkunut 60 päivää, tuesta voidaan asianosaisen pyynnöstä maksaa yksi ennakko, jos varastoija antaa vakuuden, jonka määrä on ennakon määrä 10 prosentilla korotettuna. Tämän ennakon laskentaperusteena käytetään 120 päivän varastointia.

13 artikla

1. Jos voin tai kerman laatu on 60 ensimmäisen varastointipäivän jälkeen alentunut enemmän kuin säilytetäessä tavanomaisesti, sopimuspuolille voidaan yhden kerran erää kohden antaa mahdollisuus omalla kustannuksellaan antaa virheellisten määrien tilalle sama määrä asetuksen (ETY) N:o 804/68 6 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua voita tai kermaa.

2. Edellä 1 kohdassa tarkoitettua tapauksessa tuki lasketaan siten, että sopimusperusteisen varastoinnin ensimmäinen päivä on sopimuksessa 10 artiklan 7 kohdan ensimmäisen alakohdan mukaisesti mainittu sopimusperusteisen varastoinnin alkamispäivä.

14 artikla

1. Kun on kyse voista, jonka sopimusperusteinen varastointi on kestänyt vähintään 60 päivää, sopimuspuoli voi poiketen siitä, mitä 12 artiklan 3 kohdassa säädetään,

poistaa varastosta sopimuksen kattaman yhden tai useamman erän tai toimivaltaisen elimen suostumuksella tätä pienemmän määrän, jos voi 60 päivän kuluessa varastosta poistumisesta joko sellaisenaan tai voiöljyksi jalostamisen jälkeen:

- poistuu yhteisön tullialueelta,
- saapuu määräpaikkaansa komission asetuksen (ETY) N:o 3665/87⁽¹⁾ 5 artiklan 1 kohdassa tarkoitetuissa tapauksissa, tai
- sijoitetaan asetuksen (ETY) N:o 3665/87 38 artiklan säännösten mukaisesti hyväksyttyyn muonitusvarastoon.

Sopimuspuolen on ilmoitettava asiasta interventioelimelle viimeistään viisi työpäivää ennen varastosta poistamisen toimien alkamista ja mainittava maasta vietävät määrät. Jäsenvaltio voi kuitenkin hyväksyä lyhyemmän määräajan.

2. Edellä 1 kohdassa tarkoitettussa tapauksessa:

- a) todiste viennistä on esitettävä asetuksen (ETY) N:o 3665/87 säännösten mukaisesti kuten vientitukea varten;
- b) 12 artiklan 4 kohdan mukaisesti määritetty tuki lasketaan varastoinnin keston lyhenemisen mukaan;
- c) jos 1 kohdassa tarkoitettua 60 päivän määräaika ei noudateta, kyseistä määrää koskevaa tukea alennetaan 15 prosentilla ja lisäksi 5 prosentilla jokaiselta 60 päivän määräajan ylittävältä päivältä;
- d) 12 artiklan 5 kohdan toisessa alakohdassa tarkoitettu vakuus vapautetaan, kun todiste viennistä esitetään a alakohdan säännösten mukaisesti vähentäen b alakohdassa tarkoitettua tuen vähentämistä vastaava määrä.

15 artikla

1. Kerman varastoinnin tukea voidaan myöntää ainoastaan pastöroidusta kermasta, jonka rasvapitoisuus on vähintään 35 prosenttia ja enintään 80 prosenttia.

Jäsenvaltiot voivat kuitenkin sallia sopimuspuolten sitoutuvan noudattamaan vapaaehtoisesti kaikkia markkinointivuoden aikana tehtyihin sopimuksiin liittyviä erä koskevaa yhtenäistä vähimmäisrasvapitoisuutta, joka vahvistetaan ennakolta ja joka on edellisessä alakohdassa tarkoitetuissa rajoissa.

2. Tuen laskentaa varten kermamäärät muunnetaan voiekvivalenteiksi suhteessa rasvapitoisuudeltaan 82-pro-

senttiseen voihin siten, että kerman rasvamäärä kerrotaan kertoimella 1,20.

3. Toimivaltaisen elimen hyväksymä laboratorio tarkastaa 1 kohdan ensimmäisessä alakohdassa tarkoitettua rasvapitoisuuden ennen kerman jäädyttämistä.

4. Jos 1 kohdan toista alakohtaa sovelletaan, tuki myönnetään ennakolta vahvistetun vähimmäisrasvapitoisuuden perusteella.

Tällöin jäsenvaltioiden on tarkastettava satunnaisotannalla rasvapitoisuus 3 kohdan mukaisesti usein ja ennalta ilmoittamatta tehtävin tarkastuksin.

Jos tällaisessa tarkastuksessa todetaan, että rasvapitoisuus on pienempi kuin ennalta vahvistettu vähimmäispitoisuus, seuraavia säännöksiä sovelletaan kaikkiin eriin, jotka ovat saapuneet varastoon viimeisen sellaisen tarkastuksen jälkeen, joka ei ole antanut aihetta huomautuksiin:

- a) kyseisistä eristä ei makseta tukea. Jos todettu rasvapitoisuus kuitenkin alittaa ennakolta vahvistetun vähimmäispitoisuuden alle kahdella prosentilla, tukea maksetaan todetun rasvapitoisuuden mukaan kuitenkin siten, että tuen määrää vähennetään 10 prosentilla;
- b) edellä olevan 1 kohdan toista alakohtaa ei enää sovelleta kyseiseen varastoijaan jäljellä olevana varastointiaikana.

16 artikla

Jos komission asetuksen (ETY) N:o 1589/87⁽²⁾ mukaisesti tarjouskilpailulla vahvistettu ja kansallisessa valuutassa ilmaistu, sopimusperusteisen varastoinnin alkamispäivänä voimassa oleva enimmäisostohinta:

- a) on suurempi kuin sopimusperusteisen varastoinnin viimeisenä päivänä voimassa oleva enimmäisostohinta, 12 artiklan 4 kohdan mukaisesti määritettyä tukea korotetaan sillä enimmäisostohinnan vähennyksen osalla, joka ylittää kaksi prosenttia sopimusperusteisen varastoinnin alkamispäivänä voimassa olleesta hinnasta;
- b) on pienempi kuin sopimusperusteisen varastoinnin viimeisenä päivänä voimassa oleva enimmäisostohinta, 12 artiklan 4 kohdan mukaisesti määritettyä tukea alennetaan sillä enimmäisostohinnan lisäyksen osalla, joka ylittää kaksi prosenttia sopimusperusteisen varastoinnin alkamispäivänä voimassa olleesta hinnasta. Tuen alennus ei voi kuitenkaan olla suurempi kuin tarkoitettua tuen kokonaismäärä.

⁽¹⁾ EYVL N:o L 351, 14.12.1987, s. 1

⁽²⁾ EYVL N:o L 146, 6.6.1987, s. 27

17 artikla

Kumotaan asetus (ETY) N:o 685/69. Sitä sovelletaan kuitenkin yksityistä varastointia koskeviin sopimuksiin, jotka on tehty ennen tämän asetuksen voimaantuloa.

Viittauksia asetukseen (ETY) N:o 685/69 on pidettävä viittauksina tähän asetukseen.

18 artikla

Tämä asetus tulee voimaan kolmantena päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

Sitä sovelletaan 1 päivästä maaliskuuta 1995.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Brysselissä 28 päivänä helmikuuta 1995.

Komission puolesta

Franz FISCHLER

Komission jäsen

LIITE I

KOOSTUMUSTA KOSKEVAT VAATIMUKSET, LAATUOMINAISUUDET JA MÄÄRITYSMENETELMÄT

Voi on pääasiallisesti kiinteää emulsiotyyppiä vesi rasvassa, ja sen koostumus ja laatuominaisuudet ovat seuraavat:

Ominaisuus	Pitoisuus, laatuominaisuus	Määrittymenetelmä
rasva	vähintään 82 %	IDF-standardi 80/1977
vesi	enintään 16 %	IDF-standardi 80/1977
rasvaton kuiva-aine	enintään 2 %	IDF-standardi 80/1977
vapaat rasvahapot ⁽¹⁾	enintään 1,2 mmol/100 g rasvaa	IDF-standardi 6B/1989
peroksidiluku ⁽¹⁾	enintään 0,3 mekv. happea/1 000 g rasvaa	IDF-standardi 74A/1991 Maitorasvan eristäminen: esitetään IDF-standardissa 6B/1989 (suojaaminen valolta)
koliryhmän bakteerit	ei havaittavissa 1 g:ssa	IDF-standardi 73A/1985
muut kuin maitorasva ⁽¹⁾	ei havaittavissa triglyseridimäärityksellä	liite III
sterolimerkkinaineet ⁽²⁾	ei havaittavissa	komission asetus (EY) N:o 86/94, EYVL N:o L 17, 20.1.1994, s. 7
muut merkkiaineet ⁽²⁾	ei havaittavissa	toimivaltaisen viranomaisen hyväksymät menetelmät
aistinvaraiset ominaisuudet	vähintään neljä pistettä viidestä ulkonäön, maidon ja kiinteyden osalta	liite IV
irrallinen vesi	vähintään neljä pistettä viidestä	IDF-standardi 112A/1989

⁽¹⁾ Näitä kolmea ominaisuutta koskevia standardeja sovelletaan kuuden kuukauden ajan julkaisemisesta virallisessa lehdessä. Tarvittaessa standardeja tarkistetaan jäsenvaltioissa saatujen ja komissiolle toimitettujen tietojen perusteella.

⁽²⁾ Asetuksissa (ETY) N:o 3143/85, (ETY) N:o 570/88 ja (ETY) N:o 429/90 hyväksytyt merkkinaineet.

*LIITE II***KANSALLINEN LAATULUOKKA**

- "beurre de laiterie; qualité extra; melkerijboter; extra kwaliteit", kun on kyse belgialaisesta voista,
 - "smør af første kvalitet", kun on kyse tanskalaisesta voista,
 - "Markenbutter", kun on kyse saksalaisesta voista,
 - "pasteurisé A", kun on kyse ranskaisesta voista,
 - "Irish creamery butter", kun on kyse irlantilaisesta voista,
 - tuotettu yksinomaan maidosta saadusta sentrifugoidusta ja pastöroidusta kermasta, kun on kyse italialaisesta voista,
 - "Marque Rose" tai "Beurre de première qualité", kun on kyse luxemburgilaisesta voista,
 - "Extra kwaliteit", kun on kyse alankomaalaisesta voista,
 - "Extra selected", kun on kyse isobritannialaisesta voista, ja "premium", kun kyse pohjoisirlantilaisesta voista,
 - tuotettu yksinomaan maidosta saadusta sentrifugoidusta ja pastöroidusta kermasta, kun on kyse kreikkalaisesta voista,
 - tuotettu yksinomaan pastöroidusta lehmänmaidosta tai pastöroidusta lehmänmaidosta saadusta kermasta, kun on kyse espanjalaisesta voista,
 - tuotettu yksinomaan pastöroidusta lehmänmaidosta tai pastöroidusta lehmänmaidosta saadusta kermasta, kun on kyse portugalilaisesta voista,
 - "Teebutter"-luokitus, kun on kyse itävaltalaisesta laatuvoista,
 - "meijerivoi/mejerismør"-luokitus, kun on kyse suomalaisesta voista,
 - "svenskt smör" -luokitus, kun on kyse ruotsalaisesta voista.
-

LIITE III

MÄÄRITYSMENETELMÄ VIERAIDEN RASVOJEN TOTEAMISEKSI MAITORASVASTA TRIGLYSERIDIEN KROMATOGRAFISEN MÄÄRITYKSEN AVULLA — VERSIO 1

1. Laajuus ja soveltamisala

Tässä standardissa vahvistetaan triglyseridien kaasukromatografinen määritysmenetelmä, jonka avulla voidaan todeta maidon ja maitotuotteiden maitorasvassa olevat vieraat kasvi- ja eläinrasvat kuten naudantali ja ihra.

Kasvi- ja eläinrasvat voidaan erottaa puhtaasta maitorasvasta kvalitatiivisesti ja kvantitatiivisesti huolimatta ruokinta- ja lypsyolosuhteista.

Huomautus 1: Vaikka voihapsen (C4), jota esiintyy yksinomaan maitorasvassa, avulla voidaan tehdä kvantitatiivisia arvioita pienistä ja keskisuurista maitorasvapitoisuuksista kasvirasvoissa, kvalitatiivista ja kvantitatiivista tietoa tuskin saadaan tapauksessa, jossa puhtaaseen maitorasvaan on lisätty enintään 20 % (painoprosenttia) vierasta rasvaa; tämä johtuu siitä, että maitorasvan C4-pitoisuus vaihtelee suuresti, n. 3,5 %:sta 4,5 %:iin (painoprosenttia).

Huomautus 2: Kvantitatiivisia tuloksia voidaan käytännössä saada ainoastaan triglyseridimäärityksillä, koska kasvirasvojen sterolipitoisuus vaihtelee tuotanto- ja käsittelyolosuhteiden mukaan.

2. Määritelmä

Maitorasvan sisältämät vieraat rasvat. Tässä standardissa vierailla rasvoilla tarkoitetaan kaikkia muita kasvi- ja eläinrasvoja kuin maitorasvaa.

3. Menetelmän periaate

Maitorasvan uuttamisen jälkeen valmistetaan perusliuos. Tästä liuoksesta määritetään triglyseridit (kokonaishiililuvut) pakattuja kolonneja käyttäen kaasukromatografisesti. Kun erikokoisten rasvamolekyylien (C24 — C54 — vain parilliset luvut) painoprosenttiarvot sijoitetaan triglyseridikaavaan, vieraat rasvat voidaan joko todeta kvalitatiivisesti tai määrittää kvantitatiivisesti.

Huomautus: Tässä selostettua määritystä noudattaen voidaan käyttää kapillaarikaasukromatografiaa, jos saadaan takeet siitä, että tulokset ovat vertailukelpoiset (¹).

4. Reagenssit

Käytettävien kemikaalien on oltava analyysilaatua.

- 4.1. Kantajakaasu: typpi, puhtausaste $\geq 99,996\%$
- 4.2. Triglyseridistandardeja (²), tyydyttyneitä ja kolesteroleja, vakiomaitorasvan 6.5.4 kohdan mukaiseen vakiointiin
- 4.3. Vedetön metanoli
- 4.4. n-heksaani
- 4.5. n-heptaani
- 4.6. Tolueeni
- 4.7. Dimetyylikloorisilaaniliuos: liuotetaan 50 ml dimetyylikloorisilaania 283 ml:aan tolueenia.
- 4.8. Liekkikaasu: vetyä ja synteettistä ilmaa
- 4.9. Stationaarifaasi: 125/150 μm (100/120 mesh) GasChromQ:n (³) päällä 3 %:n OV-1
- 4.10. 10-prosenttinen kaakaovoiliuos

(¹) Sopivia menetelmiä on jo kuvattu, ks. D. Precht ja J. Molkentin: Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns, Chrompack News 4 16—17 (1993).

(²) Sopivia kaupallisia tuotteita on saatavissa.

(³) Esimerkkejä sopivien alan erikoiskaupasta saatavien tuotteiden kaupanimistä ovat Extrelut, GasChromQ, Chrompack. Annetun tiedon tarkoituksena on helpottaa standardin soveltamista, ei kehoittaa käyttämään tiettyä tuotetta. Raekoon ilmaiseamisessa on siirrytty SI-mittajärjestelmän mukaiseen mikrometriin standardin BS 410: 1988 "British Standard Specification for test sieves" mukaisesti.

5. Laitteisto

Tavanomainen laboratoriovälineistö ja erityisesti seuraavat:

- 5.1. Korkean lämpötilan kaasukromatografi, joka soveltuu vähintään 400—450 °C:n lämpötiloihin ja joka on varustettu liekki-ionisaatiodetektorilla (FID) ja kantajakaasun vakiomassavirtaussäätimellä. Liekki-kaasu: 30 ml/min (H_2), 270 ml/min (synteettinen ilma).

Koska kantajakaasun virtausnopeus on suuri, liekkisuihkun on oltava erityisen leveä.

Huomautus: Koska triglyseridimäärittelyn aikana esiintyy korkeita lämpötiloja, FID:n ja injektorijärjestelmän lasinen sisäputki on puhdistettava usein.

Kaasukromatografissa on oltava septumit, jotka kestävät korkeita lämpötiloja, vuotavat erittäin vähän ja joita voidaan käyttää toistuvasti.

Huomautus: Chromblue (tm) -septumit (Chrompack) ovat sopivia.

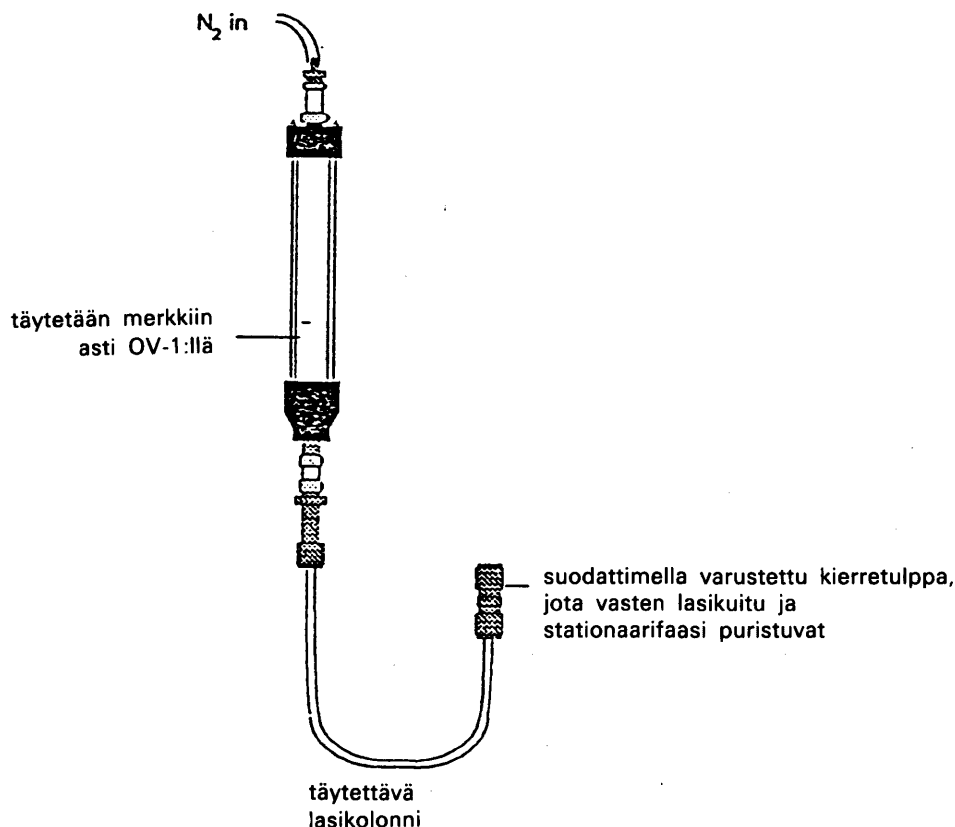
Septumit on vaihdettava säännöllisin väliajoin, esimerkiksi noin sadan injektion jälkeen tai erotuskyvyn heikentyessä (ks. kuva 4).

5.2. Kromatografiakolonni

U-kirjaimen muotoinen lasikolonni (sisäläpimitta 2 mm, pituus 500 mm), joka silanoidaan aluksi 6.1 kohdan mukaisesti dimetyylikloorisilaanilla lasipinnan aktiivisuuden poistamiseksi.

Huomautus: Myös jonkin verran pidemmät (800—2 000 mm) pakatut kolonnit soveltuvat. Niiden avulla voidaan saavuttaa hieman parempi tulosten uusittavuus. Toisaalta stationaarifaasissa esiintyy toisinaan murtumia käytön jälkeen, mikä saattaa puolestaan heikentää kvantitatiivisia tuloksia. Lisäksi FID-liekki sammuu helposti, koska kantajakaasun virtausnopeuden on oltava erittäin suuri, 75—85 ml/min.

5.3. Kolonnin täyttämisen järjestelyt (ks. kuva 1)



Kuva 1: kolonnin täyttäminen

- 5.3.1. Muovikolonni, jonka päissä on kierretulpat ja jossa on stationaarifaasin täyttökorketta osoittava merkki
- 5.3.2. Tiheä seula (reikien koko noin 100 mikrometriä), jossa on kierretulppa, joka kiinnittyy lasikolonnin kuvassa 1 esitetyllä tavalla

- 5.3.3. Deaktivoitua, silanoitua lasivillaa
- 5.3.4. Tärytin, jolla varmistetaan stationaarifaasin tasainen jakautuminen täytön aikana
- 5.4. 1—3 mm:n Extrelut-kolonne (1), jossa on silikageeliä. Tätä kolonnia voidaan vaihtoehtoisesti käyttää maitorasvan uuttamiseen.
- 5.5. 6,4 mm:n (1/4") grafiittitiiviste, jossa on 6 mm:n reikä
- 5.6. Laitteisto, jolla lasikolonnin pinta silanoidaan 6.1 kohdan mukaisesti
- 5.6.1. Wulfin pullo
- 5.6.2. Vesi-imupumppu
- 5.7. Vesihauhe, jonka lämpötilaksi voidaan asettaa $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$
- 5.8. Kuivauskaappi, jonka lämpötilaksi voidaan asettaa $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$ ja $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$.
- 5.9. Mikrolitrapipetti
- 5.10. Asteikolla varustettu 5 ml:n pipetti, jolla voidaan annostella 1,5 ml metanolia
- 5.11. 50 ml:n pyöreäpohjainen pullo
- 5.12. Erlenmeyerpullo, jonka nimellistilavuus on 50 ml
- 5.13. Suppilo
- 5.14. Suodatin, jossa on pieni huokoskoko
- 5.15. Pyöröhaihdutin
- 5.16. Ampulleja, joiden nimellistilavuus on 1 ml ja jotka on voidaan sulkea alumiinitulpalla, jossa on sisäpuolinen kalvo
- 5.17. Injektioruisku, jonka mäntä ei ulotu neulan kärkeen.

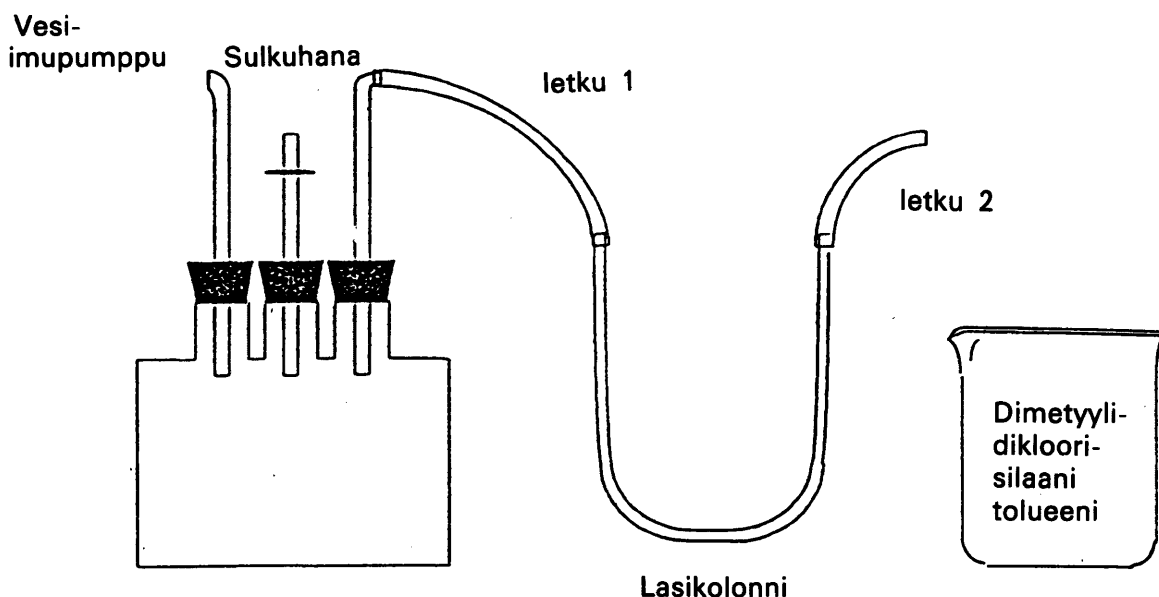
Huomautus: Tällaisen ruiskun avulla saavutetaan parempi tulosten uusittavuus.

Jotta vältetään septumin vioittuminen, neulan kärki olisi tarkastettava säännöllisin väliajoin (esim. stereomikroskoopilla).

6. Menettely

6.1. Kolonnin valmistaminen (silanointi)

Kun Wulffin pullo on liitetty kuvan 2 osoittamalla tavalla vesi-imupumppuun, putki 2 upotetaan 4.7 kohdassa tarkoitettuun liuokseen. Kolonne täytetään sulkemalla sulkuhana; tämän jälkeen poistetaan letku 2.



Kuva 2: silanointijärjestely

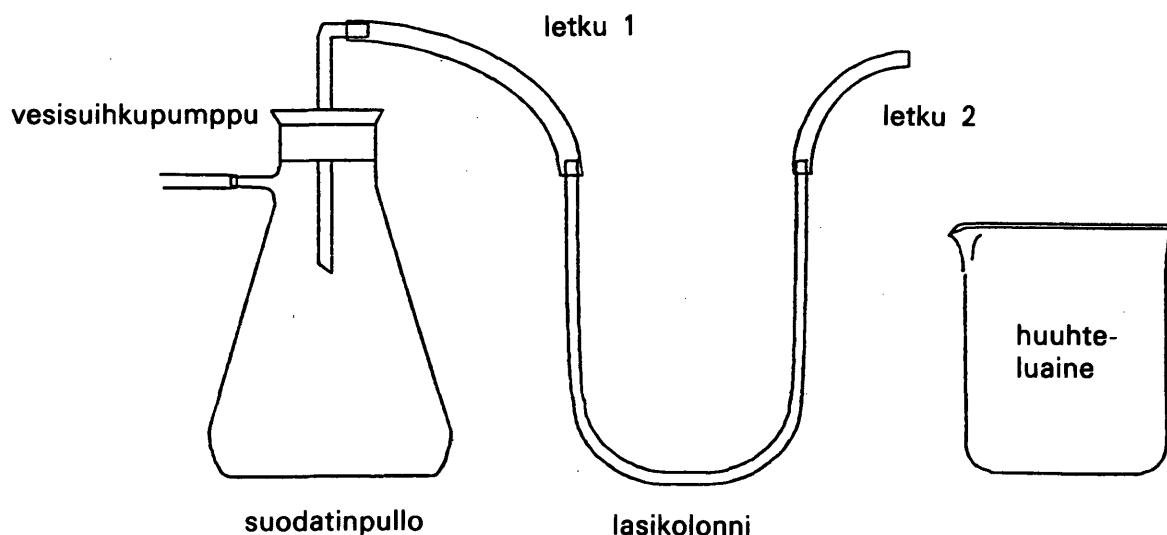
(1) Ks. sivun 11 alaviite 3.

Kolonne kiinnitetään telineeseen ja täytetään kokonaan dimetyylidikloorisilaanin liuoksella käyttäen pipettiä.

Wulffin pullon tilalle vaihdetaan 20—30 minuutin kuluttua suodatinpullo, ja kolonne tyhjennetään liittämällä se vesi-imupumppuun (ks. kuva 3).

6.2. Kolonnin täyttäminen

Seuraavaksi huuhdellaan 75 ml:lla tolueenia ja 50 ml:lla metanolia; tämän jälkeen tyhjennettyä kolonna kuivataan kuivauskaapissa 100 °C:n lämpötilassa noin 30 minuuttia.



Kuva 3: huuhtelujärjestely

Kolonnin täyttämiseen käytetään kuvassa 1 esitettyä järjestelyä. Muovikolonne täytetään 4.9 kohdan mukaisella stationaarifaasilla merkkiin asti.

Täytettävän lasikolonnin alapäähän työnnetään terässauvalla noin 1 cm:n pituinen lasivillatulppa, joka on etukäteen silanoitu. Tämän jälkeen kolonnin pää suljetaan 5.3.2 kohdan mukaisella seulalla. Kolonne täytetään stationaarifaasilla paineen alaisena (3 bar, N₂). Tärytintä siirrellään edestakaisin lasikolonna pitkin, jotta tämä täytyisi yhtenäisesti, kauttaaltaan ja tiiviisti.

Täytön jälkeen kolonnin toiseen päähän painetaan tiivis silanoitu lasivillatulppa, putkesta ulos pistävät kuidut leikataan ja tulppaa työnnetään sisään päin muutama millimetri käyttäen spaattelia.

6.3. Näytteiden valmistaminen

Näytteet valmistetaan käyttäen jotakin seuraavista kolmesta menetelmästä:

6.3.1. Maitorasvan erottaminen voista

Sulatetaan 5—10 g voita sopivassa astiassa 5.7 kohdan mukaisessa vesihauteessa 50 °C:n lämpötilassa. Erlenmeyerpullo (50 ml) ja 5.14 kohdan mukaisella suodattimella varustettu suppilo lämmitetään kuivauskaapissa 50 °C:n lämpötilaan. Sulatetun voinäytteen rasvakeros suodatetaan kyseisellä esilämmitetyllä laitteistolla.

Saatu maitorasva ei sisällä juuri lainkaan fosfolipidejä.

6.3.2. Rasvajakeen uuttaminen Röse-Gottlieb-menetelmällä

Uuttaminen tehdään joko IDF-standardin IC: 1987, 16C: 1987 116A: 1987 tai 22 B: 1987 mukaisesti. Näin saadun maitorasvan fosfolipidit antavat n. 0,1 % kolesterolipiikin.

Menetelmä ei siten vaikuta mainittavasti triglyseridispektriin, joka vakioidaan 100:aan kolesterolin avulla.

6.3.3. Uuttaminen maidosta silikageelikolonnan avulla

Mikrolitrapipetillä annostellaan 0,7 millilitraa 20 °C:n lämpötilaan lämmitettyä maitoa 5.4 kohdan mukaiseen 1—3 ml:n Extrelut-kolonnein, ja maidon annetaan levitä tasaisesti silikageeliin noin 5 minuutin ajan.

Valkuais-lipidikompleksit denaturoidaan lisäämällä pipetillä 1,5 ml metanolia. Tämän jälkeen näyte uutetaan 20 ml:lla n-heksaania. n-heksaani lisätään hitaasti pieninä erinä, ja ulos tippuva liuotin kerätään 50 ml:n pyöreäpohjaiseen pulloon, joka on etukäteen kuivattu tunnettuun vakiopainoon. Uuttamisen jälkeen kolonnan annetaan valua tyhjäksi.

Liuottimet haihdutetaan eluaatista pyöröhaihduttimen avulla vesihauteessa 40—50 °C:n lämpötilassa. Pullo kuivataan ja rasvamäärä määritetään punnitsemalla.

Huomautus: Rasvan uuttaminen Gerber-, Weibull-Berntrop- tai Schmid-Bondzynski-Ratzlaff-menetelmällä taikka maitorasvan erottaminen detergenteillä (BDI-menetelmä) ei sovellu triglyseridi-määrittelyyn, koska näissä menetelmissä rasvafaasiin joutuu suurehkoja määriä osittaisia glyseridejä tai fosfolipidejä.

6.4. Näyteliuoksen valmistus

Kaasukromatografiaa varten käytetään 6.3 kohdassa saadun rasvan 5-prosenttista n-heptaaniliuosta. Tämä näyteliuos valmistetaan punnitsemalla vastaavat määrät 6.3.1 ja 6.3.2 kohdassa saatua näyteainesta ja liuottamalla ne vastaaviin määriin n-heptaania.

Jos näyte on valmistettu 6.3.3. kohdan mukaisesti, pullossa olevaan näyteainekseen lisättävän n-heptaanin määrä lasketaan punnituksen perusteella ja jäännös liuotetaan siihen. Noin 1 ml näyteliuosta pannaan 5.16 kohdan mukaiseen ampulliin.

6.5. Triglyseridien kromatografinen määrittäminen

Kun käytetään korkeaa lämpötilaa (≤ 350 °C) pitkäketjuisten triglyseridien C52—C56 eluointiin, perusviiva alkaa herkästi kohota etenkin, jos kolonneja ei ole riittävästi valmisteltu ennen määrittelyä. Perusviivan kohoaminen korkeassa lämpötilassa voidaan kokonaan ehkäistä joko yhdistämällä kaksi kolonnia tai käyttämällä perusviivan vähennystä.

Kun käytetään kompensointikolonnia tai yhtä kolonnia, on käytettävä 5.5 kohdan mukaisia grafiitti-tiivisteitä; niitä on käytettävä myös injektorin ja detektorin lasiosissa.

6.5.1. Perusviivan korjaus

Perusviivan kohoaminen estetään käyttäen jotakin seuraavista neljästä menetelmästä:

6.5.1.1. Kolonnien yhdistäminen

Käytetään kahta pakattua kolonnia kompensointiin.

6.5.1.2. Perusviivan korjaus kaasukromatografilla

Perusviivan kohoaminen voidaan ehkäistä siten, että käytetään kaasukromatografia ensin ilman rasvaliuoksen injektointia, tallennetaan saatu perusviiva ja vähennetään se määrittelyksen perusviivasta.

6.5.1.3. Perusviivan korjaus integrointiohjelmiston avulla

Perusviivan kohoaminen voidaan ehkäistä siten, että käytetään integrointijärjestelmää ensin ilman rasvaliuoksen injektointia, tallennetaan saatu perusviiva ja vähennetään se määrittelyksen perusviivasta.

6.5.1.4. Perusviivan korjaus kolonnin riittävän esikäsittelyn avulla

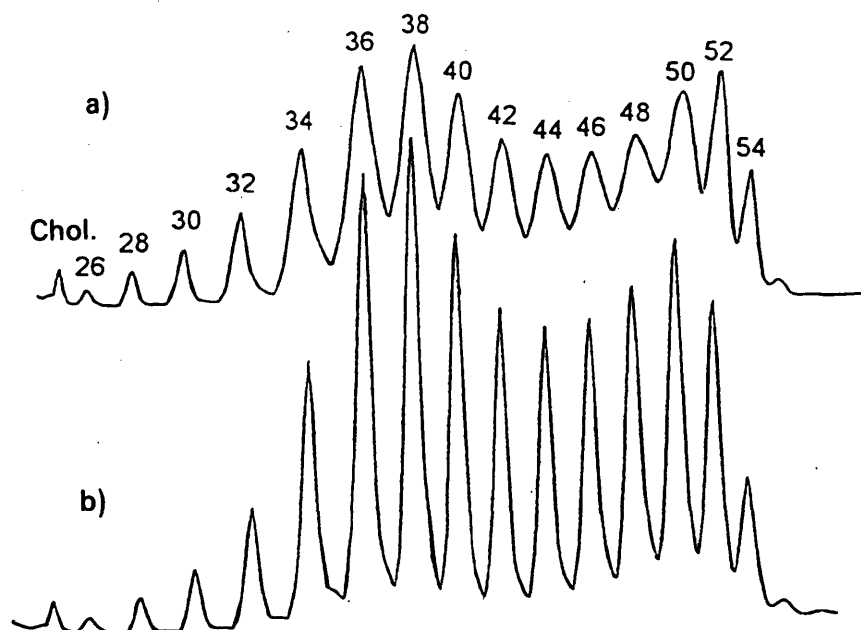
Kun kolonni esikäsitellään alussa riittävästi ja maitorasvaliuosta injektoidaan noin 20 kertaa, perusviivan kohoaminen korkeassa lämpötilassa on usein niin vähäistä, ettei perusviivan korjausta tarvita.

6.5.2. Injektiomenettely

Diskriminaatiovaikutuksen välttämiseksi sovelletaan kuumainjektiomenettelyä, jolla myös saadaan parempia kvantitatiivisia tuloksia, kun on kyse korkeassa lämpötilassa kiehuvista triglyseridikomponenteista. Tässä menettelyssä rasvaliuos imetään ruiskuun ja kylmää neulaa lämmitetään injektiopeässä noin 3 sekunnin ajan ennen injektiota. Tämän jälkeen ruiskun sisältö injektoidaan nopeasti.

Huomautus: Tämä menettely vähentää ruiskussa tai injektiopeässä tapahtuvan fraktioitumisen vaaraa. Suoraa injektointia kolonnin kuumennettuun alkupäähän ei käytetä, koska kyseiseen paikkaan kertyvät septumin hiukaset ja vieraat aineet voidaan helposti eliminoida käytetyn menettelyn avulla, kun injektoriosa vaihdetaan säännöllisesti irrottamatta kolonnia.

Septumin vaurioitumisen välttämiseksi on ehdottomasti varottava taivuttamasta neulan kärkeä koskettamalla sillä näyteastian pohjaa (kärjen taipumista ei aina havaitse paljaalla silmällä).



a) vaurioituneesta septumista aiheutuva huono erotuskyky

b) hyvä erotuskyky

Kuva 4: maitorasvanäytteen triglyseridikromatogrammi

6.5.3. Pakatun kolonnin esikäsittely

Vaiheiden a)—c) aikana kolonnin alkupäätä ei ole saastumisen välttämiseksi kiinnitetty detektoriin. Edellä olevan 6.2 kohdan mukaisesti täytetyt kolonnit valmistellaan seuraavasti:

a) 15 min 40 ml/min N_2 -virtaus 50 °C:n lämpötilassa

b) kuumennetaan 1 K/min 355 °C lämpötilaan, 10 ml N_2 /min

c) pidetään 355 °C lämpötilassa 12—15 h

d) injektoidaan kahdesti 1 µl kaakaovoiliuosta (4.1 kohta) ja vastaava lämpötilaohjelma

e) injektoidaan 20 kertaa 0,5 µl maitorasvaliuosta (6.4 kohta) 2—3 päivän ajan

Huomautus: Kaakaovoiko koostuu lähes yksinomaan korkeassa lämpötilassa kiehuvista C50—C56 -triglyserideistä. Kaakaovoin injektointi soveltuu erityisesti tätä pitkäketjuista aluetta varten. Kun on kyse korkeassa lämpötilassa kiehuvista triglyserideistä C50—C54, voi esiintyä jopa vastekertoimia, jotka ovat noin 1,20. Kun maitorasvaliuosta injektoidaan toistuvasti, alunperin korkea C50—C54 -triglyseridien vastekerroin pienenee. Kun on kyse triglyserideistä, joiden asyyli-c-luku on alhainen, kertoimet ovat lähellä 1:tä.

Vastaavasti esikäsitellään kolme paria 6.2 kohdan mukaisesti täytettyjä kolonneja. Esikäsitellyt parit tarkistetaan maitorasvamäärityksellä tavanomaista testausta varten. Jatkossa käytetään kolonniparia, jolla saavutetaan parhaat kvantitatiiviset tulokset (vastekertoimet lähes 1). Jos vastekertoimet ovat suurempia kuin 1,20, kolonnia ei käytetä.

6.5.4. Kalibrointi

Kalibrointia varten määritetään vastaavien triglyseridien ja maitorasvan (vakioitu rasva) kolestrolin vastekertoimet käyttäen triglyseridistandardeja (ainakin tyydyttyneet triglyseridit C24, C30, C36, C42, C48 ja C54 sekä kolesteroli; myös C50 ja C52 olisi edullista ottaa mukaan). Väliin jäävät vastekertoimet voidaan määrittää interpoloimalla.

Päivittäin on tehtävä 2—3 kalibrointia käyttäen vakioitua rasvaa. Jos saadaan lähes yhtenevät tulokset, näytteiden triglyseridimäärityksessä saadaan hyvin uusittavissa olevat kvantitatiiviset tulokset. Vakioitu maitorasva säilyy useita kuukausia enintään -18°C :n varastointilämpötilassa, joten sitä voidaan käyttää vertailuvakiona.

6.5.5. Lämpötilaohjelma, kantajakaasu ja muut triglyseridimäärityksen olosuhteet

Lämpötilaohjelma: kolonnin alkulämpötila 210°C , pidetään tässä lämpötilassa 1 minuutin ajan, minkä jälkeen ohjelmoidaan nousemaan 6°C minuutissa 350°C :seen, jota pidetään yllä 5 minuutin ajan.

Detektorin ja injektorin lämpötila: 370°C .

Huomautus: Detektorin, injektorin ja uunin lämpötilat (alkulämpötilat) olisi pidettävä vakioina (myös öisin sekä viikonloppujen ja pyhien ajan).

Kantajakaasu: tyyppi, virtausnopeus 40 ml/min.

Huomautus: Jos käytetään 80 cm:n kolonneja, virtausnopeuden on oltava vähintään 75 ml/min N_2 . Kantajakaasun virtaus on pidettävä samana (myös öisin sekä viikonloppujen ja pyhien ajan). Täsmällinen kantajakaasuvirtaus on säädettävä siten, että kolonnin pituudesta riippumatta C54 eluoituu 341°C :n lämpötilassa.

Määrityksen kesto: 29,3 min.

Injektoitava määrä: 0,5 μl .

Huomautus: Ruisku on jokaisen injektion jälkeen huuhdeltava puhtaalla heptaanilla moneen kertaan.

FID-olosuhteet: 5.1. kohdan mukaiset.

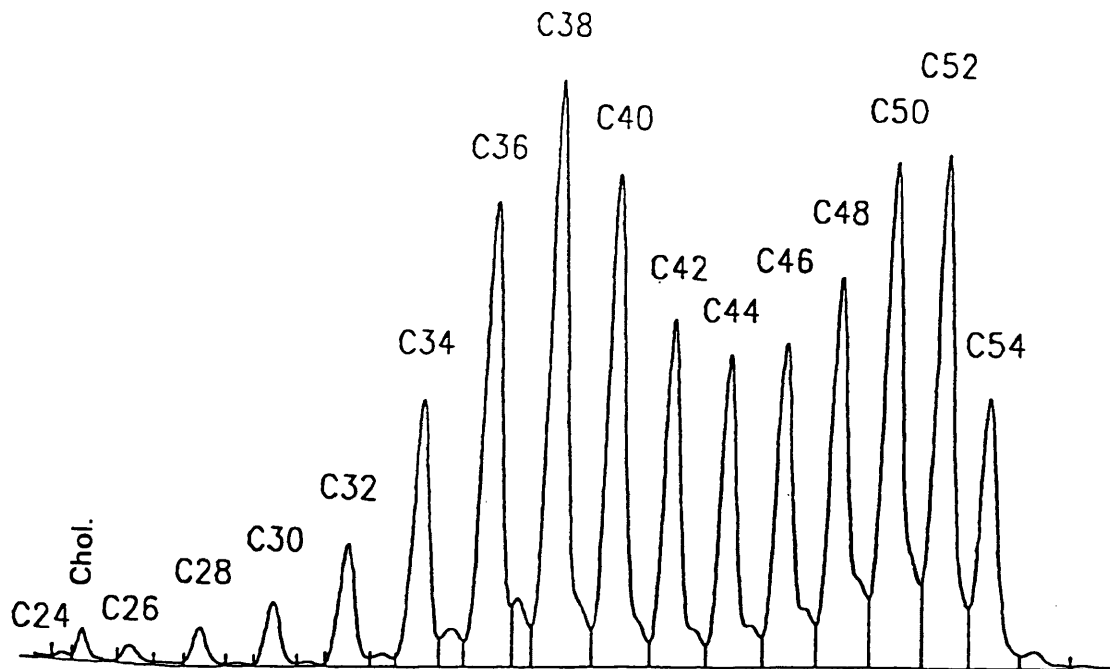
Huomautus: Liekki-ionisaatiodetektorin sytytetään jokaisen työpäivän alussa.

7. Integrointi, tulosten arviointi ja mittaolosuhteiden valvonta

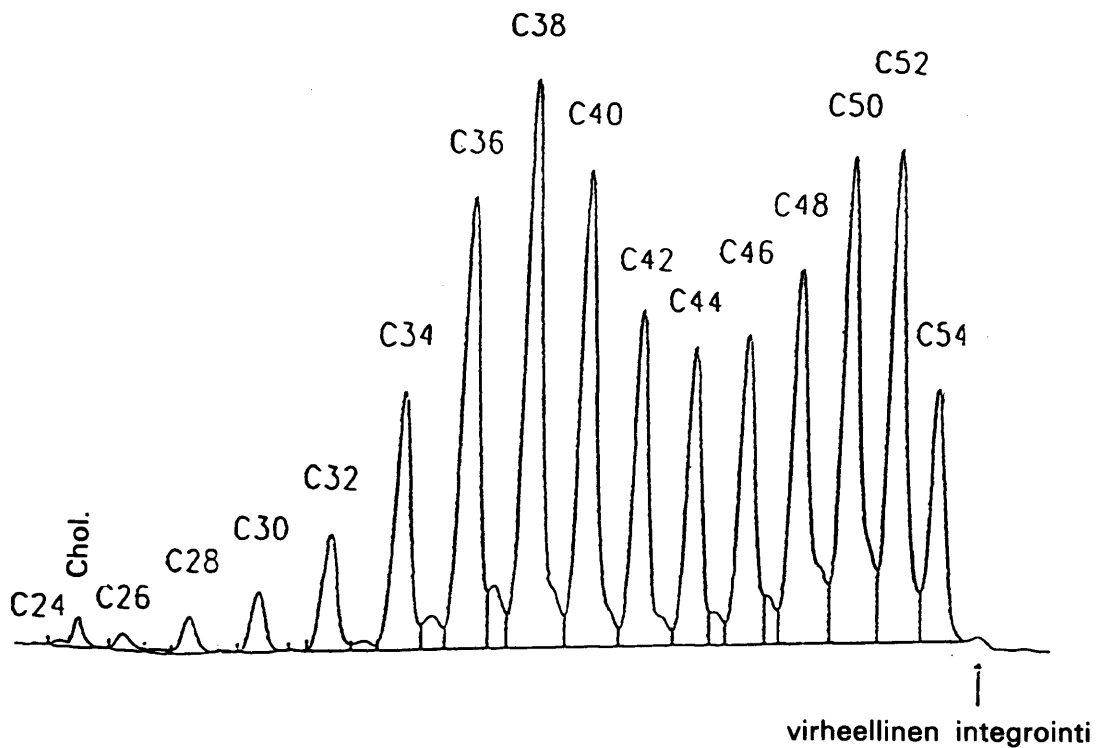
Triglyseridit, joiden asyyli-c-luku on pariton ($2n + 1$), yhdistetään edeltävään parilliseen triglyseridiin ($2n$). Huonommin uusittavia alhaisia C56-pitoisuuksia ei oteta huomioon. Muut kromatogrammin triglyseridit (huipun pinta-ala), mukaan lukien kolesteroli (huippu C24:n lähellä) kerrotaan vastaavilla vakiorasvan vastekertoimilla (viimeinen kalibrointi) ja normeerataan 100:aan. Vapaan kolestrolin lisäksi määritetään siten triglyseridit C24, C26, C28, C30, C32, C34, C36, C38, C40, C42, C44, CV46, C48, C50, C52 ja C54. Tulokset ilmaistaan painoprosenteina (g/100 g).

Kromatogrammin huiput olisi arvioitava integraattorilla, jolla perusviiva voidaan tulostaa. Optimoituilla integrointiparametreilla tehtävän uudelleenintegroinnin tulisi olla mahdollista.

Kuvissa 5 ja 6 esitetään kaksi esimerkkiä triglyseridien kromatogrammeista. Kuvassa 5 on kromatogrammi, jonka arviointi on helppoa, mutta kuvassa 6 esiintyy satunnainen virhe alueella C50—C54: perusviiva kulkee väärin verrattuna kuvaan 5. Tällaiset tyypilliset virheet voidaan havaita suurella varmuudella ja välttää ainoastaan käyttämällä integraattoria, jossa perusviiva tulostuu.



Kuva 5: Helposti arvioitavissa oleva maitorasvan triglyseridikromatogrammi perusviivoineen



Kuva 6: Virheellisesti integroitu maitorasvan kromatogrammi

Mittausolosuhteiden valvontaa varten taulukossa 1 on tyypillisen talvimaidon maitorasvan triglyseridipitoisuuksien keskiarvot ja keskihajonnat, jotka on saatu saman rasvan 19 määrityksestä:

Taulukko 1: maitorasvan triglyseridikoostumus, 19 määrittelyn keskiarvot ja -hajonnat

(g/100 g)		
Triglyseridi	Keskiarvo	Keskihajonta
C24	0,04	0,004
C26	0,26	0,007
C28	0,66	0,020
C30	1,31	0,023
C32	2,92	0,030
C34	6,73	0,053
C36	12,12	0,030
C38	12,92	0,054
C40	9,70	0,019
C42	7,62	0,020
C44	7,35	0,025
C46	7,91	0,029
C48	9,09	0,048
C50	9,97	0,038
C52	7,76	0,042
C54	3,32	0,020

Jos keskihajonta on huomattavasti taulukossa 1 esitettyä suurempi, kromatogrammi ei ole luotettava ja septum tai kaasuvirtaus on tarkistettava. Syynä voi olla myös se, että septumista irronneita pieniä hiukkasia on kertynyt kolonnin alkupään lasivillatulppaan tai kolonni on muuttunut tarkoitukseen soveltumattomaksi vanhentumisen, lämpötilavaikutusten tms. vuoksi (ks. kuva 3).

8. Vieraiden rasvojen kvalitatiivinen toteaminen

Vieraiden rasvojen toteamista varten on kehitetty triglyseridikaavoja (taulukko 2), joihin liittyy S-arvojen rajat (taulukko 3), joiden sisällä puhtaan maitorasvan S-arvot voivat vaihdella. Jos nämä rajat ylittyvät, näytteen voidaan olettaa sisältävän vierasta rasvaa.

Esimerkiksi iheralisäyksen toteamista varten herkin kaava on seuraava:

$$6,5125 \cdot C_{26} + 1,2052 \cdot C_{32} + 1,7336 \cdot C_{34} + 1,7557 \cdot C_{36} + 2,2325 \cdot C_{42} + 2,8006 \cdot C_{46} + 2,5432 \cdot C_{52} + 0,9892 \cdot C_{54} = S \quad (1)$$

Huomautus: puhtaalle maitorasvalle saatiin 99 prosentin luottamusväli $S = 98,05\text{—}101,95$ ja kaikkien S-arvojen keskihajonta 0,39897, kun käytettiin 755:tä erilaista maitorasvanäytettä.

Tällaisen kaavan avulla voidaan ilman tietokonetta selvittää, poikkeako tuntemattoman rasvanäytteen triglyseridisisällön tässä mainituilla kertoimilla painotettu summa alueesta 98,05—101,95, jolloin on todennäköisimmin kyse vieraan rasvan lisäyksestä.

Taulukossa 2 on erilaisia triglyseridikaavoja erilaisten vieraiden rasvojen toteamista varten. Seuraavien vierasrasvaryhmien toteamiseen voidaan käyttää yhteistä kaavaa: soijapapuöljy, auringonkukkaöljy, oliiviöljy, rapsinsiemenöljy, pellavansiemenöljy, vehnänalkioöljy, maissinalkioöljy, puuvillansiemenöljy ja hydrattu kalaöljy; kookosrasva ja palmunydinrasva; palmuöljy ja naudantali.

Koska myös vieraitten rasvojen triglyseridikoostumus vaihtelee, käytettiin jopa neljää erilaista saman vierasrasvatyyppin kokeellisesti mitattua triglyseridiarvojoukkoa. (Samaa vierasrasvatyyppiä koskevista raja-arvoista epäsuotuisin otettiin huomioon [ks. taulukko 4].)

Seuraavalla "yleiskaavalla" saadaan yhtäläisen hyviä tuloksia kaikkien vieraitten rasvojen osalta:

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

Mielivaltaisen vierasrasvayhdistelmän toteamista maitorasvassa koskevat laskelmat ovat osoittaneet, että vaikka esim. ihraa varten taulukossa 2 esitetystä kaavassa kyseisen vieraan rasvan toteamisraja on alhainen (2,7 %), toteamisrajaltaan korkeammat rasvat kuten kookosöljy (toteamisraja 26,8 %), palmuöljy (12,5 %) tai palmunydinrasva (19,3 %) voidaan todeta ainoastaan, jos niitä on lisätty erittäin paljon maitorasvaan. Sama huomautus koskee muita taulukon 2 kaavoja.

Taulukko 2: Triglyseridikaavat erilaisten vieraitten rasvojen toteamiseksi maitorasvasta sekä S-arvojen keskihajonta (SD)

Kaava soijapapu-, auringonkukka-, oliivi-, rapsinsiemen-, pellavansiemen-, vehnänalkio-, maissinalkio-, puuvillansiemen- ja kalaöljyä varten

$$2,0983 \cdot C30 + 0,7288 \cdot C34 + 0,6927 \cdot C36 + 0,6353 \cdot C38 + 3,7452 \cdot C40 - 1,2929 \cdot C42 + 1,3544 \cdot C44 + 1,7013 \cdot C46 + 2,5283 \cdot C50 = S; SD = 0,38157$$

Kaava kookos- ja palmunydinrasvaa varten

$$3,7453 \cdot C32 + 1,1134 \cdot C36 + 1,3648 \cdot C38 + 2,1544 \cdot C42 + 0,4273 \cdot C44 + 0,5809 \cdot C46 + 1,2926 \cdot C48 + 1,0306 \cdot C50 + 0,9953 \cdot C52 + 1,2396 \cdot C54 = S; SD = 0,11323$$

Kaava palmuöljyä ja naudantalia varten

$$3,6644 \cdot C28 + 5,2297 \cdot C30 - 12,5073 \cdot C32 + 4,4285 \cdot C34 - 2,2010 \cdot C36 + 1,2791 \cdot C38 + 6,7433 \cdot C40 - 4,2714 \cdot C42 + 6,3739 \cdot C46 = S; SD = 0,81094$$

Kaava ihraa varten

$$6,5125 \cdot C26 + 1,2052 \cdot C32 + 1,7336 \cdot C34 + 1,7557 \cdot C36 + 2,2325 \cdot C42 + 2,8006 \cdot C46 + 2,5432 \cdot C52 + 0,9892 \cdot C54 = S; SD = 0,39897$$

Tuntemattoman rasvanäytteen määrittystä varten on siten käytettävä kaikkia taulukon 2 kaavoja ja yleiskaavaa (2), jos on todennäköistä, että näyte on seos, jossa on maitorasvaa ja jotakin 14 vierasrasvasta tai jotakin kyseisten vierasrasvojen yhdistelmää. Jos määritettävän rasvanäytteen triglyseridiarvoja kaavoihin sijoitettaessa ainoastaan yhdessä viidestä kaavasta saadaan taulukon 3 rajojen ulkopuolella oleva S-arvo, kyse on todennäköisimmin muunnetusta maitorasvasta. Jos ainoastaan yksi taulukon 2 neljästä kaavasta osoittaa vierasrasvaa, lisätyn vieraan rasvan lajista ei voida tehdä päätelmiä.

Taulukko 3: maitorasvojen S-arvojen rajat

Kaava	S-arvon vaihteluväli
Soijapapu-, auringonkukka-, oliivi-, rapsinsiemen-, pellavansiemen-, vehnänalkio-, maissinalkio-, puuvillansiemen- ja kalaöljy	98,05—101,95
Kookos- ja palmunydinrasva	99,42—100,58
Palmuöljy ja naudantali	95,90—104,10
Ihra	97,96—102,04
Yleiskaava	95,68—104,32

Taulukossa 4 esitetään eri vierasrasvojen toteamisrajojen arvot 99 prosentin luottamustasolla. Ensimmäisessä sarakkeessa on vähimmäistoteamisraja taulukon 2 parhaita maitorasvakaavoja varten. Toisessa sarakkeessa ovat yleiskaavan toteamisrajat. Vaikka yleiskaavan toteamisrajat ovat jonkin verran korkeammat, hieman suurempien vierasrasvapitoisuuksien toteamiseen tarvitaan vain tätä kaavaa. Kaikilla kaavoilla voidaan todeta myös erilaiset vieraitten rasvojen yhdistelmät. Tietyntaisten vieraitten rasvojen triglyseridipitoisuuksien vaihteluväli ei vaikuta merkittävästi toteamisrajoihin.

Taulukko 4: vieraitten rasvojen lisäystä maitorasvaan koskevat toteamisrajat prosentteina 99 prosentin luottamustasolla

	Erilliset kaavat	Yleiskaava
Soijapapuöljy	2,1	4,4
Auringonkukkaöljy	2,3	4,8
Oliiviöljy	2,4	4,7
Kookosrasva	3,5	4,3
Palmuöljy	4,4	4,7
Palmunydinrasva	4,6	5,9
Rapsinsiemenöljy	2,0	4,4
Pellavansiemenöljy	2,0	4,0
Vehnänalkioöljy	2,7	6,4
Maissinalkioöljy	2,2	4,5
Puuvillansiemenöljy	3,3	4,4
Ihra	2,7	4,7
Naudantali	5,2	5,4
Hydrattu kalaöljy	5,4	6,1

Huomautus: S-vaihteluvälit on laskettu siten, että vieraan rasvan lisäysoletus tehdään ainoastaan, jos yksittäisten kaavojen rajat ylittävät (ks. taulukko 4).

9. Vieraan rasvan kvantitatiivinen määrittäminen

Seuraavan kaavan avulla saadaan kvantitatiivista tietoa vieraan rasvan pitoisuudesta maitorasvanäytteenä:

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

jossa X on tuntemattoman vieraan rasvan tai rasvaseoksen määrä maitorasvassa. Vieraan rasvan lisäämisen muuttama S-arvo saadaan sijoittamalla vierasrasva-maitorasvaseoksen triglyseridiarvot ylestriglyseridikaavaan. Jos maitorasvaan lisätään tuntematonta vierasta rasvaa, S_F :n arvoksi valitaan yleiskaavan eri vierasrasvoille tuottamien S-arvojen keskiarvo ($S_F = 7,46$). Hyviä kvantitatiivisia tuloksia kaikkia vierasrasvalisäyksiä varten saadaan myös käyttämällä palmuöljy-naudantalikaavaa (taulukko 2) ja keskiarvoa $S_F = 10,57$.

Jos vierasrasvan laji tunnetaan, edellä olevaan kaavaan on sijoitettava seuraavat S_F -arvot ja on käytettävä vieraan rasvan lajia vastaavaa taulukon 2 kaavaa.

Taulukko 5: eri vierasrasvojen S_F -arvot

Vieras rasva	S_F
Soijapapuöljy	8,18
Auringonkukkaöljy	9,43
Oliiviöljy	12,75
Kookosrasva	118,13
Palmuöljy	7,55
Palmunydinöljy	112,32
Rapsinsiemenöljy	3,30
Pellavansiemenöljy	4,44
Vehnänalkioöljy	27,45
Maissinalkioöljy	9,29
Puuvillansiemenöljy	41,18
Ihra	177,55
Naudantali	17,56
Hydrattu kalaöljy	64,12

10. **Toteamismenetelmän soveltamisala**

Edellä esitetty menetelmä soveltuu irtomaidon tutkimiseen ja perustuu maitorasvanäytteiden edustavuuteen.

Erittäin valikoiva toteaminen olisi mahdollista, jos edellä esitettyjä vastaavat kaavat edustavan maitorasvojen joukon osalta määritettäisiin kutakin maata varten erikseen.

Toteamismahdollisuudet olisivat erityisen suotuisat, jos edellä esitettyjä vastaavat kaavat edustavan maitorasvojen joukon osalta määritettäisiin kussakin maassa erikseen. Tällöin ei tarvita monimutkaisia tietokoneohjelmia, jos sovelletaan taulukossa 2 käytettyjä triglyseridihdistelmiä ja kertoimet määritetään uudelleen pienimmän neliösumman menetelmällä.

Kun käytetään taulukossa 3 olevia S-arvon vaihteluvälejä, kaavoja voidaan yleisesti soveltaa erityisissä ruokintaolosuhteissa, kun esimerkiksi on kyse aliruokinnasta tai lehmien ruokinnasta rehuhiiivalla tai Ca-saippuoilla. Kaavat voivat osittain tuottaa muunnettuun maitorasvaan viittaavia tuloksia ainoastaan äärimmäisissä ruokintaolosuhteissa (esimerkiksi rehuöljyjen runsas antaminen, Ca-saippuoiden runsas antaminen rehurasvojen yhteydessä jne.).

Huomautus: Fraktioituneet maitorasvat tulkitaan yleensä muuntamattomaksi maitorasvaksi, jos muuntamista epäillään ainoastaan, kun raja-arvot ylittyvät. Kaavat osoittavat muuntamisen tapahtuneen ainoastaan, jos fraktioituneen maitorasvan rasvahappokoostumus on poikkeuksellinen (esimerkiksi kova fraktio, joka saadaan aikaan fraktioitaessa fysikaalisin menetelmin korkeassa n. 30 °C:n lämpötilassa ja saannon ollessa alhainen [muutama prosentti] tai fraktioitaessa ylikriittisen CO₂:n avulla).

Maitorasvan fraktioituminen voidaan kuitenkin tunnistaa muilla menettelyillä kuten erottavalla pyyhkäisykalorimetrialla.

11. **Menetelmän tarkkuus**

Määritetään maitorasvaa käyttäen taulukon 2 kaavojen ja taulukon 3 S-arvoalueiden perusteella.

11.1. **Toistettavuus**

Ilmaistaan niiden S-arvojen erona, jotka on saatu kahdessa mahdollisimman lähekkäin tehdyssä määrittäyksessä, jotka tekee sama henkilö samaa menettelyä noudattaen samanlaisesta näyteaineistosta samoissa olosuhteissa (sama henkilö, samat välineet/laitteet, sama laboratorio):

Taulukko 6: eri kaavojen toistettavuusrajat (r)

Kaava	r
Soijapapu-, auringonkukka-, oliivi-, rapsinsiemen-, pellavansiemen-, vehnänalkio-, maissinalkio-, puuvillansiemen- ja kalaöljy	0,67
Kookos- ja palmunydinrasva	0,12
Palmuöljy ja naudantali	1,20
Ihra	0,58
Yleiskaava	1,49

11.2. **Uusittavuus**

Ilmaistaan niiden S-arvojen erona, jotka on saatu kahdessa eri aikaan tehdyssä määrittäyksessä, jotka tehdään eri laboratorioissa samaa menettelyä noudattaen samanlaisesta näyteaineistosta erilaisissa olosuhteissa (eri henkilö, eri välineet/laitteet).

Taulukko 7: eri kaavojen uusittavuusrajat (R)

Kaava	R
Soijapapu-, auringonkukka-, oliivi-, rapsinsiemen-, pellavansiemen-, vehnänalkio-, maissinalkio-, puuvillansiemen- ja kalaöljy	1,08
Kookos- ja palmunydinrasva	0,40
Palmuöljy ja naudantali	1,81
Ihra	0,60
Yleiskaava	2,07

11.3. Kriittinen ero

Toistettavuus- (r) ja uusittavuusrajojen (R) avulla voidaan laskea kriittiset erot kaikkia taulukossa 3 olevia S-arvojen vaihteluvälejä varten (kaksoismäärittäminen). Vastaavat arvot ovat taulukossa 8.

Taulukko 8: kriittiset erot kaikkia triglyseridikaavoja varten

Kaava	vaihteluväli
Soijapapu-, auringonkukka-, oliivi-, rapsinsiemen-, pellavansiemen-, vehnänalkio-, maissinalkio-, puuvillansiemen- ja kalaöljy	97,43—102,57
Kookos- ja palmunydinrasva	99,14—100,86
Palmuöljy ja naudantali	94,91—105,09
Ihra	97,65—102,35
Yleiskaava	94,58—105,42

11.4. Tulosten hyväksyttävyys

Kaikki kahden desimaalin tarkkuuteen pyöristetyt triglyseridien C24, C26, C28—C54 sekä kolesterolin pitoisuudet on normeerattava tarkasti 100:aan.

Kaksoismäärittäksen tulosten avulla tarkistetaan tulosten toistettavuus. Toistettavuusvaatimus täyttyy, jos kaikista viidestä triglyseridikaavasta yhdenkään antamien kahden S-arvon erotus ei ylitä taulukossa 6 esitettyjä r-arvoja.

Ihanteellisten kaasukromatografiaolosuhteiden ja erityisesti kolonnin laadun tarkistamista varten on varmistettava, että 10 määrittäykerran tuottamien pienimmän ja suurimman S-arvon erotus ei minkään viiden triglyseridikaavan osalta ylitä arvoa $x \cdot r$, jossa $x = 1,58$ [10 toistokertaa, ks. kirjallisuusviite (16)], eikä toistettavuuden raja-arvo r ylitä minkään taulukossa 6 olevan kaavan osalta.

12. Standardiviitteet

- DIN 10 336: 1994 Nachweis und Bestimmung von Fremdfetten in MilCHFett anhand einer gaschromatographischen Triglyceridanalyse
- IDF Standard 1C: 1987 Milk, Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method
- IDF Standard 16C: 1987 Cream, Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method
- IDF Standard 116A: 1987 Milk-Based Edible Ices and Ice Mixes. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method
- IDF Standard 22B: 1987 Skimmed milk, Whey & Buttermilk. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method

13. Viitteet

1. Commission of the European Communities: *Detection of foreign fats in milk fat by means of gas chromatographic triglyceride analysis*; Doc N:o VI/5202/90-EN, VI/2645/91
2. Commission of the European Communities: *Control of butter fat purity of 100 different samples of different feeding periods from 11 EEC countries*; Doc N:o VI/4577/93
3. Commission of the European Communities: *Consideration of results from the first, second, third, fourth, fifth and sixth EEC collaborative trial: Determination of triglycerides in milk fat*; Doc N:o VI/2644/91, VI/8.11.91, VI/1919/92, VI/3842/92, VI/5317/92, VI/4604/93
4. Timms, R. E.: *Detection and quantification of non-milk fat in mixtures of milk and non-milk fats*. Dairy Research 47 295—303 (1980)
5. Precht, D., Heine, K.: *Nachweis von modifiziertem MilCHFett mit der Triglyceridanalyse. 2. Fremdfettnachweis im MilCHFett mit Hilfe von Triglyceridkombinationen* 41 406—410 (1986)
6. Luf, W., Stock, A., Brandl, E.: *Zum Nachweis von Fremdfett in MilCHFett über die Triglyceridanalyse*. Österr. Milchwirtsch. Wissensch. Beilage 5, 42 29—35 (1987)

7. Precht, D.: *Bestimmung von pflanzlichen Fetten oder tierischen Depotfetten in MilCHFett. Kieler Milchwirtsch. Forschungsber.* 42 143—157 (1989)
 8. Precht D.: *Schnelle Extraktion von MilCHFett, Kieler Milchwirtsch. Forschungsber.* 42 119—128 (1990)
 9. Precht, D.: *Schnelle gaschromatographische Triglyceridanalyse von MilCHFett. Kieler Milchwirtsch. Forschungsber.* 42 139—154 (1990)
 10. Precht, D.: *Control of milk fat purity by gas chromatographic triglyceride analysis. Kieler Milchwirtsch. Forschungsber.* 43 (3) 219—242 (1991)
 11. Precht, D.: *Detection of adulterated milk fat by fatty acid and triglyceride analysis. Fat Sci. Technol.* 93 538—544 (1991)
 12. Precht, D.: *Detection for foreign fat in milk fat. I. Qualitative detection by triacylglycerol formulae. II. Quantitative evaluation of foreign fat mixtures. Z. Lebensm. Unters. Forsch.* 194 1—8, 107—114 (1992)
 13. Precht, D.: "Gas chromatography of triacylglycerols and other lipids on packed columns", GRC Handbook of Chromatography: Analysis of lipids, blz. 123—138, Ed. K.D. Mukherjee, N. Weber, J. Sherma, CRC Press, Boca Raton (1993)
 14. Precht, D., Molkentin, J.: *Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns, Chrompack News* 4 16—17 (1993)
 15. Molkentin, J., Precht, D.: *Comparison of packed and capillary columns for quantitative gas chromatography of triglycerides in milk fat. Chromatographia* 39 (5/6) 265—270 (1994)
 16. Stange, K.: *Angewandte Statistik, Erster Teil, Eindimensionale Probleme*, Springer-Verlag, Berlin, blz. 378 (1970)
-

LIITE IV

VOIN AISTINVARAINEN ARVIOINTI

1. Soveltamisala

Tässä esitetyn voim aistinvaraisen arviointimenettelyn tarkoituksena on tarjota käyttöön yhtenäinen menetelmä, jota voidaan soveltaa kaikissa jäsenvaltioissa.

2. Määritelmät

Aistinvaraisella arvioinnilla tarkoitetaan tuotteen ominaisuuksien tutkimista aistielinten avulla.

Raadilla tarkoitetaan valittujen arvioijien ryhmää, jonka jäsenet tekevät työtään arvioinnin aikana itsenäisesti ja vaikuttamatta toinen toisiinsa.

Pisteytyksellä tarkoitetaan aistinvaraista arviota, jonka raati ilmaisee numeroasteikolla. Arvioinnissa on käytettävä virhenimikkeistöä.

Luokituksella tarkoitetaan pisteytyksen perusteella tehtävää laatuluokitusta.

Valvonta-asiakirjoilla tarkoitetaan asiakirjoja, joihin kirjataan kunkin ominaisuuden pistemäärä ja tuotteen lopullinen luokitus. (Valvonta-asiakirjaan voidaan merkitä myös tuotteen kemiallinen koostumus).

3. Arviointihuone

- 3.1. Järjestelyjen avulla on varmistettava, että ulkoiset tekijät eivät vaikuta arviointihuoneessa oleviin arvioijiiin.
- 3.2. Arviointihuoneessa ei saa olla vieraita hajuja, ja huoneen on oltava helposti siivottavissa. Seinien on oltava vaaleat.
- 3.3. Arviointihuoneen ja sen valaistuksen on oltava sellaiset, että ne eivät vaikuta pisteytettävien tuotteiden ominaisuuksiin. Huoneessa on oltava asianmukainen lämpötilan säätö.

4. Arvioijien valinta

Arvioijan on tunnettava erityyppiset voit, ja hänen on oltava pätevä tekemään aistinvaraista luokitusta. Toimivaltaisen viranomaisen on arvioitava arvioijan pätevyys säännöllisesti (vähintään kerran vuodessa).

5. Raatia koskevat vaatimukset

Raadissa on oltava pariton määrä arvioijia, kuitenkin vähintään kolme. Raadin jäsenten enemmistön on oltava toimivaltaisen viranomaisen työntekijöitä tai hyväksyttyjä henkilöitä, jotka eivät ole meijeriteollisuuden palveluksessa.

6. Kunkin ominaisuuden arviointi

- 6.1. Aistinvarainen arviointi koskee seuraavaa kolmea ominaisuutta: ulkonäkö, kiinteyts ja maitto.

Ulkonäköllä tarkoitetaan seuraavia piirteitä: väri, silmin havaittava puhtaus, mahdollinen homekasvu ja irrallinen vesi. Irrallisen veden esiintyminen tutkitaan IDF-standardin 112A/1989 mukaisesti.

Kiinteydellä tarkoitetaan seuraavia piirteitä: kovuus ja levittyvyys

Voin kiinteyttä voidaan arvioida fysikaalisin menetelmin. Komission on tarkoitus yhtenäistää nämä menetelmät tulevaisuudessa.

Maittoon kuuluvat seuraavat piirteet: haju ja maku.

Huomattava poikkeama suositellusta lämpötilasta estää kiinteyden ja maiton luotettavan arvioinnin. Lämpötilan merkitys on keskeinen.

- 6.2. Kukin ominaisuus on arvioitava erikseen aistinvaraisesti. Pisteytyksen on oltava taulukon 1 mukainen.

6.3. Arvioijien voi olla aiheellista ennen varsinaisen arvioinnin alkua pisteyttää yhteisesti yhden tai useamman vertailunäytteen ulkonäkö, kiinteys ja maitto, jotta saavutetaan yhteinen arviointikäytäntö.

6.4. Hyväksymisen edellyttämät pistemäärät ovat seuraavat:

	Enintään	Vaadittu
Ulkonäkö	5	4
Kiinteys	5	4
Maitto	5	4

Jos vaadittua pistemäärää ei saavuteta, virhe on kuvattava. Kunkin arvioijan antama pistemäärä on kirjattava valvonta-asiakirjaan erikseen jokaisen ominaisuuden osalta. Tuote hyväksytään tai hylätään enemmistön päätöksen perusteella. Tuloksia, joissa kunkin ominaisuuden pistemäärät poikkeavat toisistaan enemmän kuin yhden pisteen verran, ei saisi esiintyä usein (enintään yhdessä näytteessä 20:stä). Muussa tapauksessa raadin johtajan on tarkistettava raadin pätevyys.

7. Valvonta

Raadin johtaja, jonka on oltava toimivaltaisen viranomaisen virkamies, vastaa yleisesti koko menettelystä; hän voi olla raadin jäsen. Hänen on allekirjoitettava kunkin ominaisuuden yksittäiset pistemäärät valvonta-asiakirjaan ja todistettava tuotteen hyväksyminen tai hylkääminen.

8. Näytteenotto ja näytteen valmistelu

8.1. — Puolueellisuuden välttämiseksi on suotavaa säilyttää näytteiden nimettömyys arvioinnin ajan.

— Raadin johtajan on tehtävä tämän edellyttämät järjestelyt ennen arvointia ja raadin jäsenten poissaollessa.

8.2. Kun aistinvarainen arviointi tehdään kylmävarastolla, näyte otetaan voikairalla. Jos arviointi tehdään muualla kuin kylmävarastolla, näytettä on otettava vähintään 500 g.

8.3. Arvioinnin ajan voion lämpötilan tulisi olla 10—12 °C. Suuria poikkeamia on vältettävä kaikin keinoin.

9. Nimistö

Katso taulukkoa 2.

Taulukko 1. Voin pisteytys

Ulkonäkö			Kiinteys			Maitto (haju ja maku)		
Pisteet	N:o (¹)	Huomautukset	Pisteet (laatu-luokka)	N:o (¹)	Huomautukset	Pisteet (laatu-luokka)	N:o (¹)	Huomautukset
5		<i>Erittäin hyvä</i> ihanteellinen paras laatu (yhtenäinen, kuiva)	5		<i>Erittäin hyvä</i> ihanteellinen paras laatu (hyvin levittyvä)	5		<i>Erittäin hyvä</i> ihanteellinen paras laatu (ehdottoman puhdas, hienoin aromi)
4		<i>Hyvä</i> (²) ei ilmeisiä virheitä	4	17 18	<i>Hyvä</i> (²) kova pehmeä	4		<i>Hyvä</i> (²) ei ilmeisiä virheitä
3	1 2 3 4 5 6 7 8	<i>Tyydyttävä (lieviä virheitä)</i> 1 irrallista vettä 2 epätasainen väri, kaksivä- rinen 3 juovikas 4 kirjava, marmoroitu 5 väriläiskiiä 6 öljyn erottumista 7 liikaa värjätty 8 huokoinen	3	14 15 16 17 18	<i>Tyydyttävä (lieviä virheitä)</i> 14 lyhyt, hauras, mureneva 15 paksu, salvamainen 16 tahmea 17 kova 18 pehmeä	3	21 22 25 27 33 34 35	<i>Tyydyttävä (lieviä virheitä)</i> 21 epäpuhdas 22 vieras maku, sivumaku, jälkimaku 25 hapan 27 keitetyn maku, palaneen maku 33 rehun maku 34 kitkerä, karvas 35 liian suolainen
2	1 3 4 5 6 10 11 12	<i>Huono (selviä virheitä)</i> 1 irrallista vettä 3 juovikas 4 kirjava, marmoroitu 5 väriläiskiiä 6 öljyn erottumista 10 vieraita aineksia 11 hometta 12 liukenematonta suolaa	2	14 15 16 17 18	<i>Huono (selviä virheitä)</i> 14 lyhyt, hauras, mureneva 15 paksu, salvamainen 16 tahmea 17 kova 18 pehmeä	2	21 22 23 25 32 33 34 35 36 38	<i>Huono (selviä virheitä)</i> 21 epäpuhdas 22 vieras maku, sivumaku, jälkimaku 23 vanhan maku hapan 25 hapettuneen maku, 32 metallin maku rehun maku 33 kitkerä, karvas 34 liian suolainen 35 ummehtunut, mädäntynyt 36 kemikaalin maku 38
1	1 3 4 5 6 7 9 10 11 12	<i>Erittäin huono (voimak- kaita virheitä)</i> 1 irrallista vettä 3 juovikas 4 kirjava, marmoroitu 5 väriläiskiiä 6 öljyn erottumista 7 liikaa värjätty 9 rakeinen 10 vieraita aineita 11 hometta 12 liukenematonta suolaa	1	14 15 16 17 18	<i>Erittäin huono (voimak- kaita virheitä)</i> 14 lyhyt, hauras, mureneva 15 paksu, salvamainen 16 tahmea 17 kova 18 pehmeä	1	22 24 25 26 28 29 30 31 32 34 36 37 38	<i>Erittäin huono (voimak- kaita virheitä)</i> 22 vieras maku, sivumaku, jälkimaku 24 juustomainen maku 25 hapan 26 hiivan maku 28 homeen maku 29 eltaantunut 30 öljyinen, kalanmaku 31 talinmaku 32 hapettunut maku, metallin maku 34 kitkerä, karvas 36 ummehtunut, mädäntynyt 37 maltaan maku 38 kemikaalin maku

(¹) Taulukko 2.

(²) Virheet, jotka mainitaan kohdassa "hyvä", ovat hyvin pieniä poikkeamia tavoitellusta laadusta.

Talukko 2: Voin virhenimikkeistö**I. *Ulkonäkö***

1. irrallista vettä
2. epätasainen väri, kaksivärinen
3. juovikas
4. kirjava, marmoroitu
5. väriläiskä
6. öljyn erottumista
7. liikaa värjätty
8. huokoinen
9. rakeinen
10. vieraita aineita
11. hometta
12. liukenematonta suolaa

II. *Kiinteytys*

14. lyhyt, hauras, mureneva
15. paksu, salvamainen
16. tahmea
17. kova
18. pehmeä

III. *Maitto (baju ja maku)*

20. aromiton, mieto
21. epäpuhdas⁽¹⁾
22. vieras maku, sivumaku, jälkimaku
23. vanhan maku
24. juustomainen
25. hapan
26. hiivan maku
27. a) keitetyn maku
b) palaneen maku
28. homeen maku
29. eltaantunut
30. öljyinen, kalan maku
31. talin maku
32. a) hapettuneen maku
b) metallin maku
33. rehun maku
34. kitkerä, karvas
35. liian suolainen
36. ummehtunut, mädäntynyt
37. maltaan maku
38. kemikaalin maku

⁽¹⁾ Tätä virhenimitystä on käytettävä mahdollisimman harvoin ja ainoastaan, jos virhettä ei voida kuvata tarkemmin.

LIITE V

NÄYTTEENOTTO KEMIALLISTA JA MIKROBIOLOGISTA MÄÄRITYSTÄ SEKÄ AISTINVARAISTA ARVIOINTIA VARTEN

1. Kemiallinen ja mikrobiologinen määrittäminen

Voin määrä (kg)	Näytteiden (> 100 g) vähimmäismäärä
≤ 1 000	2
> 1 000 ≤ 5 000	3
> 5 000 ≤ 10 000	5
> 10 000 ≤ 15 000	5
> 15 000 ≤ 20 000	6
> 20 000 ≤ 25 000	7
> 25 000	7 + 1 näyte jokaista 25 000 kg tai sen osaa kohden

Mikrobiologinen näyte on otettava antiseptisesti.

Näytteet on otettava satunnaisesti erän eri kohdista ja testattava ennen kuin voi saapuu interventioelimen määräämään kylmävarastoon, tai saapumishetkellä

Enintään viisi 100 g:n näytettä voidaan yhdistää yhdeksi näytteeksi, joka määritetään perusteellisen sekoittamisen jälkeen.

Yhdistetyn voinäytteen valmistus (kemiallinen määrittäminen):

- Otetaan puhtaalla ja kuivalla voikairalla tai vastaavalla sopivalla välineellä vähintään 30 g:n voikairaus, joka pannaan näyteastiaan. Yhdistetty näyte voidaan tämän jälkeen sinetöidä ja toimittaa laboratorioon määritettäväksi.
- Laboratoriossa näyte lämmitetään avaamattomassa alkuperäispakkauksessa 30 °C:n lämpötilaan, kunnes toistuvasti ravistamalla saadaan aikaan homogeeninen, nestemäinen emulsio, jossa ei ole pehmenemätömiä kappaleita. Astian tulee olla vähintään puolillaan ja enintään kahteen kolmasosaan täytetty.

Kunkin voita interventioon tarjoavan valmistajan osalta on määritettävä vuosittain kaksi näytettä muun kuin maitorasvan toteamiseksi ja yksi näyte merkkinaineiden toteamiseksi.

2. Aistinvarainen arviointi

Voin määrä (kg)	Näytteiden vähimmäismäärä
1 000 ≤ 5 000	2
> 5 000 ≤ 25 000	3
> 25 000	3 + 1 näyte jokaista 25 000 kg tai sen osaa kohden

Näytteet on otettava satunnaisesti tarjotun määrän eri kohdista 30—35 päivän kuluttua voin haltuunotosta, ja voi on luokiteltava.

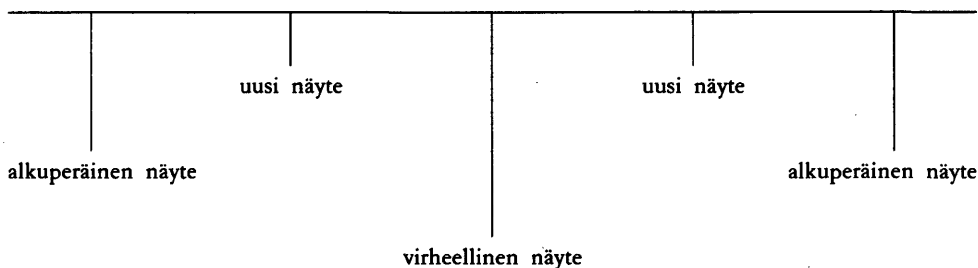
Jokainen näyte on arvioitava erikseen liitteen IV mukaisesti. Näytteenoton tai arvioinnin uusiminen ei ole sallittua.

3. Näytteiden hylkäämismenettely

a) Kemiallinen tai mikrobiologinen määrittäminen

- jos määrittäminen tehdään erillisnäytteistä, sallitaan 5—10:tä näytettä kohden yksi näyte, jossa on yksi virhe, tai 11—15:tä näytettä kohden kaksi näytettä, joissa on yksi virhe. Jos näytteessä todetaan virhe, on otettava virheellisen näytteen molemmilta puolilta kaksi uutta näytettä, jotka tarkastetaan virheellisen ominaisuuden osalta. Jos kumpikaan näytteistä ei täytä vaatimuksia, virheellisen näytteen kummallakin puolella olevien kahden alkuperäisen näytteen väliin jäävä tarjotun voimäärän osa on hylättävä.

hylättävä määrä, jos uudessa näytteessäkin ilmenee virhe



- jos määrittäminen tehdään yhdistetystä näytteestä ja yhdistetty näyte on virheellinen yhden ominaisuuden osalta, kyseisen yhdistetyn näytteen edustama osuus tarjotusta määrästä on hylättävä.

b) Aistinvarainen arviointi

- jos näytettä ei hyväksytty aistinvaraisessa arvioinnissa, tarjotusta määrästä on hylättävä se osa, joka vastaa virheellisen näytteen kummallakin puolella olevien kahden näytteen väliin jäävää määrää.

c) Jos puutteita todetaan sekä aistinvaraisessa arvioinnissa että kemiallisessa tai mikrobiologisessa määrittäyksessä, koko määrä hylätään.