

**REGULAMENTO (CE) N.º 2799/1999 DA COMISSÃO
de 17 de Dezembro de 1999**

que estabelece normas de execução do Regulamento (CE) n.º 1255/1999 no que se refere à concessão de uma ajuda ao leite desnatado e ao leite em pó desnatado destinados à alimentação animal e à venda deste último

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Europeia,

Tendo em conta o Regulamento (CE) n.º 1255/1999 do Conselho, de 17 de Maio de 1999, que estabelece a organização comum de mercado no sector do leite e dos produtos lácteos ⁽¹⁾, e, nomeadamente, os seus artigos 10.º e 15.º,

Considerando o seguinte:

- (1) O Regulamento (CE) n.º 1255/1999 substituiu o Regulamento (CEE) n.º 804/68 do Conselho ⁽²⁾, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 1587/96 ⁽³⁾, e, entre outros, o Regulamento (CEE) n.º 986/68 do Conselho, de 15 de Julho de 1968, que regia a concessão de ajudas ao leite desnatado e ao leite em pó desnatado destinados à alimentação de animais ⁽⁴⁾, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 1802/95 da Comissão ⁽⁵⁾; de modo a ter em conta o novo regime e a experiência adquirida, é necessário alterar e, quando se justifique, simplificar as disposições do Regulamento (CEE) n.º 1725/79 da Comissão, de 26 de Julho de 1979, relativo às regras de concessão de ajudas ao leite desnatado transformado em alimentos compostos e ao leite em pó desnatado, nomeadamente destinado à alimentação dos vitelos ⁽⁶⁾, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 83/96 ⁽⁷⁾; aproveitando a oportunidade das referidas alterações, é conveniente, por razões de clareza, proceder a uma reformulação do regulamento, mediante a incorporação no mesmo das disposições do Regulamento (CEE) n.º 3398/91 da Comissão, de 20 de Novembro de 1991, relativo à venda por concurso de leite em pó desnatado destinado ao fabrico de alimentos compostos e que altera o Regulamento (CEE) n.º 569/88 ⁽⁸⁾, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 124/1999 ⁽⁹⁾, e do Regulamento (CEE) n.º 1634/85 da Comissão, de 17 de Junho de 1985, que fixa as ajudas concedidas para o leite desnatado e o leite em pó desnatado destinados à alimentação dos animais ⁽¹⁰⁾, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 1802/95;
- (2) O objectivo da medida de ajuda prevista no artigo 11.º do Regulamento (CE) n.º 1255/1999 é apoiar a valorização das proteínas lácteas; afigura-se, portanto, conveniente relacionar o pagamento da ajuda com o teor de proteínas lácteas do leite desnatado ou do leite em pó desnatado utilizado;

- (3) Há que assegurar que o leite desnatado e o leite em pó desnatado beneficiários das ajudas sejam efectivamente utilizados na alimentação animal; para o efeito, é necessário estabelecer que o benefício das ajudas fique reservado ao leite desnatado e ao leite em pó desnatado incorporados em alimentos compostos para animais ou desnaturado na observância de determinadas exigências; é, além disso, conveniente prever disposições apropriadas para evitar que o mesmo produto possa beneficiar várias vezes da ajuda;
- (4) O Regulamento (CE) n.º 1043/97 da Comissão ⁽¹¹⁾ prevê uma derrogação de certas disposições de controlo do Regulamento (CEE) n.º 1725/79; é conveniente ter em conta essa derrogação no âmbito das acções de controlo previstas no presente regulamento e revogar o Regulamento (CE) n.º 1043/97;
- (5) É conveniente que as ajudas só sejam atribuídas se os alimentos compostos para animais satisfizerem determinadas normas de composição habitualmente observadas na indústria e se tiverem atingido o último estágio da fabricação industrial; numa perspectiva de controlo, é, por outro lado, necessário prescrever que esses produtos sejam acondicionados em embalagens que permitam a sua identificação; é conveniente que os Estados-Membros possam especificar as regras segundo as quais tais exigências se consideram satisfeitas;
- (6) Não é necessária uma embalagem especial quando os alimentos compostos para animais contiverem farinha de luzerna; esta exigência não se adapta, aliás, ao transporte em cisternas ou contentores praticado por certos utilizadores, pelo que é conveniente submeter este modo de transporte a regras especiais de controlo e prescrever que o pagamento da ajuda só tenha lugar depois do controlo previsto;
- (7) Só é possível manter sob controlo a utilização de leite desnatado ou leite em pó desnatado a preço reduzido se as empresas beneficiárias das ajudas oferecerem garantias suficientes; para o efeito, afigura-se conveniente que as empresas transformadoras sejam aprovadas pelo organismo competente do Estado-Membro em causa e prescrever uma contabilidade adaptada às exigências da concessão das ajudas;
- (8) No que respeita aos métodos de referência aplicáveis às análises previstas no quadro do regime de ajudas em causa, far-se-á remissão à lista publicada anualmente em aplicação do Regulamento (CE) n.º 2721/95 da Comissão, de 24 de Novembro de 1995, que estabelece as normas de execução dos métodos de referência e dos métodos de rotina a utilizar na análise e na avaliação

⁽¹⁾ JO L 160 de 26.6.1999, p. 48.

⁽²⁾ JO L 148 de 28.6.1968, p. 13.

⁽³⁾ JO L 206 de 16.8.1996, p. 21.

⁽⁴⁾ JO L 169 de 18.7.1968, p. 4.

⁽⁵⁾ JO L 174 de 26.7.1995, p. 27.

⁽⁶⁾ JO L 199 de 7.8.1979, p. 1.

⁽⁷⁾ JO L 17 de 23.1.1996, p. 3.

⁽⁸⁾ JO L 320 de 22.11.1991, p. 16.

⁽⁹⁾ JO L 16 de 21.1.1999, p. 19.

⁽¹⁰⁾ JO L 158 de 18.6.1985, p. 7.

⁽¹¹⁾ JO L 152 de 11.6.1997, p. 6.

qualitativa do leite e dos produtos lácteos no âmbito da organização comum de mercado ⁽¹⁾; todavia, na falta de métodos de referência para a determinação quantitativa do leite em pó desnatado nos alimentos compostos e do soro lácteo coalhado no leite em pó desnatado e para a determinação qualitativa do amido no leite em pó desnatado, é necessário estabelecer os métodos apropriados no quadro do presente regulamento;

(9) No que respeita à venda de leite em pó desnatado das existências públicas, e a fim de garantir igualdade de acesso a todos os compradores, fixar um preço de venda que reflecta as condições do mercado e contabilizar eficazmente as quantidades destinadas ao fabrico de alimentos compostos, é conveniente proceder a um concurso permanente; o nível dos preços oferecidos pode variar bastante em função, designadamente, da idade e localização das quantidades de produto em pó colocadas à venda; é conveniente prever a possibilidade de fixar preços mínimos diferenciados;

(10) O presente regulamento deve estabelecer a data-limite de entrada em existência para efeitos de venda; é, portanto, necessário revogar o Regulamento (CEE) n.º 3536/91 da Comissão, de 2 de Dezembro de 1991, que determina a data-limite de entrada em existência do leite em pó desnatado vendido a título do Regulamento (CEE) n.º 3398/91 ⁽²⁾, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 2508/1999 ⁽³⁾;

(11) A experiência adquirida mostra que o regime de ajudas previsto no Regulamento (CEE) n.º 1105/68 da Comissão, de 27 de Julho de 1968, relativo às modalidades de concessão de ajudas para o leite desnatado destinado à alimentação de animais ⁽⁴⁾, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 1802/95, se defronta com inúmeros problemas no que respeita à sua própria implantação e ao controlo dos beneficiários; acresce que as quantidades de leite desnatado beneficiárias da medida diminuíram fortemente nos últimos anos, de tal forma que o impacte deste regime de ajudas no equilíbrio do mercado leiteiro se tornou marginal; por outro lado, a ajuda concedida à transformação de leite desnatado em alimentos compostos para animais continuará a assegurar um apoio ao mercado do leite desnatado; é, portanto, conveniente suprimir a medida de ajuda prevista no Regulamento (CEE) n.º 1105/68 e revogar este último;

(12) O Comité de Gestão do Leite e dos Produtos Lácteos não emitiu parecer no prazo fixado pelo seu presidente,

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

CAPÍTULO I

DISPOSIÇÕES GERAIS

Artigo 1.º

O presente regulamento estabelece as normas de execução do Regulamento (CE) n.º 1255/1999 no que respeita:

- a) À concessão, em virtude do artigo 11.º do referido regulamento, de uma ajuda ao leite desnatado, ao leite em pó desnatado, ao leitelho e ao leitelho em pó destinados à alimentação animal;
- b) À venda, em conformidade com o n.º 4 do artigo 7.º do referido regulamento, de leite em pó desnatado destinado à alimentação animal.

Artigo 2.º

Para efeitos do disposto no presente regulamento, entende-se por:

- a) «Leite»: o produto resultante da ordenha de uma ou mais vacas ao qual nada foi adicionado e que, quando muito, terá sido submetido a uma desnatação parcial;
- b) «Leite desnatado»: leite cujo teor de matéria gorda não exceda 1 % e cujo teor de proteínas no resíduo seco isento de matéria gorda não seja inferior a 31,4 %;
- c) «Leite em pó desnatado»: o produto obtido por eliminação de água do leite cujo teor de matéria gorda não exceda 11 %, cujo teor de humidade não exceda 5 % e cujo teor de proteínas no resíduo seco isento de matéria gorda não seja inferior a 31,4 %;
- d) «Leitelho»: o subproduto da fabricação da manteiga obtido por batadura ou butirificação da nata e separação da fase gorda sólida cujo teor de matéria gorda não exceda 1 % e cujo teor de proteínas no resíduo seco isento de matéria gorda não seja inferior a 31,4 %;
- e) «Leitelho em pó»: o produto obtido por eliminação de água do leitelho cujo teor de matéria gorda não exceda 11 %, cujo teor de humidade não exceda 5 % e cujo teor de proteínas no resíduo seco isento de matéria gorda não seja inferior a 31,4 %;

Artigo 3.º

Para efeitos da aplicação do presente regulamento, o leitelho e o leitelho em pó são assimilados ao leite desnatado e ao leite em pó desnatado, respectivamente.

Artigo 4.º

São considerados misturas destinadas à fabricação de alimentos compostos (adiante designadas por «misturas»), os produtos com a seguinte composição:

⁽¹⁾ JO L 283 de 25.11.1995, p. 7.

⁽²⁾ JO L 335 de 6.12.1991, p. 8.

⁽³⁾ JO L 304 de 27.11.1999, p. 21.

⁽⁴⁾ JO L 184 de 29.6.1968, p. 24.

- a) Leite em pó desnatado;
- b) Matérias gordas;
- c) Vitaminas;
- d) Sais minerais;
- e) Sacarose;
- f) Agentes antiaglomerantes e/ou fluidificantes (máximo 0,3 %);
- g) Outros agentes tecnológicos lipossolúveis, nomeadamente agentes antioxidantes e emulsionantes.

Artigo 5.º

1. São considerados alimentos compostos para animais (adiante designados por «alimentos compostos»), os produtos:

- a) Que contenham, por 100 kg de produto acabado:
 - i) entre 50 kg (mínimo) e 80 kg (máximo) de leite em pó desnatado,
 - e
 - ii) pelo menos 5 kg de matérias gordas não butíricas e pelo menos 2 kg de amido ou de amido inchado, ou
 - iii) pelo menos 2,5 kg de matérias gordas não butíricas e pelo menos 2 kg de amido ou de amido inchado (quando incorporado) por 100 kg de leite em pó desnatado e 5 kg de farinha de luzerna ou de farinha de erva com um mínimo de 50 % (m/m) de partículas que não ultrapassem 300 micra; As partículas de dimensão não superior a 300 micra devem apresentar-se uniformemente distribuídas na mistura.
- b) Directamente utilizáveis na alimentação animal e que não serão transformados ou misturados antes do estágio do utilizador final.

2. Se se verificar que o produto fabricado contém uma quantidade de leite em pó desnatado superior à quantidade máxima de 80 kg referida na alínea a), subalínea i), do n.º 1, sem contudo exceder 81 kg, a ajuda pode ainda ser paga, com base numa quantidade de leite em pó desnatado de 80 kg.

Se o produto fabricado não contiver a quantidade mínima de 50 kg de leite em pó desnatado referida na alínea a), subalínea i), do n.º 1, será concedida uma ajuda, cujo montante será reduzido em 15 %, relativamente ao leite em pó desnatado efectivamente incorporado, desde que o teor de leite em pó desnatado não seja inferior a 45 kg por 100 kg de produto acabado.

Artigo 6.º

1. São considerados leite em pó desnatado desnaturado (adiante designados «leite em pó desnatado desnaturado») os produtos cuja composição corresponda a uma das fórmulas seguintes:

- a) Fórmula A: incorporação, por 100 kg de leite em pó desnatado:
 - i) de pelo menos 9 kg de farinha de luzerna ou de farinha de erva com um mínimo de 50 % (m/m) de partículas que não ultrapassem 300 micra,

- e
- ii) de pelo menos 2 kg de amido ou de amido inchado (pré-gelatinizado);

b) Fórmula B: incorporação, por 100 kg de leite em pó desnatado:

- i) de pelo menos 5 kg de farinha de luzerna ou de farinha de erva com um mínimo de 50 % (m/m) de partículas que não ultrapassem 300 micra,

e

- ii) de pelo menos 12 kg de farinha de peixe não desodoriçada ou com um odor pronunciado com um mínimo de 30 % (m/m) de partículas que não ultrapassem 300 micra,

e

- iii) de pelo menos 2 kg de amido ou de amido inchado (pré-gelatinizado).

São consideradas equivalentes às dimensões máximas referidas para as partículas do produto em causa as que delas mais se aproximarem pela norma BS 410-1976, sem serem inferiores.

2. As substâncias adicionadas ao leite em pó desnatado devem apresentar-se uniformemente distribuídas na mistura.

O leite em pó desnatado (em natureza ou depois de desnaturado) não poderá ser submetido a qualquer processo que possa atenuar ou neutralizar os efeitos da desnaturação, nomeadamente no que se refere a agentes desodorizantes, à modificação do gosto e do odor por eliminação dos componentes responsáveis pela percepção gustativa e/ou olfactiva e à adição de ingredientes que confirmam gostos ou odores que se sobreponham aos da farinha de peixe.

CAPÍTULO II

AJUDA AO LEITE EM PÓ DESNATADO

Secção 1

MONTANTE DA AJUDA E CONDIÇÕES OPERACIONAIS

Artigo 7.º

1. O montante da ajuda é fixado em:
 - a) 5,80 euros por 100 kg de leite desnatado cujo teor de proteínas no resíduo seco isento de matéria gorda não seja inferior a 35,6 %;
 - b) 5,12 euros por 100 kg de leite desnatado cujo teor de proteínas no resíduo seco isento de matéria gorda seja inferior a 35,6 %, mas atinja pelo menos 31,4 %;
 - c) 71,51 euros por 100 kg de leite em pó desnatado cujo teor de proteínas no resíduo seco isento de matéria gorda não seja inferior a 35,6 %;
 - d) 63,07 euros por 100 kg de leite em pó desnatado cujo teor de proteínas no resíduo seco isento de matéria gorda seja inferior a 35,6 %, mas atinja pelo menos 31,4 %.
2. Relativamente às quantidades de leite em pó desnatado cujo teor de humidade exceda 5 %, o montante da ajuda será reduzido em 1 % por cada fracção suplementar de 0,2 % de teor de humidade.

Artigo 8.º

Para beneficiar da ajuda, o leite desnatado e o leite em pó desnatado devem respeitar as seguintes condições:

- a) Devem ser utilizados numa empresa aprovada em conformidade com o artigo 9.º:
 - i) em natureza, ou após incorporação prévia numa mistura, no fabrico de alimentos compostos,
 - ou
 - ii) em natureza, no fabrico de leite em pó desnatado desnatado;
- b) Não devem beneficiar de ajudas ou reduções de preço decorrentes de outras medidas comunitárias.

Artigo 9.º

1. As empresas produtoras de misturas, alimentos compostos ou leite em pó desnatado desnatado devem ter sido aprovadas para o efeito pelo organismo competente do Estado-Membro em cujo território tenha lugar a produção.

2. Serão aprovadas as empresas:

- a) Que disponham de instalações técnicas adequadas e de meios administrativos e contabilísticos que lhes permitam observar o disposto no presente regulamento e respeitar as exigências suplementares estabelecidas pelo Estado-Membro;
- b) Que se submetam a uma acção de controlo efectuada pelo organismo competente.

3. Se se verificar que uma empresa não satisfaz as condições referidas no n.º 2 ou qualquer outra obrigação decorrente do presente regulamento, salvo casos de força maior, a aprovação será suspensa por um período de um a doze meses, em função da gravidade da irregularidade.

Decorrido esse período, a aprovação será retirada se as condições referidas no n.º 2 não se encontrarem preenchidas. A pedido da empresa, a aprovação pode ser restabelecida após um período mínimo de seis meses, na sequência de uma acção de controlo aprofundada.

A referida suspensão não será imposta se o Estado-Membro verificar que a irregularidade não foi cometida deliberadamente ou por negligência grave e que a sua importância é mínima.

Artigo 10.º

1. As embalagens das misturas devem ser portadoras das seguintes indicações:

- a) Uma ou mais das indicações referidas no ponto A do anexo II;
- b) Os teores de leite em pó desnatado, de sais minerais e sacarose adicionados e de matérias gordas, incluindo os agentes tecnológicos lipossolúveis;
- c) Uma inscrição que permita identificar a empresa com base no seu número de aprovação.

2. Sem prejuízo do artigo 11.º e das disposições da Directiva 79/373/CEE do Conselho ⁽¹⁾, os alimentos compostos serão embalados em sacos ou outros recipientes fechados de conteúdo não superior a 50 kg e portadores das seguintes indicações:

- a) Uma ou mais das indicações referidas no ponto B do anexo II;
- b) Uma inscrição que permita identificar a empresa com base no seu número de aprovação;
- c) O teor de leite em pó desnatado;
- d) O número do lote de fabricação;
- e) A data de fabrico, caso o número do lote de fabricação não permita identificá-la.

Estas indicações devem ser claramente legíveis e indeléveis e figurarão na embalagem ou no recipiente, ou numa etiqueta aposta nestes.

3. Os Estados-Membros podem precisar as regras relativas à marcação das embalagens prescrita no n.º 2, bem como indicações complementares a fazer figurar na embalagem, no recipiente ou na etiqueta. Os Estados-Membros comunicarão à Comissão as medidas que tomarem nesse sentido.

Artigo 11.º

As disposições do n.º 2 do artigo 10.º não são aplicáveis aos alimentos compostos:

- a) Que contenham farinha de luzerna ou de erva, no respeito das condições enunciadas no n.º 1, subalínea iii) da alínea a), do artigo 5.º;
- b) Que sejam entregues em cisternas ou contentores a uma exploração agrícola, pecuária ou de engorda utilizadora de alimentos compostos, no respeito das condições enunciadas nos artigos 12.º e 13.º

Artigo 12.º

A empresa beneficiária da ajuda será autorizada, a seu pedido, a entregar os alimentos compostos em cisternas ou contentores. Essa autorização será concedida pelo organismo competente do Estado-Membro em cujo território a empresa se encontre estabelecida.

A entrega ocorrerá sob controlo administrativo. Esse controlo assegurará, nomeadamente, que a entrega seja efectuada a uma exploração agrícola, pecuária ou de engorda utilizadora.

Artigo 13.º

1. Se a entrega em cisternas ou contentores tiver lugar num Estado-Membro diferente do Estado-Membro de produção, a prova da entrega sob controlo administrativo em conformidade com o artigo 12.º será fornecida pelo exemplar de controlo referido nos artigos 471.º a 495.º do Regulamento (CEE) n.º 2454/93 da Comissão ⁽²⁾.

⁽¹⁾ JO L 86 de 6.4.1979, p. 30.

⁽²⁾ JO L 253 de 11.10.1993, p. 1.

2. A casa 104 do exemplar de controlo deve comportar uma ou mais das indicações referidas no ponto C do anexo II.

3. O Estado-Membro de destino certificar-se-á de que o destinatário satisfaz as condições referidas no segundo parágrafo do artigo 12.º

Secção 2

MEDIDAS DE CONTROLO

Artigo 14.º

1. Uma empresa produtora de alimentos compostos só pode beneficiar da ajuda se for detentora de registos, extraídos da contabilidade, correspondentes à cadência de pagamento fixada pelo Estado-Membro e dos quais constem, pelo menos, as seguintes indicações:

- a) Quantidades e data de entrega ou de fabricação dos produtos lácteos comprados ou fabricados;
- b) Data de entrega e quantidades de leite desnatado e leite em pó desnatado fabricadas ou entregues em natureza ou incorporadas em misturas utilizadas no fabrico de alimentos compostos para animais, bem como o nome e endereço do fornecedor e o teor de proteínas lácteas desses produtos;
- c) Data de fabricação e quantidades de alimentos compostos para animais fabricadas e compradas, com indicação da composição dos produtos e da percentagem dos elementos constituintes, nomeadamente das quantidades de caseína e/ou caseinatos adicionadas em natureza ou sob a forma de misturas;
- d) Data de venda e quantidades de leite desnatado, leite em pó desnatado e alimentos compostos para animais, bem como o nome e endereço do destinatário;
- e) Perdas, amostras e quantidades restituídas ou substituídas de leite desnatado, leite em pó desnatado e alimentos compostos para animais.

2. As indicações referidas no n.º 1 são justificadas, nomeadamente, pelas guias de entrega e pelas facturas.

3. Os Estados-Membros podem exigir que a empresa mantenha uma contabilidade física específica no âmbito da qual sejam registadas as indicações complementares consideradas necessárias para facilitar a aplicação do presente regulamento.

Artigo 15.º

A fim de assegurar o respeito das disposições do presente regulamento, os Estados-Membros tomarão, nomeadamente, as medidas de controlo referidas nos artigos 16.º a 18.º

Os resultados dessas acções de controlo serão registados pelo organismo de controlo em boletins de que constarão, nomeadamente, as informações previstas no anexo I do presente regulamento.

Artigo 16.º

1. Sob reserva do n.º 2, e no que se refere ao respeito dos teores de proteínas, humidade e matérias gordas do leite desnatado e do leite em pó desnatado incorporados, as acções de controlo terão lugar antes ou, o mais tardar, quando da utilização dos mesmos, em natureza ou incorporados em misturas, no fabrico de alimentos compostos, ou, em natureza, no fabrico de leite em pó desnatado desnatado.

2. Se o leite em pó desnatado utilizado (em natureza ou incorporado em misturas) for directamente proveniente do estabelecimento onde é produzido, as acções de controlo referidas no n.º 1 podem ser efectuadas antes da saída do leite em pó desnatado do referido estabelecimento de produção. Nesse caso, serão aplicadas as seguintes regras:

- a) O organismo competente tomará todas as disposições necessárias para que a quantidade de leite em pó desnatado objecto das acções de controlo seja utilizada no fabrico de alimentos compostos ou de leite em pó desnatado desnatado;
- b) Os sacos, embalagens e recipientes de acondicionamento do leite em pó desnatado serão portadores de indicações que permitam identificar o leite em pó desnatado e o estabelecimento de produção e ostentarão a data de fabrico, o peso líquido e os teores de proteínas, humidade e matéria gorda do leite em pó desnatado;
- c) Os documentos de controlo elaborados pelo organismo de controlo:
 - i) devem indicar, designadamente, a quantidade de leite em pó desnatado e os teores de proteínas, humidade e matéria gorda, a identificação e a data de fabrico do mesmo,
 - ii) devem acompanhar o leite em pó desnatado até à incorporação deste em alimentos compostos,
 - iii) devem ser anexados aos registos referidos no n.º 1 do artigo 14.º

Artigo 17.º

1. As regras de controlo relativas à utilização de leite em pó e leite em pó desnatado, em natureza ou incorporados em misturas, no fabrico de alimentos compostos estabelecidas pelos Estados-Membros devem satisfazer, pelo menos, as condições previstas nos n.ºs 2 a 5.

2. As acções de controlo das empresas em causa incidirão, nomeadamente, sobre:

- a) A composição do leite desnatado e do leite em pó desnatado em natureza utilizados;
- b) A composição das misturas utilizadas;
- c) A composição dos alimentos compostos fabricados.

3. As acções de controlo das empresas em causa serão efectuadas localmente e incidirão, nomeadamente, sobre as condições de fabricação, determinadas da seguinte forma:

- a) Exame das matérias-primas utilizadas;
- b) Verificação das entradas e saídas de produtos;
- c) Colheita de amostras;
- d) Verificações relativas à manutenção dos registos referidos no n.º 1 do artigo 14.º

4. As acções de controlo terão lugar sem aviso prévio pelo menos uma vez todos os 14 dias de fabricação. A sua cadência será estabelecida tendo em conta, nomeadamente, a importância das quantidades de leite em pó desnatado utilizadas pela empresa em causa e a frequência das acções de controlo aprofundadas da contabilidade da mesma em conformidade com o n.º 5.

As empresas que não utilizem leite desnatado ou leite em pó desnatado de forma permanente comunicarão o seu programa de fabricação ao organismo de controlo do Estado-Membro em questão, para que esse organismo possa programar as acções de controlo correspondentes.

A cadência das acções de controlo acima referida não abrange o caso em que o fabrico de alimentos compostos esteja sujeito a um controlo local permanente.

5. As acções de controlo referidas no n.º 4 serão completadas por acções de controlo aprofundadas e sem aviso prévio dos documentos comerciais e dos registos referidos no n.º 1 do artigo 14.º

Essas acções de controlo complementares serão efectuadas pelo menos todos os 12 meses. Se tiverem lugar pelo menos todos os 3 meses, a cadência das acções de controlo referidas no n.º 3 pode ser alterada de um mínimo de uma vez todos os 14 dias para um mínimo de uma vez todos os 28 dias de fabricação.

Artigo 18.º

1. O fabrico de leite em pó desnatado desnaturado será objecto de pelo menos uma acção de controlo local diária durante a desnaturação.

2. A empresa fabricante do leite em pó desnatado desnaturado comunicará por escrito ou por qualquer meio de telecomunicação escrita ao organismo competente, antes da fabricação:

- a) O número de aprovação identificativo da fábrica;
- b) A quantidade de leite em pó desnatado a desnaturar;
- c) O local de desnaturação;
- d) As datas previstas para a desnaturação.

O organismo competente fixará o prazo para a comunicação das datas de fabricação e pode solicitar informações complementares.

Artigo 19.º

Sob reserva do artigo 20.º, os métodos de referência aplicáveis às análises previstas no presente regulamento são os constantes da lista estabelecida em aplicação do artigo 2.º do Regulamento (CE) n.º 2721/95 da Comissão.

Artigo 20.º

1. O teor de leite em pó desnatado das misturas e alimentos compostos será verificado por meio de uma análise, pelo menos em duplicado, de acordo com o método indicado no anexo III, completada pelas medidas de controlo referidas no n.º 3 do artigo 17.º Em caso de discordância dos resultados dessas verificações, prevalecerá o resultado da acção de controlo local.

2. A ausência de soro lácteo coalhado é determinada por aplicação do método descrito no anexo IV.

3. O teor de amido dos alimentos compostos é determinado por recurso às medidas de controlo referidas no n.º 3 do artigo 17.º, a completar pelo método de análise qualitativa descrito no anexo V.

4. O teor de humidade do leite ácido em pó é determinado pelo método descrito no anexo VI.

5. Os teores de farinha de erva ou de luzerna, de amido e de farinha de peixe do leite em pó desnatado desnaturado serão determinados por análise laboratorial ou no âmbito da acção de controlo local referida no n.º 1 do artigo 18.º

Artigo 21.º

Tendo em vista o controlo analítico previsto no presente capítulo, os Estados-Membros podem estabelecer, mediante acordo prévio da Comissão e sob a sua vigilância, um sistema de autocontrolo no caso de determinados estabelecimentos aprovados.

Secção 3

PAGAMENTO DA AJUDA

Artigo 22.º

1. O montante da ajuda é o que for aplicável, consoante o caso, no dia da transformação do leite desnatado ou do leite em pó desnatado em alimentos compostos ou no dia da desnaturação do leite em pó desnatado.

2. A ajuda será paga pelo organismo competente designado pelo Estado-Membro em cujo território se encontra o fabricante que tiver utilizado o leite desnatado ou o leite em pó desnatado, consoante o caso, no fabrico de alimentos compostos ou na desnaturação.

3. A ajuda será paga com base num pedido apresentado pelo fabricante dos alimentos compostos ou do leite em pó desnatado desnaturado (adiante designado por «beneficiário») ao organismo competente, do qual conste:

- a) O nome e endereço do beneficiário;
 - b) A quantidade de leite desnatado ou de leite em pó desnatado objecto do pedido de ajuda, com indicação do respectivo teor proteico;
 - c) Se for caso disso, a quantidade de alimentos compostos na qual são incorporados o leite desnatado ou o leite em pó desnatado referidos na alínea b), mencionando, eventualmente, os números dos lotes de fabricação a que a mesma diz respeito.
4. A cadência dos pagamentos da ajuda será estabelecida pelo Estado-Membro, mas o período objecto do pedido de pagamento não deve ser superior a um mês.

Artigo 23.º

1. O pagamento da ajuda está subordinado às condições previstas nos n.ºs 2 a 4.
2. Os resultados das análises previstas no presente capítulo e das acções de controlo referidas no artigo 15.º referentes ao período de pagamento anterior ao período objecto do pedido de ajuda devem permitir concluir terem sido respeitadas as disposições do presente capítulo.
3. O beneficiário deve demonstrar, a contento da autoridade competente, que foi transformada em alimentos compostos ou desnaturada durante o período objecto do pedido de ajuda uma quantidade correspondente de leite desnatado ou de leite em pó desnatado.
4. No caso referido no artigo 12.º, o beneficiário fornecerá, a contento da autoridade competente, elementos justificativos que permitam concluir que a entrega em cisternas ou contentores dos alimentos compostos a uma exploração agrícola, pecuária ou de engorda utilizadora teve, de facto, lugar.

Artigo 24.º

1. Sem prejuízo do artigo 25.º, se os resultados das análises previstas no presente capítulo e das acções de controlo referidas no artigo 15.º evidenciarem que o beneficiário não respeitou as disposições do presente capítulo durante o período de pagamento precedente, será suspenso o pagamento da ajuda referente ao período objecto do pedido, na pendência do resultado das acções de controlo efectuadas relativamente ao período em causa. Será ainda recuperada a ajuda indevidamente paga a título do período anterior em questão.
2. O montante da ajuda indevidamente paga diz respeito à totalidade do leite desnatado ou do leite em pó desnatado utilizado durante o período compreendido entre a data da acção de controlo precedente que não tenha dado lugar a observações e a data da acção de controlo que vier revelar que o beneficiário voltou a satisfazer as disposições do presente regulamento.

Todavia, se o beneficiário o solicitar e suportar os custos, o organismo encarregado do controlo efectuará um inquérito especial com a brevidade possível. Se ficar demonstrado que a

quantidade é inferior à referida no primeiro parágrafo, o montante a recuperar será adaptado em conformidade.

Artigo 25.º

Sob reserva da observância da condição prevista no n.º 3 do artigo 23.º, os Estados-Membros são autorizados a efectuar um pagamento adiantado, na acepção do artigo 18.º do Regulamento (CEE) n.º 2220/85 da Comissão ⁽¹⁾, de montante igual ao da ajuda solicitada, após constituição de uma garantia igual a 110 % do montante adiantado.

Nesse caso, serão fornecidos elementos justificativos do direito à ajuda no prazo de seis meses a contar do pagamento adiantado.

CAPÍTULO III

VENDA DO LEITE EM PÓ DESNATADO DAS EXISTÊNCIAS PÚBLICAS

Secção 1

Organização e participação nos concursos

Artigo 26.º

1. A venda do leite em pó desnatado far-se-á por concurso permanente, que será assegurado por cada um dos organismos de intervenção.
2. A venda abrangerá o leite em pó desnatado entrado em existência antes de 31 de Dezembro de 1997.
3. Será publicado um anúncio de concurso permanente no *Jornal Oficial das Comunidades Europeias* pelo menos oito dias antes do termo do primeiro prazo previsto para a apresentação das propostas.
4. O organismo de intervenção estabelecerá um anúncio de concurso que indique, nomeadamente, o prazo e o local para a apresentação das propostas.

Relativamente às quantidades de leite em pó desnatado de que seja detentor, o organismo de intervenção indicará, além disso:

- a) A localização dos entrepostos onde o leite em pó desnatado destinado a venda se encontra armazenado;
- b) As quantidades de leite em pó desnatado colocadas à venda em cada entreposto.
5. O organismo de intervenção manterá actualizada e colocará à disposição dos interessados, a pedido destes, uma lista com as indicações referidas no n.º 4. Além disso, o organismo de intervenção procederá regularmente, de uma forma adequada que indicará no anúncio de concurso, à publicação dessa lista actualizada.
6. O organismo de intervenção tomará as disposições necessárias para permitir que os interessados:
 - a) Possam examinar amostras do leite em pó desnatado colocado à venda, suportando os custos respectivos, antes da formulação da proposta;

⁽¹⁾ JO L 205 de 3.8.1985, p. 5.

b) Possam verificar os resultados das análises a que se refere o artigo 3.º do Regulamento (CE) n.º 322/96 da Comissão (1).

Artigo 27.º

1. O organismo de intervenção procederá, durante o período de vigência do concurso permanente, a concursos específicos.

2. O prazo para a apresentação das propostas relativo a cada concurso específico expirará na segunda e na quarta terças-feiras do mês, às 12 horas (hora de Bruxelas), com excepção da segunda terça-feira de Agosto e da quarta terça-feira de Dezembro. Caso terça-feira seja feriado, o prazo terminará às 12 horas (hora de Bruxelas) do último dia útil anterior.

Artigo 28.º

1. O leite em pó desnatado vendido em aplicação do presente capítulo pode beneficiar da ajuda prevista na alínea a) do artigo 1.º

2. Os interessados participarão no concurso específico por carta registada, apresentação de uma proposta escrita ao organismo de intervenção contra comprovativo de recepção ou por intermédio de qualquer meio de telecomunicação escrita.

A proposta será apresentada ao organismo de intervenção detentor do leite em pó desnatado.

3. A proposta indicará:

- a) O nome e endereço do proponente;
- b) A quantidade pretendida;
- c) O preço oferecido por 100 kg de leite em pó desnatado, excluídas as imposições internas, à saída do entreposto, expresso em euros;
- d) O Estado-Membro em cujo território terá lugar a transformação em alimentos compostos ou a desnaturação;
- e) Se for caso disso, o entreposto no qual o leite em pó desnatado se encontra e, eventualmente, um entreposto alternativo.

4. A proposta só será válida se:

- a) Disses respeito a uma quantidade não inferior a 10 toneladas. Todavia, se a quantidade disponível num entreposto for inferior a 10 toneladas, a quantidade disponível constituirá a quantidade mínima para as propostas;
- b) For acompanhada de um compromisso escrito do proponente de respeitar as seguintes condições:
 - i) de transformar ou fazer transformar o leite em pó desnatado adquirido em alimentos compostos ou em leite em pó desnatado desnaturado no prazo de 60 dias, calculado a partir do termo do prazo para a apresentação de propostas relativo ao concurso específico referido no n.º 2 do artigo 27.º,
 - ii) de respeitar ou fazer respeitar as disposições do presente regulamento;

c) For fornecida prova de que o proponente constituiu, no Estado-Membro no qual a proposta é introduzida e antes do termo do prazo para a apresentação das propostas, uma garantia contratual de 36 euros por tonelada para o concurso específico em causa.

5. A proposta não pode ser retirada depois do termo do prazo referido no n.º 2 do artigo 27.º

Artigo 29.º

Relativamente à garantia contratual prevista no n.º 4, alínea c), do artigo 28.º, a manutenção da proposta depois do termo do prazo para a apresentação de propostas, a constituição da garantia de transformação referida no n.º 3 do artigo 30.º e o pagamento do preço constituem exigências principais, na acepção do artigo 20.º do Regulamento (CEE) n.º 2220/85.

Secção 2

Aspectos operacionais do concurso

Artigo 30.º

1. Os Estados-Membros comunicarão à Comissão, no próprio dia do termo do prazo referido no n.º 2 do artigo 27.º, as quantidades e os preços oferecidos pelos proponentes e a quantidade de leite em pó desnatado colocada à venda.

2. Em função das propostas recebidas para cada concurso específico e de acordo com o procedimento previsto no artigo 42.º do Regulamento (CE) n.º 1255/1999, a Comissão fixará um preço mínimo de venda do leite em pó desnatado. Esse preço pode ser diferenciado em função da idade e da localização das quantidades de leite em pó desnatado colocadas à venda.

Pode ser decidido não dar continuidade ao concurso.

3. Ao mesmo tempo que o preço mínimo de venda e de acordo com o mesmo procedimento, a Comissão fixará o montante da garantia de transformação por 100 kg de leite em pó desnatado.

A garantia de transformação destina-se a assegurar a satisfação da exigência principal [na acepção do artigo 20.º do Regulamento (CEE) n.º 2220/85] relativa à utilização do leite em pó desnatado em conformidade com o compromisso referido no n.º 4, alínea b), do artigo 28.º Essa garantia será constituída no Estado-Membro em cujo território terá lugar a transformação em alimentos compostos ou a desnaturação, no organismo por aquele designado.

Artigo 31.º

A proposta será recusada se o preço proposto for inferior ao preço mínimo.

Artigo 32.º

1. O organismo de intervenção procederá à adjudicação de acordo com as regras previstas nos n.ºs 2 a 5.

(1) JO L 45 de 23.2.1996, p. 5.

2. O leite em pó desnatado será atribuído em função da sua data de entrada em existência, começando pelo produto mais antigo da quantidade total disponível no ou nos entrepostos designados pelo operador.

3. Sem prejuízo do disposto no artigo 31.º, o adjudicatário será o proponente que oferecer o preço mais elevado. Se a quantidade disponível não for esgotada, a quantidade restante será adjudicada aos outros proponentes em função dos preços oferecidos, começando pelo mais elevado.

4. Se a aceitação de uma proposta implicar uma superação da quantidade de leite em pó desnatado ainda disponível no entreposto em causa, só será adjudicada ao proponente em questão esta última quantidade.

Todavia, o organismo de intervenção pode designar, mediante acordo do proponente, outros entrepostos para que se atinja a quantidade constante da proposta.

5. Se a aceitação de várias propostas com o mesmo preço e relativas a um mesmo entreposto implicar a superação da quantidade disponível, proceder-se-á à adjudicação por repartição da quantidade disponível proporcionalmente às quantidades constantes das propostas em questão.

Todavia, se uma tal repartição implicar a atribuição de quantidades inferiores a 5 toneladas, proceder-se-á à atribuição por sorteio.

Artigo 33.º

Os direitos e obrigações decorrentes do concurso não são transmissíveis.

Artigo 34.º

1. Cada proponente será imediatamente informado pelo organismo de intervenção do resultado da sua participação no concurso específico.

A garantia referida no artigo 29.º será prontamente liberada no caso das propostas não aceites.

2. Antes da retirada do leite em pó desnatado, e no prazo referido no n.º 2 do artigo 35.º, o adjudicatário pagará ao organismo de intervenção o montante correspondente à sua proposta relativamente a cada quantidade que pretender retirar e constituirá a garantia de transformação referida no n.º 3 do artigo 30.º

Artigo 35.º

1. Logo que o pagamento do montante referido no n.º 2 do artigo 34.º tenha sido efectuado e a garantia referida no n.º 3 do artigo 30.º constituída, o organismo de intervenção liberará

a garantia contratual referida no artigo 29.º e emitirá um título de levantamento, que indicará:

- a) A quantidade relativamente à qual essas condições se encontram reunidas;
- b) O entreposto onde se encontra;
- c) A data-limite para a retirada do leite em pó desnatado;
- d) A data-limite de transformação em alimentos compostos ou de desnaturação.

2. O adjudicatário procederá, nos 30 dias seguintes à data do termo do prazo para a apresentação das propostas, à retirada do leite em pó desnatado que lhe tiver sido atribuído. Essa retirada pode ser fraccionada.

Salvo casos de força maior, se a retirada do leite em pó desnatado não se verificar no prazo referido no primeiro parágrafo, a armazenagem do leite em pó desnatado ficará por conta e risco do adjudicatário a contar do primeiro dia a seguir ao do termo do prazo.

3. O leite em pó desnatado será entregue pelo organismo de intervenção em embalagens que façam referência ao presente regulamento em caracteres claramente visíveis e legíveis.

A pedido do interessado, o organismo de intervenção entregará uma cópia do certificado previsto no artigo 3.º do Regulamento (CE) n.º 322/96, relativo à composição dos produtos adquiridos.

4. Além das indicações previstas no Regulamento (CEE) n.º 3002/92 da Comissão ⁽¹⁾, a casa 104 do exemplar de controlo T5 deve comportar uma ou mais das indicações referidas no ponto D do anexo II. Da casa 106 deve constar a data-limite de transformação em alimentos compostos ou de desnaturação.

CAPÍTULO IV

DISPOSIÇÕES TRANSITÓRIAS E FINAIS

Artigo 36.º

São revogados os Regulamentos (CEE) n.º 1105/68, (CEE) n.º 1725/79, (CEE) n.º 1634/85, (CEE) n.º 3398/91, (CEE) n.º 3536/91 e (CE) n.º 1043/97.

As referências feitas aos Regulamentos (CEE) n.º 1725/79 e (CEE) n.º 3398/91 passam a ser entendidas como feitas ao presente regulamento.

Artigo 37.º

As embalagens pré-impresas a que se referem os n.ºs 2 e 4 do artigo 4.º do Regulamento (CEE) n.º 1725/79 podem ser utilizadas até 30 de Junho de 2000.

As aprovações concedidas em conformidade com o n.º 5 do artigo 4.º e o n.º 2 do artigo 8.º do Regulamento (CEE) n.º 1725/79 mantêm-se válidas para efeitos da aplicação do presente regulamento.

As disposições do Regulamento (CEE) n.º 1725/79 mantêm-se aplicáveis às quantidades de leite em pó desnatado adjudicadas no quadro do Regulamento (CEE) n.º 3398/91.

⁽¹⁾ JO L 301 de 17.10.1992, p. 17.

Artigo 38.º

O presente regulamento entra em vigor em 1 de Janeiro de 2000.

Só é aplicável às quantidades de leite desnatado e de leite em pó desnatado transformadas em alimentos compostos ou em leite em pó desnatado desnaturado a partir daquela data.

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e directamente aplicável em todos os Estados-Membros.

Feito em Bruxelas, em 17 de Dezembro de 1999.

Pela Comissão
Franz FISCHLER
Membro da Comissão

ANEXO I

CONTROLO ANALÍTICO

No que respeita à colheita de amostras, são aplicáveis as disposições adoptadas em conformidade com a Directiva 70/373/CEE do Conselho, de 20 de Julho de 1970, relativa à introdução de modos de colheita de amostras e de métodos de análise comunitários para o controlo oficial dos alimentos para animais (JO L 170 de 3.8.1970, p. 21).

A. Leite em pó desnatado em natureza

1. Determinações quantitativas:

- a) Teor de humidade;
- b) Teor de proteínas;
- c) Teor de matéria gorda.

2. Pesquisa de produtos estranhos de acordo com as regras definidas pelas autoridades nacionais:

- a) Amido e amido inchado;
- b) Farinha de erva ou de luzerna;
- c) Soro lácteo coalhado;
- d) Farinha de peixe;
- e) Outros, nomeadamente soro lácteo ácido, cuja detecção seja exigida pelas autoridades nacionais.

B. Leite em pó desnatado incorporado em misturas

Determinações suplementares às referidas no ponto A.

Determinações quantitativas:

- a) Teor de leite em pó desnatado;
- b) Teor de matérias gordas, incluindo os agentes tecnológicos lipossolúveis.

C. Leite em pó desnatado desnaturado

Determinações suplementares às referidas no ponto A.

1. Em caso de desnaturação segundo a fórmula A:

Determinações quantitativas:

- a) Teor de farinha de erva ou de luzerna;
- b) Teor de amido.

Granulometria da farinha de erva ou de luzerna.

2. Em caso de desnaturação segundo a fórmula B:

Determinações quantitativas:

- a) Teor de farinha de erva ou de luzerna;
- b) Teor de amido;
- c) Teor de farinha de peixe.

Granulometria:

- a) Da farinha de erva ou de luzerna;
- b) Da farinha de peixe.

Odor: A verificação, por adição de um pó inerte, pode ser efectuada antes da desnaturação (diluição 1:20) ou depois desta (diluição 1:2). Deve persistir um odor característico pronunciado.

D. Alimentos compostos

Determinações quantitativas:

- a) Teor de leite em pó desnatado;
- b) Teor de farinha de erva ou de luzerna;
- c) Teor de matérias gordas.

Detecção da presença de amido.

Granulometria da farinha de erva ou de luzerna (determinação antes da incorporação).

ANEXO II

A. Indicações a figurar nas embalagens das misturas

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

B. Indicações a figurar nas embalagens dos alimentos compostos

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

C. Indicações especiais a inscrever na casa 104 do exemplar de controlo T5 em caso de entrega em cisternas ou contentores

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

D. Indicações especiais a inscrever na casa 104 do exemplar de controlo T5 no caso do leite em pó desnatado vendido das existências públicas

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

ANEXO III

DETERMINAÇÃO DA QUANTIDADE DE LEITE EM PÓ DESNATADO PRESENTE NOS ALIMENTOS COMPOSTOS PARA ANIMAIS POR COAGULAÇÃO ENZIMÁTICA DA PARA-CASEÍNA**1. Objectivo**

Determinação da quantidade de leite em pó desnatado presente num alimento composto para animais por coagulação enzimática da para-caseína.

2. Domínio de aplicação

O método é aplicável aos alimentos compostos para animais que contenham pelo menos 10 % de leite em pó desnatado; a presença de quantidades importantes de leite e/ou de certas proteínas não lácteas pode provocar interferências.

3. Princípio do método

- 3.1. Solubilização da caseína contida no alimento composto para animais por extracção com uma solução de citrato de sódio.
- 3.2. Restabelecimento da concentração de iões cálcio necessária à precipitação da para-caseína; transformação da caseína em para-caseína por acção do coalho.
- 3.3. Determinação do azoto da para-caseína, após mineralização, pelo método de Kjeldahl (norma FIL 20A 1986); cálculo da quantidade de leite em pó desnatado presente, com base num teor mínimo de caseína de 27,5 % (ver o ponto 9.1).

4. Reagentes

São utilizados reagentes para análise e água destilada ou de pureza equivalente. Com excepção do coalho (4.5), todos os reagentes e soluções utilizados devem estar isentos de substâncias azotadas.

- 4.1. Citrato trissódico di-hidratado (solução a 1 % m/v)
- 4.2. Cloreto de cálcio (solução 2M). Pesar 20,018 g de CaCO_3 (pureza para análise) numa cápsula de porcelana de capacidade adequada (150-200 ml) ou num copo. Cobrir com água destilada e transferir para um banho-maria. Adicionar lentamente 50-60 ml de uma solução de HCl (concentração de HCl:água = 1:1), para dissolver completamente o carbonato. Manter o recipiente no banho-maria até à secagem do CaCl_2 , para eliminar o HCl que não tenha reagido. Transferir com água destilada para um balão graduado de 100 ml e diluir até à marca. Verificar o valor do pH, que não deve ser inferior a 4,0. Guardar a solução em frigorífico.
- 4.3. Hidróxido de sódio 0,1 N.
- 4.4. Ácido clorídrico 0,1 N.
- 4.5. Solução de coalho estandardizada 1:10 000 (extracto de coalheira de vitelo); conservar em frigorífico a 4-6 °C
- 4.6. Reagentes para o doseamento do azoto segundo o método de Kjeldahl (norma FIL 20A 1986).

5. Aparelhagem

Material corrente de laboratório, nomeadamente:

- 5.1. Almofariz ou moinho homogeneizador.
- 5.2. Balança analítica.
- 5.3. Centrífuga de bancada (2 000 rpm a 3 000 rpm), equipada com tubos de centrifugação de 50 ml.
- 5.4. Agitador magnético com barras de 10-15 mm.
- 5.5. Copos de 150-200 ml.
- 5.6. Matrizes de 250 ml e de 500 ml.
- 5.7. Funis de vidro com diâmetro de 60-80 mm.
- 5.8. Filtros circulares sem cinzas, de filtração rápida, com diâmetro de 150 mm (S.S. 589² S.S. 595 1/2).
- 5.9. Pipetas de diversos tamanhos.

- 5.10. Banho-maria termostatzado regulado a 37 °C.
- 5.11. Medidor de pH.
- 5.12. Mineralizador e destilador para o método de Kjeldahl, com os acessórios respectivos.
- 5.13. Bureta graduada de 25 ml para titulação.
- 5.14. Esguicho, de plástico, para água destilada.
- 5.15. Espátulas de aço inoxidável.
- 5.16. Termómetro.
- 5.17. Estufa de temperatura regulável.

6. Técnica

6.1. Preparação da amostra.

Moer 10-20 g de amostra num almofariz ou agitar a mesma quantidade num homogeneizador-misturador, de modo a obter uma mistura homogénea.

6.2. Dissolução do leite em pó e separação do resíduo insolúvel.

6.2.1. Pesar $1,000 \pm 0,002$ g de alimento composto para animais bem homogeneizado (6.1) directamente para um tubo de centrifugação de 50 ml. Juntar 30 ml de solução de citrato trissódico (4.1), previamente aquecida a 45 °C. Dispersar o pó por agitação magnética durante pelo menos cinco minutos.

6.2.2. Centrifugar a 500 g (2 000 rpm a 3 000 rpm) durante 10 minutos e recolher o sobrenadante aquoso para um copo de 150-200 ml. Evitar a perda de partículas insolúveis durante a transferência do sobrenadante.

6.2.3. Submeter o resíduo a duas novas extracções, procedendo da mesma forma e misturando os três extractos aquosos.

6.2.4. Se ocorrer uma subida de matéria gorda, arrefecer até à solidificação da fase gorda, que será, em seguida, retirada com uma espátula.

6.3. Coagulação da caseína pelas enzimas do coalho.

6.3.1. Juntar, gota a gota, ao extracto aquoso total (cerca de 100 ml), sob agitação, 3,4 ml da solução saturada de cloreto de cálcio (4.2). Ajustar o pH a 6,-6,5 com solução diluída de NaOH (4.3) ou HCl (4.4). Colocar a solução num banho termostatzado a 37 °C, durante 15 a 20 minutos, para permitir que se estabeleça o equilíbrio salino. Este manifesta-se pela aparição de um aspecto leitoso.

6.3.2. Transferir o líquido para um (ou dois) tubo(s) de centrifugação e centrifugar a 2 000 g durante 10 minutos, para remover o precipitado. Transferir o sobrenadante, sem lavar o sedimento, para um (ou dois) tubo(s) de centrifugação.

6.3.3. Levantar de novo a temperatura do sobrenadante a 37 °C. Adicionar gota a gota ao extracto, sob agitação, 0,5 ml de coalho líquido (4.5). A coagulação ocorre em um ou dois minutos.

6.3.4. Recolocar a amostra no banho-maria e manter a 37 °C durante 15 minutos. Retirar a amostra do banho e agitar, para romper o coagulado. Centrifugar a 2 000 g durante 10 minutos. Filtrar o sobrenadante com um papel de filtro adequado (*) (Whatman n.º 541 ou equivalente) e guardar o papel de filtro. Lavar o sedimento no tubo de centrifugação, utilizando 50 ml de água a cerca de 35 °C e mexendo o sedimento.

Centrifugar novamente a 2 000 g, durante 10 minutos. Filtrar o sobrenadante com o papel de filtro que fora guardado.

6.4. Determinação do azoto da caseína.

6.4.1. Lavar e transferir quantitativamente o sedimento para o papel de filtro no balão de Kjeldahl. Determinar o teor de azoto pelo método de Kjeldahl, conforme descrito na norma FIL 20A 1986.

7. Determinação em branco

7.1. Efectuar sistematicamente uma determinação em branco, utilizando um filtro sem cinzas (5.8) humedecido com uma mistura composta por 90 ml da solução de citrato de sódio (4.1), 1 ml da solução saturada de cloreto de cálcio (4.2) e 0,5 ml de coalho líquido (4.5) e lavado com 3×15 ml de água antes de ser mineralizado pelo método de Kjeldahl (norma FIL 20A 1986).

7.2. Deduzir ao volume de ácido (4.4) utilizado na titulação da amostra analisada o volume necessário para a determinação em branco.

(*) Utilizar um papel de filtro sem cinzas de filtração rápida.

8. Determinação de controlo

- 8.1. Para manter sob controlo o processo analítico e os reagentes mencionados, efectuar uma determinação com um alimento composto para animais de composição padrão, cujo teor de leite em pó desnatado, conhecido, tenha sido determinado por análise interlaboratorial. O resultado médio de uma determinação em duplicado não deve afastar-se mais de 1 % do resultado obtido na análise interlaboratorial.

9. Expressão dos resultados

- 9.1. A percentagem de leite em pó desnatado no alimento composto é calculada pela fórmula seguinte:

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

em que N é a percentagem de azoto da para-caseína, 27,5 é o factor de conversão da caseína determinada em percentagem de leite em pó desnatado e 2,81 e 0,908 são factores de correcção obtidos por análise de regressão.

10. Precisão do método**10.1. Repetibilidade**

Em pelo menos 95 % dos casos estudados, a diferença entre dois resultados individuais, obtidos para a mesma amostra, no mesmo laboratório, pelo mesmo operador, não deve exceder 2,3 g de leite em pó desnatado por 100 g de alimento composto para animais analisado.

10.2. Reprodutibilidade

Em pelo menos 95 % dos casos estudados, a diferença entre os resultados obtidos por dois laboratórios para a mesma amostra não devem exceder 6,5 g de leite em pó desnatado por 100 g de alimento composto para animais analisado.

11. Limite de tolerância

O valor da CrD_{95} (diferença crítica para um limite de confiança de 95 %) é calculado pela fórmula seguinte (ISO 5725):

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

(R: reprodutibilidade; r: repetibilidade)

Dupla determinação: $CRD_{95} = 4,5 \text{ g}$

Se o resultado da análise química não diferir do teor declarado de leite em pó desnatado em mais de 4,5 g (dupla determinação), considera-se que o lote de alimento composto está em conformidade com a presente disposição do regulamento.

12. Observações

- 12.1. A adição de uma percentagem importante de certas proteínas não lácteas, nomeadamente de soja, que tenham sido aquecidas juntamente com o leite em pó desnatado conduz a resultados demasiado elevados, devido à co-precipitação dessas proteínas com a para-caseína do leite.
- 12.2. A adição de leiteiro pode conduzir, por vezes, a valores demasiado baixos, dado que a determinação só se referirá a extracto magro. A adição de certos leiteiros de nata ácida pode conduzir a valores bastantes inferiores, por ser incompleta a sua dissolução na solução de citrato.
- 12.3. A adição de 0,5 % ou mais de lecitina pode igualmente conduzir a resultados demasiado baixos.
- 12.4. A incorporação de leite em pó aquecido a alta temperatura (*high-heat*) pode conduzir a valores demasiado elevados, devido à co-precipitação de certas proteínas do soro lácteo com a para-caseína do leite.

ANEXO IV

DETERMINAÇÃO DE SORO SÓLIDO DE COALHO EM LEITE EM PÓ DESNATADO E MISTURAS NOS TERMOS DO REGULAMENTO (CEE) N.º 1725/69

1. **Objecto:** detecção da adição de soro sólido de coalho a:
 - a) leite em pó desnatado, tal como definido no artigo 1.º do Regulamento (CEE) n.º 986/68, e
 - b) misturas, tal como definidas no n.º 3 do artigo 1.º do Regulamento (CEE) n.º 1725/79.
2. **Referências:** Norma internacional ISO 707

Leite e produtos lácteos: métodos de amostragem em conformidade com as directrizes constantes do n.º 2, alínea c), do anexo I do Regulamento (CEE) n.º 625/78.
3. **Definição**

O teor de soro sólido de coalho é definido como a percentagem em massa determinada de acordo com o processo descrito.
4. **Fundamento do método**

Determinação da quantidade de glicomacropéptido A GMP_a de acordo com o anexo V do Regulamento (CEE) n.º 625/78. As amostras que apresentem resultados positivos são analisadas em relação ao glicomacropéptido A por um método de cromatografia líquida de alta resolução em fase inversa (processo CLAR). Avaliação do resultado obtido por comparação com amostras-padrão de leite em pó desnatado com e sem uma percentagem conhecida de soro de leite em pó. Os resultados superiores a 1 % (m/m) indicam a presença de soro sólido de coalho.
5. **Reagentes**

Todos os reagentes devem ser de qualidade analítica. A água utilizada deve ser destilada ou, pelo menos, de pureza equivalente. O acetonitrilo deve ser de qualidade espectroscópica ou CLAR.

Todos os reagentes necessários para o processo do Regulamento (CEE) n.º 625/78 são descritos no anexo V desse regulamento.

Reagentes para CLAR de fase inversa:

 - 5.1. *Solução de ácido tricloroacético*

Dissolver 240 g de ácido tricloroacético (CCl₃COOH) em água e perfazer até 1 000 ml.
 - 5.2. *Eluentes A e B*

Eluente A: misturar 150 ml de acetonitrilo (CH₃CN), 20 ml de Isopropanol (CH₃CHOHCH₃) e 1,00 ml de ácido trifluoroacético (TFA, CF₃COOH) com água até perfazer 1 000 ml. Eluente B: misturar 550 ml de acetonitrilo, 20 ml de isopropanol e 1,00 ml de ácido trifluoroacético com água até perfazer 1 000 ml. Antes da utilização, filtrar a solução eluente numa membrana de filtração com poros de diâmetro de 0,45 µm.
 - 5.3. *Conservação da coluna*

Após as análises, a coluna é lavada com o eluente B (via um gradiente) e, posteriormente, com acetonitrilo (via um gradiente em 30 minutos). A coluna é conservada em acetonitrilo.
 - 5.4. *Soluções-padrão*
 - 5.4.1. Leite em pó desnatado que satisfaça as exigências do Regulamento (CEE) n.º 625/78 [i.e. (0)].
 - 5.4.2. O mesmo leite em pó desnatado adulterado com 5 % (m/m) de soro-tipo de coalho em pó de composição padrão [i.e. (5)].
 - 5.4.3. O mesmo leite em pó desnatado adulterado com 50 % (m/m) de soro-tipo de coalho em pó de composição padrão [i.e. (50)] (*).
6. **Aparelhos e utensílios**

Os aparelhos e utensílios necessários ao processo do Regulamento (CEE) n.º 625/78 são descritos no anexo V desse regulamento.

Aparelhos para CLAR de fase inversa.

(*) O soro-tipo de coalho em pó de composição padrão e, igualmente, o leite em pó desnatado adulterado podem ser fornecidos por NIZO, Kernhemseweg 2, PO Box 20 — NL-6710 BA, Ede. Todavia, podem ser também utilizados pós que dêem origem a resultados equivalentes aos pós NIZO.

- 6.1. Balança analítica.
- 6.2. Centrifugadora que possa atingir uma força centrífuga de 2 200 g equipada com tubos de centrifugação fechados de cerca de 50 ml.
- 6.3. Agitador mecânico que possa proceder a agitação a 50 °C.
- 6.4. Agitador magnético.
- 6.5. Funis de vidro com cerca de 7 cm de diâmetro.
- 6.6. Papeis-filtro, filtração média, de aproximadamente 12,5 cm de diâmetro.
- 6.7. Equipamento de vidro de filtração, com uma membrana de filtração com poros de diâmetro de 0,45 µm.
- 6.8. Pipetas graduadas que permitam uma distribuição de 10 ml (ISO 648, classe A, ou ISO/R 835), ou um sistema que possibilite uma distribuição de 10,0 ml em 2 minutos.
- 6.9. Banho-maria em termóstato, a $25 \pm 0,5$ °C.
- 6.10. Equipamento para CLAR, que consiste em:
 - 6.10.1. Sistema de bombear de gradiente binário.
 - 6.10.2. Injetor manual ou automático com uma capacidade de 100 µl.
 - 6.10.3. Coluna Dupont Protein Plus (25 x 0,46 cm I.D.) ou uma coluna de fase inversa equivalente de sílica de poros largos.
 - 6.10.4. Forno de coluna com termóstato a 35 ± 1 °C.
 - 6.10.5. Detector UV de comprimento de onda variável, que permita medições a 210 nm (se necessário, pode ser utilizado um comprimento de onda superior, até 220 nm) com uma sensibilidade de 0,02 A.
 - 6.10.6. Integrador que possa proceder à medição da altura dos picos.

Nota

É possível o funcionamento da coluna à temperatura ambiente, desde que esta não flutue em mais de 1 °C; caso contrário, registam-se demasiadas variações do tempo de retenção do GMP_A .

7. Amostragem

- 7.1. Norma internacional ISO 707 — leite e produtos lácteos — métodos de amostragem, em conformidade com as directrizes do n.º 2, alínea c), do anexo I do Regulamento (CEE) n.º 625/78.
- 7.2. Conservar a amostra em condições que evitem qualquer deterioração ou alteração da composição.

8. Técnica

8.1. *Preparação da amostra a testar*

Colocar o pó num recipiente com uma capacidade de cerca de duas vezes o volume do pó, equipado com uma tampa estanque ao ar. Fechar imediatamente o recipiente. Misturar bem o pó de leite através da inversão repetida do recipiente.

8.2. *Toma de ensaio*

Pesar $2,00 \pm 0,001$ g de amostra a testar para um tubo de centrifugação (6.2) ou para um frasco devidamente rolhado (50 ml).

8.3. *Eliminação das gorduras e das proteínas.*

- 8.3.1. Juntar à toma de ensaio 20,0 g de água quente (50 °C). Dissolver o pó agitando durante 5 minutos ou durante 30 minutos no caso do leite ácido, utilizando um agitador mecânico (6.3). Colocar o tubo em banho-maria (6.9) e deixar equilibrar à temperatura de 25 °C.
- 8.3.2. Juntar 10,0 ml de solução de ácido tricloroacético a 25 °C (5.1) de uma forma constante durante 2 minutos enquanto se agita vigorosamente por meio de um agitador magnético (6.4). Colocar o tubo num banho-maria (6.9) e deixar em repouso durante 60 minutos.
- 8.3.3. Centrifugar (6.2) durante 10 minutos a 2 200 g ou filtrar através de papel (6.6), rejeitando os primeiros 5 ml de filtrado.

8.4. *Determinação cromatográfica*

- 8.4.1. Proceder à análise CLAR como descrito no anexo V do Regulamento (CEE) n.º 625/78. No caso de ser obtido um resultado negativo, a amostra analisada não contém soro sólido de coalho em quantidade detectável. No caso de ser obtido um resultado positivo, é necessário proceder ao método CLAR de fase inversa anteriormente descrito. A presença de pó de leite ácido pode originar falsos resultados positivos. O método CLAR de fase inversa infirma essa possibilidade.

- 8.4.2. Antes de se proceder à análise CLAR de fase inversa, devem ser optimizadas as condições de gradiente. Para os sistemas de gradiente com um volume morto de cerca de 6 ml (volume a partir do ponto em que os solventes se juntam até ao volume da ansa do injectador, inclusive), é óptimo um tempo de retenção de 26 minutos \pm 2 minutos para o GMP_A. Os sistemas de gradiente com um volume morto inferior (por exemplo 2 ml) devem utilizar 22 minutos como tempo óptimo de retenção.

Tomar as soluções de amostras-padrão (5.4) sem e com 50 % de soro de coalho.

Injectar 100 μ l do sobrenadante ou filtrado (8.3.3) no aparelho de CLAR, que deve funcionar nas condições de gradiente de aferição indicadas no quadro 1.

Quadro 1. Condições de gradiente de aferição para optimização da cromatografia.

Tempo (minutos)	Fluxo (ml/minuto)	% A	% B	Curva
Início	1,0	90	10	*
27	1,0	60	40	lin
32	1,0	10	90	lin
37	1,0	10	90	lin
42	1,0	90	10	lin

A comparação dos dois cromatogramas deve revelar a localização do pico de GMP_A.

Utilizando as fórmulas a seguir indicadas, pode ser calculada a composição inicial de solvente a utilizar para o gradiente normal (ver 8.4.3):

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

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

Em que:

TR_{gmpA}: tempo de retenção do GMP_A com o gradiente de aferição

10: % B inicial do gradiente de aferição

2,5: % B no ponto médio menos % B no início do gradiente normal

13,5: tempo médio do gradiente de aferição

26: tempo de retenção necessário do GMP_A

6: razão entre os declives do gradiente de aferição e do gradiente normal

30: % B no início menos % B após 27 minutos no gradiente de aferição

27: tempo decorrido do gradiente de aferição

- 8.4.3. Colheita de soluções das amostras a testar

Injectar 100 μ l de sobrenadante ou filtrado medidos rigorosamente (8.3.3) no aparelho de CLAR, que deve funcionar com um caudal de 1,0 ml da solução eluente (5.2) por minuto.

A composição de eluente no início da análise é obtida a partir de 8.4.2, sendo normalmente próxima de A:B = 76:25 (5.2). Imediatamente após a injeção, é iniciado um gradiente linear, que dá origem a uma percentagem de B 5 % mais elevada após 27 minutos. Em seguida, é iniciado um gradiente linear, o que leva a composição de eluente a 90 % de B em 5 minutos. Esta composição é mantida durante 5 minutos mudando seguidamente, via um gradiente linear em 5 minutos para a composição inicial. Em função do volume interno do sistema de bomba, a injeção seguinte pode ser feita 15 minutos após a obtenção das condições iniciais.

Observações

1. O tempo de retenção do glicomacropéptido deve ser de 26 minutos \pm 2 minutos. Este pode ser conseguido através da variação das condições iniciais e finais do primeiro gradiente. Todavia, a diferença entre a percentagem de B das condições iniciais e finais do primeiro gradiente deve permanecer 5 % de B.
2. Os eluentes devem ser suficientemente desgaseificados e permanecer nesse estado. Tal é essencial para o funcionamento adequado do sistema de bomba de gradiente. O desvio-padrão do tempo de retenção do pico de GPM deve ser inferior a 0,1 minutos (n = 10).
3. Devem ser injectadas as cinco amostras de referência (5) e utilizadas para calcular um novo factor R de resposta (9.1.1).

- 8.4.4. Os resultados de análise cromatográfica da amostra a testar (E) são obtidos na forma de um cromatograma em que o pico de GMP é identificado pelo seu tempo de retenção de cerca de 26 minutos.

O integrador (6.10.6) calcula automaticamente a altura A do pico de GMP. Em todos os cromatogramas, deve ser verificada a localização da linha de base. A análise ou a integração devem ser repetidas se a linha de base estiver localizada dum modo incorrecto.

Para detectar quaisquer anomalias devidas quer a um funcionamento deficiente do aparelho ou da coluna quer à origem e natureza da amostra analisada, é necessário observar o aspecto de cada cromatograma antes de proceder a qualquer interpretação quantitativa.

8.5. *Calibração*

- 8.5.1. Aplicar exactamente às amostras-padrão (5.4.1-5.4.2) a técnica descrita desde o ponto 8.2 até ao ponto 8.4.4. Utilizar soluções recentemente preparadas, pois o GMP é degradado à temperatura ambiente, em meio de ácido tricloroacético a 8 %. A 4 °C, a solução permanece estável durante 24 horas. No caso de séries longas de análises, é desejável a utilização de um recipiente arrefecido para amostras no injector automático.

Nota

O ponto 8.4.2. pode ser suprimido se a percentagem de B nas condições iniciais for conhecida das análises anteriores.

O cromatograma da amostra de referência (5) deve ser idêntico à figura 1, onde o pico de GMP_A é antecedido de dois picos pequenos. É essencial obter uma separação semelhante.

- 8.5.2. Antes da determinação cromatográfica das amostras, injectar 100 µl da amostra-padrão sem soro de coalho (0) (5.4.1).

O cromatograma não deve apresentar um pico com um tempo de retenção do pico de GMP_A.

- 8.5.3. Determinar os factores R de resposta por injeção do mesmo volume de filtrado (8.5.1), como utilizado para as amostras.

9. **Resultados**

9.1. *Método de cálculo e fórmulas*

- 9.1.1. Cálculo do factor R de resposta:

Pico de GMP: $R = SL/A$

Em que:

R = factor de resposta do pico de GMP

A = altura do pico de GMP

SL = quantidade de soro de leite na amostra-padrão (5).

- 9.2. *Cálculo da percentagem de soro em pó de coalho na amostra:*

$SL(E) = R \times A (E)$

em que

SL(E) = percentagem (m/m) de soro de coalho na amostra (E)

R = factor de resposta do pico GMP (9.1.1)

A(E) = altura do pico de GMP da amostra (E).

Se SL(E) for superior a 1 % e a diferença entre o tempo de retenção e o da amostra-padrão (5) for inferior a 0,2 minutos, conclui-se que o soro sólido de coalho está presente.

9.3. *Exactidão do método*

9.3.1. Repetibilidade

A diferença entre os resultados de duas determinações efectuadas simultaneamente ou com um curto intervalo de tempo pelo mesmo analista, utilizando os mesmos aparelhos e utensílios, no mesmo material de teste, não deve exceder 0,2 % m/m.

9.3.2. Reprodutibilidade

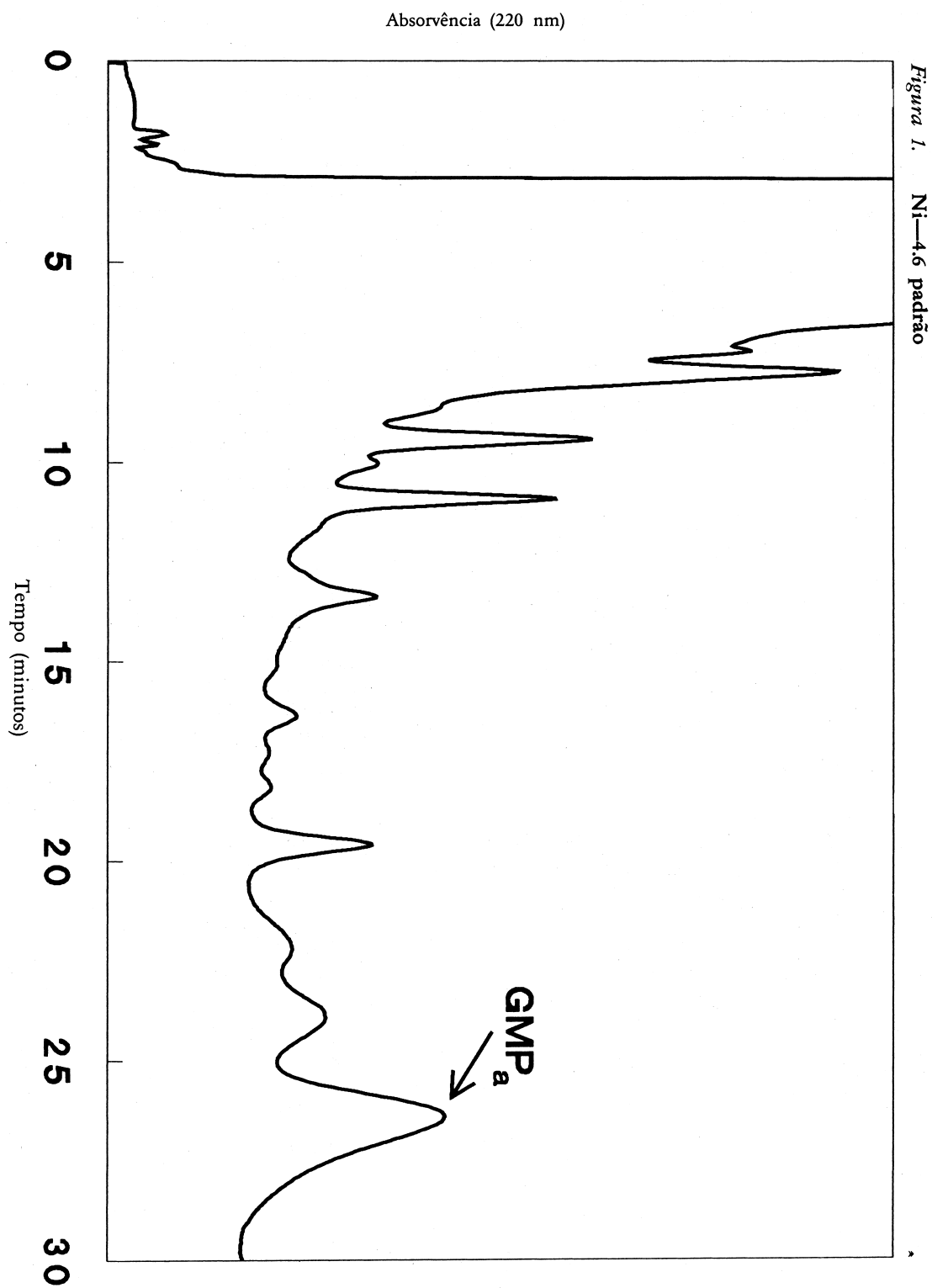
Por determinar.

9.3.3. Linearidade

A partir de 0 até 16 % de soro de coalho, deve ser obtida uma relação linear com um coeficiente de correlação superior a 0,99.

9.4. Interpretação

- 9.4.1. Considera-se que o soro de leite está presente se o resultado obtido no ponto 9.2 for superior a 1 % m/m e se o tempo de retenção do pico de GMP diferir em menos de 0,2 minutos do obtido com a amostra-padrão (5). É fixado o limite de 1 % de acordo com o disposto no Regulamento (CEE) n.º 625/78, anexo 5, pontos 9.2 e 9.4.1.



ANEXO V

DETERMINAÇÃO QUALITATIVA DO AMIDO NO LEITE EM PÓ DESNATADO, NO LEITE EM PÓ DESNATURADO E NOS ALIMENTOS COMPOSTOS PARA ANIMAIS**1. Objectivo**

O presente método destina-se à detecção do amido utilizado como marcador no pó de leite desnatado.

O limite inferior de detecção do método é de, aproximadamente, 0,05 g de amido por 100 g de amostra.

2. Fundamento

A reacção é a mesma da utilizada iodometria:

— fixação por colóides do iodo livre numa solução aquosa,

— absorção pelas micelas de amido e formação de cor.

3. Reagentes**3.1. Solução de iodo**

— iodo..... 1 g,

— iodeto de potássio 2 g,

— água destilada 100 ml.

4. Aparelhos e utensílios

4.1. Balança analítica.

4.2. Banho-maria.

4.3. Tubos de ensaio de 25 mm × 200 mm.

5. Técnica

Pesar 1 g de amostra e transferi-la para o tubo de ensaio (ponto 4.3).

Adicionar a 20 ml de água destilada e agitar a fim de dispersar a amostra.

Colocar no banho-maria em ebulição (ponto 4.2) e deixar durante cinco minutos.

Retirar do banho-maria e arrefecer à temperatura ambiente.

Adicionar 0,5 ml de solução de iodo (ponto 3.1), agitar e observar a cor resultante.

6. Expressão dos resultados

Uma coloração azul indica a presença de amido nativo na amostra.

Quando a amostra contenha amido modificado, a cor pode não ser azul.

7. Observações

A cor, a intensidade da cor e o aspecto microscópico do amido variam em função da origem do amido nativo (por exemplo de milho ou batata) e do tipo de amido modificado presente na amostra.

Na presença de amido modificado, a cor produzida muda para violeta, vermelho ou castanho, de acordo com o grau de modificação da estrutura cristalina do amido nativo.

ANEXO VI

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁGUA DO LEITELHO ÁCIDO EM PÓ

1. **Domínio de aplicação**

Determinar o teor de humidade de leiteiro ácido em pó destinado à preparação de alimentos para animais.

2. **Princípio**

A amostra é seca no vácuo. A perda de massa é determinada por pesagem.

3. **Instrumentos**

3.1. Balança analítica.

3.2. Recipientes secos de metal inoxidável ou de vidro, munidos de uma tampa hermética; superfície útil que permita obter uma repartição da amostra da ordem dos 0,3 g/cm².

3.3. Estufa de vácuo, com aquecimento eléctrico regulável, equipada de uma bomba de óleo e, quer de um dispositivo de introdução de ar quente desidratado, quer de um desidratante (por exemplo, óxido de cálcio).

3.4. Exsiccador, contendo um desidratante eficaz.

3.5. Estufa de dessecação ventilada, munida de um termostato, regulada a 102 ± 2 °C.

4. **Modo operativo**

Aquecer um recipiente (3.2) e a respectiva tampa na estufa de dessecação (3.5) durante pelo menos 1 hora. Tapar o recipiente, transferi-lo imediatamente para um exsiccador (3.4), deixar arrefecer até à temperatura ambiente e pesar com uma aproximação de 0,5 mg.

Tarar, com uma aproximação de 0,5 mg, o recipiente (3.2) com a tampa. Pesar dentro dele, com uma aproximação de 1 mg, cerca de 5 g da amostra, repartindo-a uniformemente. Colocar o recipiente destapado na estufa de vácuo (3.3) previamente aquecida a 83 °C. Introduzir o recipiente o mais rapidamente possível, para evitar que a temperatura da estufa desça demasiado.

Diminuir a pressão até atingir 100 Torr (13,3 kPa) e deixar secar a essa pressão durante quatro horas, quer numa corrente de ar quente, quer utilizando um desidratante (cerca de 300 g para 20 amostras). Neste último caso, desligar a bomba de vácuo quando a pressão indicada tiver sido atingida. Contar o tempo de secagem a partir do momento em que a temperatura da estufa voltar a atingir 83 °C. Restabelecer cuidadosamente a pressão atmosférica na estufa. Abrir a estufa, tapar imediatamente o recipiente, retirá-lo da estufa, deixar arrefecer durante 30 a 45 minutos no exsiccador (3.4) e pesar com uma aproximação de 1 mg. Secar por mais 30 minutos na estufa de vácuo (3.3) a 83 °C e repetir a pesagem. A diferença entre as duas pesagens não deve exceder o valor correspondente a 0,1 % de humidade.

5. **Cálculo dos resultados**

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

sendo:

E = massa inicial da amostra, em gramas,

m = massa da amostra seca, em gramas.

6. **Precisão**6.1. *Limite de repetibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações efectuadas no mínimo intervalo de tempo possível, pelo mesmo operador, utilizando os mesmos instrumentos e material de ensaio idêntico, não deve exceder 0,4 g de água por 100 g de leiteiro ácido em pó.

6.2. *Limite de reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações efectuadas por operadores em laboratórios diferentes, utilizando instrumentos diferentes e material de ensaio idêntico não deve exceder 0,6 g de água por 100 g de leite ácido em pó.

6.3. *Fonte dos parâmetros de precisão*

Os parâmetros de precisão foram determinados num ensaio realizado em 1995 com a participação de oito laboratórios e com 12 amostras (6 duplicados em teste cego).
