

31999R2799

31.12.1999

JURNALUL OFICIAL AL COMUNITĂȚILOR EUROPENE

L 340/3

**REGULAMENTUL (CE) NR. 2799/1999 AL COMISIEI
din 17 decembrie 1999**

de stabilire a normelor de aplicare a Regulamentului (CE) nr. 1255/1999 privind acordarea de ajutoare pentru laptele degresat și laptele praf degresat pentru hrana animalelor și vânzarea acestui tip de lapte praf degresat

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

având în vedere Regulamentul (CE) nr. 1255/1999 al Consiliului din 17 mai 1999 privind organizarea comună a pieței laptelui și produselor lactate ⁽¹⁾, în special articolele 10 și 15,

întrucât:

(1) Regulamentul (CE) nr. 1255/1999 înlocuiește Regulamentul (CEE) nr. 804/68 ⁽²⁾ al Consiliului, modificat ultima dată de Regulamentul (CE) nr. 1587/96 ⁽³⁾, și, printre altele, Regulamentul (CEE) nr. 986/68 al Consiliului din 15 iulie 1968 de stabilire a normelor generale pentru acordarea de ajutoare pentru laptele degresat și laptele praf degresat în vederea utilizării ca furaje ⁽⁴⁾, modificat ultima dată de Regulamentul (CE) nr. 1802/95 ⁽⁵⁾ al Comisiei. Pentru a ține cont de noile prevederi și de experiența dobândită, ar trebui modificate și, dacă este necesar, simplificate dispozițiile Regulamentului (CEE) nr. 1725/79 al Comisiei din 26 iulie 1979 privind modalitățile de acordare a ajutoarelor pentru laptele degresat transformat în furaje combinate și laptele praf degresat destinat hrănirii vițelilor ⁽⁶⁾, modificat ultima dată de Regulamentul (CE) nr. 83/96 ⁽⁷⁾. În contextul modificărilor aduse, se impune, din rațiuni ce țin de claritate, reformularea respectivului regulament, astfel încât să includă dispozițiile Regulamentului (CEE) nr. 3398/91 al Comisiei din 20 noiembrie 1991 privind vânzarea prin achiziție publică a laptelui praf degresat pentru producția de furaje combinate și de modificare a Regulamentului (CEE) nr. 569/88 ⁽⁸⁾, modificat ultima dată de Regulamentul (CE) nr. 124/1999 ⁽⁹⁾, și a Regulamentului (CEE) al Comisiei nr. 1634/85 din 17 iunie 1985 de stabilire a nivelului ajutoarelor pentru laptele degresat și laptele praf degresat utilizat ca hrană pentru animale ⁽¹⁰⁾, modificat ultima dată de Regulamentul (CEE) nr. 1802/95.

(2) Scopul măsurii de ajutor prevăzute de articolul 11 din Regulamentul (CE) nr. 1255/1999 este de a permite cea mai bună valorificare a proteinelor din lapte. De aceea este adecvat să se coreleze plata ajutoarelor cu conținutul în proteine lactate al laptelui degresat și al laptelui praf degresat folosit.

(3) Este necesar să se garanteze că laptele degresat și laptele praf degresat pentru care se acordă ajutorul sunt cu adevărat folosite pentru hrana animalelor. În acest scop, ajutorul ar trebui acordat numai pentru laptele degresat și laptele praf degresat transformat în furaje combinate sau denaturat conform anumitor cerințe. Este, de asemenea, necesar să se prevadă dispoziții corespunzătoare care să prevină plata de ajutoare pentru același produs de mai multe ori.

(4) Regulamentul (CE) nr. 1043/97 ⁽¹¹⁾ al Comisiei prevede o derogare de la unele dispoziții de verificare din Regulamentul (CEE) nr. 1725/79. Este necesar să se țină cont de această derogare în cazul verificărilor prevăzute în prezentul regulament, iar Regulamentul (CE) nr. 1043/97 ar trebui să se abroge.

(5) Ajutorul ar trebui acordat numai dacă furajele combinate îndeplinesc anumite norme în ceea ce privește compoziția, care se urmăresc în mod obișnuit în industrie, și dacă aceste furaje au atins stadiul final de fabricație industrială. În scopul verificării, produsele ar trebui ambalate astfel încât să poată fi identificate. Statele membre ar trebui să li se permită să precizeze modalitățile în care sunt îndeplinite condițiile stabilite.

(6) Ambalarea specială nu este necesară pentru furajele combinate cărora li s-a adăugat făină de lucernă. În plus, o asemenea cerință nu este necesară în cazul transportului în cisterne sau containere, cum obișnuiesc să utilizeze anumiți producători, iar această metodă de transport ar trebui supusă unor prevederi speciale de inspectare și ajutorul ar trebui plătit numai după inspecție.

(7) Utilizarea finală a laptelui degresat și a laptelui praf degresat cu preț redus poate fi verificată numai dacă întreprinderile care beneficiază de ajutor oferă garanții adecvate. În acest sens, este indicat să se impună acordarea aprobării întreprinderii prelucrătoare de către organismul competent al statului membru în cauză și să se prevadă un sistem contabil adaptat la condițiile de acordare a ajutorului.

(8) În ceea ce privește metodele de referință aplicabile în cazul analizelor prevăzute în acest sistem de ajutor, ar trebui să se facă trimitere la lista publicată în fiecare an în conformitate cu Regulamentul (CE) nr. 2721/95 al Comisiei din 24 noiembrie 1995 de stabilire a normelor de aplicare a metodelor de referință și a celor obișnuite pentru analiza și evaluarea calității laptelui și produselor lactate

⁽¹⁾ JO L 160, 26.6.1999, p. 48.

⁽²⁾ JO L 148, 28.6.1968, p. 13.

⁽³⁾ JO L 206, 16.8.1996, p. 21.

⁽⁴⁾ JO L 169, 18.7.1968, p. 4.

⁽⁵⁾ JO L 174, 26.7.1995, p. 27.

⁽⁶⁾ JO L 199, 7.8.1979, p. 1.

⁽⁷⁾ JO L 17, 23.1.1996, p. 3.

⁽⁸⁾ JO L 320, 22.11.1991, p. 16.

⁽⁹⁾ JO L 16, 21.1.1999, p. 19.

⁽¹⁰⁾ JO L 158, 18.6.1985, p. 7.

⁽¹¹⁾ JO L 152, 11.6.1997, p. 6.

în cadrul organizării pieței comune ⁽¹²⁾. Totuși, de vreme ce nu au fost stabilite metode de referință pentru determinarea cantității de lapte praf degresat în furajele combinate, a prezenței zerului încheșat praf din laptele praf degresat sau a calității amidonului din laptele praf degresat, în prezentul regulament ar trebui prevăzute metode adecvate.

- (9) Ar trebui să se aplice procedura de achiziții publice permanentă pentru vânzarea laptelui praf degresat din stocuri publice pentru a asigura accesul în mod egal pentru toți potențialii cumpărători, pentru a se ajunge la un preț de vânzare care să reflecte condițiile pieței și a se verifica care este utilizarea reală a laptelui praf degresat prevăzut a fi utilizat pentru fabricarea furajelor combinate. Prețul oferit poate să difere considerabil în funcție, în special, de prospețimea laptelui praf oferit pentru vânzare și localizarea sa. Ar trebui deci să fie posibilă stabilirea unor prețuri minime diferențiate.
- (10) Termenul limită de intrare în stoc în scopul vânzării trebuie să fie prevăzut de prezentul regulament. Regulamentul (CEE) nr. 3536/91 al Comisiei din 2 decembrie 1991 de stabilire a termenului limită de intrare în stoc pentru laptele praf degresat vândut în conformitate cu Regulamentul (CEE) nr. 3398/91 ⁽¹⁾, modificat ultima dată de Regulamentul (CE) nr. 2508/1999 ⁽²⁾, ar trebui deci să se abroge.
- (11) Experiența dobândită demonstrează că regimul de ajutoare prevăzut de Regulamentul (CEE) nr. 1105/68 al Comisiei din 27 iulie 1968 privind modalitățile de acordare a ajutorului pentru laptele degresat pentru utilizarea ca furaj ⁽³⁾, modificat ultima dată de Regulamentul (CEE) nr. 1802/95, pune nenumărate probleme în privința punerii în aplicare și a verificării beneficiarilor. În plus, cantitățile de lapte degresat care beneficiază de această măsură au scăzut mult în ultimii ani, astfel că această schemă are acum numai un impact marginal asupra echilibrului pieței produselor lactate. De asemenea, piața laptelui degresat va continua să fie susținută prin ajutorul acordat atunci când laptele degresat este incorporat în furaje combinate. Măsura de ajutor prevăzută în Regulamentul (CEE) nr. 1105/68 ar trebui deci să se desființeze și regulamentul menționat ar trebui să se abroge.
- (12) Comitetul de gestionare a laptelui și produselor lactate nu a emis un aviz în termenul stabilit de președinte,

ADOPTĂ PREZENTUL REGULAMENT:

CAPITOLUL 1

DISPOZIȚII GENERALE

Articolul 1

Prezentul regulament stabilește normele de aplicare a Regulamentului (CE) nr. 1255/1999 referitoare la:

- (a) acordarea ajutorului pentru laptele degresat, laptele praf degresat, zară și zară praf prevăzute a fi utilizate ca hrană animală, în conformitate cu articolul 11 din regulamentul menționat;
- (b) vânzarea laptelui praf degresat prevăzut a fi utilizat ca hrană animală în conformitate cu articolul 7 alineatul (4) din regulamentul menționat.

Articolul 2

În sensul prezentului regulament:

- (a) „lapte” reprezintă produsul obținut prin mulgerea uneia sau mai multor vaci, cărui nu i-a fost adăugat nimic și care a fost cel mult parțial degresat;
- (b) „lapte degresat” reprezintă lapte cu un conținut de grăsime de cel mult 1 % și un conținut proteic de cel puțin 31,4 % din extractul uscat fără grăsime;
- (c) „lapte praf degresat” reprezintă produsul obținut prin eliminarea apei din lapte, având un conținut maxim de grăsime de 11 %, o umiditate maximă de 5 % și un conținut proteic de cel puțin 31,4 % din extractul uscat fără grăsime;
- (d) „zară” reprezintă produsul secundar al fabricării untului obținut după separarea smântânii și separarea grăsimii solide, având un conținut maxim de grăsime de 1 % și un conținut proteic de cel puțin 31,4 % din extractul uscat fără grăsime;
- (e) „zară praf” reprezintă produsul obținut prin eliminarea apei din zară, având un conținut maxim de grăsime de 11 %, o umiditate maximă de 5 % și un conținut proteic de cel puțin 31,4 % din extractul uscat fără grăsime.

Articolul 3

În sensul aplicării prezentului regulament, zara și zara praf vor fi asimilate laptelui degresat și, respectiv, laptelui praf degresat.

Articolul 4

Sunt considerate amestecuri prevăzute pentru fabricarea furajelor combinate (denumite în continuare „amestecuri”) produsele conținând următoarele ingrediente:

⁽¹⁾ JO L 283, 25.11.1995, p. 7.

⁽²⁾ JO L 335, 6.12.1991, p. 8.

⁽³⁾ JO L 304, 27.11.1999, p. 21.

⁽⁴⁾ JO L 184, 29.6.1968, p. 24.

- (a) lapte praf degresat; și
- (b) grăsimi; (ii) cel puțin 2 kg de amidon sau amidon gel (pregelatinizat);
- (c) vitamine;
- (d) săruri minerale;
- (e) zaharoză;
- (f) agenți anticoagulanți și/sau agenți fluidizanți (maximum 0,3 %); și
- (g) alți agenți liposolubili, în special antioxidanți și emulsificatori. (ii) cel puțin 12 kg făină de pește, nedeodorizată sau cu miros puternic, conținând cel puțin 30 % (m/m) particule care nu depășesc 300 micrometri

Articolul 5

(1) Sunt considerate furaje combinate (denumite în continuare „furaje combinate”) produsele:

- (a) care conțin, per 100 kg de produs finit:
- (i) cel puțin 50 kg și cel mult 80 kg de lapte praf degresat și
- (ii) cel puțin 5 kg de grăsimi care nu provin din unt și cel puțin 2 kg de amidon sau amidon gel sau
- (iii) cel puțin 2,5 kg de grăsimi care nu provin din unt și cel puțin 2 kg de amidon sau amidon gel în cazul în care sunt încorporate 5 kg de lucernă sau de masă ierboasă conținând cel puțin 50 % (m/m) particule care să nu depășească 300 micrometri, cantitate raportată la 100 kg de lapte praf degresat. Particulele care nu depășesc 300 micrometri trebuie să fie uniform distribuite în amestec;
- (b) care pot fi folosite direct ca hrană și care nu vor fi denaturate sau amestecate înainte de a ajunge la utilizatorul final.

(2) Atunci când se stabilește că produsul fabricat conține o cantitate de lapte praf degresat ce depășește cantitatea maximă de 80 kg menționată în alineatul (1) litera (a) punctul (i), dar care să nu depășească 81 kg, ajutorul poate totuși să se acorde, pe baza conținutului de lapte praf degresat, la 80 kg.

Atunci când produsul fabricat nu conține cantitatea minimă de 50 kg de lapte praf degresat menționată în alineatul (1) litera (a) punctul (i), se acordă ajutorul redus cu 15 % pentru laptele praf degresat care este încorporat, cu condiția ca raportul lapte praf degresat – produs finit să fie egal cu cel puțin 45 kg la 100 kg de produs finit.

Articolul 6

(1) Este considerat ca fiind „lapte praf degresat denaturat” produsul fabricat în conformitate cu una dintre următoarele formule:

- (a) Formula A: 100 kg de lapte praf degresat plus:
- (i) cel puțin 9 kg de făină de lucernă sau masă ierboasă conținând cel puțin 50 % (m/m) particule care să nu depășească 300 micrometri

- și
- (iii) cel puțin 2 kg de amidon sau amidon gel (pregelatinizat).

Dimensiunile particulelor care, conform standardului BS 410-1976, sunt cele mai apropiate de dimensiunile maxime stabilite pentru particulele de produse prevăzute, fără să fie mai mici decât acestea, vor fi considerate ca echivalente.

(2) Substanțele adăugate laptelui praf degresat trebuie să fie uniform distribuite în amestec.

Laptele praf degresat nu poate fi supus nici unui proces, nici înainte, nici după denaturare, care ar putea diminua sau neutraliza efectele denaturării, în special prin folosirea agenților dezodorizanți, prin schimbarea gustului și a mirosului datorită eliminării componentelor responsabili pentru percepția gustativă și/sau olfactivă sau prin adăugarea de ingrediente ce conferă un gust și un miros ce le maschează pe acelea de făină de pește.

CAPITOLUL II

AJUTORUL PENTRU LAPTELE PRAF DEGRESAT

Secțiunea 1

Valoarea ajutorului și condițiile de punere în aplicare

Articolul 7

- (1) Ajutorul se stabilește la:
- (a) 5,80 EUR per 100 kg de lapte degresat cu un conținut proteic de cel puțin 35,6 % din extractul uscat fără grăsimi;
- (b) 5,12 EUR per 100 kg de lapte degresat cu un conținut proteic de cel puțin 31,4 %, dar sub 35,6 % din extractul uscat fără grăsimi;
- (c) 71,51 EUR per 100 kg lapte praf degresat cu un conținut proteic de cel puțin 35,6 % din extractul uscat fără grăsimi;
- (d) 63,07 EUR per 100 kg de lapte praf degresat cu un conținut proteic de cel puțin 31,4 %, dar sub 35,6 % din extractul uscat fără grăsimi.
- (2) În cazul laptelui praf degresat cu o umiditate ce depășește 5 %, ajutorul se reduce cu 1 % pentru fiecare 0,2 procente de umiditate în plus.

Articolul 8

Pentru a beneficia de ajutor, laptele degresat și laptele praf degresat trebuie să întrunească cel puțin următoarele condiții:

- (a) trebuie utilizat într-o întreprindere aprobată în conformitate cu articolul 9:
 - (i) fie nemodificat, fie încorporat într-un amestec sau
 - (ii) nemodificat pentru obținerea de lapte praf degresat denaturat;
- (b) nu trebuie să fi beneficiat de ajutor sau de o reducere a prețului conform altor măsuri ale Comunității.

Articolul 9

(1) Întreprinderile care produc amestecuri, furaje combinate sau lapte praf degresat denaturat trebuie să fie aprobate în acest sens de organismul competent al statului membru pe teritoriul căruia are loc producția.

(2) Aprobarea se acordă întreprinderilor care:

- (a) au echipamentul tehnic adecvat și metode administrative și contabile care să facă posibilă respectarea atât a prezentului regulament, cât și a cerințelor suplimentare prevăzute de statele membre;
- (b) fac obiectul unei inspecții efectuate de către organismul competent.
- (3) Cu excepția cazurilor de forță majoră, dacă se constată că o întreprindere nu mai întrunește condițiile stabilite în alineatul (2) sau nu a respectat alte obligații prevăzute în prezentul regulament, aprobarea se suspendă pentru un interval de una până la douăsprezece luni, în funcție de gravitatea încălcării.

Dacă la expirarea acestui termen, condițiile stabilite în alineatul (2) nu sunt întrunite, aprobarea se retrage. Aprobarea poate fi re acordată după cel puțin șase luni, la cererea întreprinderii respective, ca urmare a unei inspecții amănunțite.

Statele membre pot decide să nu impună o asemenea suspendare dacă se constată că încălcarea nu a fost comisă deliberat sau datorită unei neglijențe serioase și dacă această încălcare are consecințe minime.

Articolul 10

(1) Ambalajele conținând amestecuri trebuie să prezinte următoarele informații:

- (a) una sau mai multe dintre mențiunile prevăzute în anexa II punctul (A);
- (b) o indicație a conținutului de lapte praf degresat, de săruri minerale și de zaharoză adăugate și a conținutului de grăsime, inclusiv agenții tehnici liposolubili;
- (c) o indicație de identificare a întreprinderii care să facă referire la numărul aprobării.

(2) Fără a aduce atingere articolului 11 și Directivei 79/373/CEE ⁽¹⁾ a Consiliului, furajele combinate se ambalează în saci sau în alte containere închise sau sigilate care să nu conțină mai mult de 50 kg și care să prezinte următoarele informații:

- (a) una sau mai multe dintre declarațiile înscrise în anexa II punctul (B);
- (b) o indicație de identificare a întreprinderii care să facă referire la numărul aprobării;
- (c) conținutul în lapte praf degresat;
- (d) numărul lotului de fabricație;
- (e) data fabricației, dacă aceasta nu este indicată de seria de fabricație.

Informațiile de mai sus trebuie să fie marcate lizibil și de neșters pe ambalaj sau container sau pe o etichetă atașată.

(3) Statele membre pot stabili norme pentru marcarea ambalajelor în conformitate cu alineatul (2), precum și orice informație suplimentară care poate fi adăugată pe ambalaj, container sau etichetă. Statele membre informează Comisia despre măsurile pe care le iau în acest sens.

Articolul 11

Dispozițiile articolului 10 alineatul (2) nu se aplică în cazul furajelor combinate:

- (a) conținând faină de lucernă sau iarbă în condițiile stabilite de articolul 5 alineatul (1) litera (a) punctul (iii);
- (b) livrate în cisternă sau container la o fermă sau crescătorie sau complex de îngrijire care folosește aceste furaje combinate în condițiile stabilite de articolele 12 și 13.

Articolul 12

Întreprinderile care primesc ajutoare pot fi autorizate, la cerere, să livreze furaje combinate prin cisterne sau containere. Această autorizație se acordă de către autoritățile competente ale statului membru pe al cărui teritoriu se află sediul întreprinderii.

Livrarea se desfășoară în condiții de supraveghere administrativă pentru a se asigura, în special, că se efectuează către o fermă sau crescătorie sau complex de îngrijire care utilizează furaje.

Articolul 13

(1) Dacă se efectuează o livrare în container sau cisternă într-un stat membru, altul decât statul membru producător, dovada livrării în condiții de supraveghere administrativă, menționată la articolul 12, este furnizată prin prezentarea copiei de control menționate în articolul 471 - 495 din Regulamentul (CEE) nr. 2454/93 ⁽²⁾ al Comisiei.

⁽¹⁾ JO L 86, 6.4.1979, p. 30.

⁽²⁾ JO L 253, 11.10.1993, p. 1.

(2) Rubrica 104 a exemplarului de control trebuie să conțină una sau mai multe dintre declarațiile înscrise în anexa II punctul (C).

(3) Statul membru importator verifică dacă destinatarul respectă condițiile stabilite în articolul 12 al doilea paragraf.

Secțiunea 2

Măsuri de control

Articolul 14

(1) Întreprinderile care produc furaje combinate pot primi ajutorul numai dacă întrețin arhive, bazate pe bilanșurile lor contabile, ce corespund graficului de plată fixat de statele membre și care includ cel puțin următoarele informații:

- (a) cantitățile de produse lactate achiziționate sau fabricate și data livrării sau a producerii;
- (b) data livrării și cantitățile de lapte degresat și lapte praf degresat fabricat sau livrat nenedenaturat sau într-un amestec utilizat pentru fabricarea furajelor combinate, împreună cu numele și adresa furnizorului și conținutul în lactoproteină al produselor;
- (c) data fabricării furajelor combinate și cantitățile fabricate, cu detalii asupra compoziției și ale procentelor din fiecare ingredient și, în special, cantitățile de cazeină și/sau cazeine adăugate neschimbate sau în amestec;
- (d) data vânzării laptelui degresat, laptelui praf degresat și cantitățile fabricate și cantitățile vândute, împreună cu numele și adresa destinatarului;
- (e) pierderile, eșantioanele, beneficiile și schimburile de lapte degresat, lapte praf degresat și furaje combinate.

(2) Informațiile înscrise în alineatul (1) sunt însoțite de vouchere și facturi.

(3) Statele membre pot cere ca întreprinderile să țină contabilitatea stocurilor, în special orice informații considerate necesare pentru facilitarea aplicării prezentului regulament.

Articolul 15

Pentru a se asigura respectarea dispozițiilor prezentului capitol, statele membre efectuează în special inspecțiile prevăzute în articolele 16-18.

Organismul responsabil cu inspecția înregistrează rezultatele inspecției în rapoarte ce conțin în special informațiile prevăzute în anexa I la prezentul regulament.

Articolul 16

(1) Sub rezerva alineatului (2), în ceea ce privește respectarea conținutului de proteine, grăsimi și umiditate al laptelui degresat sau al laptelui praf degresat încorporat, inspecția trebuie realizată înainte de sau cel târziu în timpul utilizării acestora pentru fabricarea furajelor combinate fie în formă nemodificată, fie sub formă de amestec, fie prin folosirea lor în stare nemodificată la fabricarea laptelui praf degresat denaturat.

(2) Dacă laptele praf degresat folosit, fie nemodificat, fie în amestec, vine direct de la fabrica în care este produs, inspecția menționată în alineatul (1) poate fi efectuată înainte ca laptele praf să părăsească fabrica respectivă. În acest caz, se aplică următoarele reguli:

- (a) organismul care efectuează inspecția ia măsurile necesare pentru a se asigura că a fost verificată acea cantitate de lapte praf degresat care este folosită la fabricarea furajelor combinate sau a laptelui praf degresat denaturat;
- (b) sacii, ambalajele sau recipientele în care este pus laptele praf degresat trebuie să aibă inscripționate informațiile de identificare a laptelui praf și unitatea producătoare și trebuie să prezinte data fabricării, greutatea netă și conținutul de proteine, grăsimi și umiditate al laptelui praf;
- (c) datele inspecției întocmite de organismul responsabil cu inspecția trebuie:
 - (i) să identifice laptele praf degresat și să stabilească în special cantitatea de lapte praf și conținutul de proteine, grăsimi și umiditate al acestuia și data fabricației;
 - (ii) să prezinte informații despre laptele praf degresat până la încorporarea sa în furajele combinate;
 - (iii) să fie anexate arhivelor menționate în articolul 14 alineatul (1).

Articolul 17

(1) În ceea ce privește utilizarea laptelui degresat și a laptelui praf degresat, nemodificat sau în amestec, pentru fabricarea furajelor combinate se stabilesc metodele de inspecție de către statul membru respectiv și trebuie să îndeplinească cel puțin condițiile stabilite în alineatele (2)-(5).

(2) Inspecțiile întreprinderilor în cauză urmăresc în special:

- (a) compoziția laptelui degresat și a laptelui praf degresat folosit nemodificat;
- (b) compoziția amestecurilor folosite;
- (c) compoziția furajelor combinate fabricate.

(3) Inspectarea întreprinderilor trebuie să aibă loc chiar la sediile acestora și să se refere în special la condițiile de fabricare, stabilite prin:

- (a) inspectarea materialelor prime folosite;
- (b) verificarea produselor la intrare și la ieșire;
- (c) eșantionarea;
- (d) verificarea arhivelor menționate în articolul 14 alineatul (1).

(4) Inspecțiile sunt neanunțate și se desfășoară cel puțin o dată la fiecare 14 zile de fabricare. Frecvența lor este determinată pe baza cantităților de lapte praf degresat utilizat de către întreprindere, iar frecvența cu care sunt cercetate bilanțurile contabile se stabilește în conformitate cu alineatul (5).

Întreprinderile care nu utilizează constant lapte degresat și lapte praf degresat prezintă programul de fabricație autorității de control din statul membru în cauză, astfel ca acesta să poată stabili programul corespunzător de inspectare.

Frecvența de inspectare de mai sus nu se aplică în cazul în care fabricarea furajelor combinate face obiectul unei inspecții continue la fața locului.

(5) Inspecțiile menționate în alineatul (4) sunt completate de cercetări neanunțate și minuțioase ale documentelor comerciale și ale arhivelor menționate în articolul 14 alineatul (1).

Aceste cercetări se efectuează cel puțin o dată la 12 luni. Dacă se realizează cel puțin o dată la trei luni, frecvența inspecțiilor menționate în alineatul (3) poate fi redusă de la cel puțin o dată la 14 zile, la cel puțin o dată la 28 zile de fabricare.

Articolul 18

(1) Fabricarea laptelui praf degresat denaturat se inspectează la fața locului cel puțin o dată pe zi în timpul denaturării.

(2) Întreprinderea care produce lapte praf degresat denaturat comunică organismului competent, înainte de fabricare, în scris sau prin orice alt mijloc de comunicare scrisă:

- (a) numărul aprobării fabricii;
- (b) cantitatea de lapte praf degresat ce urmează să fie denaturat;
- (c) locul unde va avea loc denaturarea;
- (d) datele planificate pentru realizarea denaturării.

Organismul competent stabilește termenul limită pentru comunicarea datelor la care va avea loc fabricarea și poate cere informații suplimentare.

Articolul 19

Sub rezerva articolului 20, metodele de referință aplicabile analizelor prevăzute de prezentul regulament sunt cele prevăzute

în lista întocmită în conformitate cu articolul 2 din Regulamentul (CE) nr. 2721/95 al Comisiei.

Articolul 20

(1) Cantitatea de lapte praf degresat inclus în amestecuri și furaje combinate se determină prin testarea fiecărui eșantion cel puțin în duplicat, în conformitate cu metoda de analiză specificată în anexa III, însoțită de verificările prevăzute de articolul 17 alineatul (3). Dacă apare o discrepanță între rezultatele acestor verificări, rezultatele inspecției la fața locului stabilesc concluzia finală.

(2) Absența zerului încheșat se demonstrează în conformitate cu procedura descrisă în anexa IV.

(3) Conținutul în amidon al furajelor combinate se determină prin verificările prevăzute în articolul 17 alineatul (3), care trebuie să fie completate cu analize calitative folosind metoda stabilită în anexa V.

(4) Umiditatea zarei praf acide se determină utilizând metoda descrisă în anexa VI.

(5) Conținutul în masă ierboasă sau făină de lucernă, conținutul în amidon și conținutul în făină de pește al laptelui praf degresat denaturat se determină prin analize de laborator sau prin inspecțiile la fața locului prevăzute în articolul 18 alineatul (1).

Articolul 21

Pentru a realiza testele analitice prevăzute în prezentul capitol și după ce obțin consimțământul Comisiei, statele membre pot să stabilească, sub proprie supraveghere, un sistem de auto-verificare pentru anumite întreprinderi aprobate.

Secțiunea 3

Plata ajutorului

Articolul 22

(1) Cuantumul ajutorului este cel care se aplică fie în ziua în care laptele degresat sau laptele praf degresat este transformat în furaje combinate, fie în ziua în care laptele praf degresat este denaturat, după cum este cazul.

(2) Ajutorul se plătește de autoritatea competentă desemnată de statul membru pe al cărui teritoriu este situat producătorul care folosește lapte degresat sau lapte praf degresat fie pentru a fabrica furaje combinate, fie pentru a-l denatura, după caz.

(3) Ajutorul se plătește pe baza unei cereri prezentate de către producătorii de furaje combinate sau de lapte praf degresat denaturat (denumiți în continuare „beneficiari”), adresate autorităților competente, care indică:

- (a) numele și adresa beneficiarului;
- (b) cantitatea de lapte degresat sau de lapte praf degresat pentru care se cere ajutorul, indicând conținutul proteic;
- (c) dacă este cazul, cantitatea de furaje combinate în care este încorporat laptele degresat sau laptele praf degresat menționat la litera (b), indicându-se numerele tuturor loturilor de fabricație relevante.
- (4) Ajutorul se plătește la intervale ce se stabilesc de statele membre, dar termenul menționat în cererea de plată nu poate depăși o lună.

Articolul 23

(1) Plata ajutorului face obiectul condițiilor stabilite în alineatele (2)-(4).

(2) Rezultatele analizelor prevăzute în prezentul capitol și verificările menționate în articolul 15, ce se referă la termenul de plată imediat anterior celui pentru care este cerut ajutorul, trebuie să arate că s-au respectat dispozițiile prezentului capitol.

(3) Beneficiarul trebuie să demonstreze autorității competente că laptele degresat sau laptele praf degresat în cantitatea precizată a fost transformat în furaje combinate sau denaturat în termenul stabilit în cererea de ajutor.

(4) În cazul prevăzut de articolul 12, beneficiarul furnizează documente suplimentare care să arate autorității competente că furajele combinate au fost într-adevăr livrate în cisternă sau container către o fermă sau crescătorie sau complex de îngrășare care folosește aceste furaje.

Articolul 24

(1) Fără a aduce atingere articolului 25, dacă rezultatele analizelor prevăzute în prezentul capitol și verificările menționate în articolul 15 arată că solicitantul nu a respectat dispozițiile prezentului capitol în termenul de plată anterior, plata ajutorului pentru termenul prevăzut în cererea curentă se suspendă în funcție de rezultatele verificărilor efectuate în termenul respectiv. În plus, orice ajutor plătit nejustificat pentru termenul anterior în cauză se recuperează.

(2) Cuantumul ajutorului plătit nejustificat este cel care se plătește pentru tot laptele degresat sau laptele praf degresat utilizat în perioada dintre data ultimei inspecții care nu a dat naștere la observații și data inspecției care indică faptul că beneficiarul respectă din nou prezentul regulament.

Totuși, dacă beneficiarul o solicită, organismul responsabil cu inspecțiile efectuează o anchetă specială, cât mai curând posibil, pe cheltuiala beneficiarului. În cazul în care cantitatea în cauză se dovedește a fi mai mică decât cea menționată în primul paragraf, cuantumul ce urmează a fi recuperat se modifică în consecință.

Articolul 25

Atunci când sunt întrunite condițiile stabilite în articolul 23 alineatul (3), statele membre sunt autorizate să plătească un avans, în sensul articolului 18 din Regulamentul (CEE) nr. 2220/85 ⁽¹⁾ al Comisiei, pentru o valoare egală cu valoarea ajutorului cerut, cu condiția depunerii unei garanții de 110 % din valoarea avansului.

În acest caz, documentele însoțitoare dovedind justificarea ajutorului sunt furnizate în următoarele șase luni de la plata avansului.

CAPITOLUL III

VÂNZAREA LAPTELUI DEGRESAT DIN DEPOZITUL PUBLIC

Secțiunea 1

Organizarea și participarea la achizițiile publice

Articolul 26

(1) Vânzarea laptelui praf degresat are loc conform procedurii de achiziții publice permanente care este îndeplinită de fiecare dintre organismele de intervenție.

(2) Vânzarea se referă la laptele praf degresat intrat în stoc înainte de 31 decembrie 1997.

(3) Anunțul de participare se publică în *Jurnalul Oficial al Comunităților Europene* cu cel puțin opt zile înainte de expirarea primului termen limită stabilit pentru depunerea ofertelor.

(4) Agenția de intervenție redactează un anunț de participare, care indică în special termenul limită și adresa pentru depunerea ofertelor.

De asemenea, agenția de intervenție trebuie să indice pentru laptele praf degresat deținut:

- (a) locația depozitelor în care se află laptele praf ce urmează a fi vândut;
- (b) cantitatea ce urmează să fie vândută din fiecare depozit.

(5) Agenția de intervenție întocmește o listă actualizată a informațiilor menționate în alineatul (4), care este pusă la dispoziția persoanelor interesate la cerere. De asemenea, la intervale regulate, publică lista actualizată, într-o formă corespunzătoare specificată în anunțul de participare.

(6) Agenția de intervenție ia măsurile necesare pentru a permite persoanelor interesate:

- (a) să examineze eșantioanele de lapte praf degresat puse în vânzare, pe cheltuiala lor, înainte de a depune o ofertă;

⁽¹⁾ JO L 205, 3.8.1985, p. 5.

(b) să verifice rezultatele analizelor menționate în articolul 3 din Regulamentul (CEE) nr. 322/96 ⁽¹⁾ al Comisiei.

Articolul 27

(1) Agenția de intervenție organizează achiziții individuale pe durata termenului de valabilitate al procedurii achizițiilor publice permanente.

(2) Termenul limită pentru depunerea ofertelor pentru fiecare achiziție individuală expiră la ora 12 la prânz (ora Bruxelles-ului) în a doua și a patra zi de marți a lunii, cu excepția celei de-a doua marți din luna august și celei de-a patra marți din decembrie. Dacă ziua de marți este o sărbătoare oficială, termenul limită expiră la ora 12 la prânz (ora Bruxelles-ului) din ziua lucrătoare precedentă.

Articolul 28

(1) Laptele praf degresat vândut în conformitate cu dispozițiile prezentului capitol se califică pentru ajutorul prevăzut la articolul 1 litera (a).

(2) Persoanele interesate participă la achiziția publică individuală fie printr-o scrisoare recomandată, fie prin depunerea unei oferte scrise la agenția de intervenție cu confirmare de primire sau prin orice alt mijloc scris de comunicare.

Ofertele se depun la agenția de intervenție care deține laptele praf degresat.

(3) Oferta conține:

- (a) numele și adresa ofertantului;
- (b) cantitatea solicitată;
- (c) prețul în euro oferit pentru 100 kg, fără să se includă impozitele naționale, la ieșirea din depozit;
- (d) statul membru pe teritoriul căruia are loc transformarea în furaje combinate sau denaturarea;
- (e) după caz, depozitul în care se păstrează laptele praf degresat și, la nevoie, un depozit de rezervă.

(4) Ofertele sunt valabile doar dacă:

- (a) se referă la cel puțin 10 tone. Totuși, dacă în depozit se află mai puțin de 10 tone, atunci cantitatea minimă pentru care se poate face o ofertă este cantitatea avută la dispoziție;
- (b) sunt însoțite de promisiunea scrisă a ofertantului de a respecta următoarele cerințe:
 - (i) să transforme sau să asigure transformarea laptelui praf degresat în furaje combinate sau în lapte praf degresat denaturat în termen de 60 de zile de la expirarea termenului limită pentru depunerea ofertelor privind achiziția publică individuală prevăzută în articolul 27 alineatul (2);
 - (ii) să respecte sau să asigure respectarea dispozițiilor prezentului regulament;

(c) este furnizată dovada că ofertantul a constituit o garanție pentru participare de 36 EUR per tonă pentru respectiva achiziție publică, în statul membru în care este depusă oferta și înainte de expirarea termenului limită de depunere a ofertelor.

(5) Ofertele nu pot fi retrase după împlinirea termenului limită prevăzut în articolul 27 alineatul (2).

Articolul 29

Referitor la garanția de participare prevăzută în articolul 28 alineatul (4) litera (c), cerințele principale în sensul articolului 20 din Regulamentul (CEE) nr. 2220/85 sunt ca oferta să fie menținută după împlinirea termenului limită pentru depunerea ofertelor, ca garanția de transformare menționată în articolul 30 alineatul (3) să fie constituită și ca prețul să fie plătit.

Secțiunea 2

Punerea în aplicare a procedurii de achiziții publice

Articolul 30

(1) În ziua expirării termenului limită menționat în articolul 27 alineatul (2), statele membre informează Comisia cu privire la cantitățile și prețurile propuse de ofertanți și despre cantitatea de lapte praf degresat pus în vânzare.

(2) Comisia stabilește prețul minim de vânzare pentru laptele praf degresat pe baza ofertelor primite după fiecare achiziție publică în conformitate cu procedura stabilită în articolul 42 din Regulamentul (CE) nr. 1255/1999. Acest preț poate varia în funcție de prospețimea și proveniența cantităților de lapte praf degresat oferit spre vânzare.

Se poate lua decizia de a nu se da curs procedurii de achiziții publice.

(3) Comisia stabilește valoarea garanției pentru transformare per 100 kg lapte praf degresat și, în același timp, stabilește prețul minim de vânzare în conformitate cu aceeași procedură.

Scopul garanției pentru transformare este să asigure îndeplinirea cerinței principale, în sensul articolului 20 din Regulamentul (CEE) nr. 2220/85, și anume ca laptele praf degresat să fie utilizat în conformitate cu dispozițiile articolului 28 alineatul (4) litera (b). Garanția se constituie în statul membru pe teritoriul căruia va avea loc transformarea în furaje combinate sau denaturarea, la organismul desemnat de respectivul stat membru.

Articolul 31

Oferta se respinge dacă prețul oferit este mai scăzut decât prețul minim.

Articolul 32

(1) Agenția de intervenție procedează la atribuirea contractului în conformitate cu regulile precizate în alineatele (2)-(5).

⁽¹⁾ JO L 45, 23.2.1996, p. 5.

(2) Lapte praf degresat se atribuie în funcție de data de intrare în depozit, începând cu cel mai vechi produs din cantitatea totală disponibilă din antrepozitul/antrepozitele desemnat/desemnate de ofertant.

(3) Fără a aduce atingere articolului 31, ofertantul câștigător este cel care oferă cel mai mare preț. Dacă nu este atribuită întreaga cantitate disponibilă, cantitatea rămasă se atribuie celorlalți ofertanți pe baza prețurilor oferite, începând cu cel mai ridicat preț.

(4) Dacă acceptarea unei oferte are ca rezultat contracte ce prevăd un surplus de lapte praf degresat disponibil dintr-un anume depozit, se atribuie ofertantului în chestiune numai cantitatea disponibilă.

Totuși, agenția de intervenție poate desemna alte depozite care să compenseze cantitatea stabilită în ofertă, dacă ofertantul este de acord.

(5) În cazul în care, prin acceptarea mai multor oferte care au indicat același preț pentru același antrepozit, cantitatea disponibilă se epuizează, se va proceda la atribuirea contractului prin repartizarea cantității disponibile proporțional cu cantitățile prevăzute în ofertele respective.

Totuși, dacă repartizarea ar conduce la atribuirea unor cantități mai mici de cinci tone, atribuirea se face prin tragere la sorți.

Articolul 33

Drepturile și obligațiile ce decurg din procedura de achiziții publice nu sunt transmisibile.

Articolul 34

(1) Agenția de intervenție informează imediat fiecare ofertant despre rezultatul participării la achiziția publică individuală.

Garanția prevăzută în articolul 29 se eliberează imediat în cazul ofertelor care nu au fost reținute.

(2) Înainte de a prelua laptele praf degresat și în termenul prevăzut în articolul 35 alineatul (2), ofertantul câștigător plătește agenției de intervenție prețul corespunzător ofertei sale pentru fiecare cantitate pe care dorește să o ridice și constituie garanția de prelucrare prevăzută în articolul 30 alineatul (3).

Articolul 35

(1) Odată ce s-a plătit suma prevăzută la articolul 34 alineatul (2) și a fost constituită garanția prevăzută în articolul 30 alineatul (3), agenția de intervenție eliberează garanția de participare prevăzută în articolul 29 și eliberează un bon/o chitanță de eliberare care precizează:

- (a) cantitatea pentru care au fost întrunite cerințele de mai sus;
- (b) depozitul în care este stocat laptele praf degresat;
- (c) termenul de ridicare a laptelui praf degresat;
- (d) termenul pentru transformarea în furaje combinate sau denaturare.

(2) Ofertantul câștigător preia laptele praf degresat atribuit într-un termen de 30 de zile de la data închiderii prezentării ofertelor. Preluarea poate fi efectuată în tranșe.

Cu excepția cazurilor de forță majoră, dacă laptele praf degresat nu este preluat în termenul stabilit în primul paragraf, costul depozitării și riscul sunt în sarcina ofertantului câștigător, începând din ziua în care a expirat termenul.

(3) Laptele praf degresat este remis de către agenția de intervenție în ambalaje care să conțină o trimitere, cu caractere vizibile și lizibile, la prezentul regulament.

La cererea persoanei interesate, agenția de intervenție emite o copie a certificatului care precizează compoziția produselor achiziționate, așa cum se prevede în articolul 3 din Regulamentul (CE) nr. 322/96.

(4) Suplimentar față de informațiile prevăzute în Regulamentul (CEE) nr. 3002/92 ⁽¹⁾ al Comisiei, rubrica 104 din exemplarul de control T5 trebuie să conțină una sau mai multe din declarațiile înscrise în anexa II punctul (D). Rubrica 106 trebuie să conțină termenul limită pentru transformarea în furaje combinate sau denaturare.

CAPITOLUL IV

DISPOZIȚII TRANZITORII ȘI FINALE

Articolul 36

Regulamentele (CEE) nr. 1105/68, (CEE) nr. 1725/79, (CEE) nr. 1634/85, (CEE) nr. 3398/91, (CEE) 3536/91 și (CE) nr. 1043/97 se abrogă.

Trimiterile la Regulamentele (CEE) nr. 1725/79 și (CEE) nr. 3398/91 se interpretează ca trimiteri la prezentul regulament.

Articolul 37

Ambalajele pretipărite menționate în articolul 4 alineatele (2) și (4) din Regulamentul (CEE) nr. 1725/79 pot fi utilizate, în continuare, până la 30 iunie 2000.

Aprobările acordate în conformitate cu articolul 4 alineatul (5) și articolul 8 alineatul (2) din Regulamentul (CEE) nr. 1725/79 rămân valabile, în sensul aplicării prezentului regulament.

Dispozițiile Regulamentului (CEE) nr. 1725/79 continuă să se aplice în cazul cantităților de lapte praf degresat atribuite în conformitate cu Regulamentul nr. 3398/91.

⁽¹⁾ JO L 301, 17.10.1992, p. 17.

Articolul 38

Prezentul regulament intră în vigoare la 1 ianuarie 2000.

Prezentul regulament se aplică începând cu data menționată numai cantităților de lapte degresat și lapte praf degresat transformat în furaje combinate sau lapte praf degresat denaturat.

Prezentul regulament este obligatoriu în toate elementele sale și se aplică direct în toate statele membre.

Adoptat la Bruxelles, 17 decembrie 1999.

Pentru Comisie
Franz FISCHLER
Membru al Comisiei

ANEXA I

TESTE ANALITICE

Dispozițiile adoptate în conformitate cu Directiva 70/373/CEE a Consiliului din 20 iulie 1970 privind introducerea metodelor comunitare de eșantionare și analiză pentru controlul oficial al furajelor (JO L 170, 3.8.1970, p. 21) se aplică în cazul eșantionării realizate în conformitate cu prezentul regulament.

A. Lapte praf degresat nemodificat

1. Determinarea:

- (a) umidității;
- (b) conținutului proteic;
- (c) conținutului în grăsimi.

2. Detectarea altor produși conform modalităților stabilite de autoritățile naționale:

- (a) amidon și amidon gel;
- (b) masă ierboasă sau făină de lucernă;
- (c) zer încheșat;
- (d) făină de pește;
- (e) alte substanțe, în special zer acid, a căror detectare este cerută de autoritățile naționale.

B. Lapte praf degresat încorporat într-un amestec

Teste suplimentare celor menționate la punctul (A).

Determinarea:

- (a) conținutului laptelui praf degresat;
- (b) conținutului în grăsimi, inclusiv agenții tehnici liposolubili.

C. Lapte praf degresat denaturat

Teste suplimentare celor menționate la punctul (A).

1. Dacă laptele praf este denaturat folosind formula A:

Determinarea:

- (a) conținutului de masă ierboasă sau de făină de lucernă;
- (b) conținutului de amidon.

Măsurători ale dimensiunilor particulelor de masă ierboasă sau de făină de lucernă.

2. Dacă laptele praf este denaturat folosind formula B:

Determinarea:

- (a) conținutului de masă ierboasă sau de făină de lucernă;
- (b) conținutului de amidon;
- (c) conținutului de făină de pește.

Măsurarea dimensiunilor particulelor de:

- (a) masă ierboasă sau făină de lucernă;
- (b) făină de pește.

Mirosul poate fi testat adăugând o pudră inertă înainte de denaturare (diluție 1:20) sau după denaturare (diluție 1:2). Un miros caracteristic, puternic, trebuie să mai fie încă detectabil.

D. Furaje combinate

Determinarea:

- (a) conținutului de lapte praf degresat;
- (b) conținutului de masă ierboasă sau de făină de lucernă;
- (c) conținutului în grăsimi.

Detectarea amidonului.

Măsurarea dimensiunilor particulelor de masă ierboasă sau de făină de lucernă (verificate înainte de încorporare).

ANEXA II

A. Informații care trebuie să fie indicate pe ambalajul amestecurilor

- 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 valmistungseen tarkoitettu esiseos — asetus (EY) N:o 2799/1999
- Blandning avsedd för framställning av foderblandningar — Förordning (EG) nr 2799/1999

B. Informații care trebuie să fie indicate pe ambalajul furajelor combinate

- 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
- Foderblanding innehållande skummjölkspulver — Förordning (EG) nr 2799/1999

C. Informații speciale care trebuie să fie introduse în rubrica 104 a exemplarului de control T 5 dacă produsul este livrat în cisternă sau container

- Pienso compuestos destinados a una explotación agraria o una explotación pecuaria o de engorde que utilice los piensos compuestos — Reglamento (CE) n° 2799/1999
- Foderblanding til brug på en landbrugsbedrift, en opdrætnings- eller en opfedningsvirksomhed — Forordning (EF) nr. 2799/1999
- Für landwirtschaftliche Betriebe bzw. Aufzucht- oder Mastbetriebe bestimmtes Mischfutter — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
- Σύνθετες ζωοτροφές που θα χρησιμοποιηθούν από γεωργική εκμετάλλευση ή κτηνοτροφική εκμετάλλευση ή εκμετάλλευση παχύνσεως — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
- Compound feedingstuffs bound for a farm or breeding or fattening concern which uses feedingstuffs — Regulation (EC) No 2799/1999
- Aliments composés pour animaux destinés à une exploitation agricole ou à une exploitation d'élevage ou d'engrassissement 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. Informații speciale care trebuie să fie introduse în rubrica 104 a exemplarului de control T 5 dacă laptele praf degresat vândut provine din depozite publice

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

ANEXA III

DETERMINĂRI CANTITATIVE DE LAPTE PRAF DEGRESAT DIN FURAJELE COMBINATE, PRIN COAGULAREA ENZIMATICĂ A PARACAZEINEI**1. Scopul**

Determinările cantitative de lapte praf degresat din furajele combinate prin coagularea enzimatică a paracazeinei.

2. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică furajelor combinate ce conțin cel puțin 10 % lapte praf degresat; cantități mari de zară și/sau anumite proteine nelactice pot conduce la interferențe.

3. Principiul metodei

- 3.1. Dizolvarea cazeinei conținute în furajele combinate prin extragerea cu soluție de citrat de sodiu.
- 3.2. Corectarea concentrației ionilor de calciu până la nivelul necesar pentru precipitarea paracazeinei; transformarea cazeinei în paracazeină prin adăugarea de cheag.
- 3.3. Conținutul în azot din precipitatul de paracazeină este determinat de metoda Kjeldahl descrisă de standardul IDF 20A 1986; cantitatea de lapte praf degresat este calculată pe baza conținutului minim de cazeină de 27,5 % (vezi punctul 9.1).

4. Reactivi

Reactivii trebuie să aibă calități analitice. Apa folosită trebuie să fie apă distilată sau apă cu o puritate echivalentă. Cu excepția cheagului (punctul 4.5), toți reactivii și soluțiile trebuie să fie lipsite de substanțe azotoase.

- 4.1. Citrat trisodic dihidratat (1 % soluție a/v).
- 4.2. Clorură de calciu (soluție 2M). Greutatea de 20,018 g de CaCO_3 (grad analitic) într-un vas de porțelan de dimensiune adecvată (150-200 ml) sau într-un pahar gradat. Se acoperă cu apă distilată și se transferă într-o baie de apă fierbinte. Se adaugă încet 50 - 60 ml soluție HCl (concentrația HCl:apă = 1:1) pentru a solubiliza complet carbonatul. Se menține pe baia de apă fierbinte până CaCl_2 este uscat, pentru a elimina HCl care nu a reacționat. Se transferă cu apa distilată într-un recipient măsurând 100 ml și se diluează până la semn. Se măsoară valoarea pH-ului, care nu trebuie să fie mai mică de 4,0. Se depozitează soluția într-un frigider.
- 4.3. 0,1 N hidroxid de sodiu.
- 4.4. 0,1 N acid clorhidric.
- 4.5. Soluție de cheag standard de 1:10 000 (cheag lichid de vițel). Se depozitează într-un frigider la temperatura de 4 - 6 °C.
- 4.6. Reactivi pentru determinarea cantitativă a azotului prin metoda Kjeldahl descrisă de standardul IDF 20A 1986.

5. Aparatură

Aparatură obișnuită de laborator, care include:

- 5.1. Mojar sau omogenizator.
- 5.2. Balanță analitică.
- 5.3. Centrifugă cu depunere la partea superioară (2 000 - 3 000 rpm) cu tuburi de 50 ml.
- 5.4. Amestecător magnetic cu elemente (10-15 mm).
- 5.5. Pahare gradate de 150-200 ml.
- 5.6. Recipiente de 250 ml și de 500 ml.
- 5.7. Pâlnii de sticlă cu diametrul de 60 - 80 mm.
- 5.8. Filtre rapid filtrante, care nu rețin cenușa, cu diametrul de 150 mm (S.S. 589², S.S. 595 ½).
- 5.9. Pipete cu volume nominale variate.

- 5.10. Baie de apă de 37 °C controlată termostatic.
- 5.11. Instrument pentru măsurarea pH-ului.
- 5.12. Montaj Kjeldahl pentru digestie și distilare cu accesorii.
- 5.13. Biuretă gradată 25 ml.
- 5.14. Sticlă din plastic pentru apă distilată.
- 5.15. Spatule de oțel inoxidabil.
- 5.16. Termometre.
- 5.17. Cuptor cu temperatură de uscare controlată.

6. Procedura

6.1. Prepararea eșantionului

Se zdrobește în mojar sau se omogenizează în râșniță un eșantion de 10 - 20 g pentru a se obține un amestec omogen.

6.2. Dizolvarea laptelui praf și separarea rezidului insolubil

- 6.2.1. O cantitate bine omogenizată (punctul 6.1) de 1,000 ± 0,002 g din furajele combinate se pune direct într-un tub de centrifugă de 50 ml. Se adaugă 30 ml de soluție de citrat de sodiu (punctul 4.1) încălzit în prealabil până la 45°. Se amestecă cu ajutorul amestecătorului magnetic timp de cel puțin 5 minute.
- 6.2.2. Se centrifughează la 500 g (2 000-3 000 rpm) timp de 10 minute și se decantează soluția apoasă limpede supernatant într-un pahar gradat de 150-200 ml, având grijă să nu treacă în pahar absolut nici o picătură din materialul rămas pe fundul tubului.
- 6.2.3. Se execută încă două extracții din reziduu, urmându-se aceeași procedură, adăugându-se extrasele primului.
- 6.2.4. Dacă se formează un strat de ulei la suprafață, se ține la frigider până se solidifică și apoi se îndepărtează stratul solid cu o spatulă.

6.3. Coagularea cazeinei cu enzime de cheag

- 6.3.1. În timp ce se amestecă permanent, se adaugă picătură cu picătură 3,4 ml de soluție saturată de clorură de calciu (punctul 4.2) până la extractul apos total (aproximativ 100 ml). Se ajustează pH-ul până la 6,4-6,5 cu soluție de NaOH (punctul 4.3) sau HCl (punctul 4.4). Se pune în baia de aburi de 37 °C controlată termostatic pentru 15 sau 20 minute până se obține echilibrul salin. Devine mai evident prin formarea unei turbidități ușoare.
- 6.3.2. Se transferă lichidul într-unul (sau două) tuburi ale centrifugii la 2 000 g timp de 10 minute pentru a îndepărta materialul precipitat. Se transferă lichidul, fără a spăla sedimentul, într-unul (sau două) tuburi ale centrifugii.
- 6.3.3. Se aduce temperatura lichidului înapoi la 37°. În timp ce se amestecă extractul, se adaugă, picătură cu picătură, 0,5 ml de cheag lichid (punctul 4.5). Coagularea are loc într-un minut sau două.
- 6.3.4. Se readuce eșantionul pe baia de aburi și se lasă la temperatura de 37° timp de 15 minute. Se îndepărtează eșantionul de pe baie și se desface coagulatul prin agitare. Se centrifughează la 2 000 g timp de 10 minute. Se filtrează lichidul printr-un filtru de hârtie (¹) adecvat (Whatman nr. 541 sau echivalent) și se păstrează filtrul de hârtie. Se spală precipitatul din tubul centrifugii cu 50 ml de apă la aproximativ 35 °C prin agitarea precipitatului.
Se centrifughează din nou la 2 000 g timp de 10 minute. Se filtrează lichidul prin filtrul de hârtie păstrat în acest scop.

6.4. Determinarea azotului din cazeină

- 6.4.1. După spălare, se transferă cantitativ precipitatul în filtrul de hârtie păstrat la punctul 6.3.4 folosind apă distilată. Se transferă filtrul de hârtie în recipientul Kjeldahl. Determinarea azotului se face prin metoda Kjeldahl descrisă de standardul IDF 20A 1986.

7. Testul orb

- 7.1. Un test orb trebuie realizat cu regularitate folosind un filtru de hârtie care nu reține cenușa (punctul 5.8) umezit cu un amestec din 90 ml (punctul 4.1) de soluție de citrat de sodiu, 1 ml soluție saturată de clorură de calciu (punctul 4.2), 0,5 ml de cheag lichid (punctul 4.5) și spălat cu 3 × 15 ml de apă distilată înainte de mineralizarea prin metoda Kjeldahl descrisă de standardul IDF 20A 1986.
- 7.2. Volumul de acid folosit pentru testul orb trebuie să fie extras din volumul de acid (punctul 4.4) folosit pentru titrarea eșantionului.

(¹) Trebuie folosit un filtru cu filtrare cât mai rapidă, care nu reține cenușa.

8. Testul de control

- 8.1. Pentru a testa procedura mai sus-menționată și reactivii, se face o determinare pe furaje combinate standard, având un conținut de lapte praf degresat cunoscut, stabilit printr-o analiză circulară. Rezultatul mediu al determinării duplicat nu ar trebui să difere cu mai mult de 1 % de cel al analizei circulare.

9. Exprimarea rezultatelor

- 9.1. Procentajul de lapte praf degresat din furajele combinate se calculează prin următoarea formulă:

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

unde N este procentajul de azot din paracazeină; 27,5 este factorul de conversie a cazeinei determinate, în procente de lapte praf degresat; 2,81 și 0,908 sunt factori de corecție obținuți prin analiză de regresie.

10. Acuratețea metodei

10.1. Repetabilitatea

În minimum 95 % din cazurile studiate, analizele duplicat ale aceleiași eșantion, executate de același operator, în același laborator, trebuie să conducă la diferențe între rezultate care să fie echivalente cu cel mult 2,3 g de lapte praf degresat la 100 g de furaje combinate.

10.2. Reproducibilitatea

În minimum 95 % din cazurile studiate, același eșantion analizat de două laboratoare nu trebuie să conducă la diferențe între rezultate mai mari de 6,5 g de lapte praf degresat la 100 g de furaje combinate.

11. Toleranța limită

Valoarea CrD_{95} (diferența critică; 95 % limita încrederii) este calculată folosind formula (ISO 5725):

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

(R: reproducibilitatea; r: repetabilitatea)

Determinarea dublă $CrD_{95} = 4,5$ g

Dacă rezultatul analizei chimice diferă de conținutul declarat în lapte praf degresat cu cel mult 4,5 g (determinare dublă) expedierea furajelor combinate trebuie să respecte această dispoziție a prezentului regulament.

12. Observații

- 12.1. Adăugarea unui procent ridicat de anumite proteine nelactice și în special proteine din soia, când sunt încălzite împreună cu laptele praf degresat, pot conduce la rezultate prea ridicate datorită coprecipitării cu paracazeina din lapte.
- 12.2. Adăugarea de zară poate conduce la cifre oarecum scăzute datorită faptului că numai părțile fără grăsime sunt determinate. Adăugarea unei anumite cantități de zară acidă poate conduce la cifre considerabil scăzute datorită dizolvării incomplete a soluției de citrat.
- 12.3. Adaosurile de lecitină de 0,5 % sau mai mult pot, de asemenea, să conducă la rezultate scăzute.
- 12.4. Incorporarea de lapte praf degresat la căldură ridicată poate conduce, de asemenea, la cifre ridicate datorită coprecipitării unor anumite proteine din zer cu paracazeina din lapte.

ANEXA IV

DETERMINAREA ZERULUI ÎNCHEGAT SOLID DIN LAPTELE PRAF DEGRESAT ȘI AMESTECURI ÎN CONFORMITATE CU REGULAMENTUL (CEE) NR. 1725/79

1. **Obiectiv:** Detectarea adaosurilor de zer încheगत solid la:
 - (a) laptele praf degresat în conformitate cu definiția din articolul 1 din Regulamentul (CEE) nr. 986/68 și
 - (b) amestecuri în conformitate cu definiția din articolul 1 alineatul (3) din Regulamentul (CEE) nr. 1725/79.
2. **Bibliografie:** Standardul internațional ISO 707
Laptele și produsele lactate – metode de eșantionare, respectând liniile directoare conținute în anexa I alineatul (2) litera (c) la Regulamentul (CEE) nr. 625/78.
3. **Definiție**
Procentul de zer încheगत solid este definit ca procentul de masă determinat prin procedura descrisă.
4. **Principiu**
Determinarea cantității de glicomacropetidă A în conformitate cu dispozițiile anexei V la Regulamentul (CEE) nr. 625/78. Eșantioanele care dau rezultate pozitive sunt analizate pentru glicomacropetidă A (GMPA) prin procedura cromatografiei în fază lichidă în fază inversă de înaltă performanță (procedura CLIP). Evaluarea rezultatului obținut prin raportarea la eșantioanele standard de lapte praf degresat cu sau fără un procentaj cunoscut de zer praf. Rezultatele mai mari de 1 % (m/m) arată că este prezent zerul încheगत solid.
5. **Reactivi**
Toți reactivii trebuie să aibă un grad analitic recunoscut. Apa folosită trebuie să fie apă distilată sau apă cu o puritate echivalentă. Acetonitrilul trebuie să fie de calitate spectroscopică sau CLIP.
Reactivii utilizați pentru procedura descrisă în Regulamentul (CEE) nr. 625/78 sunt descriși în anexa V la prezentul regulament.
Reactivi pentru CLIP în fază inversă.
 - 5.1. *Soluție acidă tricloroacetică*
Se dizolvă 240 g de acid tricloroacetic (CCl_3CCOOH) în apă și se completează până la 1 000 ml.
 - 5.2. *Eluenții A și B*
Eluent A: 150 ml de acetonitril (CH_3CN), 20 ml izopropanol ($\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$) și 1,00 ml acid trifluoroacetic (ATF, CF_3COOH) sunt completate cu apă până la 1 000 ml. Eluent B: 550 ml de acetonitril (CH_3CN), 20 ml de izopropanol și 1,00 ml ATF sunt completate cu apă până la 1 000 ml. Se filtrează soluția eluentă, înainte de folosire, printr-un filtru membrană cu un diametru al porilor de 0,45 μm .
 - 5.3. *Conservarea coloanei*
După analiză, coloana se spală cu eluent B (cu ajutorul unui gradient) și ulterior cu acetonitril (cu ajutorul unui gradient, timp de 30 de minute). Coloana este păstrată în acetonitril.
 - 5.4. *Eșantioane standard*
 - 5.4.1. Lapte praf degresat care respectă cerințele Regulamentului (CEE) nr. 625/78, adică (0).
 - 5.4.2. Același lapte praf degresat modificat cu zer praf tip cheag 5 % (m/m) de compoziție standard, adică (5).
 - 5.4.3. Același lapte praf degresat modificat cu zer praf tip cheag 50 % (m/m) de compoziție standard, adică (50) (*).
6. **Aparatura**
Aparatura necesară pentru procedura descrisă de Regulamentul (CEE) nr. 625/78 este descrisă în anexa V la prezentul regulament.
Aparatură pentru CLIP în fază inversă.

(*) Zerul-cheag praf având compoziția standard, precum și laptele praf degresat denaturat se pot obține de la NIZO, Kernhemseweg 2, PO Box 20, NL-6710 BA. Cu toate acestea, pot fi utilizate, de asemenea, produse având rezultate echivalente cu cele ale produselor NIZO.

- 6.1. Balanță analitică.
- 6.2. Centrifugă, capabilă de a atinge o forță centrifugală de 2 200 g, dotată cu tuburi centrifugale cu dopuri, având o capacitate de aproximativ 50 ml.
- 6.3. Agitator mecanic cu posibilitate de agitare la 50 °C.
- 6.4. Amestecător magnetic.
- 6.5. Pâlnii din sticlă, cu diametru de aproximativ 7 cm.
- 6.6. Hârtie de filtru, pentru filtrare medie, cu diametru de aproximativ 12,5 cm.
- 6.7. Dispozitiv de filtrare din sticlă cu un filtru membrană cu un diametru al porilor de 0,45 μm.
- 6.8. Pipete gradate, permițând picurarea a 10 ml (ISO 648, clasa A sau ISO/R 835) sau un sistem capabil să picure 10 ml în două minute.
- 6.9. Baie de aburi termostatică, setată la $25 \pm 0,5$ °C.
- 6.10. Echipament CLIP constând în:
 - 6.10.1. sistem de pompare cu gradient binar;
 - 6.10.2. injector, manual sau automat, cu o capacitate de 100 μl;
 - 6.10.3. coloană Dupont Protein Plus (25 × 0,46 cm I.D.) sau o coloană echivalentă în fază inversă cu pori largi pe bază de silice;
 - 6.10.4. cuptor coloană termostatic, setat la 35 ± 1 °C;
 - 6.10.5. detector UV cu lungimi de undă variabile care să permită măsurători de 210 nm (dacă este necesar trebuie utilizată o lungime de undă mai înaltă de până la 220 nm) cu o sensibilitate de 0,02 A;
 - 6.10.6. integrator capabil de măsurători de vârfuri înalte.

Notă

Operarea coloanei este posibilă la temperatura camerei cu condiția ca temperatura camerei să nu fluctueze cu mai mult de 1 °C. În caz contrar, se constată variații destul de mari ale timpului de retenție al GMP_A.

7. Eșantionarea

- 7.1. Standardul internațional ISO 707 – Lapte și produse lactate – Metode de eșantionare care respectă liniile directe conținute în anexa I punctul (2) litera (c) din Regulamentul (CEE) nr. 625/78.
- 7.2. Se depozitează eșantionul în condiții care să împiedice deteriorarea sau transformarea compoziției.

8. Procedura

8.1. Prepararea unui eșantion test

Transferul laptelui praf într-un container cu o capacitate dublă față de volumul laptelui praf, dotat cu un capac etanș. Containerul trebuie închis imediat. Laptele praf se amestecă bine prin răsturnarea repetată a containerului.

8.2. Cantitatea pentru test

Se cântăresc $2,000 \pm 0,001$ g din eșantionul test și se pun într-un tub de centrifugă (punctul 6.2) sau într-un recipient adecvat cu dop (50 ml).

8.3. Îndepărtarea grăsimii și a proteinelor

- 8.3.1. Se adaugă 20,0 g apă caldă (50 °C) la cantitatea de testat. Se dizolvă praful prin agitare timp de cinci minute sau treizeci de minute în cazul zarei acide utilizând un agitator mecanic (punctul 6.3). Se plasează tubul într-o baie de aburi (punctul 6.9) și se lasă să atingă o temperatură de echilibru de 25 °C.
- 8.3.2. Se adaugă 10,0 ml de soluție de acid tricloroacetic la 25 °C (punctul 5.1), în mod constant, timp de două minute, în timp ce se amestecă energic cu ajutorul unui amestecător magnetic (punctul 6.4). Se introduce tubul în baie de apă (punctul 6.9) și se lasă timp de 60 minute.
- 8.3.3. Se centrifughează (punctul 6.2) timp de 10 minute la 2 200 g sau se filtrează prin hârtie (punctul 6.6), lăsând deoparte primii 5 ml de lichid filtrat.

8.4. Determinarea cromatografică

- 8.4.1. Se execută analiza CLIP așa cum este descrisă în anexa V din Regulamentul (CEE) nr. 625/78. Dacă se obține un rezultat negativ, eșantionul analizat nu conține zer încheșat solid în cantități detectabile. În cazul unui rezultat pozitiv trebuie aplicată procedura CLIP în fază inversă, descrisă mai jos. Prezența zarei praf acide poate da naștere la rezultate pozitive false. Procedura CLIP în fază inversă exclude această posibilitate.

8.4.2. Înainte de executarea procedurii CLIP în fază inversă, trebuie optimizate condițiile de gradient. Un timp de retenție de 26 ± 2 minute pentru GMP_A este optim pentru sistemele gradient cu un volum total de aproximativ 6 ml (volumul din punctul la care solvenții se apropie de volumul inelului injectorului, inclusiv). Sistemele gradient cu un volum total mai redus ar trebui să utilizeze un timp de retenție optim de 22 minute.

Se iau soluții din eșantioanele standard (punctul 5.4) fără și cu 50 % zer încheșat.

Se injectează 100 μ l de supernatant sau lichid rezultat în urma filtrării (punctul 8.3.3) în aparatura CLIP acționându-se în condițiile gradient de cercetare prezentate în tabelul 1.

Tabelul 1. Condițiile gradient de cercetare pentru optimizarea cromatografiei.

Timpul (minute)	Flux (ml/minute)	% A	% B	Curba
Init	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

Comparația celor două cromatograme ar trebui să evidențieze localizarea vârfului GMP_A .

Utilizând formula dată mai jos, compoziția de solvent inițială ce se utilizează pentru gradientul normal (vezi punctul 8.4.3) poate fi calculată după cum urmează:

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

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

unde:

TR_{gmpA} : timpul de retenție al GMP_A pentru gradientul analizat

10: % B inițial al gradientului analizat

2,5: % B în punctul median minus % B în punctul inițial al gradientului normal

13,5: timpul în punctul median al gradientului analizat

26: timpul de retenție necesar al GMP_A

6: raportul pantelor gradientului normal și de analizat

30: % B la momentul inițial minus % B la 27 minute din gradientul de analizat

27: timpul scurs pentru gradientul de analizat

8.4.3. Se iau soluții din eșantioanele test

Se injectează 100 μ l de supernatant sau lichid filtrat (punctul 8.3.3) măsurat cu exactitate și se pun în aparatura CLIP care să acționeze la o rată a curgerii de 1,0 ml de soluție eluent (punctul 5.2) per minut.

Compoziția eluentului de la începutul analizei este obținută din punctul 8.4.2. În mod normal este apropiată de A:B = 76:24 (punctul 5.2). Imediat după injecție începe un gradient linear care are ca rezultat un procentaj de 5 % sau mai ridicat de B după 27 de minute. Ulterior, începe un gradient linear care aduce compoziția eluentului la 90 % din B în 5 minute. Această compoziție este menținută timp de 5 minute. Apoi, tot cu ajutorul unui gradient linear, se revine la compoziția inițială în 5 minute. În funcție de volumul intern al sistemului de pompare, următoarea injecție poate fi făcută la 15 minute după atingerea condițiilor inițiale.

Observații

1. Timpul de retenție al glicomacropetidelor ar trebui să fie de 26 ± 2 minute. Acest lucru poate fi obținut prin varierea condițiilor inițiale și finale ale primului gradient. Totuși, diferența în % B între condițiile inițiale și cele finale ale primului gradient trebuie să rămână de 5 % B.
2. Eluenții ar trebui degazeificați suficient și ar trebui să rămână degazeificați. Aceasta este o condiție esențială pentru buna funcționare a sistemului de pompare gradient. Deviația standard pentru timpul de retenție al vârfului GMP ar trebui să fie mai mic de 0,1 minute ($n = 10$).
3. După fiecare cinci eșantioane, trebuie injectat și utilizat eșantionul de referință (5) pentru a calcula un nou factor de răspuns R (vezi punctul 9.1.1).

- 8.4.4. Rezultatele analizei cromatografice ale eșantionului test (E) sunt obținute sub forma unei cromatograme în care vârful GMP este identificat prin timpul său de retenție de aproximativ 26 minute.

Integratorul (punctul 6.10.6) calculează automat înălțimea vârfului H al vârfului GMP. Locația liniei de bază trebuie verificată în fiecare cromatogramă. Analiza sau integrarea trebuie repetată dacă linia de bază a fost localizată incorect.

Este esențial să fie examinat aspectul fiecărei cromatograme înainte de interpretarea cantitativă pentru a detecta orice anormalitate datorată proastei funcționări a aparaturii sau coloanei ori originii sau naturii eșantionului analizat. Dacă există dubii se repetă analiza.

8.5. Calibrarea

- 8.5.1. Se aplică exact procedura descrisă la punctul 8.2 - 8.4.4 eșantioanelor standard (5.4.1 și 5.4.2). Se folosesc soluții proaspăt preparate deoarece GMP se degradează în mediu acid 8 % tricloroacetic la temperatura camerei. La 4 °C, soluția rămâne stabilă timp de 24 de ore. În cazul seriilor lungi de analize este recomandată folosirea unei tăvi de eșantioane răcită în injectorul automat.

Notă

Punctul 8.4.2 poate fi omis dacă este cunoscut din analizele anterioare % B în condițiile inițiale.

Cromatograma eșantionului de referință (5) trebuie să fie analoagă cu cea din figura 1. În această figură, vârful GMP_A este precedat de două vârfuri mai mici. Este esențial să se obțină o separare similară.

- 8.5.2. Înainte de determinarea cromatografică a eșantionului se injectează 100 ml din eșantionul standard fără zer închegat (0) (5.4.1).

Cromatograma nu trebuie să prezinte un vârf la timpul de retenție al vârfului GMP_A.

- 8.5.3. Se determină factorul de răspuns R prin injectarea aceluiași volum de lichid filtrat (punctul 8.5.1) ca cel folosit pentru eșantioane.

9. Exprimarea rezultatelor

9.1. Metode de calculare și formule

- 9.1.1. Calcularea factorului de răspuns R:

$$\text{Vârful GMP: } R = W/H$$

unde:

R = factorul de răspuns al vârfului GMP

H = înălțimea vârfului GMP

W = cantitatea de zer din eșantionul standard (5)

9.2. Calcularea procentului de zer închegat praf din eșantion

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

unde:

W(E) = procentul (m/m) de zer închegat din eșantionul (E)

R = factorul de răspuns al vârfului GMP (punctul 9.1.1)

H(E) = înălțimea vârfului GMP al eșantionului (E)

Dacă W(E) este mai mare de 1 % și diferența dintre timpul de retenție și cel al eșantionului standard (5) este mai mică de 0,2 minute, este prezent zerul închegat solid.

9.3. Acuratețea procedurii

9.3.1. Repetabilitatea

Diferența între celor două determinări executate simultan sau în succesiune rapidă de către același analist care folosește aceeași aparatură pe un material de testare identic nu trebuie să depășească 0,2 % m/m.

9.3.2. Reproducibilitatea

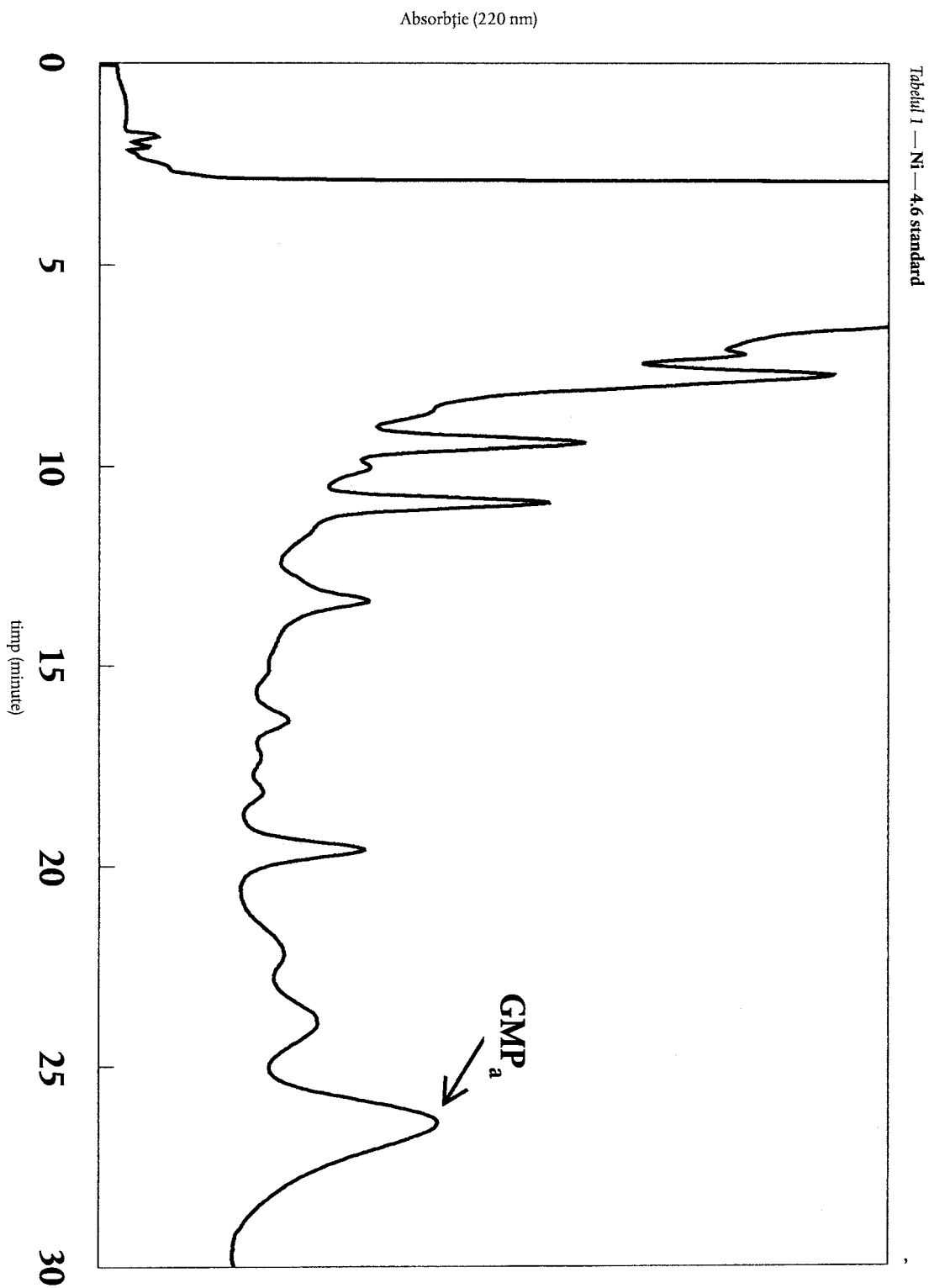
Nu a fost încă determinată.

9.3.3. Linearitatea

Până la 16 % zer închegat se obține o relație lineară cu un coeficient de corelare > 0,99.

9.4. Interpretarea

- 9.4.1. Se consideră că este prezent zerul dacă rezultatul obținut la punctul 9.2 este mai mare de 1 % m/m, iar timpul de retenție al vârfului GMP diferă cu mai puțin de 0,2 minute de cel al eșantionului standard (5). Limita de 1 % este fixată în conformitate cu dispozițiile punctelor 9.2 și 9.4.1 din anexa V la Regulamentul (CEE) nr. 625/78.



ANEXA V

DETERMINAREA CANTITATIVĂ A AMIDONULUI DIN LAPTELE PRAF DEGRESAT, DIN LAPTELE PRAF DENATURAT ȘI DIN FURAJELE COMBINATE**1. Domeniu de aplicare**

Prezenta metodă se aplică pentru detectarea amidonului care este considerat un traser în laptele praf denaturat.

Pragul de detectare al metodei este de aproximativ 0,05 g de amidon la 100 g de eșantion.

2. Principiu

Reacția se bazează pe o reacție folosită în iodometrie:

- fixarea de către coloizi a iodului liber din soluțiile apoase;
- absorbția de către micellele amidonului și formarea culorii.

3. Reactivi**3.1. Soluție de iod**

- iod 1 g;
- iodură de potasiu 2 g;
- apă distilată 100 ml.

4. Aparatură

- 4.1. Balanță analitică
- 4.2. Baie de aburi
- 4.3. Tuburi pentru teste, 25 mm × 200 mm

5. Procedură

Se cântărește 1 g de eșantion și se transferă într-un tub de testare (punctul 4.3).

Se adaugă 20 ml de apă distilată și se agită pentru a se dispersa materialul.

Se introduce timp de 5 minute în baie de aburi care fierbe (punctul 4.2).

Se îndepărtează de pe baia de aburi și se răcește până la temperatura camerei.

Se adaugă 0,5 ml de soluție de iod (punctul 3.1), se agită și se observă culoarea obținută.

6. Exprimarea rezultatelor

O colorație albastră indică prezența amidonului nativ în eșantion.

Când eșantionul conține amidon modificat, culoarea poate să nu fie albastră.

7. Observații

Culoarea, intensitatea culorii și aspectul microscopic al amidonului variază în funcție de originea amidonului nativ (de exemplu, porumb sau cartofi) și de tipul de amidon modificat prezent în eșantion.

În prezența amidonului modificat culoarea rezultată este violet, roșu sau brun, în funcție de gradul de modificare a structurii cristaline a amidonului nativ.

ANEXA VI

DETERMINAREA UMIDITĂȚII ÎN ZARA PRAF ACIDĂ

1. Scopul

Determinarea umidității zarei praf acide destinate furajelor combinate.

2. Principiul

Eșantionul trebuie uscat în vid. Pierderea în greutate este determinată prin cântărire.

3. Aparatură

3.1. Balanță analitică.

3.2. Container uscate din metal necoroziv sau sticlă cu capace care să asigure închiderea etanșă; suprafață de lucru care să permită eşantionului test să se împrăştie la aproximativ $0,3 \text{ g/cm}^3$.

3.3. Cuptor cu vid, încins, ajustabil electric, având ca accesoriu o pompă de ulei și un mecanism pentru introducerea de aer uscat fierbinte sau un agent de uscare (de exemplu, oxid de calciu).

3.4. Uscător cu un agent de uscare eficient.

3.5. Cuptor de uscare ventilat, controlat termostatic, la $102 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

4. Procedură

Se încălzește un container (punctul 3.2) cu capacul său în cuptor (punctul 3.5) timp de cel puțin o oră. Se plasează capacul pe container, transferul imediat în uscător (punctul 3.4) permite răcirea la temperatura camerei, iar greutatea să ajungă până aproape de 0,5 mg.

Se folosește un container (punctul 3.2) care să cântărească cu capacul său în jur de 0,5 mg. Se cântăresc în containerul cântărit, până aproape de 1 mg, aproximativ 5 g din eşantion și se împrăştie în mod egal. Se amplasează containerul fără capac, în cuptorul cu vid (punctul 3.3) preîncălzit la $83 \text{ }^\circ\text{C}$. Pentru a împiedica scăderea excesivă a temperaturii în cuptor, se introduce containerul cât mai repede posibil.

Presiunea se ridică până la 100 Tori (13,3 kPa) și se lasă să se usuce timp de patru ore la această presiune, într-un curent de aer fierbinte uscat sau folosind un agent de uscare (aproximativ 300 g pentru 20 eşantioane). În acest din urmă caz, se deconectează pompa pentru vidare când se atinge presiunea prevăzută. Se notează timpul de uscare din momentul în care temperatura cuptorului revine la $83 \text{ }^\circ\text{C}$. Cuptorul este readus încet la presiunea atmosferică. Se deschide cuptorul, se plasează capacul pe container imediat, se scoate containerul din cuptor, se lasă să se răcească timp de 30-45 minute în uscător (punctul 3.4) și se ia o greutate de aproape 1 mg. Se usucă alte 30 de minute în cuptorul cu vid (punctul 3.3) la $83 \text{ }^\circ\text{C}$ și se recântărește. Diferența dintre cele două cântăriri nu trebuie să depășească o umiditate de 0,1 %.

5. Calcul

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

unde

E = masa inițială, în grame a eşantionului test

m = masa, în grame, a eşantionului test uscat

6. Precizia

6.1. Repetabilitatea

Diferența între rezultatele celor două determinări efectuate în cel mai scurt interval de timp posibil, de un operator care folosește aceeași aparatură, asupra materialului de testat identic nu trebuie să depășească 0,4 g apă/100 g zară praf acid.

6.2. *Reproductibilitatea*

Diferența între rezultatele celor două determinări efectuate de operatori în laboratoare diferite care folosesc aparatură diferită pe un material de testat identic nu trebuie să depășească 0,6 apă/100 g zară praf acidă.

6.3. *Sursa datelor de precizie*

Datele de precizie au fost determinate într-un experiment efectuat în 1995, în opt laboratoare și pe 12 eșantioane (6 duplicate oarbe).
