

31999R2799

31.12.1999

EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA

L 340/3

KOMISJONI MÄÄRUS (EÜ) nr 2799/1999,**17. detsember 1999,****millega sätestatakse määruse (EÜ) nr 1255/1999 üksikasjalikud rakenduseeskirjad loomatoiduks mõeldud lõssi ja lõssipulbri jaoks toetuse andmise osas ja kõnealuse lõssipulbri müügi osas**

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

nõuetele denatureeritud lõssi ja lõssipulbri jaoks; tuleks ka vältida, et sama toote eest ei makstaks toetust rohkem kui üks kord;

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 17. mai 1999. aasta määrust (EÜ) nr 1255/1999 piima- ja piimatooteturu ühise korralduse kohta, (¹) eriti selle artikleid 10 ja 15,

(4) komisjoni määrusega (EÜ) nr 1043/97 (¹¹) kehtestatakse erandid teatavatest määruse (EMÜ) nr 1725/79 sätestetud järelevalve kohta. Käesolevas määruses sätestatud kontrollide puhul tuleks kõnealuseid erandeid arvesse võtta ning määrus (EÜ) nr 1043/97 tuleks kehtetuks tunnistada;

ning arvestades, et:

(1) määrus (EÜ) nr 1255/1999 asendab nõukogu määrust (EMÜ) nr 804/68, (²) viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 1587/96, (³) ning muuhulgas nõukogu 15. juuli 1968. aasta määrust (EMÜ) nr 986/68, millega sätestatakse söödana kasutatava lõssi ja lõssipulbri jaoks toetuse andmise üldeeskirjad, (⁴) viimati muudetud komisjoni määrusega (EÜ) nr 1802/95, (⁵) Uue korra ja saadud kogemuste arvessevõtmiseks tuleks muuta ning vajadusel lihtsustada komisjoni 26. juuli 1979. aasta määrust (EMÜ) nr 1725/79 segasöödaks töödeldud lõssipulbri ja vasikatoiduks mõeldud lõssipulbri jaoks toetuse andmise eeskirjade kohta, (⁶) viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 83/96. (⁷) Seoses muutmistega tuleks selguse huvides vastu võtta kõnealuse määruse uus redaktsioon, et lülitada sinna sätteid, mis on esitatud komisjoni 20. novembri 1991. aasta määruses (EMÜ) nr 3398/91 segasööda valmistamiseks kasutatava lõssipulbri müügi kohta pakumismenetluse teel ja määruse (EMÜ) nr 569/88 muutmise kohta, (⁸) viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 124/1999, (⁹) ning komisjoni 17. juuni 1985. aasta määruses (EMÜ) nr 1634/85, millega kehtestatakse toetuse suurus loomasöödana kasutatava lõssi ja lõssipulbri puhul, (¹⁰) viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 1802/95;

(5) toetust tuleks anda üksnes siis, kui segasööt vastab teatavatele sööda koostise suhtes tööstuses tavaliselt esitatavatele miinimumnõuetele ja on jõudnud tööstusliku tootmise lõppetappi. Kontrolli eesmärgil tuleks tooted pakendada viisil, mis võimaldaks nende identifitseerimist. Liikmesriikidel tuleks lubada kindlaks määrata, kuidas eespool nimetatud nõudeid täita;

(6) eriline pakkimine ei ole vajalik segasööda puhul, millele on lisatud lutsernijahu. Lisaks poleks kõnealune nõue asjakohane, kui teatavad kasutajad eelistavad transportida paagis või konteineris. Kõnealuse transpordiviisi puhul tuleks kohaldada erilist kontrollikorda ja toetust tuleks maksta üksnes pärast kontrolli;

(2) määruse (EÜ) nr 1255/1999 artiklis 11 sätestatud toetuse eesmärk on võimaldada piimavalkude tulusaimat kasutamist. Seetõttu on asjakohane siduda toetuse maksmine kasutatava lõssi ja lõssipulbri piimavalgusisaldusega;

(7) alandatud hinnaga lõssi ja lõssipulbri lõppkasutust võib jälgida üksnes siis, kui toetust saanud ettevõtjad pakuvad piisavaid tagatisi. Töötlemisettevõtte peaks heaks kiitma asjaomase liikmesriigi pädev asutus ning nende raamatupidamissüsteem peaks olema kohandatud toetuse andmise korra nõuetele;

(3) tuleks tagada, et toetust saanud lõssi ja lõssipulbrit kasutataks ka tegelikult söödana. Selleks tuleks anda toetust üksnes segasöödaks töödeldava või vastavalt teatavatele

(8) käesolevas toetuskavas sätestatud analüüside suhtes kohaldatavate standardmeetodite puhul tuleks viidata igal aastal vastavalt komisjoni 24. novembri 1995. aasta määrusele (EÜ) nr 2721/95 (millega kehtestatakse ühise turukorralduse raames eeskirjad piima ja piimatoodete analüüsi ja kvaliteedi hindamise standardmeetodite ja seni kasutatud meetodite kohaldamiseks) (¹²) avaldatavale loetelule. Kuna lõssipulbri koguse, laabivadakupulbri sisalduse või tärglase kvaliteedi kindlaksmääramise kohta segasöödas ei ole ette nähtud standardmeetodeid, tuleks asjakohased meetodid sätestada käesolevas määruses;

(¹) EÜT L 160, 26.6.1999, lk 48.

(²) EÜT L 148, 28.6.1968, lk 13.

(³) EÜT L 206, 16.8.1996, lk 21.

(⁴) EÜT L 169, 18.7.1968, lk 4.

(⁵) EÜT L 174, 26.7.1995, lk 27.

(⁶) EÜT L 199, 7.8.1979, lk 1.

(⁷) EÜT L 17, 23.1.1996, lk 3.

(⁸) EÜT L 320, 22.11.1991, lk 16.

(⁹) EÜT L 16, 21.1.1999, lk 19.

(¹⁰) EÜT L 158, 18.6.1985, lk 7.

(¹¹) EÜT L 152, 11.6.1997, lk 6.

(¹²) EÜT L 283, 25.11.1995, lk 7.

- (9) lõssipulbri müügiks riiklikest varudest tuleks korraldada alaline pakkumismenetlus, et tagada kõigile võimalikele ostjatele võrdne juurdepääs, saavutada turutingimusi kajastav müügihind ja teha kindlaks segasööda valmistamiseks kasutatava lõssipulbri tegelik lõppkasutus. Pakutavad hinnad võivad märgatavalt erineda eelkõige vastavalt müügiks pakutava lõssipulbri vanusele ja asukohale. Seetõttu peaks olema võimalik kindlaks määrata eristatud miinimumhinnad;
- (10) käesolevas määruses tuleks kehtestada müügi eesmärgil lattu viimise tähtaeg. Seetõttu tuleks kehtetuks tunnistada komisjoni 2. detsembri 1991. aasta määrus (EMÜ) nr 3536/91, millega kehtestatakse määruse (EMÜ) nr 3398/91 alusel müüdava lõssipulbri ladustamise tähtaeg,⁽¹⁾ viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 2508/1999⁽²⁾;
- (11) komisjoni 27. juuli 1968. aasta määruses (EMÜ) nr 1105/68 söödana kasutatavale lõssile toetuse andmise üksikasjalike eeskirjade kohta,⁽³⁾ viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 1802/95, kehtestatud korda on olnud raske rakendada ning toetuse saajaid on keeruline kontrollida. Lisaks sellele on kõnealuse meetmega hõlmatud lõssi kogused viimastel aastatel järsult vähenenud, nii et toetuskava mõjutab piimatoodete turutasakaalu väga vähe. Lisaks toetatakse jätkuvalt lõssiturgu abiga, mida antakse segasöödas kasutatava lõssi puhul. Määruses (EMÜ) nr 1105/68 sätestatud toetusi käsitlevad meetmed tuleks seega tühistada ning kõnealune määrus kehtetuks tunnistada;
- (12) piima- ja piimatooteturu korralduskomitee ei ole eesistuja määratud tähtaja jooksul oma arvamust esitanud,

- b) lõssipulbri müügiks, mis vastavalt kõnealuse määruse artikli 7 lõikele 4 on ette nähtud loomatoiduna kasutamiseks.

Artikkel 2

Käesolevas määruses kasutatakse järgmisi mõisteid:

- a) *piim* – ühe või mitme lehma lüpsmisel saadud toode, millele ei ole midagi lisatud ning mis on enamasti üksnes osaliselt kooritud;
- b) *lõss* – piim, mille rasvasisaldus on alla 1 % ning valgusisaldus vähemalt 31,4 % rasvata kuivekstrakti massist;
- c) *lõssipulber* – toode, mis on saadud vee eraldamisel piimast ja mille suurim rasvasisaldus on 11 %, suurim niiskusesisaldus 5 % ning valgusisaldus vähemalt 31,4 % rasvata kuivekstrakti massist;
- d) *pett* – või tootmise kõrvalsaadus, mis saadakse pärast koore kokkulöömist ja tahke rasva eraldamist, ning mille suurim rasvasisaldus on 1 % ja valgusisaldus vähemalt 31,4 % rasvata kuivekstrakti massist;
- e) *petipulber* – toode, mis on saadud vee eraldamisel petipiimast ja mille suurim rasvasisaldus on 11 %, suurim niiskusesisaldus 5 % ning valgusisaldus vähemalt 31,4 % rasvata kuivekstrakti massist.

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

I PEATÜKK

ÜLDSÄTTED

Artikkel 1

Käesolevas määruses sätestatakse määruse (EÜ) nr 1255/1999 üksikasjalikud rakenduseeskirjad:

- a) toetuse andmise kohta lõssi, lõssipulbri, petipiima ja petipulbri jaoks, mis vastavalt kõnealuse määruse artiklile 11 on ette nähtud loomatoiduna kasutamiseks;

Artikkel 3

Käesoleva määruse kohaldamisel kasutatakse mõisteid “petipiim” ja “petipulber” samas tähenduses kui mõisteid “lõss” ja “lõssipulber”.

Artikkel 4

Mõiste “segasööda valmistamiseks kasutatavad segud” (edaspidi “segud”) tähendab tooteid, mis sisaldavad järgmisi koostisosi:

⁽¹⁾ EÜT L 335, 6.12.1991, lk 8.

⁽²⁾ EÜT L 304, 27.11.1999, lk 21.

⁽³⁾ EÜT L 184, 29.6.1968, lk 24.

- a) lõssipulber;
- b) rasv;
- c) vitamiinid;
- d) mineraalid;
- e) sahharoos;
- f) paakumisvastased ja/või vabalt voolavad ained (maksimaalselt 0,3 %);
- g) muud rasvas lahustuvad toimeained, kaasa arvatud antioksidandid ja emulgaatorid.
- ii) vähemalt kaks kilogrammi tärglist või paisutatud (eelgeelistatud) tärglist;
- b) valem B: 100 kg lõssipulbrit pluss:
- i) vähemalt viis kilogrammi lutsernijahu või rohujuhu, mis sisaldab vähemalt 50 % (m/m) maksimaalselt 300 mikroni suuruseid osakesi,
- ning
- ii) vähemalt 12 kilogrammi desodoreerimata või tugevalõhnalist kalajahu, mis sisaldab vähemalt 30 % (m/m) maksimaalselt 300 mikroni suuruseid osakesi,
- ning
- iii) vähemalt kaks kilogrammi tärglist või paisutatud (eelgeelistatud) tärglist.

Osakeste suurus, mis BS standardi 410-1976 kohaselt on asjaomaste toodete osakeste jaoks sätestatud maksimumsuurustele kõige lähemal, kuid mitte väiksemad, käsitatakse nendele vastavateks.

Artikkel 5

1. Mõiste "segasööt" tähendab tooteid:

- a) mis sisaldavad 100 kilogrammi valmistootet kohta:
- i) vähemalt 50 kilogrammi ja maksimaalselt 80 kilogrammi lõssipulbrit
- ning
- ii) vähemalt viis kilogrammi muid rasvu kui piimarasv ning vähemalt kaks kilogrammi tärglist või paisutatud tärglist või
- iii) vähemalt 2,5 kilogrammi muid rasvu kui piimarasv ning vähemalt kaks kilogrammi tärglist või paisutatud tärglist, kui 100 kilogrammi lõssipulbri kohta lisatakse viis kilogrammi lutsernijahu või rohujuhu, mis sisaldab vähemalt 50 % (m/m) maksimaalselt 300 mikroni suuruseid osakesi. Maksimaalselt 300 mikroni suurused osakesed peavad olema segus ühtlaselt jaotunud;
- b) mida saab kohe kasutada söödana ning mida ei töödelda ega segata enne lõppkasutajani jõudmist.

2. Kui tehakse kindlaks, et valmistootes sisaldab lõssipulbrit rohkem kui lõike 1 punkti a alapunktis i osutatud 80 kg, kuid alla 81 kg, antakse toetust siiski 80-kilogrammise lõssipulbrisalduse põhjal.

Kui valmistootes ei sisalda lõssipulbrit lõike 1 punkti a alapunktis i sätestatud 50 kg miinimumkoguse ulatuses, antakse tegelikult lisatud lõssipulbri jaoks 15 % väiksem toetus, tingimusel et lõssipulbri sisaldus valmistootes 100 kilogrammis on vähemalt 45 kilogrammi.

Artikkel 6

1. Mõiste "denatureeritud lõssipulber" tähendab toodet, mis on valmistatud vastavalt ühele järgmistest valemitest:

- a) valem A: 100 kg lõssipulbrit pluss:
- i) vähemalt üheksa kilogrammi lutsernijahu või rohujuhu, mis sisaldab vähemalt 50 % (m/m) maksimaalselt 300 mikroni suuruseid osakesi,
- ning

2. Lõssipulbrile lisatavad ained peavad olema segus ühtlaselt jaotunud.

Lõssipulbrit ei tohi enne ega pärast denatureerimist töödelda ühelgi viisil, mis nõrgendaks või neutraliseeriks denatureerimise mõju, eriti kasutades desodeerivaid aineid, muutes maitsemis- ja/või haistmistaju mõjutavate komponentide eemaldamise teel, eemaldades komponendid, mis mõjutavad maitsemis- ja/või haistmistaju, või lisades kalajahu maitset ja lõhna varjajaid koostisosi.

II PEATÜKK

LÕSSIPULBRI TOETUS

Jaotis 1

Toetuse suurus ja rakendustingimused

Artikkel 7

1. Toetuse suuruseks kehtestatakse:

- a) 5,80 eurot 100 kg lõssi kohta, mille valgusisaldus on vähemalt 35,6 % rasvata kuivekstrakti massist;
- b) 5,12 eurot 100 kg lõssi kohta, mille valgusisaldus on vähemalt 31,4 %, kuid alla 35,6 % rasvata kuivekstrakti massist;
- c) 71,51 eurot 100 kg lõssipulbri kohta, mille valgusisaldus on vähemalt 35,6 % rasvata kuivekstrakti massist;
- d) 63,07 eurot 100 kg lõssipulbri kohta, mille valgusisaldus on vähemalt 31,4 %, kuid alla 35,6 % rasvata kuivekstrakti massist.

2. Lõssipulbri puhul, mille niiskusesisaldus on suurem kui 5 %, vähendatakse toetust 1 % iga 0,2 % kohta, mille võrra niiskusesisaldus on suurem kui 5 %.

Artikkel 8

Toetuse saamiseks peab lõssipulber vastama vähemalt järgmistele tingimustele:

- a) seda tuleb kasutada vastavalt artiklile 9 heakskiidetud ettevõttes:
 - i) muutmata kujul või segusse lisatuna või
 - ii) muutmata kujul denatureeritud lõssipulbri valmistamiseks;
- b) selle eest ei ole makstud toetust ega selle hinda vähendatud muude ühenduse meetmete alusel.

Artikkel 9

1. Segusid, segasööta või denatureeritud lõssipulbrit tootvad ettevõtted peab sel eesmärgil heaks kiitma selle liikmesriigi pädev asutus, mille territooriumil tootmine toimub.

2. Heaks kiidetakse ettevõtted:

- a) millel on kohane tehniline varustus ning haldus- ja raamatupidamismeetodid, mis võimaldavad täita nii käesoleva määruse sätteid kui liikmesriigi poolt sätestatud lisanõudeid;
- b) mis nõustuvad pädeva asutuse kontrolliga.

3. Kui leitakse, et ettevõtte ei vasta enam lõikes 2 sätestatud tingimustele või ei täida muid käesolevast määrusest tulenevaid kohustusi, peatatakse loa kehtivus olenevalt kõrvalekalde tõsidusest 1–12 kuuks, välja arvatud vääramatu jõu korral.

Luba tühistatakse, kui selle ajavahemiku lõpus ei täideta lõikes 2 sätestatud tingimusi. Asjaomase ettevõtte taotlusel võib loa kehtivuse pärast põhjalikku kontrolli kõige varem kuue kuu pärast ennistada.

Liikmesriigid võivad otsustada sellist peatamist mitte kohaldada, kui tehakse kindlaks, et kõrvalekalle ei olnud tahtlik ega leidnud aset tõsise hooletuse tulemusena ja selle tagajärjed on tähtsusetud.

Artikkel 10

1. Segude pakenditel peab olema järgmine teave:

- a) üks või mitu II lisa A osas loetletud märgetest;
- b) viide lõssipulbri sisalduse, lisatud mineraalide ja sahharoosi sisalduse ning rasvade, sealhulgas rasvas lahustuvate toimeainete sisalduse kohta;
- c) ettevõtte loanumbrile viitav mäрге.

2. Ilma et see piiraks artikli 11 ja nõukogu direktiivi 79/373/EMÜ⁽¹⁾ kohaldamist, pakitakse segasööta kottidesse või muudesse suletud või pitseeritud mahutitesse, mis sisaldavad maksimaalselt 50 kilogrammi ning millel on järgmine teave:

- a) üks või mitu II lisa B osas loetletud märgetest;
- b) ettevõtte loanumbrile viitav mäрге;
- c) lõssipulbri sisaldus;
- d) tootepartii number;
- e) valmistamiskuupäev, kui seda ei ilmne tootepartii numbrist.

Eespool esitatud teave peab olema selgesti loetav ja kustutamata märgitud pakendile või mahutile või nendele kinnitatud sildile.

3. Liikmesriigid võivad sätestada üksikasjalikud eeskirjad lõikes 2 kirjeldatud pakendite märgistamiseks ning mis tahes lisateabe esitamiseks pakendil või mahutil või sildil. Liikmesriigid teavitavad komisjoni kõikidest sellistest meetmetest.

Artikkel 11

Artikli 10 lõiget 2 ei kohaldata segasööda suhtes:

- a) mis sisaldab lutsernijahu või rohujuhu vastavalt artikli 5 lõike 1 punkti a alapunktis iii sätestatud tingimustele;
- b) mis toimetatakse paagis või konteineris talumajapidamisse või tõuaretus- või nuumamisetevõttesse, kus seda kasutatakse artiklites 12 ja 13 ettenähtud tingimustel.

Artikkel 12

Ettevõtted, mis saavad toetust, võivad taotluse korral tarnida segasööta paagis või konteineris. Kõnealuse loa annab selle liikmesriigi pädev asutus, mille territooriumil ettevõtte on asutatud.

Tarnimine toimub haldusjärelevalve all, et tagada eelkõige tarnimine talumajapidamisse või tõuaretus- või nuumamisetevõttesse, kus sööta kasutatakse.

Artikkel 13

1. Kui paagis või konteineris tarnitakse muus liikmesriigis kui tootjalikmesriigis, tuleb esitada tõend, et tooted on tarnitud vastavalt artiklis 12 osutatud haldusjärelevalve all, koostades komisjoni määruse (EMÜ) nr 2454/93⁽²⁾ artiklites 471–495 osutatud kontrolleksemplari.

⁽¹⁾ EÜT L 86, 6.4.1979, lk 30.

⁽²⁾ EÜT L 253, 11.10.1993, lk 1.

2. Kontrollseksemplari lahttris 104 tuleb esitada üks või mitu II lisa C osas loetletud märgetest.

3. Importiv liikmesriik kontrollib, et kaubasaaja vastab artikli 12 teises lõikes sätestatud tingimustele.

Kontrolli eest vastutav asutus registreerib kontrollimiste tulemused aruannetes, kus on eelkõige käesoleva määruse I lisas sätestatud teave.

Jaotis 2

Kontrollimeetmed

Artikkel 14

1. Segasööta tootvad ettevõtted võivad saada toetust üksnes siis, kui nad peavad raamatupidamisregistreid, mis vastavad liikmesriigi kindlaksmääratud maksegraafikule ning sisaldavad vähemalt järgmist teavet:

- a) ostetud või valmistatud piimatoodete kogused ning tarne- või tootmiskuupäev;
- b) valmistatud või muutmata kujul või segasööda valmistamiseks kasutatava seguna saadud lõssi ja lõssipulbri tarnekuupäev ja kogused, tarnija nimi ja aadress ning toodete piima- valgusisaldus;
- c) segasööda valmistamiskuupäev ja valmistatud kogused, andmed koostise kohta ja iga koostisosa protsendimäär ning eelkõige kaseiini ja/või kaseinaatide kogused, mis on lisatud muutmata kujul või seguna;
- d) lõssi, lõssipulbri ja segasööda müügikuupäev ja müüdü kogus ning kaubasaaja nimi ja aadress;
- e) lõssi, lõssipulbri ja segasööda kaod, proovid ning tagastatud või ümbervahetatud kogused.

2. Lõikes 1 loetletud teabe õigsust kinnitavad saatelehed ja arved.

3. Liikmesriigid võivad nõuda, et ettevõtted peavad eraldi laorvestust, mis sisaldab eelkõige mis tahes lisateavet, mida nad peavad vajalikuks käesoleva määruse kohaldamise hõlbustamiseks.

Artikkel 15

Käesolevale peatükile vastavuse tagamiseks teostavad liikmesriigid eelkõige artiklites 16–18 sätestatud kontrolli.

Artikkel 16

1. Kui lõikest 2 ei tulene teisiti, tehakse lisatud lõssi või lõssipulbri valgu-, niiskuse- ja rasvasisalduse kontroll enne nende kasutamist või hiljemalt selle ajal, muutmata kujul või seguna segasööda valmistamisel või muutmata kujul denatureeritud lõssipulbri valmistamisel.

2. Kui muutmata kujul või seguna esinev lõssipulber tuleb otse tehast, kus see toodeti, võib lõikes 1 osutatud kontrolli teha siiski enne lõssipulbri kõnealusest tehastest väljaviimist. Sellisel juhul kohaldatakse järgmisi eeskirju:

- a) asjaomane kontrolliasutus võtab kõik vajalikud meetmed, et tagada kontrollitud lõssipulbri koguse tegelik kasutamine segasööda või denatureeritud lõssipulbri valmistamisel;
- b) kottidel, pakenditel ja mahutitel, kuhu lõssipulber pakitakse, peab olema asjakohane teave, mis võimaldab identifitseerida lõssipulbri ja selle tootnud tehase, ning valmistamiskuupäev, lõssipulbri netomass, valgu-, niiskuse- ja rasvasisaldus;
- c) kontrolliasutuse koostatud kontrollidokumendid peavad:
 - i) identifitseerima lõssipulbri ning eelkõige sisaldama märged lõssipulbri koguse, valgu-, niiskuse- ja rasvasisalduse ning valmistamiskuupäeva kohta;
 - ii) olema lõssipulbriga kaasas kuni selle segasööda sisse lisamiseni;
 - iii) olema lisatud artikli 14 lõikes 1 osutatud raamatupidamise juurde.

Artikkel 17

1. Lõssi ja lõssipulbri muutmata kujul või seguna segasööda valmistamisel kasutamise kontrolli korra määrab kindlaks asjaomane liikmesriik ning see kord peab vastama vähemalt lõigetes 2–5 sätestatud tingimusele.

2. Asjaomaste ettevõtete kontroll hõlmab eelkõige:

- a) muutmata kujul kasutatava lõssi ja lõssipulbri koostist;
- b) kasutatavate segude koostist;
- c) valmistatud segasööda koostist.

3. Ettevõtete kontrollimine toimub kohapeal ja see on seotud eelkõige tootmistingimuste kontrollimisega, mis hõlmab:

- a) kasutatud tooraine kontrolli;
- b) saabuvate ja väljuvate toodete kontrolli;
- c) proovide võtmist;
- d) artikli 14 lõikes 1 osutatud registrite kontrolli.

4. Kontrollimine toimub ette teatamata ja vähemalt kord 14 tootmispäeva jooksul. Kontrollimiste sagedus määratakse kindlaks ettevõtte kasutatud lõssipulbri koguste põhjal ning vastavalt lõikele 5 raamatupidamise kontrollimise sageduse põhjal.

Ettevõtted, milles ei kasutata lõssi või lõssipulbrit pidevalt, edastavad oma tootmiskava asjaomase liikmesriigi kontrolliasutusele, et see saaks korraldada vastavaid kontrollimisi.

Kontrolle ei viida läbi eespool nimetatud sagedusega, kui segasööda valmistamist kontrollitakse pidevalt kohapeal.

5. Lõikes 4 osutatud kontrollidega kaasneb äridokumentide ja artikli 14 lõikes 1 osutatud aruannete põhjalik ja ette teatamata kontroll.

Selliseid kontrolle tehakse vähemalt üks kord 12 kuu jooksul. Kui kontrolle tehakse vähemalt üks kord iga kolme kuu jooksul, võib lõikes 3 osutatud kontrollide sagedust vähendada ühelt korralt iga 14 tootmispäeva kohta ühele korrale iga 28 tootmispäeva kohta.

Artikkel 18

1. Denatureeritud lõssipulbri valmistamist kontrollitakse kohapeal denatureerimise ajal vähemalt kord päevas.

2. Denatureeritud lõssipulbrit valmistavad ettevõtted teatavad pädevale asutusele enne valmistamist kirja või mõne muu kirjaliku sidevahendi abil:

- a) tehase loanumbri;
- b) denatureeritava lõssipulbri koguse;
- c) denatureerimise koha;
- d) denatureerimise kavandatava kuupäeva.

Pädev asutus määrab valmistamiskuupäevade teatamise tähtaja ning võib nõuda lisateavet.

Artikkel 19

Kui artiklist 20 ei tulene teisiti, on käesolevas määruuses sätestatud analüüsideks kasutatavad standardmeetodid esitatud vastavalt komisjoni määruse (EÜ) nr 2721/95 artiklile 2 koostatud loetelus.

Artikkel 20

1. Lõssipulbri sisaldus segudes ja segasöödas määratakse kindlaks, testides iga proovi vähemalt kaks korda III lisas kindlaksmääratud analüüsimeetodil, mida täiendatakse artikli 17 lõikes 3 sätestatud kontrollidega. Kui kõnealuste kontrollide tulemuste vahel on lahknevusi, on otsustav kohapealse kontrolli tulemus.

2. Laabivadaku puudumist tõendatakse IV lisas esitatud meetodil.

3. Segasööda tärglisesisaldus määratakse kindlaks artikli 17 lõikes 3 sätestatud kontrollidega, millele lisaks tuleb teha kvalitatiivne analüüs V lisas esitatud meetodil.

4. Hapukoorepeti pulbri niiskusesisaldus määratakse kindlaks VI lisas kirjeldatud meetodil.

5. Denatureeritud lõssipulbri rohujuhu, lutsernijahu, tärglise ja kalajahu sisaldus määratakse kindlaks kas laboratoorse analüüsi või artikli 18 lõikes 1 sätestatud kohapealse kontrolliga.

Artikkel 21

Käesolevas peatükis sätestatud analüütiliste testide tegemiseks võivad liikmesriigid komisjoni nõusolekul ja oma järelevalve all luua teatavate heakskiidetud ettevõtete jaoks enesekontrolli süsteemi.

Jaotis 3

Toetuse maksmine

Artikkel 22

1. Toetuse suurus on lõssi või lõssipulbri segasöödaks töötlemise päeval või lõssipulbri denatureerimise päeval kohaldatav summa.

2. Toetust maksab selle liikmesriigi määratud pädev asutus, mille territooriumil asub lõssi või lõssipulbrit segasööda valmistamisel või denatureerimisel kasutatav tootja.

3. Toetust makstakse segasööda või denatureeritud lõssipulbri tootjate (edaspidi nimetatud "toetuse saajad") pädevale asutusele esitatud taotluste alusel, milles on märgitud:

- a) toetuse saaja nimi ja aadress;
- b) lõssi või lõssipulbri, mille jaoks toetust taotletakse, kogus ning valgusisaldus;
- c) vajaduse korral segasööda kogus, millesse lõikes b osutatud lõss või lõssipulber lisatakse, ning asjakohase tootepartii numbrid.
4. Toetust makstakse liikmesriigi kindlaksmääratud sagedusega, kuid maksetaotlusega hõlmatud ajavahemik peab olema alla 1 kuu.

Artikkel 23

1. Toetust makstakse lõigetes 2–4 sätestatud tingimustel.
2. Käesolevas peatükis sätestatud analüüside tulemused ja artiklis 15 osutatud kontrollide tulemused seoses makseperioodiga, mis vahetult eelneb perioodile, milleks toetust taotletakse, peavad kajastama käesoleva peatüki sätete täitmist.
3. Toetuse saajad peavad näitama pädevale asutusele, et vastav lõssi või lõssipulbri kogus on töödeldud segasöödaks või denatureeritud toetusetaotlusega hõlmatud ajavahemiku jooksul.
4. Artikliga 12 hõlmatud juhtudel esitavad toetuse saajad pädevale asutusele täiendava dokumentatsiooni selle kohta, et segasööt on tegelikult tarnitud paagis või konteineris talumajapidamiseks või tõuaretus- või nuumamisettevõttesse, kus sööta kasutatakse.

Artikkel 24

1. Ilma et see piiraks artikli 25 kohaldamist, peatatakse toetuse maksmine toetusetaotlusega hõlmatud ajavahemikuks kuni kõnealuse perioodi jooksul tehtud kontrollide tulemuste selgumiseni, kui käesolevas peatükis sätestatud analüüside tulemused ja artiklis 15 osutatud kontrollide tulemused näitavad, et taotleja ei ole täitnud käesoleva peatüki nõudeid eelmisel makseperioodil. Lisaks sellele nõutakse tagasi eelmise ajavahemiku eest põhjendamatult makstud toetust.
2. Põhjendamatult makstud toetuse summa on see, mis on makstud kogu lõssi või lõssipulbri osas, mida on kasutatud ajavahemikul alates viimasest kontrollist, kui märkusteks ei olnud põhjust, kuni selle kontrollipäevani, kui toetuse saaja taas järgib käesoleva määruse sätteid.

Toetuse saaja taotlusel teeb kontrolli eest vastutav asutus toetuse saaja kulul võimalikult kiiresti erikontrolli. Kui kogus on väiksem, kui esimeses lõigus osutatud, kohandatakse vastavalt tagasinõutavat summat.

Artikkel 25

Kui artikli 23 lõikes 3 sätestatud tingimust täidetakse, on liikmesriikidel õigus teha ettemakse komisjoni määruse (EMÜ) nr 2220/85⁽¹⁾ artikli 18 tähenduses summas, mis on võrdne taotletava summaga, tingimusel et esitatakse tagatis 110 % ulatuses ettemaksest.

Sellisel juhul esitatakse kuue kuu jooksul pärast ettemakse tegemist toetuse saamise õigust tõendavad täiendavad dokumendid.

III PEATÜKK

LÕSSIPULBRI MÜÜK RIIKLIKEST VARUDEST

Jaotis 1

Pakkumismenetluse korraldamine ja selles osalemine

Artikkel 26

1. Lõssipulber müüakse iga sekkumisameti korraldatava alalise pakkumismenetluse teel.
2. Müüakse enne 31. detsembrit 1997 ladustatud lõssipulbrit.
3. Alalise pakkumismenetluse teadaanne avaldatakse *Euroopa Ühenduste Teatajas* vähemalt kaheksa päeva enne pakkumiste esitamiseks ettenähtud esimest tähtaega.
4. Sekkumisametid koostavad pakkumismenetluse kohta teadaande, märkides eelkõige pakkumiste esitamise tähtaja ja aadressi.

Nad märgivad ka nende valduses oleva lõssipulbri kohta:

- a) ladude asukohad, kus müüdatavat lõssipulbrit ladustatakse;
- b) müügiks pakutava koguse igas laos.
5. Sekkumisametid peavad lõikes 4 osutatud teabe kohta ajakohastatud loetelu, mille nad teevad huvitatud pooltele nõudmisel kättesaadavaks. Nad avaldavad ka korrapäraselt kohases vormis loetelu muudatused, millele osutatakse pakkumismenetluse teadaandes.
6. Sekkumisametid teevad vajalikud korraldused, et võimaldada huvitatud pooltel:

- a) tutvuda müüdava lõssipulbri proovidega nende oma kulul enne pakkumise esitamist;

⁽¹⁾ EÜT L 205, 3.8.1985, lk 5.

b) kontrollida komisjoni määruse (EÜ) nr 322/96 (¹) artiklis 3 osutatud analüüside tulemusi.

Artikkel 27

1. Sekkumisametid korraldavad alalise pakkumismenetluse kehtivusaja jooksul pakkumisvooruseid.

2. Iga pakkumisvooruse pakkumiste esitamise tähtaeg on iga kuu teisel ja neljandal teisipäeval kell 12 päeval (Brüsseli aja järgi), välja arvatud augusti teine ja detsembri neljas teisipäev. Kui teisipäev on riigipüha, lõpeb kõnealune tähtaeg eelmisel tööpäeval kell 12 päeval (Brüsseli aja järgi).

Artikkel 28

1. Käesoleva peatüki alusel müüdava lõssipulbri jaoks on õigus saada artikli 1 lõikes a sätestatud toetust.

2. Igas vooruses esitatakse pakkumised sekkumisametile tähtkirjaga või isiklikult vastuvõtuteatise vastu või kasutades muud kirjalikku sidevahendit.

Pakkumine esitatakse sellele sekkumisametile, mille valduses on lõssipulber, mille kohta pakkumine tehakse.

3. Pakkumises märgitakse:

- a) pakkuja nimi ja aadress;
- b) soovitud kogus;
- c) pakutav hind eurodes 100 kilogrammi kohta laost ostmisel, ilma riiklike maksude ja lõivudeta;
- d) liikmesriik, kus toimub segasöödaks töötlemine või denatureerimine;
- e) vajaduse korral ladu, kus lõssipulber asub, ja soovi korral asendusladu.

4. Pakkumised kehtivad üksnes juhul, kui:

- a) nende suurus on vähemalt 10 tonni; kui laos saadaolev kogus on väiksem kui 10 tonni, siis saab pakkumisi esitada tegelikult saadaoleva koguse osas;
- b) neile lisatakse pakkuja kirjalik kohustus täita järgmisi nõudeid:
 - i) lõssipulber tuleb töödelda või lasta töödelda segasöödaks või denatureeritud lõssipulbriks 60 päeva jooksul pärast pakkumiste esitamise tähtaega igas pakkumisvooruses vastavalt artikli 27 lõikes 2 määratud;
 - ii) käesoleva määruse sätete järgimine või selle tagamine;

c) tõendatakse, et pakkuja on esitanud liikmesriigis, kus pakkumine esitatakse, pakkumistagatise 36 eurot tonni kohta kõnealuseks pakkumisvooruseks enne pakkumiste esitamise tähtaja lõppu.

5. Pakkumisi ei saa pärast artikli 27 lõikes 2 sätestatud tähtaega tagasi võtta.

Artikkel 29

Artikli 28 lõike 4 punktis c sätestatud pakkumistagatise puhul on määruse (EMÜ) nr 2220/85 artikli 20 tähenduses esmanõue, et pakkujad jäävad oma pakkumiste juurde pärast pakkumiste esitamise tähtaega, esitatakse artikli 30 lõikes 3 osutatud töötlemistagatise ning makstakse hind.

Jaotis 2

Pakkumismenetluse rakendamine

Artikkel 30

1. Artikli 27 lõikes 2 osutatud tähtajal teavitavad liikmesriigid komisjoni pakkujate pakutud kogustest ja hindadest ning müügiks pakutavast lõssipulbri kogusest.

2. Igas vooruses saadud pakkumiste alusel ja määruse (EÜ) nr 1255/1999 artiklis 42 sätestatud korras määrab komisjon kindlaks lõssipulbri madalaima müügihinna. Kõnealune hind võib erineda vastavalt müügiks pakutava lõssipulbri vanusele ja asukohale.

Võib vastu võtta otsuse, et vooruses müüki ei toimu.

3. Komisjon määrab kindlaks töötlemistagatise summa 100 kilogrammi lõssipulbri kohta samal ajal ja samas korras kui madalaima müügihinna.

Töötlemistagatise eesmärk on tagada määruse (EMÜ) nr 2220/85 artikli 20 tähenduses esmanõude täitmine, et lõssipulbrit kasutatakse vastavalt artikli 28 lõike 4 punktis b sätestatud kohustusele. Kõnealune tagatis esitatakse liikmesriigis, kus toimub denatureerimine või segasöödaks töötlemine, asjaomase liikmesriigi nimetatud asutusele.

Artikkel 31

Pakkumised lükatakse tagasi, kui pakutav hind on madalaimast hinnast madalam.

Artikkel 32

1. Sekkumisasutus hindab pakkumisi vastavalt lõigetes 2–5 sätestatud eeskirjadele.

(¹) EÜT L 45, 23.2.1996, lk 5.

2. Lössipulber jaotatakse vastavalt selle ladustamiskuupäevale, alustades pakkuja nimetatud laos või ladudes kogu saadaoleva koguse vanimast tootest.

3. Ilma et see piiraks artikli 31 kohaldamist, on edukas pakkuja see, kes pakub kõrgeima hinna. Kui saadaolevat kogust ei ole täielikult ära kasutatud, jaotatakse allesjäänud kogus teiste pakkujate vahel vastavalt pakutud hindadele, alustades kõrgeimast hinnast.

4. Kui pakkumise vastuvõtmine tooks kaasa lepingu sõlmimise suurema koguse lõssipulbri kohta, kui asjaomases laos saadaval, sõlmitakse kõnealuse pakkujaga leping ainult saadaoleva koguse kohta.

Sekkumisasutus võib kokkuleppel pakkujaga kasutada pakkumises ettenähtud koguse täitmiseks muid ladusid.

5. Kui kahe või enama pakkumise vastuvõtmine, milles pakutakse sama hinda konkreetsetes laos oleva lõssipulbri eest, tooks kaasa saadaolevat kogust ületavate lepingute sõlmimise, jaotatakse olemasolevad kogused proportsionaalselt pakkumistes soovitud kogustega.

Kui selline jaotamine tooks kaasa viiest tonnist väiksemate koguste müügi, otsustatakse ostuõigus liisu teel.

Artikkel 33

Pakkumismenetlusest tulenevad õigused ja kohustused ei ole edasi antavad.

Artikkel 34

1. Sekkumisamet teatab viivitamata kõigile pakkujatele pakkumismenetluses osalemise tulemustest.

Artiklis 29 osutatud tagatised, mis on esitatud seoses edutute pakkumistega, vabastatakse viivitamata.

2. Enne lõssipulbri äraviimist ning artikli 35 lõikes 2 osutatud ajavahemiku jooksul maksavad edukad pakkujad sekkumisametile oma pakkumistele vastava summa iga koguse eest, mida nad soovivad ära viia, ning esitavad artikli 30 lõikes 3 sätestatud töötlemistagatise.

Artikkel 35

1. Kui artikli 34 lõikes 2 osutatud summa on makstud ja artikli 30 lõikes 3 nimetatud tagatis esitatud, vabastab sekkumisamet artiklis 29 osutatud pakkumistagatise ning annab välja väljaviimiskorralduse, millele on märgitud:

a) kogus, mille suhtes eespool nimetatud nõuded on täidetud;

b) ladu, kus lõssipulbrit hoitakse;

c) lõssipulbri äraviimise tähtaeg;

d) denatureerimise või segasöödaks töötlemise lõppkuupäev.

2. Edukad pakkujad viivad neile määratud lõssipulbri ära 30 päeva jooksul pärast pakkumiste esitamise tähtaega. Äraviimine võib toimuda osade kaupa.

Kui lõssipulber pole ära viidud esimeses lõigus sätestatud ajavahemiku jooksul, kannab pulbri ladustamise kulud alates selle ajavahemiku lõppemise päevale järgnevast päevast edukas pakkuja, välja arvatud siis, kui tegemist on vääramatu jõuga.

3. Sekkumisamet annab lõssipulbri üle pakendites, millel on selgesti nähtavate ja loetavate tähtedega viide käesolevale määrusele.

Huvitatud poole nõudmisel annab sekkumisamet välja koopia tõendist, millel on näidatud ostetud toodete koostis vastavalt määruse (EÜ) nr 322/96 artikli 3 sätetele.

4. Lisaks komisjoni määruses (EMÜ) nr 3002/92⁽¹⁾ sätestatud teabele peab kontrolleksemplari T5 lahtris 104 olema üks või mitu II lisa D osas loetletud märgetest. Lahtris 106 peab olema näidatud segasöödaks töötlemise või denatureerimise tähtaeg.

IV PEATÜKK

ÜLEMINEKU- JA LÖPPSÄTTED

Artikkel 36

Määrused (EMÜ) nr 1105/68, (EMÜ) nr 1725/79, (EMÜ) nr 1634/85, (EMÜ) nr 3398/91, (EMÜ) nr 3536/91 ja (EÜ) nr 1043/97 tunnistatakse kehtetuks.

Kõiki viiteid määrustele (EMÜ) nr 1725/79 ja (EMÜ) nr 3398/91 tõlgendatakse viidetena käesolevale määrusele.

Artikkel 37

Määruse (EMÜ) nr 1725/79 artikli 4 lõigetes 2 ja 4 osutatud valmistrikitud pakendeid võib kasutada kuni 30. juunini 2000.

Määruse (EMÜ) nr 1725/79 artikli 4 lõike 5 ja artikli 8 lõike 2 alusel antud heakskiit jääb kehtima käesoleva määruse kohaldamisel.

Määrust (EMÜ) nr 1725/79 kohaldatakse jätkuvalt määruse (EMÜ) nr 3398/91 alusel müüdüd lõssipulbri koguste suhtes.

⁽¹⁾ EÜT L 301, 17.10.1992, lk 17.

Artikkel 38

Käesolev määrus jõustub 1. jaanuaril 2000.

Seda kohaldatakse üksnes alates sellest kuupäevast segasöödaks töödeldud või denatureeritud lõssi ja lõssipulbri suhtes.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 17. detsember 1999

Komisjoni nimel
komisjoni liige
Franz FISCHLER

I LISA

ANALÜÜTILISED TESTID

Vastavalt nõukogu 20. juuli 1970. aasta direktiivile 70/373/EMÜ (sööda ametlikuks kontrolliks ettenähtud ühenduse proovivõtu- ja analüüsimeetodite kehtestamise kohta) (EÜT L 170, 3.8.1970, lk 21) vastu võetud sätteid kohaldatakse käesoleva määruse alusel proovide võtmisel.

A. Muutmata kujul lõssipulber

1. Määratakse:

- a) niiskusesisaldus;
- b) valgusisaldus;
- c) rasvasisaldus.

2. Muude toodete tuvastamine vastavalt siseriiklike asutuste sätestatud korrale:

- a) tärkliis ja paisutatud tärkliis;
- b) rohujahu või lutsernijahu;
- c) laabivadak;
- d) kalajahu;
- e) muud ained, eelkõige happevadak, mille tuvastamist siseriiklikud asutused nõuavad.

B. Segule lisatud lõssipulber

Testid lisaks punktis A osutatud testidele

Määratakse:

- a) lõssipulbri sisaldus;
- b) rasvasisaldus, sealhulgas rasvas lahustuvad toimeained.

C. Denatureeritud lõssipulber

Testid lisaks punktis A osutatud testidele

1. Kui pulber denatureeritakse valemi A abil:

Määratakse:

- a) rohujahu või lutsernijahu sisaldus;
- b) tärkliisesisaldus.

Mõõdetakse rohujahu või lutsernijahu osakeste suurus.

2. Kui pulber denatureeritakse valemi B abil:

Määratakse:

- a) rohujahu või lutsernijahu sisaldus;
- b) tärkliisesisaldus;
- c) kalajahu sisaldus.

Mõõdetakse osakeste suurus:

- a) rohujahus või lutsernijahus;
- b) kalajahus.

Lõhna võib testida, lisades enne (vahekorras 1 : 20) või pärast denatureerimist (vahekorras 1 : 2) inertpulbrit. Endiselt peab olema tunda iseloomulik tugev lõhn.

D. Segasööt

Määratakse:

- a) lõssipulbri sisaldus;
- b) rohujahtu või lutsernijahu sisaldus;
- c) rasvasisaldus.

Tärgklise tuvastamine

Mõõdetakse rohujahtu või lutsernijahu osakeste suurus (kontrollitakse enne lisamist).

II LISA

A. Segude pakendil esitatav teave

- 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 destinada 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. Segasööda pakendil esitatav teave

- 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. Kontrollseksemplari T5 lahtrisse 104 kantav eriteave, kui toodet tarnitakse paagis või konteineris

- Piensos compuestos destinados a una explotación agraria o una explotación pecuaria o de engorde que utilice los piensos compuestos — Reglamento (CE) n° 2799/1999
- Foderblanding til brug på en landbrugsbedrift, en opdrætnings- eller en 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'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. Kontrolleksplari T5 lahtrisse 104 kantav eriteave, kui lõssipulbrit müüakse riiklikest varudest

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

III LISA

SEGASÖÖDA LÖSSIPULBRISISALDUSE KVANTITATIIVNE MÄÄRAMINE PARAKASEIINI ENSÜMAATILISE KOAGULATSIOONI ABIL**1. Eesmärk**

Segasööda lössipulbrisalduse kvantitatiivne määramine parakaseiini ensümaatilise koagulatsiooni abil.

2. Kohaldamisala

Kõnealust meetodit kohaldatakse segasööda suhtes, mis sisaldab vähemalt 10 % lössipulbrit; petipiima ja/või teatavate mittepiimavalkude suured kogused võivad määramisel põhjustada häireid.

3. Meetodi põhimõte

- 3.1. Segasöödas sisalduva kaseiini ekstraheerimine naatriumtsitraadilahuse abil.
- 3.2. Kaltsiumioonide sisalduse reguleerimine parakaseiini sadestamiseks nõutavale tasemele; laabi lisamisel saadakse kaseiinist parakaseiin.
- 3.3. Parakaseiini sademe lämmastikuisaldus määratakse IDFi standardis 20A 1986 kirjeldatud Kjeldahli meetodiga; lössipulbri kogus arvutatakse kaseiini minimaalselt 27,5 % suuruse sisalduse põhjal (vaata punkt 9.1).

4. Reaktiivid

Kasutatavad reaktiivid peavad olema analüütiliselt puhtad. Kasutada tuleb destilleeritud või samaväärse puhtusastmega vett. Reaktiivid ja lahused ei tohi sisaldada lämmastikuihendeid, välja arvatud laap (4.5).

- 4.1. Trinaatriumtsitraat, dihüdraat (ühe(massi/mahu)protsendiline lahus).
- 4.2. Kaltsiumkloriid (2M lahus). Kaalutakse sobiva suurusega (150–200 ml) portselanalusele või keeduklaasi 20,018 g (analüütiliselt puhast) CaCO₃. Valatakse peale destilleeritud vesi ja asetatakse keeva vee vanni. Lisatakse aeglaselt 50–60 ml HCl lahust (vahekorras HCl : vesi = 1 : 1) karbonaadi täielikuks lahustamiseks. Hoitakse keeva vee vannis, kuni CaCl₂ on kuivanud, et kõrvaldada reageerimata HCl. Kantakse destilleeritud veega 100 ml-sse mõõtekolbi ning see täidetakse märgini. Mõõdetakse pH väärtus, mis ei tohi olla madalam kui 4,0. Lahust säilitatakse külmikus.
- 4.3. 0,1 N naatriumhüdroksiid.
- 4.4. 0,1 N soolhape.
- 4.5. Vedel vasikamaolaap (standarditud laabilahus 1 : 10 000). Säilitada külmikus temperatuuril 4–6 °C.
- 4.6. Reaktiivid, mida on vaja lämmastikuisalduse kvantitatiivseks määramiseks Kjeldahli meetodil vastavalt IDFi standardile 20A 1986.

5. Seadmed

Tavalised laboratooriumiseadmed, sealhulgas:

- 5.1. Uhmer või homogenisaator
- 5.2. Analüütilised kaalud
- 5.3. 50 ml topsidega lauatsentrifuug (2 000 – 3 000 pööret minutis)
- 5.4. 10–15 mm pikkuste segajatega magnetsegur
- 5.5. 150–200 ml keeduklaasid
- 5.6. 250–500 ml kolvid
- 5.7. 60–80 mm läbimõõduga klaaslehtrid
- 5.8. 150 mm läbimõõduga tuhavabad kiirfiltrid (S.S. 589², S.S. 595 ½)
- 5.9. Mitmesuguse nimimahuga pipetid

- 5.10. Termostaatilisel temperatuuril 37 °C seatud vesivann
- 5.11. pH-meeter
- 5.12. Kjeldahli mineraliseerimis- ja destilleerimiseseadmed ning lisaseadmed
- 5.13. 25 ml mõõtebürett
- 5.14. Plastikpühusti destilleeritud vee jaoks
- 5.15. Roostevabast terasest spaatlid
- 5.16. Kraadiklaasid
- 5.17. Reguleeritava temperatuuriga kuivatuskapp.

6. Töö käik

- 6.1. Proovi ettevalmistamine.

Homogeense segu saamiseks jahvatatakse uhmris või homogeneeritakse veskis 10–20 g proovi.

- 6.2. Lössipulbri lahustamine ja lahustumatu jäägi eraldamine.

- 6.2.1. $1,000 \pm 0,002$ g hästi homogeenitud segasööda (6.1) kaalutis pannakse otse 50 ml tsentrifuugiküvetti. Lisatakse 30 ml eelnevalt 45 °C kuumutatud trinaatriumsitraadi lahust (4.1). Segatakse magnetseguriga vähemalt viis minutit.

- 6.2.2. Tsentrifugeeritakse 500 g juures (2 000 – 3 000 pööret minutis) 10 minutit ja kallatakse läbipaistev supernatant 150–200 ml keeduklaasi, jälgides, et põhjast ei tuleks kaasa sadet.

- 6.2.3. Jääki ekstraheeritakse veel kaks korda samal viisil ja saadud ekstraktid ühendatakse esimesega.

- 6.2.4. Kui pinnale moodustub õlikiht, jahutatakse külmikus, kuni rasv on tahkunud, ning eemaldatakse see spaatliga.

- 6.3. Kaseiini koaguleerimine laapensüümide abil.

- 6.3.1. Saadud vesilahusele (umbes 100 ml) lisatakse pidevalt segades tilkhaaval 3,4 ml küllastunud kaltsiumkloriidi lahust (4.2). pH tase reguleeritakse NaOH (4.3) ja HCl (4.4) lahustega vahemikku 6,4–6,5. Lahus asetatakse 15–20 minutiks 37 °C juures termostateeritud vesivannile soolade tasakaalu saamiseni. Sellest annab märku lahuse kerge hägustumine.

- 6.3.2. Vedelik kantakse ühte (või kahte) tsentrifuugiküvetti ja tsentrifugeeritakse 2 000 g juures 10 minutit, et eemaldada sadestunud materjal. Supernatant viiakse ühte (või kahte) tsentrifuugiküvetti ilma sadet pesemata.

- 6.3.3. Supernatandi temperatuur reguleeritakse 37 °C-le. Ekstrakti segades lisatakse tilkhaaval 0,5 ml vedelat laapi (4.5). Koagulatsioon toimub 1–2 minuti pärast.

- 6.3.4. Proov asetatakse uuesti vesivannile ja jäetakse 15 minutiks seisma temperatuuril 37 °C. Proov võetakse vannilt ära ning koagulaat segatakse läbi. Tsentrifugeeritakse 10 minutit 2 000 g juures. Supernatant filtreeritakse läbi sobiva filterpaberi (!) (Whatman nr 541 või samaväärne paber) ning filterpaber säilitatakse. Sadet pestakse, segades seda tsentrifuugiküvetis 50 ml veega temperatuuril umbes 35 °C.

Tsentrifugeeritakse uuesti 2 000 g juures 10 minutit. Supernatant filtreeritakse läbi varem kasutatud filterpaberi.

- 6.4. Kaseiinis sisalduva lämmastiku määramine.

- 6.4.1. Pärast pesemist kantakse sade destilleeritud veega kvantitatiivselt varem kasutatud (6.3.4) filterpaberile. Filterpaber pannakse Kjeldahli kolbi. Lämmastiksisaldus määratakse IDFi standardis 20A 1986 kirjeldatud Kjeldahli meetodiga.

7. Pimekatse

- 7.1. Pimekatse tegemisel kasutatakse alati tuhavaba filterpaberit (5.8), mida on niisutatud 90 ml-st naatriumsitraadilahusest (4.1), 1 ml-st küllastunud kaltsiumkloriidi lahusest (4.2) ja 0,5 ml-st vedelast laabist (4.5) koosneva seguga, ning pestakse 3×15 ml destilleeritud veega enne mineraliseerimist IDFi standardis 20A 1986 kirjeldatud Kjeldahli meetodiga.

- 7.2. Pimekatsel kulunud happe maht lahutatakse proovi tiitrimisel kulunud happe (4.4) mahust.

(!) Kasutatakse tuhavaba kiirfilterpaberit.

8. Kontrollkatse

- 8.1. Eespool nimetatud menetluse ja reaktiivide kontrollimiseks määratakse standardsegasööt, mille lõssipulbrisaldus on kindlaks määratud ühisuuringute käigus. Kahe määramise keskmine tulemus ei tohi ühisuuringu tulemusest erineda rohkem kui 1 %.

9. Tulemuste väljendamine

- 9.1. Segasöödas sisalduva lõssipulbri protsent arvutatakse järgmise valemi abil:

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

kus N on lämmastiku protsent parakaseiinis; 27,5 on konstant, mille abil kindlaksmääratud kaseiini sisaldus arvutatakse ümber lõssipulbri protsendiks; 2,81 ja 0,908 on regressioonanalüüsiga saadud parandusfaktorid.

10. Meetodi täpsus

10.1. Korratavus

Vähemalt 95 % uuritud juhtudest ei tohi ühe ja sama töötaja poolt ühes ja samas laboratooriumis ühe ja sama proovi analüüsitulemuste erinevus olla suurem kui 2,3 grammi lõssipulbrit 100 grammi segasööda kohta.

10.2. Reprodutseeritavus

Vähemalt 95 % uuritud juhtudest ei tohi kahes laboratooriumis ühe ja sama proovi analüüsitulemuste erinevus olla suurem kui 6,5 grammi lõssipulbrit 100 grammi segasööda kohta.

11. Lubatud hälve

CrD₉₅-väärtus (kriitiline diferents; 95 %-line usalduspiir) arvutatakse järgmise valemi abil (ISO 5725):

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

(R: reprodutseeritavus, r: korratavus)

Kaks määramist: CrD₉₅ = 4,5 g

Kui keemilise analüüsi tulemus erineb deklareeritud lõssipulbrisaldusest rohkem kui 4,5 g (kahe määramise põhjal), loetakse segasööda saadeti vastavaks määruks käesolevale sättele.

12. Tähelepanekud

- 12.1. Teatavate mittepiimavalkude, eriti sojajahuvalkude suure koguse lisamine lõssipulbrile kuumutamise ajal võib anda liiga kõrge protsendi, mis on tingitud piimas sisalduva parakaseiini kaasasadestumisest.
- 12.2. Petipiima lisamine võib anda mõnevõrra madalama protsendi, mis on tingitud sellest, et määratakse ainult rasvavaba osa. Teatava hapukoorepeti lisamine võib anda suhteliselt madala protsendi, kuna lahustumine tsitraadilahuses ei ole täielik.
- 12.3. 0,5 % või suurema koguse letsitiini lisamine võib samuti anda madalama protsendi.
- 12.4. Kõrgkuumutatud lõssipulbri lisamine võib anda liiga kõrge protsendi, mis on tingitud teatavate vadakuvalkude sadestumisest koos piimas sisalduva parakaseiiniga.

IV LISA

KUIVLAABIVADAKU SISALDUSE MÄÄRAMINE LÕSSIPULBRIS JA MÄÄRUSE (EMÜ) nr 1725/79 KOHASTES SEGUEDES

1. **Reguleerimisala:** Lisatud kuivlaabivadaku kindlakstegemine:
 - a) määruse (EMÜ) nr 986/68 artiklis 1 määratletud lõssipulbris;
 - b) määruse (EMÜ) nr 1725/79 artikli 1 lõikes 3 määratletud segudes.
2. **Viited:** rahvusvaheline standard ISO 707.

Piim ja piimatooted – määruse (EMÜ) nr 625/78 I lisa punkti 2 alapunktis c esitatud juhiste vastavad proovivõtumeetodid.
3. **Määratlus**

Kuivlaabivadaku sisaldus leitakse massiprotsentides järgnevalt kirjeldatud meetodil.
4. **Põhimõte**

Glükomakropeptiidi A (GMP_A) sisalduse määramine vastavalt määruse (EMÜ) nr 625/78 V lisale. Positiivseid proove analüüsitakse glükomakropeptiidi A tuvastamiseks pöördfaasilise kõrgsurvevedelikromatograafia (HPLC) abil. Saadud tulemusi võrreldakse lõssipulbrit sisaldavate standardproovidega, millest osale on lisatud teatav kogus vadakupulbrit. Kui tulemus on suurem kui 1 massiprotsent, näitab see, et proov sisaldab kuivlaabivadakut.
5. **Reaktiivid**

Kõik reaktiivid peavad olema analüütiliselt puhtad. Kasutada tuleb destilleeritud või vähemalt samaväärselt puhtastastmega vett. Atsetonitriili kvaliteet peab vastama spektroskoopia või HPLC nõuetele.

Määruses (EMÜ) nr 625/78 kirjeldatud menetluse jaoks vajalikud reaktiivid on loetletud kõnealuse määruse V lisas.

Pöördfaasilise HPLC puhul kasutatavad reaktiivid.

 - 5.1. *Trikloroäädikhappe lahus*

Lahustada vees 240 g trikloroäädikhapet (CCl_3COOH) ja täiendada 1 000 ml-ni.
 - 5.2. *Eluendid A ja B*

Eluent A: 150 ml atsetonitriili (CH_3CN), 20 ml isopropanooli ($CH_3CHOHCH_3$) ja 1,00 ml trifluoroäädikhapet (TFA , CF_3COOH) lahjendatakse veega 1 000 ml-ni. Eluent B: 550 ml atsetonitriili, 20 ml isopropanooli ja 1,00 ml trifluoroäädikhapet lahjendatakse veega 1 000 ml-ni. Enne kasutamist filtreeritakse eluentlahus läbi membraanfiltrit, mille pooride läbimõõt on 0,45 μm .
 - 5.3. *Kolonn konservimine*

Pärast analüüsi voolutatakse kolonnist läbi eluendi B gradienti ja seejärel 30 minuti jooksul atsetonitriili gradienti. Kolonn jäetakse seisma atsetonitriiliga.
 - 5.4. *Standardproovid*
 - 5.4.1. Määruse (EMÜ) nr 625/78 nõuetele vastav lõssipulber (0).
 - 5.4.2. Sama lõssipulber, millele on lisatud 5 massiprotsenti standardkoostisega laabivadakupulbrit (5).
 - 5.4.3. Sama lõssipulber, millele on lisatud 50 massiprotsenti standardkoostisega laabivadakupulbrit (50). (*)
6. **Seadmed**

Määruses (EMÜ) nr 625/78 kirjeldatud menetluse jaoks vajalikud seadmed on loetletud kõnealuse määruse V lisas.

Pöördfaasilise HPLC puhul kasutatavad seadmed.

(*) Standardkoostisega laabivadakupulber on saadaval NIZOst, Kernhemseweg 2, PO Box 20 — NL-6710 BA Ede. Kasutada võib siiski ka NIZO pulbritega samaväärseid tulemusi andvaid pulbreid.

- 6.1. Analüütilised kaalud.
- 6.2. Tsentrifuug, mis võimaldab saavutada 2 200 g tsentrifugaaljõu välja ja on varustatud umbes 50 ml suletavate küvettidega.
- 6.3. Mehhaaniline loksuti, mis töötab temperatuuril 50 °C.
- 6.4. Magnetsegur.
- 6.5. Umbes 7 cm läbimõõduga klaaslehtrid.
- 6.6. Umbes 12,5 cm läbimõõduga keskmise tihedusega paberfiltrid.
- 6.7. Klaasist filtreerimisese, mille membraanifiltri pooride läbimõõt on 0,45 µm.
- 6.8. Mõõtepipetid (ISO 648, klass A või ISO/R 835) või doseerimisese, mis võimaldavad mõõta 10,0 ml kahe minuti jooksul.
- 6.9. Termostateeritav vesivann, reguleeritud temperatuurile 25 ± 0,5 °C.
- 6.10. HPLC seade, kuhu kuulub:
 - 6.10.1. Pumbasüsteem, mis võimaldab saada kahekomponendilist gradienti.
 - 6.10.2. 100 µl automaatne või mitteautomaatne injektor.
 - 6.10.3. Kolonn (Dupont Protein Plus, sisemõõtudega 2 × 0,46 cm) või sellele vastav suurepööriline ränidioksiidi alusel pöördfaasiline kolonn.
 - 6.10.4. Termostaatiline kolonnahi, reguleeritud temperatuurile 35 ± 1 °C.
 - 6.10.5. Muudetava lainepikkusega 0,02 Å tundlikkusega UV-detektor, mis võimaldab teha mõõtmisi 210 nm juures (vajaduse korral võib kasutada kuni 220 nm lainepikkust).
 - 6.10.6. Integraator, mis võimaldab mõõta piigi kõrgust.

Märkus

Kolonniga saab töötada toatemperatuuril, kui see ei kõigu rohkem kui 1 °C, vastasel korral varieerub GMP_A peetumisaeg liiga palju.

7. Proovi võtmine

- 7.1. Lähtutakse rahvusvahelisest standardist ISO 707 – Piim ja piimatooted – Proovivõtumeetodid, mis vastavad määruse (EMÜ) nr 625/78 I lisa punkti 2 alapunkti c juhistele.
- 7.2. Proovi hoitakse tingimustes, mis välistavad selle riknemise või koostise muutumise.

8. Töö käik

8.1. Analüüsitava proovi ettevalmistamine

Pulber kantakse õhukindla kaanega anumasse, mille maht on lõssipulbri mahust umbes kaks korda suurem. Anum suletakse kohe. Lõssipulber segatakse hästi läbi anumal korduvalt ümber pöörates.

8.2. Analüüsitava kogus

Kaalutakse 2,000 ± 0,001 g analüüsitava proovi tsentrifuugiküveti (6.2) või sobivasse suletavasse anumasse (50 ml).

8.3. Rasva ja valkude eemaldamine

- 8.3.1. Analüüsitava kogusele lisatakse 20,0 g kuuma vett (50 °C). Pulber lahustatakse, loksutades mehhaanilisel loksutil (6.3) viis minutit, hapukoorepeti korral 30 minutit. Tops asetatakse vesivanni (6.9) ja tasakaalustatakse 25 °C juures.
- 8.3.2. Magnetsegajal (6.4) tugevasti segades lisatakse pidevalt kahe minuti jooksul 10,0 ml 25 °C trikloroäädikhapet (5.1). Seejärel asetatakse küvett 60 minutiks vesivanni (6.9).
- 8.3.3. Tsentrifuugitakse (6.2) 10 minutit 2 200 g juures või filtreeritakse läbi paberi (6.6), visates filtraadist ära esimesed 5 ml.

8.4. Kromatograafilise määramine

- 8.4.1. Tehakse määruse (EMÜ) nr 625/78 V lisa kirjeldatud HPLC-analüüs. Kui tulemus on negatiivne, ei sisalda analüüsitud proov märkimisväärses koguses kuivlaabivadakut. Positiivse tulemuse korral kasutatakse järgnevalt kirjeldatud pöördfaasilist HPLC-meetodit. Hapukoorepeti pulbri sisaldus võib põhjustada ekslikult positiivse tulemuse. Pöördfaasilise HPLC-meetodi puhul on see aga välistatud.

- 8.4.2. Enne pöördfaasilise HPLC-analüüsi läbiviimist tuleb optimeerida gradiendi tingimused. 6 ml tühimahuga gradientüsteemide puhul (maht lahuste ühinemispunktist kuni injektori silmuseni, viimane kaasa arvatud) on optimaalne GMP_A peetumisaeg 26 ± 2 minutit. Väiksema tühimahuga (näiteks 2 ml) gradientüsteemide puhul on optimaalne peetumisaeg 22 minutit.

Analüüsitakse standardproovide (5.4) lahuseid, millest osa sisaldab 50 % laabivadakut.

HPLC-seadmesse süstitakse 100 µl supernatanti või filtraati (8.3.3) tabelis 1 esitatud proovigradiendi tingimustel.

Tabel 1. Proovigradiendi tingimused kromatograafilise analüüsi optimeerimiseks.

Aeg (minutid)	Voolukiirus (ml/minutis)	% A	% B	Kõver
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

Kahe kromatogrammi võrdlus peaks andma GMP_A piigi asukohta.

Normaalgradiendi (8.4.3) tekitamiseks kasutatava lähtelahuse kontsentratsioon arvutatakse järgmiste valemite abil:

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

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

Kus:

RT_{GMPA}: GMP_A peetumisaeg proovigradiendi puhul

10: % B proovigradiendi alguses

2,5: % B normaalgradiendi keskel, millest lahutatakse % B normaalgradiendi alguses

13,5: proovigradiendi keskpunkti saavutamise aeg

26: GMP_A nõutav peetumisaeg

6: proovi- ja normaalgradiendi tõusude suhe

30: % B proovigradiendi alguses, millest lahutatakse % B 27 minuti pärast

27: proovigradiendi läbijooksuaeg.

- 8.4.3. Võetakse analüüsitavate proovide lahused

HPLC seadmesse süstitakse 100 µl täpselt mõõdetud kogus supernatanti või filtraati (8.3.3) voolukiirusel 1,0 ml eluentlahust (5.2) minutis.

Eluendi koostis analüüsi alguses saadakse punkti 8.4.2 kohaselt. Harilikult on see ligikaudu A : B = 76 : 24 (5.2). Kohe pärast süstimist alustatakse lineaargradiendi, mille tulemuseks on 5 % võrra suurem B kogus 27 minuti pärast. Seejärel alustatakse lineaargradiendi, mille tulemusel on eluendis viie minuti pärast 90 % B. Seda kontsentratsiooni hoitakse viis minutit ja pärast seda taastatakse lineaargradiendi abil viie minuti jooksul esialgne kontsentratsioon. Sõltuvalt pumbasüsteemi mahutavusest võib järgmist analüüsi alustada 15 minutit pärast algtingimuste saavutamist.

Märkused

- Glükomakropeptiidi peetumisaeg on 26 ± 2 minutit. Seda on võimalik saavutada, muutes esimese gradiendi alg- ja lõppitingimusi. % B erinevus esimese gradiendi lõpus ja alguses peab siiski olema 5.
- Eluentidest tuleb õhk piisavalt hästi eemaldada ja need peavad sellisena püsima. See on oluline gradiendi pumbasüsteemi tõrgeteta toimimiseks. GMP-piigi peetumisaeg standardhälve peab olema väiksem kui 0,1 minutit ($n = 10$).
- Iga viienda proovi järel tuleb süstida standardproov (5) ja arvutada selle alusel uus kalibrimistegur R (9.1.1).

- 8.4.4. Analüüsitava proovi (E) kromatograafilise analüüsi tulemused saadakse kromatogrammina, millel GMP piik tehakse kindlaks 26-minutilise peetumisaja alusel.

Integraator (6.40.6) arvutab automaatselt GMP piigi kõrguse H. Kontrollida tuleb iga kromatogrammi nulljoone asukohta. Kui nulljoone asukoht on vale, tuleb analüüsi või integreerimist korrata.

Enne kvantitatiivset interpreteerimist tuleb kontrollida iga kromatogrammi kuju, et avastada võimalikud kõrvalkalded, mis on tingitud seadme või kolonni puudulikust tööst või analüüsitava proovi päritolust ja iseloomust. Kahtluse korral tuleb analüüsi korrata.

- 8.5. *Kaliibrimine*

- 8.5.1. Rakendatakse täpselt sama menetlust, nagu on kirjeldatud standardproovide (5.4.1–5.4.2) puhul punktides 8.2 — 8.4.4. Kasutatakse värskelt valmistatud lahuseid, sest GMP laguneb toatemperatuuril 8 % trikloroäädikhappe keskkonnas. Temperatuuril 4 °C püsib lahus stabiilsena 24 tundi. Pikkade analüüsiseeriade korral on automaatselt injektori puhul soovitatav kasutada jahutatud proovialust.

Märkus

Punkti 8.4.2 võib ära jätta, kui eelmistest analüüsides on teada % B algingimuste puhul.

Standardproovi (5) kromatogramm peab vastama joonisele 1. Sellel joonisel eelneb GMP_A piigile kaks väikest piiki. Piigid peavad lahknema samal määral.

- 8.5.2. Enne proovide kromatograafilist määramist süstitakse 100 µl standardproovi, mis ei sisalda laabivadakut (0) (5.4.1).

Kromatogrammil ei tohi olla GMP_A peetumisajale vastavat piiki.

- 8.5.3. Määratakse kaliibrimistegurid R, süstides samas mahus filtraati (8.5.1) nagu analüüsivate proovide puhul.

9. **Tulemuste väljendamine**

- 9.1. *Arvutamismeetod ja valemid*

- 9.1.1. Kaliibrimisteguri R arvutamine:

$$\text{GMP piik} : R = W/H$$

Kus:

R = GMP piigi kaliibrimistegur

H = GMP piigi kõrgus

W = standardproovi (5) vadakusisaldus.

- 9.2. *Proovis sisalduva laabivadakupulbri protsendi arvutamine*

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

Kus:

W(E) = proovis (E) sisalduva laabivadaku massiprotsent

R = GMP piigi kaliibrimistegur (9.1.1)

H(E) = proovi (E) GMP piigi kõrgus.

Kui W(E) on suurem kui 1 % ning kui peetumisaegade erinevus proovi ja standardproovi (5) puhul on väiksem kui 0,2 minutit, näitab see, et proov sisaldab laabivadakut.

- 9.3. *Meetodi täpsus*

- 9.3.1. Korratavus

Ühel ja samal ajal või kohe üksteise järel samade seadmetega ühe ja sama analüüsija poolt identse materjaliga läbiviidud kahe määramise tulemuste vaheline erinevus ei tohi olla suurem kui 0,2 massiprotsenti.

- 9.3.2. Reprodutseeritavus

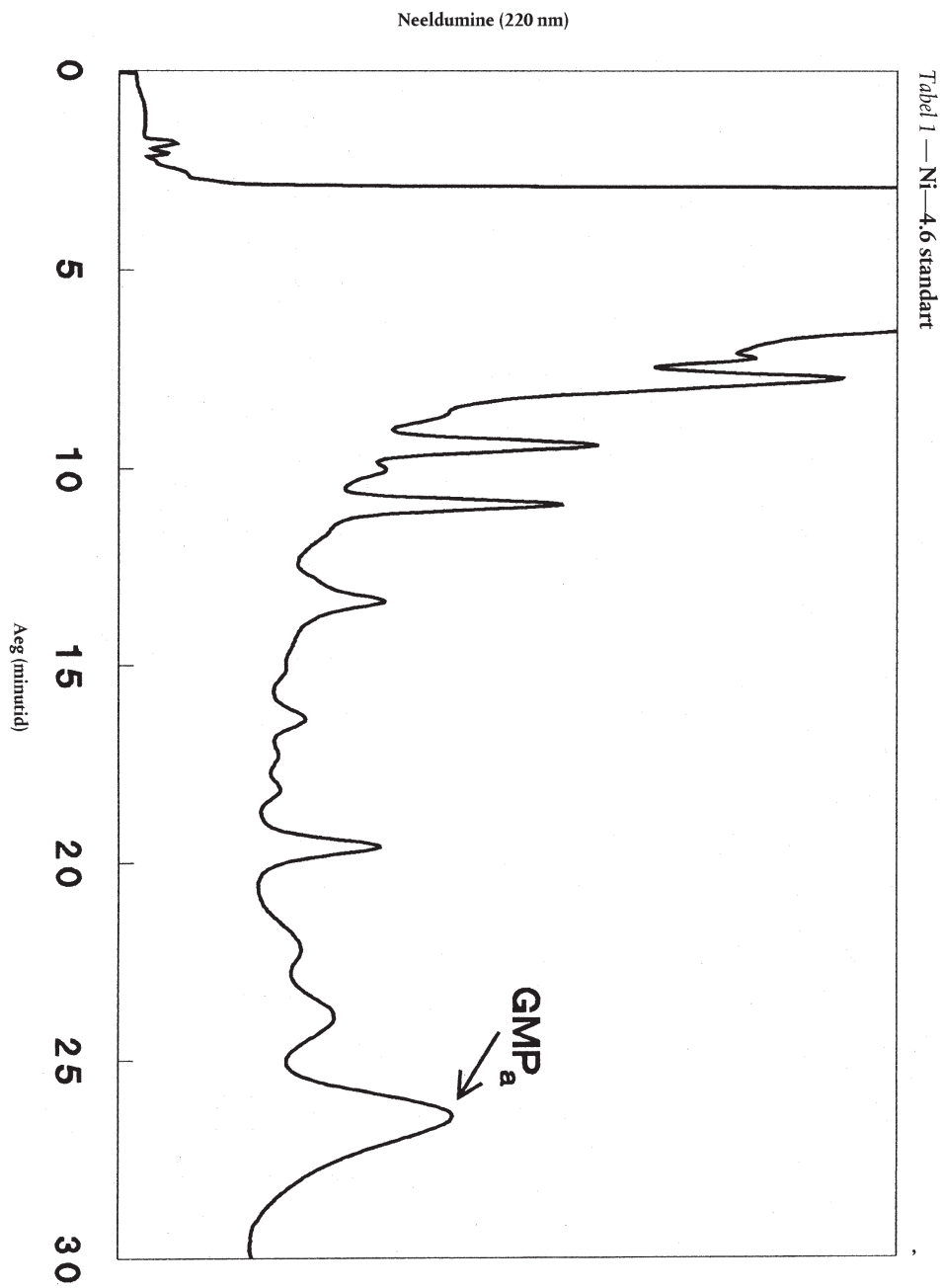
Veel kindlaks määramata.

- 9.3.3. Lineaarsus

Laabivadaku kontsentratsioonide vahemikus 0–16 % peavad tulemused olema lineaarses sõltuvuses korrelatsioonikoefitsiendiga > 0,99.

9.4. Tõlgendamine

- 9.4.1. Loetakse, et proov sisaldab vadakut, kui punkti 9.2 kohaselt saadud tulemus on suurem kui 1 massiprotsent ja GMP piigi peetumisaja erinevus proovi ja standardproovi (5) puhul on väiksem kui 0,2 minutit. See 1 %-line piirang on ette nähtud vastavalt määruse (EMÜ) nr 625/78 V lisa punktide 9.2 ja 9.4.1 sätetele.



V LISA

TÄRKLISE KVALITATIIVNE MÄÄRAMINE LÖSSIPULBRIS, DENATUREERITUD PIIMAPULBRIS JA SEGA-SÖÖDAS**1. Kohaldamisala**

Kõnealust meetodit kasutatakse tärglise määramiseks, mida kasutatakse määrgistusainena denatureeritud piimapulbris.

Meetodi avastamispiir on ligikaudu 0,05 g tärglist 100 grammi proovi kohta.

2. Põhimõte

Reaktsioon põhineb jodomeetrias kasutataval reaktsioonil:

- vaba joodi kolloidide määramine vesilahuses,
- imendumine tärglise mitsellidega ning värvuse tekkimisega.

3. Reaktiivid**3.1. Joodilahus**

- jood 1 g
- kaaliumjodiid 2 g
- destilleeritud vesi 100 ml.

4. Seadmed

- 4.1. Analüütilised kaalud
- 4.2. Vesivann
- 4.3. Katseklaasid 25 mm × 200 mm

5. Töö käik

Kaalutakse 1 gramm proovi ning valatakse see katseklaasi (4.3).

Lisatakse 20 ml destilleeritud vett ja loksutatakse, et proov jaotuks.

Seejärel asetatakse 5 minutiks keeva veega vesivanni (4.2).

Eemaldatakse vannilt ning jahutatakse toatemperatuurini.

Lisatakse 0,5 ml joodilahust (3.1), loksutatakse ning jälgitakse tekkivat värvust.

6. Tulemuste väljendamine

Siniseks värvumine näitab loodusliku tärglise esinemist proovis.

Kui proov sisaldab modifitseeritud tärglist, ei ole värvus sinine.

7. Märkused

Värvus, selle intensiivsus ning tärglise mikroskoopiline kujutus erinevad olenevalt loodusliku tärglise päritolust (nt mais või kartul) ning proovis esineva modifitseeritud tärglise liigist.

Modifitseeritud tärglise esinemisel muutub tekkiv värvus violetseks, punaseks või pruuniks vastavalt loodusliku tärglise kristallstruktuuri muutumise astmest.

VI LISA

HAPUKOOREPETI PULBRI NIISKUSESISALDUSE MÄÄRAMINE

1. Kohaldamisala

Loomasöödaks mõeldud hapukoorepeti pulbri niiskusesisalduse määramine.

2. Põhimõte

Proov kuivatatakse vaakumis. Massi kadu määratakse kaalumise abil.

3. Seadmed

3.1. Analüütilised kaalud.

3.2. Õhukindlalt suletavad roostevabast metallist või klaasist kuivad anumad; põhjaga, millele saab analüüsivat proovi laotada tihedusega 0,3 g/cm².

3.3. Reguleeritava temperatuuriga elektriline vaakumkuivatuskapp, mis on varustatud õlipumbaga ning kuhu saab juhtida kuuma ja kuiva õhku või kuhu pannakse kuivatusaine (nt kaltsiumoksiid).

3.4. Tõhusat kuivatusainet sisaldav eksikaator.

3.5. Ventileeritav kuivatuskapp, mida saab reguleerida temperatuurile 102 ± 2 °C.

4. Töö käik

Kaanega anum (3.2) kuumutatakse kuivatuskapis (3.5) vähemalt üks tund. Kaas asetatakse anumale, anum pannakse kohe eksikaatorisse (3.4), lastakse jahtuda toatemperatuurini ja kaalutakse täpsusega 0,5 mg.

Kaanega anum (3.2) kaalutakse täpsusega 0,5 mg. Teadaoleva kaaluga anumasse pannakse umbes 5 g täpsusega 1 mg kaalutud proovi kaalutis ja laotatakse see ühtlaselt laiali. Kaaneta anum pannakse eelnevalt temperatuurini 83 °C kuumutatud vaakumkuivatuskappi (3.3). Anum asetatakse ahju võimalikult kiiresti, et vältida kuivatuskapi jahtumist.

Rõhk tõstetakse 100 torrini (13,3 kPa) ja proov jäetakse sellise rõhu all umbes neljaks tunniks kuivama kas kuuma kuiva õhu voolus või kuivatusaine juuresolekul (umbes 300 g 20 proovi kohta). Kui kasutatakse kuivatusainet, ühendatakse vaakumpump lahti pärast ettenähtud rõhu saavutamist. Kuivamisega arvestatakse alates hetkest, kui kuivatuskapi temperatuur on jälle 83 °C. Ettevaatlikult taastatakse kuivatuskapis atmosfäärirõhk. Avatakse kuivatuskapp, asetatakse kaas kohe anumale, võetakse anum ahjust välja, lastakse jahtuda 30–45 minutit eksikaatoris (3.4) ja kaalutakse milligrammi täpsusega. Kuivatatakse veel 30 minutit vaakumkuivatuskapis (3.3) temperatuuril 83 °C ning kaalutakse uuesti. Kahe kaalumistulemuse erinevus ei tohi olla suurem kui 0,1 % niiskuse massist.

5. Arvutamine

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

E = analüüsitava proovi algmass grammides,

m = kuiva analüüsitava proovi mass grammides.

6. Täpsus

6.1. Korratavus

Võimalikult lühikese ajavahemiku järel samade seadmetega ühe ja sama analüüsija poolt identse materjaliga läbi viidud kahe määramise tulemuste vaheline erinevus ei tohi olla suurem kui 0,4 g vett 100 g hapukoorepeti pulbri kohta.

6.2. *Reprodutseeritavus*

Eri laboratooriumide analüüsijate poolt eri seadmetega identse materjaliga läbiviidud kahe määramise tulemuste vaheline erinevus ei tohi olla suurem kui 0,6 g vett 100 g hapukoorepeti pulbri kohta.

6.3. *Täpsust iseloomustavate andmete päritolu*

Täpsusandmed on kindlaks määratud 1995. aastal kaheksas laboratooriumis 12 prooviga läbiviidud katsete põhjal (6 kahekordset pimekatset).
