I

(Atti per i quali la pubblicazione è una condizione di applicabilità)

REGOLAMENTO (CE) N. 454/95 DELLA COMMISSIONE

del 28 febbraio 1995

relativo alle modalità di applicazione degli interventi sul mercato del burro e della crema di latte

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità europea,

visto il regolamento (CEE) n. 804/68 del Consiglio, del 27 giugno 1968, relativo all'organizzazione comune dei mercati nel settore del latte e dei prodotti lattiero-caseari [1], modificato da ultimo dall'atto di adesione dell'Austria, della Finlandia e della Svezia, in particolare l'articolo 6, paragrafo 6, l'articolo 28 e l'articolo 30,

considerando che il regolamento (CEE) n. 985/68 del Consiglio, del 15 luglio 1968, che stabilisce le norme generali che disciplinano le misure d'intervento sul mercato del burro e della crema di latte [2], modificato da ultimo dal regolamento (CEE) n. 2045/91 [3] sarà abrogato, con effetto a decorrere dal 1° marzo 1995, dal regolamento (CE) n. 2807/94 del Consiglio [4]; che occorre pertanto inserire le norme che non sono state incorporate nel regolamento (CEE) n. 804/68 nelle modalità d'applicazione degli interventi sul mercato del burro e della crema di latte previste dal regolamento (CEE) n. 685/69 della Commissione [5], modificato da ultimo dal regolamento (CE) n. 393/94 [6] che l'entità degli adeguamenti da apportare al regolamento (CEE) n. 685/69, nonché l'alto numero di modificazioni già apportate a detto regolamento rendono opportuna la riformulazione di quest'ultimo per motivi di chiarezza e trasparenza; che occorre di conseguenza abrogare il regolamento (CEE) n. 685/69;

considerando che soltanto il burro rispondente alla definizione e ai requisiti previsti di qualità e di presentazione può essere acquistato dagli organismi d'intervento; che, tenuto conto delle specifiche tecniche riguardanti la determinazione della qualità del burro, occorre stabilire i requisiti qualitativi cui il burro deve soddisfare nonché i metodi d'analisi e le modalità circa il controllo di qualità; che tuttavia occorrerebbe prevedere la possibilità per gli Stati membri di stabilire un sistema di autocontrollo a determinate condizioni;

considerando che le classificazioni nazionali di qualità del burro rimangono valide come condizione di ammissibilità per l'aiuto all'ammasso privato e possono essere indicate anche sull'imballaggio del burro acquistato all'intervento; che è necessario determinare le categorie nazionali al riguardo;

considerando che il burro può essere acquistato all'intervento da un organismo d'intervento di uno Stato membro diverso da quello sul cui territorio è stato fabbricato il burro; che occorre pertanto prevedere gli strumenti che consentano all'organismo d'intervento acquirente di accertarsi che siano soddisfatte le condizioni di qualità e di presentazione nonché precisare che, ai fini del calcolo della distanza massima per il pagamento delle spese supplementari di trasporto, non viene presa in considerazione la distanza tra il deposito del venditore e la frontiera dello Stato membro dell'organismo d'intervento acquirente;

considerando che, per garantire il corretto funzionamento del regime d'intervento, occorre precisare le condizioni di autorizzazione delle imprese di fabbricazione, il controllo del loro soddisfacimento e gli obblighi degli Stati membri ai fini della buona conservazione delle quantità in ammasso prevedendo, in particolare, l'accesso alle partite e la loro identificazione nonché la garanzia per coprire i rischi dei prodotti in ammasso; che, per garantire una frequenza ed un livello di controllo uniformi, occorre inoltre precisare la natura e il numero delle ispezioni che le autorità nazionali devono effettuare presso gli ammassatori;

considerando che, affinché non venga effettuato alcun pagamento indebito del burro acquistato, occorre ridurre il periodo probativo per il burro e precisare che venga verificato, prima del pagamento, il soddisfacimento di tutte le condizioni richieste; che può essere soppressa la facoltà offerta al venditore di sostituire le quantità difettose di burro, senza conseguenze pregiudizievoli per gli operatori;

considerando che, per agevolare il controllo della presenza in deposito dei prodotti sotto contratto di ammasso

[1] GU n. L 148 del 28. 6. 1968, pag. 13.
[2] GU n. L 169 del 18. 7. 1968, pag. 1.
[3] GU n. L 187 del 13. 7. 1991, pag. 1.
[4] GU n. L 298 del 19. 11. 1994, pag. 1.
[5] GU n. L 90 del 15. 4. 1969, pag. 12.
[6] GU n. L 53 del 24. 2. 1994, pag. 11.

privato, occorre prevedere il ritiro dall'ammasso per partita, salvo se lo Stato membro autorizza l'operazione per quantità minori;

considerando che, tenuto conto dell'attuale situazione del mercato del burro e della crema di latte, è necessario procrastinare la data dell'inizio delle operazioni di entrata in ammasso privato e ridurre la durata massima di magazzinaggio; che, allo scopo di garantire una gestione più chiara del regime di ammasso privato, occorre prevedere la fissazione annua dell'importo dell'aiuto;

considerando che d'altro canto le disposizioni relative alle misure d'intervento, ivi incluse quelle riguardanti lo smercio del burro detenuto dagli organismi d'intervento, hanno dato prova della loro validità e, con alcuni adeguamenti di carattere tecnico, possono pertanto essere mantenute;

considerando che i fatti generatori del tasso di conversione agricolo applicabile ai regimi dell'ammasso pubblico e dell'ammasso privato sono fissati in base al regolamento (CEE) n. 1756/93 della Commissione (1), modificato da ultimo dal regolamento (CE) n. 267/95 (2);

considerando che il comitato di gestione per il latte ed i prodotti lattiero-caseari non ha emesso alcun parere nel termine fissato dal suo presidente,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

Articolo 1

Il presente regolamento stabilisce le modalità d'applicazione relative alle misure d'intervento previste nel settore del latte e dei prodotti lattiero-caseari di cui all'articolo 6 del regolamento (CEE) n. 804/68.

TITOLO I

Acquisti e smaltimento d'intervento pubblico del burro

Articolo 2

Gli organismi d'intervento acquistano burro soltanto se rispondente alla definizione di cui all'articolo 6, paragrafo 1 del regolamento (CEE) n. 804/68 e ai requisiti di qualità di cui all'allegato I e per i quali sono soddisfatte le seguenti condizioni:

a) il controllo di qualità è stato effettuato secondo i metodi d'analisi di cui agli allegati I, III e IV e su campioni prelevati secondo le modalità di cui all'allegato V; tuttavia, relativamente al controllo di qualità gli Stati membri, previo accordo della Commissione e sotto loro sorveglianza, possono instaurare un regime di autocontrollo per taluni requisiti di qualità e per taluni stabilimenti autorizzati;

b) il burro ha un livello di radioattività non superiore ai livelli massimi ammissibili prescritti dalla normativa comunitaria; i livelli applicabili ai prodotti d'origine comunitaria sono quelli fissati all'articolo 3 del regolamento (CEE) n. 737/90 del Consiglio (3); il controllo del livello di contaminazione radioattiva del prodotto si effettua solo se la situazione lo esige e per il periodo necessario; in caso di necessità, la durata e la portata delle misure di controllo sono stabilite secondo la procedura prevista all'articolo 30 del regolamento (CEE) n. 804/68;

c) il burro è stato fabbricato nel corso di un periodo di 14 giorni precedenti il giorno di ricevimento dell'offerta di vendita del burro da parte dell'organismo d'intervento;

d) sono rispettate le prescrizioni relative alla quantità minima, al confezionamento e all'imballaggio di cui all'articolo 4 del presente regolamento.

Articolo 3

1. Lo stabilimento di cui all'articolo 6, paragrafo 1 del regolamento (CEE) n. 804/68 può ottenere l'autorizzazione solo se esso:

a) è autorizzato ai sensi dell'articolo 10 della direttiva 92/46/CEE del Consiglio (4) e dispone degli impianti tecnici appropriati;

b) s'impegna a tenere permanentemente i registri stabiliti dall'organismo competente di ciascuno Stato membro, dai quali risultino l'origine delle materie prime, i quantitativi di burro ottenuti, il confezionamento, l'identificazione e la data di uscita di ciascuna partita di produzione per l'intervento pubblico;

c) accetta di sottoporre ad un controllo ufficiale specifico la propria produzione di burro che può essere offerta all'intervento e che può eventualmente soddisfare ai requisiti di categoria nazionale di qualità di cui all'allegato II;

d) si impegna a comunicare all'organismo competente incaricato del controllo, con un anticipo di almeno due giorni lavorativi, l'intenzione di fabbricare burro per l'intervento pubblico; lo Stato membro può tuttavia fissare un termine più breve.

2. Per garantire il rispetto delle disposizioni del presente regolamento, gli organismi competenti effettuano controlli in loco, senza preavviso, tenendo conto del programma di fabbricazione di burro all'intervento degli stabilimenti interessati.

Mediante tale sistema di controlli dev'essere garantita l'esecuzione di:

— un controllo almeno ogni 28 giorni di fabbricazione per l'intervento e almeno una volta ogni sei mesi, teso in particolare ad esaminare gli elementi di cui al paragrafo 1, lettera b);

(1) GU n. L 161 del 2. 7. 1993, pag. 48.
(2) GU n. L 31 del 10. 2. 1995, pag. 6.
(3) GU n. L 82 del 29. 3. 1990, pag. 1.
(4) GU n. L 268 del 14. 9. 1992, pag. 1.

— un controllo almeno semestrale teso a verificare il rispetto delle condizioni richieste per l'autorizzazione di cui al paragrafo 1.

3. L'autorizzazione viene revocata qualora non siano più soddisfatte le condizioni di cui al paragrafo 1. L'autorizzazione può essere nuovamente concessa su domanda dello stabilimento interessato, dopo un periodo di sei mesi al termine di un controllo approfondito.

Qualora si constati che uno stabilimento sia venuto meno ad uno dei suoi impegni di cui al paragrafo 1, lettera b), c) e d), salvo in caso di forza maggiore, l'autorizzazione viene sospesa per un periodo da 1 a 12 mesi, a seconda della gravità dell'irregolarità.

Lo Stato membro può decidere di soprassedere alla sospensione dell'autorizzazione qualora venga accertato che l'irregolarità non è stata commessa deliberatamente o per negligenza grave e che la sua gravità è marginale ai fini dell'efficacia dei controlli previsti al paragrafo 2.

4. I controlli effettuati ai sensi dei paragrafi 2 e 3 devono formare oggetto di una relazione in cui vengano precisate :

— la data del controllo,

— la durata dello stesso,

— le operazioni svolte.

La relazione di controllo deve essere firmata dall'agente responsabile.

5. Gli Stati membri comunicano alla Commissione le misure adottate con riferimento ai controlli di cui ai paragrafi 2 e 3, entro un mese a decorrere dalla loro adozione.

6. L'acquisto del burro offerto all'intervento in uno Stato membro diverso da quello di produzione è subordinato alla presentazione di un certificato fornito dall'organismo competente dello Stato membro di produzione in cui siano riportate le indicazioni di cui all'articolo 4, paragrafo 4, lettere a), b) e d).

Se lo Stato membro di produzione ha effettuato i controlli di cui all'articolo 2, lettera a), nel certificato devono essere riportati anche i risultati di detti controlli. In tal caso l'imballaggio di cui all'articolo 4, paragrafo 3, deve essere sigillato con un'etichetta numerata dell'organismo competente dello Stato membro di produzione. Il relativo numero deve essere indicato nel certificato succitato.

Articolo 4

1. La quantità minima dell'offerta è di 10 tonnellate. Gli Stati membri possono prevedere che l'offerta del burro si effettui per tonnellata intera.

2. Il burro è confezionato in pani del peso netto di almeno 25 chilogrammi.

3. Gli imballaggi devono essere nuovi, di materiali resistenti, concepiti in modo da proteggere il burro per tutta la durata delle operazioni di trasporto, di magazzinaggio e di smaltimento.

4. Le iscrizioni sull'imballaggio devono recare almeno le indicazioni seguenti, eventualmente trascritte in codice :

a) il numero di autorizzazione che consente di identificare la fabbrica e lo Stato membro di produzione ;

b) la data di fabbricazione ;

c) la data di immagazzinamento ;

d) il numero della consegna e del collo ;

e) la dicitura « burro di crema dolce » se vi corrisponde il pH della fase acquosa del burro ;

f) la categoria nazionale di qualità di cui all'allegato II, qualora lo Stato membro di produzione lo richieda.

Gli Stati membri possono prevedere che l'obbligo dell'indicazione della data di immagazzinamento sugli imballaggi non sia d'applicazione se il responsabile del deposito si impegna a tenere un registro su cui vengono iscritte, il giorno d'immagazzinamento, le indicazioni di cui al precedente comma.

5. L'organismo d'intervento registra il giorno di ricevimento dell'offerta di vendita, le corrispondenti quantità e date di fabbricazione e il luogo in cui il burro offerto è in deposito. Dopo aver verificato gli elementi dell'offerta, l'organismo d'intervento rilascia senza indugio una bolla di consegna datata e numerata su cui sono indicati :

a) la quantità da consegnare ;

b) il calendario di consegna del burro ;

c) i magazzini frigoriferi in cui deve aver luogo la consegna.

Articolo 5

1. Ai fini del presente titolo, il giorno della presa in consegna corrisponde al giorno di entrata del burro nel magazzino frigorifero designato dall'organismo di intervento, ed al più presto, il giorno successivo al giorno di emissione della bolla di consegna. Il pagamento del burro è effettuato tra il quarantacinquesimo ed il sessantacinquesimo giorno successivi alla presa in consegna del burro, sempreché sia stato verificato il soddisfacimento dei requisiti di cui all'articolo 2.

2. Il burro è sottoposto a un periodo probativo di magazzinaggio. Detto periodo è fissato a 30 giorni che iniziano il giorno della presa in consegna.

3. Qualora dal controllo all'entrata nel deposito designato dall'organismo d'intervento risultasse che il burro non è conforme ai requisiti di cui all'articolo 2 oppure qualora alla fine del periodo probativo di magazzinaggio risultasse che la qualità organolettica minima del burro è inferiore a quella fissata nell'allegato I, il venditore si impegna, nella sua offerta,

— a riprendere il burro in questione,

— a pagare le spese di magazzinaggio del burro in questione a partire dal giorno della presa in consegna sino alla data di uscita.

Dette spese di magazzinaggio sono fissate forfettariamente, per tonnellata, come segue :

a) 28,00 ECU per le spese fisse ;

b) 0,45 ECU per giorno di magazzinaggio, per le spese di deposito in magazzino frigorifero.

Gli importi sono accreditati al Fondo europeo agricolo di orientamento e di garanzia (FEAOG), sezione garanzia.

Articolo 6

1. Gli Stati membri stabiliscono le norme tecniche prevedendo, in particolare, una temperatura di magazzinaggio uguale o minore di − 15 °C per i magazzini frigoriferi di cui all'articolo 6, paragrafo 1, terzo comma del regolamento (CEE) n. 804/68 e adottano tutte le opportune misure atte a garantire la buona conservazione del burro. I rischi relativi sono coperti mediante un'assicurazione sotto forma di un obbligo contrattuale degli ammassatori oppure di un'assicurazione globale dell'organismo d'intervento ; lo Stato membro può anche essere il proprio assicuratore.

2. Gli organismi d'intervento accertano che l'immagazzinamento e la conservazione del burro siano eseguiti su pallet in modo da costituire partite facilmente identificabili ed agevolmente accessibili.

3. L'organismo competente incaricato del controllo procede inoltre al controllo, senza preavviso, della presenza dei prodotti in deposito come previsto all'articolo 4 del regolamento (CEE) n. 618/90 della Commissione (1).

Articolo 7

1. L'organismo d'intervento sceglie il magazzino frigorifero disponibile più vicino al luogo ove il burro è in deposito.

Tuttavia e sempreché la scelta di un altro magazzino non comporti spese supplementari di magazzinaggio, l'organismo può

a) scegliere un altro magazzino di distanza inferiore a quella di cui al paragrafo 2 ;

b) scegliere un altro magazzino situato ad una distanza maggiore di quella suddetta qualora tale scelta comporti spese minori, tenendo conto delle spese di magazzinaggio e di trasporto ; in tal caso l'organismo d'intervento ne dà immediata comunicazione alla Commissione.

2. La distanza massima di cui all'articolo 6, paragrafo 1, quarto comma del regolamento (CEE) n. 804/68 è fissata a 350 chilometri. Al di là di tale distanza, le spese supplementari di trasporto sostenute dall'organismo d'intervento sono fissate a 0,065 ECU per tonnellata e per chilometro.

Tuttavia, qualora l'organismo d'intervento acquirente dipenda da uno Stato membro diverso da quello sul cui territorio il burro offerto è immagazzinato, non si tiene conto, ai fini del calcolo della distanza massima di cui al paragrafo 2, della distanza tra il deposito di magazzinaggio del venditore e la frontiera dello Stato membro dell'organismo d'intervento acquirente.

3. Le spese supplementari di cui al paragrafo 2 sono sostenute dall'organismo d'intervento solo se la temperatura del burro all'arrivo al magazzino non è superiore a 6 °C.

Articolo 8

1. All'uscita del burro dall'ammasso, l'organismo d'intervento, in caso di consegna in partenza dal magazzino frigorifero, mette a disposizione il burro sulla banchina del magazzino, posto su pallet ed eventualmente caricato su un mezzo di trasporto, se si tratta di un automezzo o di un vagone ferroviario. Le relative spese sono a carico dell'organismo d'intervento e le eventuali spese di fissaggio e di scaricamento dai pallet sono a carico dell'acquirente del burro.

2. Nel quadro delle forniture di burro a titolo di aiuto alimentare, si applicano le disposizioni del paragrafo 1.

3. Le altre disposizioni relative allo smaltimento del burro detenuto dall'organismo d'intervento sono determinate caso per caso.

TITOLO II

Aiuti all'ammasso privato di burro o di crema

Articolo 9

I contratti di ammasso privato della crema e del burro di cui all'articolo 6, paragrafo 2 del regolamento (CEE) n. 804/68 sono conclusi tra gli organismi d'intervento degli Stati membri e persone fisiche o giuridiche, in appresso denominati « contraenti ».

Articolo 10

1. Non può essere oggetto di un contratto di ammasso privato soltanto il burro e la crema di cui all'articolo 6, paragrafo 2 del regolamento (CEE) n. 804/68 fabbricati in uno stabilimento autorizzato conformemente alle disposizioni dell'articolo 3, paragrafo 1, durante il periodo di 28 giorni precedenti il giorno dell'inizio dell'ammasso contrattuale. Il burro deve corrispondere alla categoria nazionale di qualità dello Stato membro di produzione di cui all'allegato II ; inoltre il suo livello di radioattività non deve essere superiore ai livelli massimi ammissibili di cui all'articolo 2, lettera b).

(1) GU n. L 67 del 15. 3. 1990, pag. 21.

Nessun contratto di ammasso può essere concluso per il burro o la crema :

a) per i quali sia stata chiesta la concessione di un aiuto al consumo diretto previsto da altre disposizioni comunitarie ;

b) che siano stati posti sotto il regime di cui all'articolo 5, paragrafo 1 del regolamento (CEE) n. 565/80 del Consiglio (1) ; il fatto di essere posti in un secondo tempo sotto questo regime si considera come uscita dall'ammasso ai sensi del paragrafo 7.

2. Ai sensi del presente titolo, si intende per partita un quantitativo di burro o di crema di latte di almeno una tonnellata e di composizione e qualità omogenee, proveniente dallo stesso stabilimento riconosciuto, entrato all'ammasso lo stesso giorno nello stesso magazzino.

3. Qualora l'ammasso del burro sia effettuato in uno Stato membro diverso da quello di produzione, la conclusione del contratto di ammasso è subordinata alla presentazione di un certificato fornito dall'organismo competente dello Stato membro di produzione sul quale siano specificate le indicazioni di cui al paragrafo 6, lettere a), b) e d) e sia confermato che il burro corrisponde alla categoria nazionale di qualità dello Stato membro di produzione, di cui all'allegato II.

4. Il contratto di ammasso è redatto per iscritto per una o più partite e prevede in particolare disposizioni relative :

a) al quantitativo di burro o di crema a cui il contratto si applica ;

b) all'importo dell'aiuto, fatto salvo l'articolo 16 ;

c) alle date relative all'esecuzione del contratto, tenuto conto delle disposizioni dell'articolo 6, paragrafo 2, quarto comma, seconda frase del regolamento (CEE) n. 804/68 ;

d) all'identificazione dei magazzini frigoriferi.

5. Le misure di controllo, in particolare quelle di cui all'articolo 11, nonché le indicazioni di cui al paragrafo 6 formano oggetto di un capitolato stabilito dall'organismo d'intervento dello Stato membro di ammasso. Nel contratto d'ammasso è fatto riferimento a detto capitolato.

6. Il capitolato prevede per ciascuna partita che le iscrizioni sull'imballaggio rechino almeno le seguenti indicazioni, eventualmente in codice :

a) il numero di autorizzazione che consente di identificare lo stabilimento e lo Stato membro di fabbricazione ;

b) la data di fabbricazione ;

c) la data di entrata all'ammasso ;

d) il numero della partita ;

e) la dicitura « salato », se si tratta del burro di cui all'articolo 6, paragrafo 2, primo comma, terzo trattino del regolamento (CEE) n. 804/68 ;

f) la categoria nazionale di qualità, di cui all'allegato II ;

g) il peso netto.

Gli Stati membri possono prevedere che l'obbligo di indicazione della data di entrata all'ammasso non si applichi sugli imballaggi, qualora il responsabile del magazzino di ammasso si impegni a tenere un registro sul quale vengano iscritte, il giorno dell'entrata all'ammasso, le indicazioni di cui al precedente comma.

7. La data dell'inizio dell'ammasso contrattuale è il giorno successivo a quello dell'entrata all'ammasso. L'ultimo giorno dell'ammasso contrattuale è quello precedente il giorno dell'uscita dall'ammasso.

La domanda di aiuto dell'ammassatore può concernere soltanto partite di burro o di crema di latte per le quali le operazioni di entrata all'ammasso sono ultimate.

Tale domanda deve pervenire all'organismo d'intervento entro il termine massimo di 30 giorni successivi alla data dell'entrata all'ammasso. L'organismo d'intervento procede alla registrazione il giorno di ricezione della domanda. Tuttavia, qualora la domanda giunga all'organismo di intervento nei cinque giorni lavorativi successivi al suddetto termine massimo, il contratto d'ammasso può essere concluso, ma l'importo dell'aiuto sarà ridotto del 30 %.

Il contratto di ammasso è concluso al più tardi 30 giorni dalla data di registrazione della domanda.

Nel caso di cui al paragrafo 3, il contratto di ammasso è concluso entro un termine massimo di 60 giorni, a decorrere dalla data di registrazione della domanda.

Articolo 11

1. Lo Stato membro accerta che siano soddisfatte tutte le condizioni che danno diritto al pagamento dell'aiuto.

2. Il contraente tiene a disposizione dell'organismo competente preposto al controllo tutti i documenti che consentono di accertare, per quanto riguarda i prodotti conferiti all'ammasso privato, i seguenti elementi :

a) il numero di autorizzazione che identifica lo stabilimento e lo Stato membro di produzione ;

b) la data di fabbricazione ;

c) la data di entrata all'ammasso ;

d) il numero della partita ;

e) la presenza nel deposito ;

f) la data di uscita dall'ammasso.

3. Il contraente, o eventualmente in sua vece il responsabile del deposito, tiene a disposizione nel deposito stesso una contabilità di magazzino relativa a ciascun contratto in cui figurano :

(1) GU n. L 62 del 7. 3. 1980, pag. 5.

a) l'identificazione, mediante il numero della partita, dei prodotti conferiti all'ammasso privato ;

b) le date di entrata e di uscita dall'ammasso ;

c) il quantitativo del burro e della crema, per partita ;

d) l'ubicazione dei prodotti nel deposito.

4. I prodotti ammassati devono essere facilmente identificabili e accessibili nonché contraddistinti per singolo contratto.

5. L'organismo competente procede a controlli, al fine di accertarsi che i prodotti ammassati sono ammissibili all'aiuto, al momento dell'entrata all'ammasso o nel corso dei 21 giorni successivi alla data di registrazione della domanda di aiuto. Tali controlli comprendono in particolare la verifica del peso e l'identificazione dei prodotti nonché la verifica, mediante sondaggio, della loro natura.

6. L'autorità nazionale preposta al controllo procede :

a) — alla sigillatura, al momento del controllo di cui al paragrafo 5, dell'insieme dei prodotti per singolo contratto, per partita o per quantità minore, oppure

— ad un controllo, per sondaggio e senza preavviso, della presenza dei prodotti nel deposito ; il campione prescelto deve essere rappresentativo e corrispondere almeno al 10 % del quantitativo contrattuale complessivo, oggetto di una misura di aiuto all'ammasso privato ;

b) ad un controllo, per sondaggio al momento dell'uscita dei prodotti, in merito al peso e all'identificazione ; a tal fine l'ammassatore informa l'organismo competente almeno cinque giorni lavorativi prima dell'inizio delle operazioni di uscita dall'ammasso, precisandone le partite ; tuttavia, lo Stato membro può ammettere un periodo di tempo più breve.

7. I controlli eseguiti ai sensi dei paragrafi 5 e 6 sono oggetto di una relazione nella quale si precisano :

— la data del controllo,

— la sua durata,

— le operazioni effettuate.

La relazione sul controllo è firmata dall'agente responsabile.

8. Qualora si riscontrino irregolarità su almeno il 5 % dei prodotti controllati, il controllo viene esteso ad un campione più ampio, che sarà determinato dall'organismo competente.

Articolo 12

1. L'aiuto all'ammasso privato previsto all'articolo 6, paragrafo 2 del regolamento (CEE) n. 804/68 può essere concesso soltanto se la durata dell'ammasso è di almeno 90 giorni. L'importo dell'aiuto non può essere superiore a quello corrispondente ad una durata dell'ammasso di 210 giorni.

2. Le operazioni di entrata all'ammasso possono aver luogo soltanto tra il 15 aprile e il 15 agosto dello stesso anno. Le operazioni di uscita dall'ammasso possono aver luogo soltanto a partire dal 16 agosto dell'anno di ammasso.

3. L'aiuto all'ammasso privato può essere concesso solo se la durata dell'ammasso è almeno di 90 giorni. L'uscita dall'ammasso viene effettuata per partita intera oppure, se così autorizzato dall'organismo competente, per quantità minore. Tuttavia, nel caso di cui all'articolo 11, paragrafo 6, lettera a), primo trattino, l'uscita dall'ammasso può riguardare soltanto un quantitativo sigillato.

4. Ogni anno si procede, per i contratti di ammasso privato che iniziano nel corso dell'anno considerato e secondo il disposto di cui all'articolo 30 del regolamento (CEE) n. 804/68, alla determinazione dell'importo dell'aiuto di cui all'articolo 6, paragrafo 2 del regolamento (CEE) n. 804/68.

Qualora lo esiga la situazione del mercato, l'importo dell'aiuto, i periodi per le operazioni di entrata e di uscita dall'ammasso e la durata massima dell'ammasso possono essere modificati nel corso dell'anno, per quanto riguarda i contratti da concludere.

5. L'aiuto è pagato, su richiesta dell'interessato, entro un termine di 120 giorni calcolato a decorrere dall'ultimo giorno dell'ammasso contrattuale. Tuttavia, qualora sia in corso un'indagine amministrativa concernente il diritto all'aiuto, il pagamento è effettuato soltanto dopo che sia stato riconosciuto detto diritto.

Dopo 60 giorni di ammasso contrattuale e su richiesta dell'interessato, può essere versato un solo anticipo dell'aiuto purché l'ammassatore costituisca una cauzione pari all'importo dell'acconto, maggiorata del 10 %. L'anticipo è calcolato in base ad un periodo di ammasso di 120 giorni.

Articolo 13

1. Qualora, alla fine dei primi 60 giorni di ammasso, lo scadimento della qualità del burro o della crema di latte risulti superiore a quello normalmente derivante dalla conservazione, i contraenti possono essere autorizzati a sostituire, una volta per partita e a loro spese, i quantitativi difettosi con uno stesso quantitativo di burro o di crema di latte di cui all'articolo 6, paragrafo 2 del regolamento (CEE) n. 804/68.

2. Nel caso di cui al paragrafo 1, ai fini del calcolo dell'aiuto, il primo giorno dell'ammasso contrattuale è quello dell'inizio dell'ammasso indicato nel contratto, conformemente all'articolo 10, paragrafo 7, primo comma.

Articolo 14

1. Per quanto riguarda il burro e in deroga all'articolo 12, paragrafo 3, allo scadere di un periodo di ammasso contrattuale di 60 giorni, il contraente può ritirare

dall'ammasso una o più partite contrattuali oppure, se così autorizzato dall'organismo competente, una quantità minore, purché entro i 60 giorni che seguono il ritiro dall'ammasso il burro, tal quale o previa trasformazione in butteroil,

— abbia lasciato il territorio doganale della Comunità,

— abbia raggiunto la sua destinazione nei casi previsti dall'articolo 5, paragrafo 1 del regolamento (CEE) n. 3665/87 della Commissione (1), oppure

— sia stato immagazzinato in un deposito di approvvigionamento riconosciuto conformemente alle disposizioni dell'articolo 38 del regolamento (CEE) n. 3665/87.

Il contraente è tenuto ad informare l'organismo d'intervento almeno cinque giorni lavorativi prima dell'inizio delle operazioni di ritiro dall'ammasso, indicando i quantitativi destinati all'esportazione. Tuttavia, lo Stato membro può ammettere un termine più breve.

2. Nel caso di cui al paragrafo 1,

a) per la presentazione della prova dell'avvenuta esportazione si applicano le stesse disposizioni vigenti in materia di restituzioni, a norma del regolamento (CEE) n. 3665/87;

b) l'aiuto, fissato conformemente all'articolo 12, paragrafo 4, è calcolato in funzione della riduzione della durata dell'ammasso;

c) in caso di inosservanza del termine di 60 giorni di cui al paragrafo 1, l'importo dell'aiuto per il quantitativo in questione è ridotto del 15 %, riduzione maggiorata di un ulteriore 5 % per ogni giorno eccedente il periodo di 60 giorni;

d) la cauzione di cui all'articolo 12, paragrafo 5, secondo comma è svincolata non appena sia stata presentata la prova dell'avvenuta esportazione a norma del disposto della lettera a), previa deduzione di un importo corrispondente alla riduzione dell'aiuto a norma della lettera b).

Articolo 15

1. Un aiuto all'ammasso della crema può essere concesso soltanto per la crema pastorizzata il cui tenore di materie grasse è almeno del 35 % e al massimo dell'80 %.

Tuttavia, gli Stati membri possono permettere ai contraenti di impegnarsi volontariamente, per tutte le partite di tutti i contratti conclusi durante la campagna, a rispettare un unico tenore minimo di materie grasse fissato anticipatamente entro i limiti di cui al comma precedente.

2. Per il calcolo dell'aiuto, i quantitativi di crema sono convertiti in equivalente di burro rispetto al burro con un tenore dell'82 % di materie grasse, moltiplicando per 1,20 il quantitativo di materie grasse contenuto nella crema.

3. Il controllo del tenore di materie grasse di cui al paragrafo 1, primo comma, è effettuato prima della congelazione della crema da un laboratorio riconosciuto dall'organismo competente.

4. In caso di applicazione del paragrafo 1, secondo comma, l'aiuto è concesso in base al tenore minimo di materie grasse fissato anticipatamente.

In tal caso, gli Stati membri procedono a controlli delle materie grasse conformemente al paragrafo 3, mediante sondaggi in occasione di visite frequenti e senza preavviso.

Qualora, in occasione di tali controlli, si constati che il tenore di materie grasse è inferiore al tenore minimo fissato anticipatamente, le disposizioni seguenti si applicano a tutte le partite entrate all'ammasso dopo l'ultimo controllo che non ha dato luogo ad osservazioni:

a) non è pagato nessun aiuto per le partite in questione; tuttavia, se il tenore di materie grasse constatato è inferiore di meno del 2 % al tenore minimo fissato anticipatamente, l'aiuto è pagato in funzione del tenore di materie grasse constatato, previa riduzione di un importo del 10 %;

b) il paragrafo 1, secondo comma, non è più applicabile all'ammassatore interessato durante il rimanente periodo di ammasso.

Articolo 16

Qualora il prezzo massimo di acquisto fissato mediante gara in conformità del regolamento (CEE) n. 1589/87 della Commissione (2), espresso in moneta nazionale, valido il giorno di inizio dell'ammasso contrattuale

a) sia superiore a quello valido l'ultimo giorno dell'ammasso contrattuale, l'aiuto fissato conformemente all'articolo 12, paragrafo 4, è maggiorato di un importo pari alla parte della diminuzione del prezzo massimo di acquisto che supera il 2 % del prezzo valido il giorno di inizio dell'ammasso contrattuale;

b) sia inferiore a quello valido l'ultimo giorno dell'ammasso contrattuale, l'aiuto fissato conformemente all'articolo 12, paragrafo 4, è ridotto di un importo pari alla parte della maggiorazione del prezzo massimo di acquisto che supera il 2 % del prezzo valido il giorno di inizio dell'ammasso contrattuale; tuttavia, l'entità della riduzione dell'aiuto non può essere superiore all'importo totale dell'aiuto in questione.

(1) GU n. L 351 del 14. 12. 1987, pag. 1.

(2) GU n. L 146 del 6. 6. 1987, pag. 27.

Articolo 17

Il regolamento (CEE) n. 685/69 è abrogato. Tuttavia, esso rimane d'applicazione per i contratti di ammasso privato conclusi prima dell'entrata in vigore del presente regolamento.

I riferimenti al regolamento (CEE) n. 685/69 si intendono fatti al presente regolamento.

Articolo 18

Il presente regolamento entra in vigore il terzo giorno successivo alla pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale delle Comunità europee.*

Esso è applicabile a decorrere dal 1° marzo 1995.

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 28 febbraio 1995.

Per la Commissione

Franz FISCHLER

Membro della Commissione

ALLEGATO I

REQUISITI DI COMPOSIZIONE, CARATTERISTICHE DI QUALITÀ E METODI ANALITICI

Il burro è un'emulsione solida, essenzialmente del tipo « acqua in olio », con le seguenti caratteristiche di composizione e di qualità :

Parametri	Contenuto, caratteristiche di qualità	Metodo di riferimento
Materie grasse	Minimo 82 %	Norma FIL 80/1977
Acqua	Massimo 16 %	Norma FIL 80/1977
Solidi non grassi	Massimo 2 %	Norma FIL 80/1977
Acidi grassi liberi (1)	Massimo 1,2 mmol/100 g di grasso	Norma FIL 6B/1989
N. di perossidi (1)	Massimo 0,3 mequiv ossigeno/100 g di grasso	Norma FIL 74A/1991 Isolazione del grasso di latte : come da norma FIL 6B/1989 (protezione dalla luce)
Coliformi	Non rilevabili in 1 g Consiglio — GU n. L 268, del 14. 9. 1992, pag. 1	Norma FIL 73A/1985
Grassi diversi da quelli del latte (1)	Non rilevabili mediante analisi dei trigliceridi	Allegato III
Traccianti steroli (2)	Non rilevabili	Regolamento (CEE) n. 86/94 della Commissione (GU n. L 17 del 20. 1. 1994, pag. 7)
Altri traccianti (2)	Non rilevabili	Metodi approvati dall'autorità competente
Caratteristiche sensoriali	Almeno 4 su 5 punti per quanto riguarda l'aspetto, il gusto e la consistenza	Allegato IV
Dispersione idrica	Almeno 4 elementi	Metodo FIL 112A/1989

(1) Le norme per questi tre parametri sono applicabili sei mesi dopo la pubblicazione nella Gazzetta ufficiale. In base ai dati ottenuti negli Stati membri e presentati alla Commissione le norme saranno, se necessario, riesaminate.

(2) Traccianti ammessi a norma dei regolamenti (CEE) n. 3143/85, (CEE) n. 570/88 e (CEE) n. 429/90.

ALLEGATO II

CATEGORIA NAZIONALE DI QUALITÀ

— « beurre de laiterie ; qualité extra ; qualité extra ; melkerijboter ; extra kwaliteit » per quanto riguarda il burro belga,

— « smør af første kvalitet » per quanto riguarda il burro danese,

— « Markenbutter » per quanto riguarda il burro tedesco,

— « Pasteurisé A » per quanto riguarda il burro francese,

— « Irish creamery butter » per quanto riguarda il burro irlandese,

— Prodotto esclusivamente con crema di latte sottoposta ad un trattamento di centrifugazione e pastorizzazione,

— « Marque Rose » o « Beurre de première qualité » per quanto riguarda il burro lussemburghese,

— « Extra kwaliteit » per quanto riguarda il burro olandese,

— « Extra selected » per quanto riguarda il burro della Gran Bretagna e « premium » per quanto riguarda il burro dell'Irlanda del Nord,

— Prodotto esclusivamente con crema di latte sottoposta ad un trattamento di centrifugazione e pastorizzazione, per quanto riguarda il burro greco,

— Prodotto esclusivamente con latte di vaccino o crema di latte pastorizzati, per quanto riguarda il burro spagnolo,

— Prodotto esclusivamente con latte o crema di latte vaccino pastorizzati, per quanto riguarda il burro portoghese,

— « Teebutter » per quanto riguarda il burro di qualità austriaco,

— « meijerivoi/mejerismör » per quanto riguarda il burro finlandese,

— « svenskt smör » per quanto riguarda il burro svedese.

ALLEGATO III

METODO DI RIFERIMENTO PER LA RILEVAZIONE DI GRASSI ESTRANEI NEL GRASSO DEL LATTE MEDIANTE ANALISI CROMATOGRAFICA DEI TRIGLICERIDI — REVISIONE 1

1. Scopo e campo di applicazione

La presente norma stabilisce un metodo per la rilevazione di grassi estranei, sia vegetali che animali come sego e lardo, nel grasso di latte e di prodotti lattiero-caseari con l'utilizzo dell'analisi gascromatografica dei trigliceridi.

Mediante l'uso di formule trigliceridiche definite, i grassi vegetali e animali vengono rivelati qualitativamente e quantitativamente nel grasso di latte puro, indipendentemente dalle condizioni di alimentazione o lattazione.

Nota 1: Benché l'acido butirrico (C 4), che è presente esclusivamente nel grasso di latte, permetta stime quantitative di quantità da piccole a medie di grasso di latte in grassi vegetali, difficilmente è possibile ottenere informazioni qualitative e quantitative per aggiunte fino ad almeno il 20 % (in peso) di grassi estranei al grasso di latte puro a causa delle ampie variazioni del C 4, che oscilla aprossimativamente tra il 3,5 e il 4,5 % (in peso).

Nota 2: Risultati quantitativi possono venire ottenuti praticamente solo mediante l'analisi dei trigliceridi perché il contenuto di steroli nei grassi vegetali varia in funzione delle condizioni di produzione e di trattamento.

2. Definizione

Per grassi estranei nel grasso di latte si intendono, ai fini della presente norma, tutti i grassi vegetali e animali, escluso il grasso di latte.

3. Principo del metodo

Dopo estrazione del grasso di latte, viene preparata una soluzione madre. Su questa soluzione, vengono determinati i trigliceridi (secondo il numero di atomi di carbonio) per via gascromatografica su colonne impaccate. Inserendo la percentuale in peso delle molecole di grasso di differenti dimensioni (C 24-C 54 — solo numeri pari) nella formula dei trigliceridi, i grassi estranei vengono rilevati qualitativamente o determinati quantitativamente.

Nota: Osservando la valutazione qui descritta, è possibile utilizzare la gascromatografia capillare purché venga garantito l'ottenimento di risultati equivalenti (1).

4. Reagenti

Usare prodotti chimici per analisi.

4.1. Gas di trasporto: azoto, purezza ≥ 99,996 %.

4.2. Trigliceridi standard (2), saturi, nonché colesterolo per la standardizzazione di un grasso di latte standard secondo la sezione 6.5.4.

4.3. Metanolo anidro.

4.4. n-Esano.

4.5. n-Eptano.

4.6. Toluene.

4.7. Soluzione di dimetilclorosilano: 50 ml di dimetilclorosilano vengono sciolti in 283 ml di toluene.

4.8. Gas combustibile: idrogeno e aria sintetica.

4.9. Fase stazionaria, OV-1 al 3 % su Gas ChromQ (3) da 125/150 µm (100/120 mesh).

4.10. Soluzione di burro di cacao al 10 %.

(1) Metodi adatti sono già stati descritti, vedi D. Precht and J. Molkentin: Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns, Chrompack News 4, 16-17 (1993).
(2) Prodotti adatti sono disponibili in commercio.
(3) I marchi, per esempio Extrelut, GasChromQ, Chrompack, sono esempi di prodotti adatti ottenibili da fornitori specializzati. Queste informazioni hanno lo scopo di facilitare l'applicazione della norma da parte dell'utilizzatore e non rappresentano un requisito vincolante per il prodotto.
L'indicazione in grani è stata convertita in µm nel sistema SI secondo BS 410: 1988 « British Standard Specification for test sieves ».

5. **Strumenti**

Normali apparecchiature da laboratorio, in particolare le seguenti :

5.1. Gascromatografo ad alta temperatura adatto per temperature almeno da 400 a 450 °C, equipaggiato con un rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID) e controllare di flusso a massa costante per il gas di trasporto. Gas di combustione : 30 ml/min di H_2, 270 ml/min di aria sintetica.

Data la notevole portata del gas di trasporto, l'ugello della fiamma dovrebbe essere particolarmente ampio.

Nota : A motivo delle elevate temperature che si presentano durante l'analisi dei trigliceridi, gli inserti di vetro del FID o del sistema iniettore devono venire puliti frequentemente.

Il gascromatografo deve essere equipaggiato di setti resistenti alle alte temperature che possano venire utilizzati frequentemente e presentino in generale un livello di cessione bassissimo.

Nota : Sono adatti setti Chromblue (r) (Chrompack).

I setti devono venire sostituiti a intervalli regolari, per esempio dopo circa 100 iniezioni oppure appena la risoluzione comincia a deteriorarsi (vedi figura 4).

5.2. Colonna cromatografica :

Colonna di vetro a U (diametro interno 2 mm, lunghezza 500 mm), preventivamente silanizzata (vedi sezione 6.1) con dimetilclorosilano allo scopo di disattivare la superficie di vetro.

Nota : Sono adatte anche colonne impaccate leggeremente più lunghe (lunghezza 800-2 000 mm). Con queste colonne è possibile ottenere una riproducibilità dei risultati leggermente migliore. D'altra parte, la fase stazionaria presenta talvolta fratture dopo l'uso che a loro volta possono portare a peggiori risultati quantitativi. Inoltre, facilmente la fiamma del FID si spegne in conseguenza della portata del gas di trasporto estremamente elevata necessaria, da 75 a 85 ml/min.

5.3. Apparecchiatura per il riempimento della colonna (vedi figura 1) :

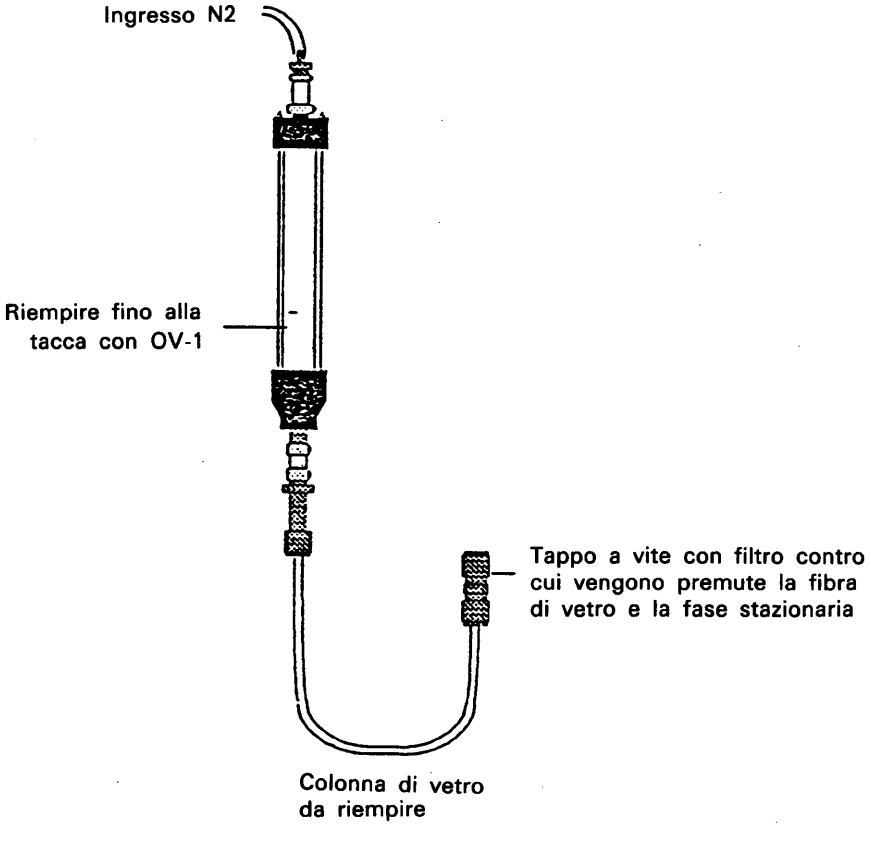


Figura 1 : Riempimento della colonna

5.3.1. Colonna di plastica con tappi terminali a vite provvista di una tacca indicante il livello di riempimento per la quantità richiesta di fase stazionaria.

5.3.2. Setaccio (maglia da circa 100 µm) con tappo a vite adatto per la chiusura della colonna di vetro secondo la figura 1.

5.3.3. Lana di vetro silanizzata disattivata.

5.3.4. Vibratore per distribuire in modo uniforme la fase stazionaria durante il riempimento.

5.4. Colonna Extrelut (1) da 1 a 3 ml con gel di silice. Questa colonna può venire utilizzata in via alternativa per l'estrazione, allo scopo di ottenere il grasso di latte.

5.5. Guarnizione di grafite da 6,4 mm (1/4") con foro da 6 mm.

5.6. Dispositivi per la silanizzazione della superficie di vetro della colonna secondo la sezione 6.1.

5.6.1. Bottiglia di Woulff.

5.6.2. Pompa di aspirazione ad acqua.

5.7. Bagnomaria regolabile su (50 ± 2) °C.

5.8. Stufa regolabile su (50 ± 2) °C e (100 ± 2) °C.

5.9. Pipetta con graduazione in microlitri.

5.10. Pipetta graduata da 5 ml per il dosaggio di 1,5 ml di metanolo.

5.11. Pallone a fondo rotondo da 50 ml.

5.12. Beuta, volume nominale 50 ml.

5.13 Imbuto.

5.14. Filtro a pori fini.

5.15. Evaporatore rotante.

5.16. Fiale, volume nominale 1 ml, sigillabili con un tappo d'alluminio, con setto all'interno.

5.17. Siringa di iniezione, lo stantuffo della siringa usata non deve raggiungere la punta dell'ago.

Nota: Tali siringhe permettono di ottenere una migliore riproducibilità dei risultati.

Allo scopo di evitare il deterioramento del setto, la punta dell'ago deve essere controllata a intervalli regolari (per esempio con uno stereomicroscopio).

6. **Procedura**

6.1. Preparazione della colonna (silanizzazione):

Dopo avere collegato la bottiglia di Woulff, come mostrato nella figura 2, con la pompa di aspirazione ad acqua, il tubo 2 viene immerso nella soluzione secondo la sezione 4.7. Chiudendo il rubinetto, la colonna viene riempita; successivamente i 2 tubi vengono rimossi.

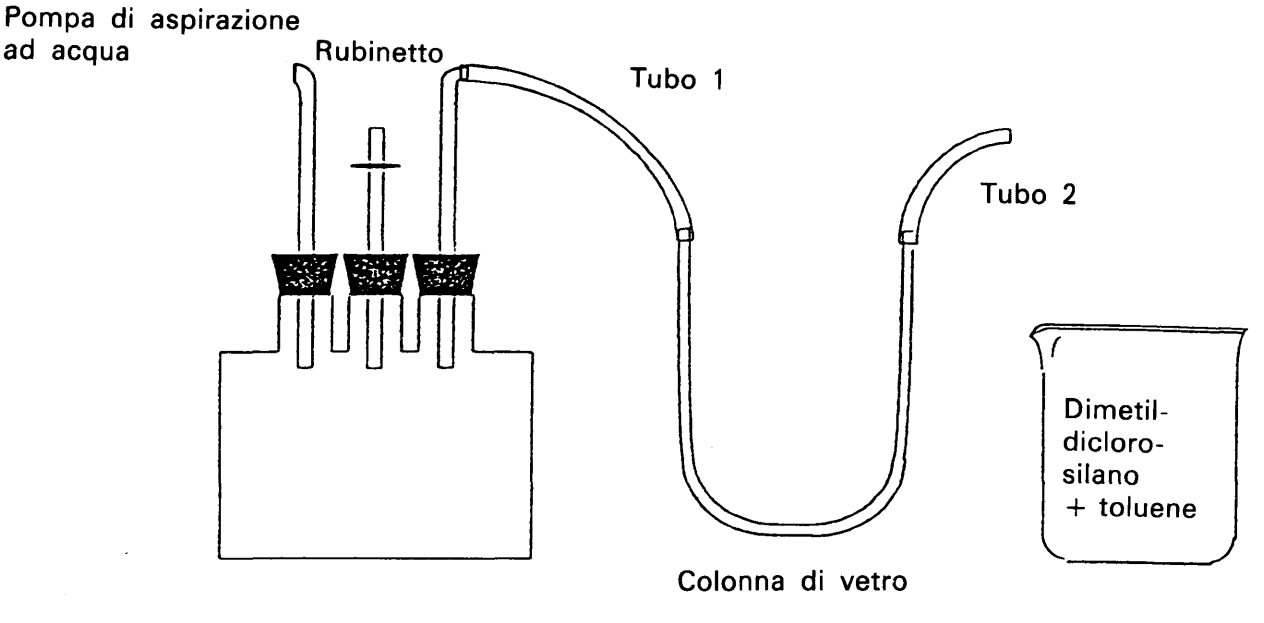


Figura 2: apparecchiatura per la silanizzazione

(1) Vedi nota 3 di pagina 11.

La colonna viene fissata su uno stativo e riempita completamente con la soluzione di dimetilclorosilano mediante una pipetta.

Dopo 20-30 minuti, la bottiglia Woulff viene sostituita con una beuta per filtrazione e la colonna viene svuotata collegandola alla pompa di aspirazione ad acqua (vedi figura 3).

6.2. Riempimento della colonna :

Questa operazione è seguita da risciacqui successivi con 75 ml di toluene e 50 ml di metanolo ; la colonna vuotata viene poi essiccata nell'essiccatore a 100 °C per circa 30 minuti.

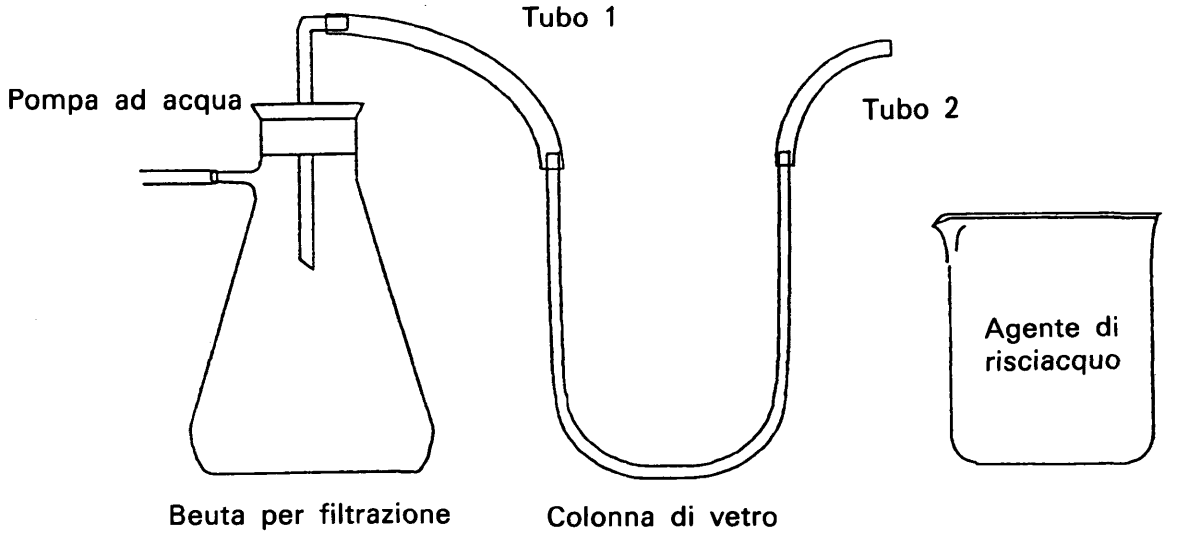


Figura 3 : Apparecchiatura per il risciacquo

Per il riempimento della colonna, si utilizza il dispositivo rappresentato nella figura 1. La fase stazionaria di cui al punto 4.9 viene introdotta nella colonna di plastica fino alla tacca.

L'estremità inferiore della colonna di vetro da riempire viene chiusa con un tappo della lunghezza di circa 1 cm di lana di vetro preventivamente silanizzata, che viene pressata dentro con un'asta di acciaio. Poi l'estremità della colonna viene chiusa con il setaccio descritto in 5.3.2.

La colonna viene riempita sotto pressione (3 bar di N_2) con la fase stazionaria. Per ottenere un riempimento uniforme, continuo e compatto, durante il riempimento muovere un vibratore su e giù lungo la colonna di vetro.

Dopo il riempimento, un tappo compatto di lana di vetro silanizzata viene premuto nell'altra estremità della colonna riempita, le estremità sporgenti vengono tagliate via e il tappo viene pressato nella colonna per qualche millimetro con una spatola.

6.3. Preparazione dei campioni :

Per la preparazione dei campioni si usa uno dei seguenti tre metodi :

6.3.1. Isolamento del grasso di latte dal burro.

Fondere 5-10 g di burro in un recipiente adatto in un bagnomaria secondo la sezione 5.7 a 50 °C.

Riscaldare a 50 °C una beuta da 50 ml e un imbuto con inserito un filtro secondo la sezione 5.14, nel vano di riscaldamento. Filtrare lo strato di grasso del campione di burro fuso utilizzando il dispositivo preriscaldato.

Questo grasso di latte è pressoché esente da fosfolipidi.

6.3.2. Estrazione della frazione grassa con il metodo di Röse-Gottlieb.

L'estrazione viene effettuata secondo la norma IDF 1C : 1987, 16C : 1987, 116A : 1987 o 22 B : 1987.

Con un tale grasso di latte, i fosfolipidi permettono di ottenere un picco del colesterolo aumentato aprossimativamente dello 0,1 %.

Lo spettro dei trigliceridi standardizzato a 100 sul colesterolo ne risulta influenzato solo in misura trascurabile.

6.3.3. Estrazione dal latte con l'utilizzo di colonne a gel di silice.

Un campione di latte da 0,7 ml termostato a 20 °C viene applicato ad una colonna Extrelut da 1 a 3 ml con una micropipetta secondo la sezione 5.9 e lasciato distribuire in maniera uniforme sul gel di silice per circa 5 minuti.

Per denaturare i complessi proteo-lipidici, aggiungere 1,5 ml di metanolo con una pipetta. Successivamente il campione viene estratto con 20 ml di n-esano. L'n-esano viene aggiunto lentamente in piccole quantità e il solvente drenato viene raccolto in un pallone a fondo rotondo da 50 ml preventivamente essiccato a peso costante noto.

Dopo l'estrazione drenare la colonna fino a quando è vuota.

Allontanare dall'eluato i solventi per distillazione su un evaporatore rotante ad una temperatura del bagnomaria da 40 a 50 °C.

Essiccare il pallone e determinare la resa di grasso mediante pesata.

Nota : I metodi di estrazione dei grassi secondo Gerber, Weibull-Berntrop, Schmid-Bondzynski-Ratzlaff o l'isolamento del grasso di latte con l'utilizzo di detergenti (metodo BDI) non sono adatti per l'analisi dei trigliceridi perché con questi metodi quantità più o meno grandi di gliceridi parziali o fosfolipidi possono passare nella fase grassa.

6.4. Preparazione della soluzione campione.

Per la gascromatografia, si usa una soluzione al 5 % del grasso in n-eptano ottenuta secondo la sezione 6.3. Per la preparazione di questa soluzione campione, pesare le quantità corrispondenti del materiale campione ottenuto secondo le sezioni 6.3.1 e 6.3.2 e scioglierle in quantità corrispondenti di n-eptano.

Con la preparazione del campione secondo la sezione 6.3.3, calcolare la quantità di n-eptano da aggiungere al campione nel pallone sulla base della pesata e sciogliere in esso il residuo.

Introdurre circa 1 ml della soluzione campione in una fiala secondo la sezione 5.16.

6.5. Determinazione cromatografica dei trigliceridi.

Con le temperature elevate (fino a 350 °C) usate per l'eluizione dei trigliceridi a catena lunga C52 — C56, si verifica sovente un innalzamento della linea di base, in particolare se le colonne non sono state adeguatamente condizionate all'inizio. Questo innalzamento della linea di base ad alte temperature può venire completamente evitato combinando due colonne o mediante sottrazione della linea di base.

Operando con il sistema di compensazione oppure con colonne singole, come pure per gli inserti di vetro nell'iniettore e nel rivelatore, si devono usare le guarnizioni di grafite secondo la sezione 5.5.

6.5.1. Correzione della linea di base.

Per evitare che la linea di base si alzi si usa uno dei seguenti quattro metodi :

6.5.1.1. Combinazione di colonne.

Si usano 2 colonne impaccate nella modalità di compensazione.

6.5.1.2. Correzione della linea di base mediante il gascromatografo.

Mediante una prova di funzionamento del gascromatografo senza iniezione della soluzione di grassi e successiva sottrazione della linea di base registrata, è possibile eliminare l'innalzamento della linea di base.

6.5.1.3. Correzione della linea di base tramite software di integrazione.

Mediante una prova di funzionamento del sistema di integrazione senza iniezione della soluzione di grasso e successiva sottrazione della linea di base registrata, è possibile eliminare l'innalzamento della linea di base.

6.5.1.4. Correzione della linea di base mediante adeguato condizionamento.

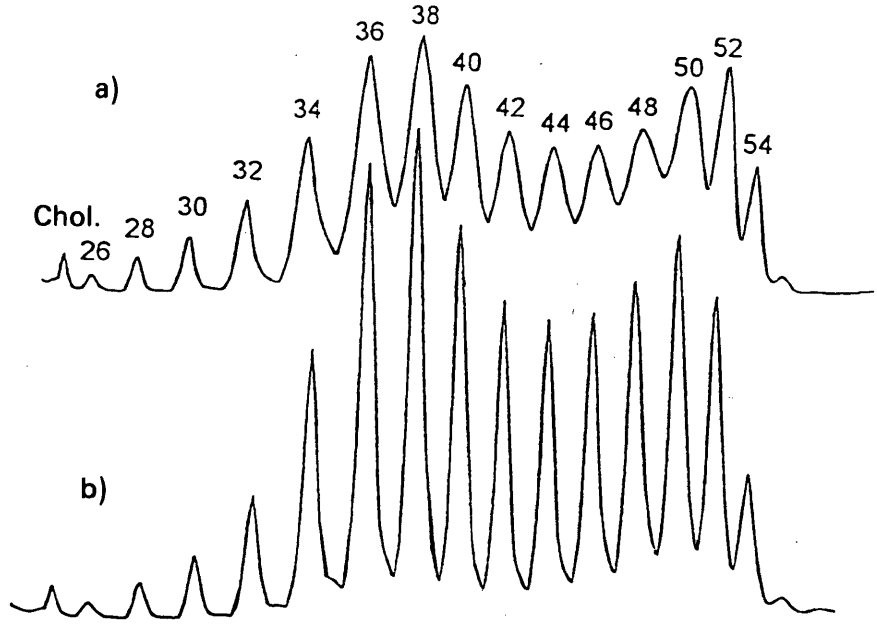
Con un adeguato condizionamento iniziale della colonna e approssimativamente 20 iniezioni di soluzioni di grasso di latte, l'aumento della linea di base ad alte temperature è generalmente così basso che non sono necessarie correzioni della linea di base.

6.5.2. Tecnica di iniezione.

Allo scopo di evitare effetti di discriminazione, si applica la tecnica di « iniezione a caldo » per ottenere risultati quantitativi migliori con i componenti trigliceridici alto-bollenti. In questa tecnica, la soluzione di grasso viene aspirata in una siringa e l'ago freddo della siringa viene riscaldato per circa 3 secondi nella testa dell'iniettore prima dell'iniezione. Poi il contenuto della siringa viene iniettato rapidamente.

Nota : Con questa tecnica di iniezione, si riduce il rischio di fenomeni di frazionamento all'interno della siringa o di arresto dell'iniezione. Non si applica l'iniezione diretta « in colonna » nella parte superiore estesa riscaldata della colonna perché i frammenti del setto che vi si accumulano nonché i contaminanti possono venire facilmente eliminati con la tecnica utilizzata cambiando con regolarità l'inserto dell'iniettore senza smontare la colonna.

Evitare assolutamente che la punta dell'ago si pieghi a contatto con il fondo del beaker del campione (tale piegatura è difficilmente visibile a occhio nudo) per non danneggiare il setto.



a) Risoluzione scadente dovuta ad un setto danneggiato.

b) Buona risoluzione.

Figura 4 : Cromatogramma dei trigliceridi di un campione di grasso di latte

6.5.3. Condizionamento di una colonna impaccata.

Durante gli stadi da a) a c), l'estremità della colonna non è collegata al rivelatore allo scopo di evitare contaminazioni.

Le colonne riempite secondo la sezione 6.2 vengono condizionate come segue :

a) 15 minuti a 40 ml/min N_2 a 50 °C ;

b) riscaldamento a 1 K/min fino a 355 °C a 10 ml N_2/min ;

c) mantenimento per 12-15 ore a 355 °C ;

d) 2 iniezioni di 1 µl della soluzione di burro di cacao di cui alla sezione 4.10 e rispettivo programma di temperatura ;

e) 20 iniezioni di 0,5 µl di soluzione di grasso di latte per 2-3 giorni, secondo la sezione 6.4.

Nota : Il burro di cacao è costituito pressoché esclusivamente da trigliceridi alto-bollenti C50-C56. L'iniezione di burro di cacao serve ad un condizionamento speciale in questo intervallo di catene lunghe. Con i trigliceridi alto-bollenti da C50 a C54, possono in parte aversi fattori di risposta fino a circa 1,20. Normalmente, con iniezioni ripetute di una soluzione di grasso di latte ci si deve attendere una riduzione dei fattori di risposta, inizialmente elevati, per C50-C54. Con trigliceridi con un basso numero di carboni acilici, i fattori si avvicinano ad 1.

Prepare tre coppie, rispettivamente, delle colonne riempite secondo la sezione 6.2. Le coppie condizionate vengono controllate, rispettivamente, con un'analisi del grasso di latte per la prova di routine. Verrà utilizzata la coppia che fornisce i migliori risultati quantitativi (fattori di risposta pressoché uguali a 1). Con fattori di risposta maggiori di 1,20, la colonna non deve essere utilizzata.

6.5.4. Taratura.

Per la taratura, determinare i fattori di riposta dei trigliceridi corrispondenti, nonché del colesterolo di un grasso di latte (grasso standardizzato) utilizzando i trigliceridi standartizzati (almeno i trigliceridi saturi C24, C30, C36, C42, C48 e C54 e il colesterolo ; preferibilmente anche con C50 e C52). Fattori di risposta intermedi possono venire trovati mediante interpolazione matematica.

Utilizzando il grasso standardizzato, eseguire da 2 a 3 tarature ogni giorno. Se si ottengono risultati pressoché identici, i risultati quantitativi dell'analisi dei trigliceridi dei campioni avranno una buona riproducibilità.

Il grasso di latte standardizzato ha una conservabilità di parecchi mesi ad una temperatura di conservazione non superiore a $-18\,^{\circ}C$ e può pertanto venire utilizzato come standard.

6.5.5. Programma di temperatura, gas di trasporto e altre condizioni per l'analisi dei trigliceridi

Programma di temperatura : temperatura iniziale della colonna 210 °C, mantenuta per 1 minuto, poi programma a 6 °C/min fino a 350 °C e mantenimento della temperatura finale per 5 minuti.

Temperatura del rivelatore e dell'iniettore : 370 °C.

Nota : Le temperature del rivelatore, dell'iniettore e del forno (temperatura iniziale) devono venire mantenute a livello costante (anche durante la notte, i fine settimana e le vacanze).

Gas di trasporto : azoto, portata 40 ml/min.

Nota : Se si utilizzano colonne da 80 cm, la portata deve essere di almeno 75 ml/min N_2. Il flusso di gas di trasporto deve venire mantenuto costante (anche durante la notte, durante i fine settimana e le vacanze). La portata esatta del gas di trasporto dovrebbe essere regolata in modo che, indipendentemente dalla lunghezza della colonna, C54 venga eluito a 341 °C.

Duranta dell'analisi : 29,3 minuti.

Volume di iniezione : 0,5 µl.

Nota : La siringa deve venire risciacquata diverse volte con eptano puro dopo ogni iniezione.

Condizioni del FID : secondo la sezione 5.1.

Nota : Accendere il rivelatore a ionizzazione di fiamma all'inizio di ogni giorno di lavoro.

7. Integrazione, valutazione e controllo delle condizioni di misura

I trigliceridi con numero dispari C acilici (2n + 1) sono combinati con il trigliceride a numero pari precedente (2n). Non si tiene conto del basso contenuto di C56, meno riproducibile. I trigliceridi rimanenti (area dei picchi) nel cromatogramma, incluso il colesterolo (picco in prossimità di C24) vengono moltiplicati per i rispettivi fattori di risposta del grasso standard (ultima taratura) e normalizzati tutti insieme a 100. Oltre al colesterolo libero, vengono così valutati i trigliceridi C24, C26, C28, C30, C32, C34, C36, C38, C40, C42, C44, C46, C48, C50, C52 e C54. I risultati vengono forniti in % in peso (g/100 g).

La valutazione dei picchi del cromatogramma deve essere effettuata con un integratore con il quale sia possibile tracciare la linea di base. Deve essere possibile operare la reintegrazione con parametri di integrazione ottimizzati.

Le figure 5 e 6 presentano due esempi di cromatogrammi dei trigliceridi. La figura 5 mostra un cromatogramma che può venire valutato correttamente, mentre la figura 6 rappresenta un errore sporadico nell'intervallo da C50 a C54 in cui la linea di base ha un andamento scorretto in confronto con la figura 5. Tali errori tipici possono venire individuati con un elevato grado di certezza ed evitati solo mediante l'uso di un integratore con il quale venga tracciata la linea di base.

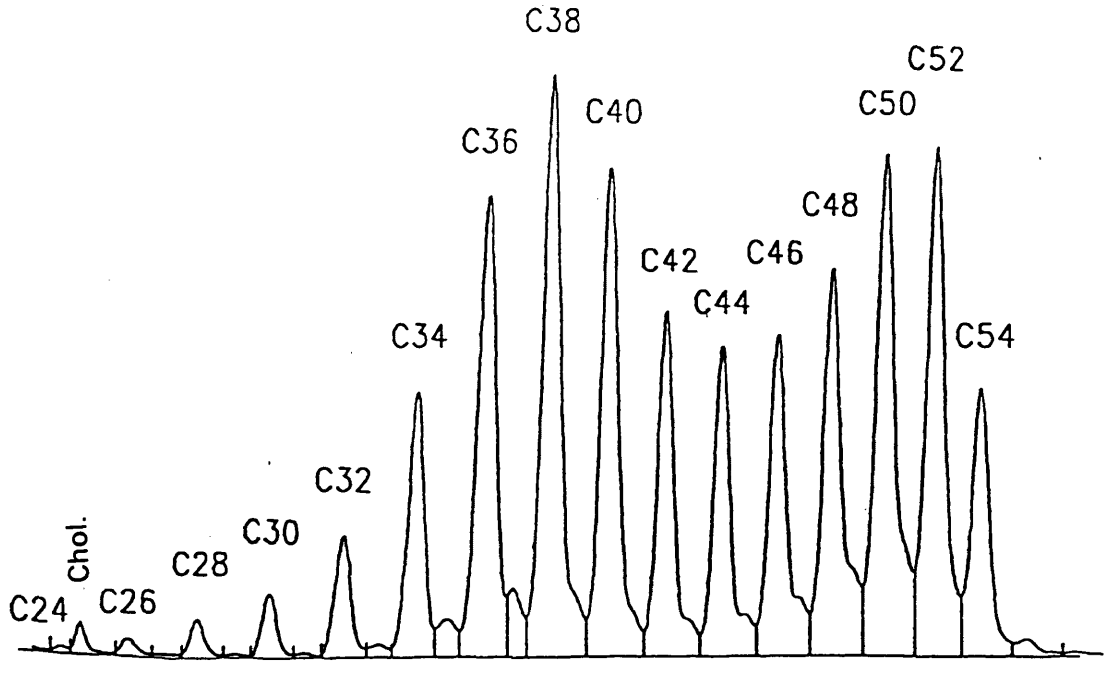


Figura 5 : Cromatogramma di trigliceridi facilmente valutabile di un grasso di latte con il tracciato della linea di base

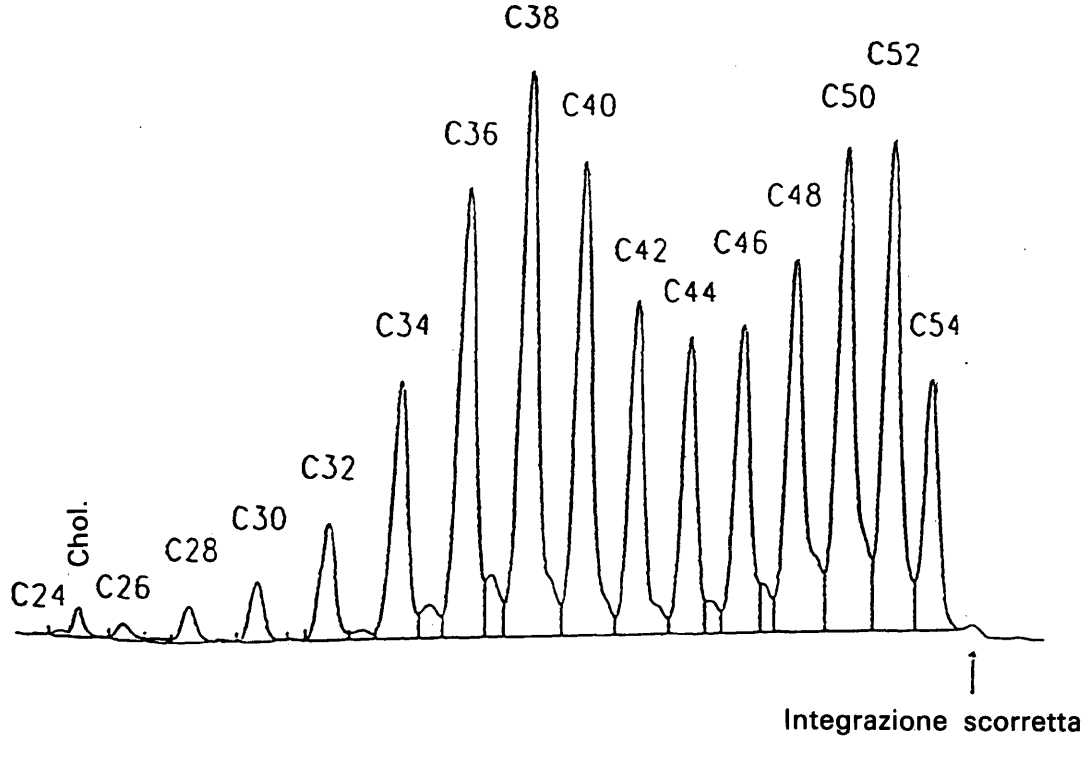


Figura 6 : Cromatogramma scorrettamente integrato del grasso di latte

Per il controllo delle condizioni di misura, la tabella 1 mostra i valori medi e le deviazioni standard (SD) di un tipico grasso di latte invernale per i differenti trigliceridi ottenuti da 19 analisi dello stesso grasso :

Tabella 1 : Composizione trigliceridica di un grasso di latte. Valori medi e SD di 19 analisi

(in g/100 g)

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

Con valori della SD maggiori di quelli indicati nella tabella 1, i cromatogrammi non sono più accettabili e occorre controllare i setti o il flusso di gas. Inoltre, piccoli componenti del setto possono aver formato depositi sulla lana di vetro all'ingresso della colonna oppure la colonna non è più adatta per l'uso in conseguenza di invecchiamento, influenza della temperatura e così via (vedi figura 3).

8. Rilevazione qualitativa di grassi estranei

Per la rilevazione dei grassi estranei, sono state sviluppate delle formule dei trigliceridi (tabella 2) con limiti S (tabella 3) in cui i valori di S dei grassi di latte puri possono fluttuare. Se si superano questi limiti, si può supporre la presenza di un grasso estraneo.

La formula più sensibile per la rilevazione dell'aggiunta di lardo è per esempio :

$$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C54 = S \quad (1)$$

Nota : Utilizzando 755 differenti campioni di grasso di latte, è stato calcolato un intervallo di confidenza al 99 %di S = 98,05 – 101,95 per campioni di grasso di latte puro con una deviazione standard SD = 0,39897 per tutti i valori di S.

Partendo dalla composizione trigliceridica di un campione di grasso sconosciuto, tale formula permette di verificare, senza l'utilizzo di un computer e in maniera semplice, se la somma dei contenuti di trigliceridi qui definita con i fattori corrispondenti ricada al di fuori dell'intervallo 98,05 – 101,95 e che pertanto molto probabilmente siano stati aggiunti grassi estranei.

Per la rilevazione di differenti grassi estranei, la tabella 2 mostra differenti formule trigliceridiche. Per la rilevazione dei grassi estranei olio di soia, olio di girasole, olio di oliva, olio di ravizzone, olio di semi di lino, olio di germi di frumento, olio di germi di mais, olio di semi di cotone e olio di pesce idrogenato, dei grassi vegetali di cocco e di palmisto e anche dell'olio di palma e il sego è possibile utilizzare rispettivamente una formula comune.

Poiché la composizione trigliceridica dei grassi estranei è anch'essa soggetta a fluttuazioni, sono stati utilizzati fino a quattro differenti dati sperimentali di trigliceridi di grassi estranei dello stesso tipo [con gli stessi tipi di grasso estraneo, è stato rispettivamente considerato il limite meno favorevole (vedi tabella 4)].

Con la seguente « formula totale » è possibile ottenere risultati anch'essi buoni per tutti i grassi estranei :

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

Calcoli per la rilevazione di qualsiasi combinazione di grassi estranei nel grasso di latte hanno mostrato che, anche se con la formula per il lardo fornita in tabella 2 il limite per questo grasso estraneo è basso (2,7 %), altri grassi, come il grasso di cocco, l'olio di palpa o il grasso di palmisto, che hanno limiti di rilevazione del 26,8 12,5 e 19,3 %, rispettivamente, con questa formula possono venire rilevati solo se al grasso di latte ne sono state aggiunte quantità estremamente elevate. Questo vale anche per le altre formule della tabella 2.

Tabella 2 : Formule trigliceridiche per la rilevazione di vari grassi estranei nel grasso di latte, con l'indicazione delle deviazioni standard SD per S

Formula per gli oli di soia, girasole, oliva, ravizzone, semi di lino, germe di grano, germe di granturco, semi di cotone e olio di pesce
$2{,}0983 \cdot C30 + 0{,}7288 \cdot C34 + 0{,}6927 \cdot C36 + 0{,}6353 \cdot C38 + 3{,}7452 \cdot C40 - 1{,}2929 \cdot C42 + 1{,}3544 \cdot C44 + 1{,}7013 \cdot C46 + 2{,}5283 \cdot C50 = S$; SD = 0,38157
Formula per il grasso di cocco e di palmisto
$3{,}7553 \cdot C32 + 1{,}1134 \cdot C36 + 1{,}3648 \cdot C38 + 2{,}1544 \cdot C42 + 0{,}4273 \cdot C44 + 0{,}5809 \cdot C46 + 1{,}2926 \cdot C48 + 1{,}0306 \cdot C50 + 0{,}9953 \cdot C52 + 1{,}2396 \cdot C54 = S$; SD = 0,11323
Formula per l'olio di palma e il sego
$3{,}6644 \cdot C28 + 5{,}2297 \cdot C30 - 12{,}5073 \cdot C32 + 4{,}4285 \cdot C34 - 0{,}2010 \cdot C36 + 1{,}2791 \cdot C38 + 6{,}7433 \cdot C40 - 4{,}2714 \cdot C42 + 6{,}3739 \cdot C46 = S$; SD = 0,81094
Formula per il lardo
$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C54 = S$; SD = 0,39897

Pertanto, allo scopo di controllare un campione di grasso sconosciuto occorre usare tutte le formule presentate nella tabella 2 e la formula totale (2), se è probabile che il campione sia una miscela di grasso di latte e di uno dei 14 differenti grassi estranei oppure una combinazione di questi grassi estranei. Se, inserendo i trigliceridi di un campione di grasso da analizzare, si ottiene un valore di S che cade al di fuori degli intervalli della tabella 3 di solo una delle cinque formule, allora è estremamente probabile che il campione sia un grasso di latte modificato. La rilevazione di un grasso estraneo nel grasso di latte mediante una delle quattro formule presentate nella tabella 2 non permette di trarre conclusioni sul tipo di grasso estraneo aggiunto.

Tabella 3 : Limiti di S per i grassi di latte

Formula di rilevazione di	Intervallo S
Oli di soia, girasole, oliva, ravizzone, semi di lino, germi di grano, germe di granturco, semi di cotone e olio di pesce	98,05 — 101,95
Grasso di cocco e di palmisto	99,42 — 100,58
Olio di palma e sego	95,90 — 104,10
Lardo	97,96 — 102,04
Formula totale	95,68 — 104,32

Nella tabella 4 sono presentati i limiti di rilevazione per i differenti grassi estranei con una confidenza del 99 %. La prima colonna mostra i limiti massimi di rilevazione per le migliori formule del grasso di latte della tabella 2. Nella seconda colonna sono forniti i limiti di rilevazione per la formula totale. Anche se i limiti sono alquanto più elevati, basta questa formula per rilevare quantità leggermente più elevate di grassi estranei. Con tutte le formule è possibile rilevare anche combinazioni dei differenti grassi estranei. Gli intervalli di variazione dei trigliceridi di differenti grassi estranei di un tipo non hanno un'influenza considerevole sui limiti di rilevazione.

Tabella 4 : limiti di rilevazione al 99 % per l'aggiunta di grasso estraneo al grassso di latte in %

	Formula « grasso singolo »	Formula totale
Olio di soia	2,1	4,4
Olio di girasole	2,3	4,8
Olio di oliva	2,4	4,7
Grasso di cocco	3,5	4,3
Olio di palma	4,4	4,7
Grasso di palmisto	4,6	5,9
Olio di ravizzone	2,0	4,4
Olio di semi di lino	2,0	4,0
Olio di germe di grano	2,7	6,4
Olio di germe di mais	2,2	4,5
Olio di semi di cotone	3,3	4,4
Lardo	2,7	4,7
Sego	5,2	5,4
Olio di pesce idrogenato	5,4	6,1

Nota : Gli intervalli S sono calcolati in modo tale da presumere la presenza di un grasso estraneo solo se si superano i limiti delle formule per un grasso singolo (vedi tabella 4).

9. **Determinazione quantitativa dei grassi estranei**

Allo scopo di ottenere informazioni quantitative riguardo la concentrazione dei grassi estranei in un campione di grasso di latte, si utilizza la formula seguente :

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

dove X è la quantità di grasso estraneo sconosciuto o di miscela di grassi estranei sconosciuta in un grasso di latte. S risulta dall'aggiunta di un grasso estraneo sconosciuto mediante inserimento dei trigliceridi della miscela grasso estraeno/grasso di latte nella formula trigliceridica totale vista sopra. Se viene aggiunto un grasso estraneo sconosciuto al grasso di latte, per S_F si sceglie il valore medio di S dei differenti grassi estranei per la formula totale ; questo valore medio di S viene ottenuto inserendo i dati dei trigliceridi dei grassi estranei puri in questa formula e calcolando un valore medio (S_F = 7,46). Risultati quantitativi di buona qualità per qualsiasi aggiunta di grassi estranei vengono ottenuti anche utilizzando la formula dell'olio di palma/sego (tabella 2) e un valore medio S_F = 10,57.

Conoscendo i tipi di grasso estraneo, inserire i seguenti valori di S_F nella formula vista sopra e scegliere la rispettiva formula del grasso estraneo dalla tabella 2 :

Tabella 5 : valore di S_F di vari grassi estranei

Grasso estraneo	S_F
Olio di soia	8,18
Olio di girasole	9,43
Olio d'oliva	12,75
Grasso di cocco	118,13
Olio di palma	7,55
Grasso di palmisto	112,32
Olio di ravizzone	3,30
Olio di semi di lino	4,44
Olio di germe di grano	27,45
Olio di germe di mais	9,29
Olio di semi di cotone	41,18
Lardo	177,55
Sego	17,56
Olio di pesce	64,12

10. **Campo di validità del metodo di rilevazione**

Il metodo descritto vale per latti di massa ed è basato sulla rappresentatività dei campioni di grasso di latte.

Sarebbe possibile una rilevazione altamente specifica se, per un numero rappresentativo di grassi di latte, venissero derivate formule come quelle viste sopra, per differenti paesi.

Possibilità di rilevazione particolarmente idonee sarebbero ottenibili se nei differenti paesi venissero definite formule come quelle descritte sopra basate su un numero rappresentativo di grassi di latte. In questo caso, senza usare complessi programmi per computer, basta applicare le combinazioni di trigliceridi usate nell tabella 2 e rideterminare i fattori utilizzando il metodo dei minimi quadrati.

Applicando gli intervalli di S mostrati nella tabella 3, le formule sono in generale applicabili in condizioni particolari di alimentazione come, per esempio, sottoalimentazione o alimentazione delle mucche con lieviti o con saponi di Ca. Solo in caso di condizioni di alimentazione estreme (per esempio elevata assunzione di oli alimentari puri, elevata somministrazione di saponi di Ca combinati con grasso alimentare ecc.), le formule indicano in parte un grasso di latte modificato.

Nota : I grassi di latte frazionati vengono in generale riconosciuti come grasso di latte non modificato se si assume che vi è modificazione solo quando vengono superati i limiti. Solo con grassi di latte frazionati aventi una composizione insolita, come per esempio nel caso di una frazione dura ottenuta per frazionamento con metodi fisici a temperature elevate di approssimativamente 30 ° C con basse rese di pochi punti percentuali o per frazionamento con CO_2 supercritica, le formule indicano una modificazione.

Il frazionamento del grasso di latte può tuttavia venire rivelato utilizzando altri metodi, per esempio la calorimetria differenziale a scansione.

11. **Precisione del metodo**

Viene determinata utilizzando grasso di latte sulla base delle formule della tabella 2 e degli intervalli di S della tabella 3.

11.1. Ripetibilità

Come differenza dei valori di S di due determinazioni eseguite nell'intervallo di tempo più breve possibile da parte di un operatore che utilizza la stessa procedura e materiale campione identico nelle stesse condizioni (stessa persona, stessi strumenti / stesso dispositivo, stesso laboratorio).

Tabella 6 : limiti di ripetibilità (r) per le differenti formule

Formula per la rilevazione di	r
Oli di soia, girasole, oliva, ravizzone, semi di lino, germe di grano, germe di granturco, semi di cotone e olio di pesce	0,67
Grasso di cocco e di palmisto	0,12
Olio di palma e sego	1,20
Lardo	0,58
Formula totale	1,49

11.2. Riproducibilità

Come differenza dei valori di S di due determinazioni eseguite da operatori in differenti laboratori, secondo la stessa procedura utilizzando materiale campione identico in differenti condizioni (differente persona, differenti strumenti) in momenti differenti.

Tabella 7 : limiti di riproducibilità (R) per le differenti formule

Formula per la rilevazione di	R
Oli di soia, girasole, oliva, ravizzone, semi di lino, germe di grano, germe di granturco, semi di cotone e olio di pesce	1,08
Grasso di cocco e di palmisto	0,40
Olio di palma e sego	1,81
Lardo	0,60
Formula totale	2,07

11.3. Differenza critica

Con i limiti di repetibilità (r) e riproducibilità (R), è possibile calcolare le differenze critiche per tutti gli intervalli di S della tabella 3 (analisi in doppio). I rispettivi valori sono presentati nella tabella 8.

Tabella 8 : Differenze critiche per tutte le formule dei trigliceridi

Formula per la rilevazione di	intervallo
Oli di soia, girasole, oliva, ravizzone, semi di lino, germe di grano, germe di granturco, semi di cotone e olio di pesce	97,43 — 102,57
Grasso di cocco e di palmisto	99,14 — 100,86
Olio di palma e sego	94,91 — 105,09
Lardo	97,65 — 102,35
Formula totale	94,58 — 105,42

11.4. Accettabilità dei risultati

Tutti i contenuti di trigliceridi C24, C26, C28-C54 nonché colesterolo, tarati e calcolati con l'arrotondamento al secondo decimale, devono essere esattamente normalizzati a 100.

I risultati dell'analasi in doppio vengono utilizzati come controllo della ripetibilità. Se le differenze assolute tra due risultati di S per tutte le cinque formule dei trigliceridi non superano i limiti di ripetibilità r della tabella 6, allora è soddisfatto il requisito di ripetibilità.

Per il controllo delle condizioni gascromatografiche ottimali e in particolare della qualità della colonna, si dovrebbe garantire che su dieci prove ripetitive le differenze tra i valori massimi e minimi di S in tutte le cinque formule dei trigliceridi non superiono l'intervallo x^*r con $x = 1{,}58$ (per 10 prove, vedi riferimento 16) e i limiti di ripetibilità r per le differenti formule di tabella 6.

12. Norme citate

DIN 10 336 : 1994 Nachweis und Bestimmung von Fremdfetten in Milchfett anhand einer gaschromatographischen Triglyceridanalyse.

IDF-Standard 1C : 1987 Milk. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method.

IDF-Standard 16C : 1987 Cream. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method.

IDF-Standard 116A : 1987 Milk-Based Edible Ices and Ice Mixes. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method.

IDF-Standard 22B : 1987 Skimmed Milk, Whey & Buttermilk. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method.

13. Riferimenti bibliografici

1. Commissione delle Comunità europee : Detection of foreign fats in milk fat by means of gas chromatographic triglyceride analysis ; doc. n. VI/5202/90-EN, VI/2645/91.

2. Commissione delle Comunità europee : Control of butter fat purity of 100 different samples of different feeding periods from 11 EEC countries ; doc. VI/4577/93.

3. Commissione delle Comunità europee : Consideration of results from the first, second, third, fourth, fifth and sixth EEC collaborative trial : Determination of triglycerides in milk fat, doc. n. VI/2644/91, VI/8.11.91, VI/1919/92, VI/3842/92, VI/5317/92, VI/4604/93.

4. Timms, R. E. : Detection and quantification of non-milk fat in mixtures of milk and non-milk fats. Dairy Research 47 295-303 (1980).

5. Precht, D., Heine, K. : Nachweis von modifiziertem Milchfett mit der Triglyceridanalyse. 2. Fremdfettnachweis im Milchfett mit Hilfe von Triglyceridkombinationen 41 406-410 (1986).

6. Luf, W., Stock, A., Brandl, E. : Zum Nachweis von Fremdfett in Milchfett über die Trigylceridanalyse. Österr. Milchwirtsch. Wissensch. Beilage 5, 42 20-35 (1987).

7. Precht, D.: Bestimmung von pflanzlichen Fetten oder tierischen Depotfetten in Milchfett. Kieler Milchwirtsch. Forschungsber. 42 143/157 (1989).

8. Precht D.: Schnelle Extraktion von Milchfett, Kieler Milchwirtsch. Forschungsber. 42 119-128 (1990).

9. Precht, D.: Schnelle gaschromatographische Triglyceridanalyse von Milchfett. Kieler Milchwirtsch. Forschungsber. 42 139-154 (1900).

10. Precht, D.: Control of milk fat purity by gas chromatographic triglyceride analysis. Kieler Milchtwirtsch. Forschungsber. 43 (3) 219-242 (1991).

11. Precht, D.: Detection of adulterated milk fat by fatty acid and triglyceride analysis. Fat Sci. Technol. 93 538-544 (1991).

12. Precht, D.: Detection for foreign fat in milk fat. I, Qualitative detection by triacylglycerol formulae. II, Quantitative evaluation of foreign fat mixtures. Z. Lebensm. Unters. Forsch. 194 1-8, 107-114 (1992).

13. Precht, D.: « Gas chromatography of triacylglycerols and other lipids on packed columns » in CRC Handbook of Chromatography: Analysis of Lipids, p. 123-138, ed. K.D. Mukherjee, N. Weber, J. Scherma, CRC Press, Boca Raton (1993).

14. Precht, D., Molkentin, J.: Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns, Chrompack News 4 16-17 (1993).

15. Molkentin, J., Precht, D.: Comparison of packed and capillary columns for quantitative gas chromatography of triglycerides in milk fat. Chromatographia 39 (5/6) 265-270 (1994).

16. Stange, K.: Angewandte Statistik, Erster Teil, Eindimensionale Probleme, Springer-Verlag, Berlin, P. 378 (1970).

ALLEGATO IV

VALUTAZIONE ORGANOLETTICA DEL BURRO

1. Obiettivo

La presente procedura per la valutazione organolettica del burro ha lo scopo di fornire un metodo uniforme applicabile in tutti gli Stati membri.

2. Definizioni

Per valutazione organolettica si intende l'esame delle caratteristiche di un prodotto mediante gli organi di senso.

Per gruppo di esperti si intende un gruppo di esperti selezionati per la valutazione che, durante le operazioni di valutazione, lavorano senza comunicare fra di loro e senza influenzarsi reciprocamente.

Per punteggio si intende il risultato della valutazione organolettica effettivata da parte di un gruppo di esperti ed espressa mediante l'uso di una scala numerica. Si deve usare una nomenclatura dei difetti.

Per classificazione si intende una classificazione di qualità eseguita sulla base del punteggio.

Documenti di controllo : documenti utilizzati per registrare i punteggi singoli per ciascuna caratteristica e la classificazione finale del prodotto. (Questo documento può venire usato anche per registrare la composizione chimica.)

3. Locale di prova

3.1. Prendere opportune precauzioni perché gli assaggiatori nella camera di prova non siano influenzati da fattori esterni.

3.2. La camera di prova deve essere esente da odori estranei e facilmente pulibile. Le pareti devono essere di colore chiaro.

3.3. La camera di prova e la sua illuminazione devono essere tali da non influire sulle proprietà del prodotto da valutare. La camera deve essere equipaggiata con un'appropriata strumentazione di controllo della temperatura.

4. Selezione degli assaggiatori

L'assaggiatore deve avere familiarità con i prodotti a base di burro e avere la competenza necessaria per eseguire una valutazione organolettica. La sua competenza deve essere riesaminata periodicamente (almeno una volta all'anno) da parte dell'autorità competente.

5. Requisiti del gruppo di esperti

Il numero di esperti nel gruppo deve essere dispari, al minimo tre. Essi devono essere, per la maggior parte, dipendenti dell'autorità competente o persone autorizzate non occupati presso l'industria lattiero-casearia.

6. Valutazione di ciascuna caratteristica

6.1. La valutazione organolettica viene eseguita in relazione alle seguenti tre caratteristiche : aspetto, consistenza e gusto.

Aspetto comprende le caratteristiche seguenti : colore, purezza visibile, sviluppo di muffe e dispersione dell'acqua. La dispersione dell'acqua è valutata conformemente alla norma FIL 112/A/1989.

Consistenza comprende le caratteristiche seguenti : compattezza e spalmabilità.

Per la valuazione della consistenza del burro si possono utilizzare metodi fisici. La Commissione prevede di armonizzare in futuro questi metodi.

Gusto implica le caratteristiche seguenti : sapore e odore.

Uno scostamento significativo dalla temperatura raccomandata impedisce una valutazione corretta della consistenza, del gusto. La temperatura è della massima importanza.

6.2. Ciascuna caratteristica deve venire valutata, dal punto di vista organolettico, separatamente. Il punteggio deve essere assegnato secondo la tabella 1.

6.3. Può essere opportuno che, prima di iniziare la valutazione, gli assaggiatori assegnino insieme un punteggio ad uno o più campioni di riferimento per quanto riguarda aspetto, consistenza e gusto, al fine di raggiungere una maggiore uniformità.

6.4. Il punteggio per l'accettazione è il seguente :

	Massimo	Richiesto
Aspetto	5	4
Consistenza	5	4
Gusto	5	4

Quando non si raggiunge il punteggio richiesto, deve essere fornita una descrizione del difetto. Il punteggio assegnato da ciascun assaggiatore per ciascuna caratteristica deve essere registrato nel documento di controllo. Il prodotto viene accettato o scartato sulla base di una decisione a maggioranza. Casi in cui le differenze tra i punteggi individuali per ciascuna caratteristica siano più ampie di un punto non devono verificarsi frequentemente (non più di una volta su venti campioni). In caso contrario il capogruppo deve riesaminare la competenza del gruppo di assaggiatori.

7. Supervisione

In generale, il capogruppo, che deve essere un funzionario dell'autorità competente e che può essere membro del gruppo di assaggiatori, sarà responsabile dell'intera procedura. Il capogruppo deve registrare i punteggi individuali per ciascuna caratteristica nel documento di controllo e certificare se il prodotto è stato accettato o scartato.

8. Campionamento e preparazione del campione

8.1. — È opportuno che l'identità dei campioni sia tenuta celata durante la valutazione allo scopo di evitare qualsiasi influenza.

— Di questo si deve occupare il capogruppo prima della valutazione, in assenza degli altri membri del gruppo.

8.2. Quando la valutazione organolettica viene eseguita presso il magazzino frigorifero, il campione di burro viene prelevato mediante un campionatore per burro. Se la valutazione organolettica viene eseguita in un luogo diverso dal magazzino frigorifero, prelevare un campione di almeno 500 g.

8.3. Durante la valutazione, il burro deve avere una temperatura di 10-12 ° C. Evitare assolutamente grandi scostamenti da questo intervallo.

9. Nomenclatura

Fare riferimento all'allegata tabella 2.

Tabella 1 : Punteggio del burro

Aspetto			Consistenza			Gusto		
Punti (classe di qualità)	N. (1)	Osservazioni	Punti (classe di qualità)	N. (1)	Osservazioni	Punti (classe di qualità)	N. (1)	Osservazioni
5		*Molto buono* tipo ideale massima qualità (uniformemente asciutto)	5		*Molto buona* tipo ideale massima qualità (ben spalmabile)	5		*Molto buono* tipo ideale massima qualità (aroma finissimo assolutamente puro)
4		*Buono* (2) (nessun difetto evidente)	4		*Buona* (2)	4		*Buono* (2) (nessun difetto evidente)
				17	dura			
				18	morbida			
3		*Discreto (leggeri difetti)*	3		*Discreta (leggeri difetti)*	3		*Discreto (leggeri difetti)*
	1	acquoso		14	corta, fragile, friabile		21	impuro
	2	non uniforme, due colori		15	pastosa, grassa		22	gusto estraneo
	3	striature		16	appiccicosa		25	acido
	4	screziato, marezzato		17	dura		27	sapore di cotto, sapore di bruciato
	5	chiazzato		18	molle			
	6	separazione d'olio					33	sapore di foraggio
	7	colore eccessivo					34	grossolano, amaro
	8	poroso					35	eccessivamente salato
2		*Scadente (difetti evidenti)*	2		*Scadente (difetti evidenti)*	2		*Scadente (difetti evidenti)*
	1	acquoso		14	corta, fragile, friabile		21	impuro
	2	non uniforme, due colori		15	pastosa, grassa		22	gusto estraneo
	3	striature		16	appiccicosa		23	stantio
	4	screziato, marezzato		17	dura		25	acido
	5	chiazzato		18	molle		32	sapore di ossidato, sapore metallico
	6	separazione d'olio						
	10	materie estranee					33	sapore di foraggio
	11	muffa					34	grossolano, amaro
	12	sale non disciolto					35	eccessivamente salato
							36	ammuffito, marcio
							38	sapore chimico
1		*Molto scadente (difetti gravi)*	1		*Molto scadente (difetti gravi)*	1		*Molto scadente (difetti gravi)*
	1	acquoso		14	corta, fragile, friabile		22	gusto estraneo
	2	non uniforme, due colori		15	pastosa, grassa		24	sapore di formaggio, di formaggio acido
	3	striature		16	appiccicosa			
	4	screziato, marezzato		17	dura		25	acido
	5	chiazzato		18	molle		26	sapore di lievito
	6	separazione d'olio					28	sapore di muffa
	7	colore eccessivo					29	rancido
	9	granulare					30	oleoso, di pesce
	10	materie estranee					31	di sego
	11	muffa					32	sapore di ossidato, sapore metallico
	12	sale non disciolto						
							34	grossolano, amaro
							36	ammuffito, marcio
							37	di malto
							38	sapore chimico

(1) Tabella 2.

(2) I difetti citati sotto « Buono » sono solo deviazioni minime dal tipo ideale.

Tabella 2 : Nomenclatura dei difetti del burro

I. *Aspetto*

1. acquoso, goccioline d'acqua evidenti
2. colore non uniforme, due colori
3. striata
4. screziato, marezzato
5. chiazzato
6. separazione d'olio
7. colore eccessivo
8. poroso
9. granuloso
10. materiale estraneo
11. muffa
12. sale non disciolto

II. *Consistenza*

14. corta, fragile, friabile
15. pastosa, untuosa, molle
16. appiccicosa
17. dura
18. molle

III. *Gusto e aroma*

20. mancanza d'aroma, insipido
21. impuro (1)
22. gusto estraneo
23. stantio
24. sapore di formaggio, di formaggio acido
25. acido
26. sapore di lievito
27. a) sapore di cotto
    b) sapore di bruciato
28. sapore di muffa
29. rancido
30. oleoso, di pesce
31. sapore di sego
32. a) sapore di ossidato
    b) sapore metallico
33. sapore di foraggio
34. acre, amaro
35. eccessivamente salato
36. amuffito, marcio
37. sapore di malto
38. sapore di prodotti chimici

(1) Questa definizione deve venire usata il più raramente possibile e solo quando il difetto non può venire descritto in modo più accurato.

ALLEGATO V

CAMPIONAMENTO PER L'ANALISI CHIMICA E MICROBIOLOGICA E PER LA VALUTAZIONE ORGANOLETTICA

1. Analisi chimica e microbiologica

Quantità di burro (kg) da prelevare	Numero minimo di campioni (> 100 g)
≤ 1 000	2
> 1 000 ≤ 5 000	3
> 5 000 ≤ 10 000	5
> 10 000 ≤ 15 000	5
> 15 000 ≤ 20 000	6
> 20 000 ≤ 25 000	7
> 25 000	7 + 1 ogni 25 000 kg o frazione

Il campionamento per l'analisi microbiologica deve venire eseguito in condizioni asettiche.

Possono venire combinati fino a cinque campioni da 100 g in modo da ottenere un unico campione che viene analizzato dopo accurata miscelazione.

I campioni devono venire prelevati casualmente da punti differenti del lotto e controllati prima o al momento dell'ingresso nel magazzino frigorifero designato dall'organismo di intervento.

Preparazione del campione composito di burro (analisi chimica):

a) Utilizzando un campionatore per burro, pulito e asciutto, o uno strumento similare, estrarre una carota di burro almeno 30 g e introdurla in un portacampioni. Il campione composito può poi venire sigillato e inviato al laboratorio per l'analisi.

b) In laboratorio, il campione composito viene riscaldado a 30 °C nel contenitore originario non aperto, e viene frequentemente scosso fino ad ottenimento di un'emulsione fluida omogenea, esente da particelle non rammollite. Il contenitore va riempito in misura compresa tra metà e due terzi della capienza.

Per ciascun produttore che offre burro all'intervento, devono essere analizzati due campioni all'anno per determinare i grassi estranei e un campione per determinare i traccianti.

2. Valutazione organolettica

Quantità di burro (kg)	N. minimo i campioni a prelevare
1 000 ≤ 5 000	2
> 5 000 ≤ 25 000	3
> 25 000	3 + 1 ogni 25 000 kg o frazione

I campioni devono venire prelevati casualmente, da punti differenti della quantià offerta, tra il trentesimo e il trentacinquesimo giorno successivo alla presa in consegna e classificati.

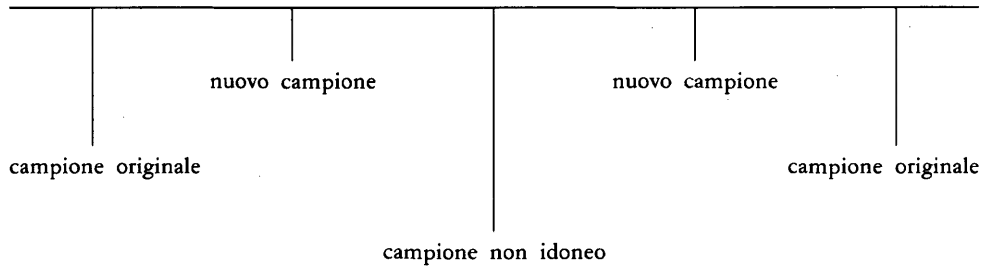
Ciascun campione deve venire valutato singolarmente conformemente a quanto prescritto nell'allegato IV. Non sono ammesse ripetizioni del campionamento e della valutazione.

3. **Linee guida da seguire quando un campione risulta inadeguato**

a) Analisi chimica e microbiologica :

— Nell'analisi di campioni singoli, sono tollerati un campione con un solo difetto ogni 5-10 campioni o, rispettivamente, due campioni con un solo difetto ogni 11-15 campioni. Nel caso di campione inadeguato, prelevare due nuovi campioni su ciascun lato del campione inadeguato e controllare il parametro fuori norma. Se i due campioni non sono conformi alla specifica, la quantità di burro compresa tra i due campioni originali su ciascun lato del campione non conforme deve essere respinta ed eliminata dalla quantità offerta.

Quantità da respingere nel caso di nuova inidoneità del campione



— Nell'analisi di campioni compositi, se un campione composito è fuori norma per un parametro, la quantità rappresentata da quel campione composito è respinta ed eliminata dalla quantità offerta.

b) Valutazione organolettica :

Se un campione non supera la valutazione organolettica, la quantità di burro compresa tra due campioni adiacenti su ciascun lato del campione fuori norma è respinta ed eliminata dalla quantità offerta.

c) In caso di inidoneità chimica o microbiologica e di inidoneità organolettica, l'intera quantità e respinta.