I

(Besluiten waarvan de publikatie voorwaarde is voor de toepassing)

VERORDENING (EG) Nr. 454/95 VAN DE COMMISSIE

van 28 februari 1995

houdende uitvoeringsbepalingen van de interventiemaatregelen op de markt voor boter en room

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap,

Gelet op Verordening (EEG) nr. 804/68 van de Raad van 27 juni 1968 houdende een gemeenschappelijke ordening der markten in de sector melk en zuivelprodukten (1), laatstelijk gewijzigd bij de Akte van Toetreding van Oostenrijk, Finland en Zweden, en met name op artikel 6, lid 6, en de artikelen 28 en 30,

Overwegende dat Verordening (EEG) nr. 985/68 van de Raad van 15 juli 1968 houdende vaststelling van de algemene voorschriften betreffende de interventiemaatregelen op de markt voor boter en room (2), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 2045/91 (3), bij Verordening (EEG) nr. 2807/94 (4) met ingang van 1 maart 1995 is ingetrokken ; dat derhalve de voorschriften die niet zijn opgenomen in Verordening (EEG) nr. 804/68, dienen te worden verwerkt in de uitvoeringsbepalingen van de interventiemaatregelen op de markt voor boter en room als vastgesteld bij Verordening (EEG) nr. 685/69 van de Commissie (5), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 393/94 (6) ; dat de vereiste aanpassing van Verordening (EEG) nr. 685/69 zo ingrijpend is en er in die verordening reeds zoveel wijzigingen zijn aangebracht, dat een omwerking ervan ter wille van de duidelijkheid en de transparantie aanbeveling verdient ; dat Verordening (EEG) nr. 685/69 derhalve dient te worden ingetrokken ;

Overwegende dat de interventiebureaus slechts boter mogen kopen die aan de definitie en de gestelde voorwaarden inzake kwaliteit en presentatie voldoet ; dat, met inachtneming van de technische aspecten van de bepaling van de kwaliteit van boter, de kwaliteitseisen waaraan de boter moet voldoen, alsmede de analysemethoden en de regeling voor de kwaliteitscontrole dienen te worden vastgesteld ; dat evenwel de mogelijkheid dient te worden geopend voor de Lid-Staten om een systeem voor zelfcontrole op bepaalde voorwaarden vast te stellen ;

Overwegende dat indeling in een nationale kwaliteitsklasse voor boter een bruikbare voorwaarde voor de toekenning van steun voor de particuliere opslag van dit produkt blijft en dat deze klassen ook mogen worden vermeld op de verpakking van de door de interventiebureaus gekochte boter ; dat de desbetreffende nationale klassen moeten worden bepaald ;

Overwegende dat de boter kan worden gekocht door een interventiebureau van een andere Lid-Staat dan die waar de boter is vervaardigd ; dat het derhalve dienstig is de middelen vast te stellen waarmee het kopende interventiebureau zich er onder die omstandigheden van kan vergewissen dat aan de kwaliteits- en presentatievoorwaarden is voldaan, alsmede te bepalen dat bij de berekening van de boven de maximumafstand te betalen extra vervoerkosten de afstand tussen het pakhuis van de verkoper en de grens van de Lid-Staat van het kopende interventiebureau niet in aanmerking wordt genomen ;

Overwegende dat, om ervoor te zorgen dat de interventieregeling goed functioneert, de voorwaarden voor erkenning van de ondernemingen van vervaardiging en de voorschriften inzake de controle op de inachtneming van die voorwaarden dienen te worden gepreciseerd en dient te worden aangegeven welke verplichtingen de Lid-Staten met het oog op een goede bewaring van de opgeslagen hoeveelheden moeten nakomen, met name door bepalingen inzake de toegang tot en de identificatie van de partijen en inzake het verzekeren van de opgeslagen produkten tegen risico's vast te stellen ; dat tevens ter uniformisering van de frequentie en het niveau van de controles dient te worden bepaald hoeveel inspecties van welke aard de nationale autoriteiten bij de opslaghouders moeten verrichten ;

Overwegende dat, om te garanderen dat voor de gekochte boter geen enkel bedrag onverschuldigd wordt betaald, de proefperiode voor de boter dient te worden bekort en dient te worden bepaald dat vóór de betaling moet worden nagegaan of alle gestelde voorwaarden in acht zijn genomen ; dat de aan de verkoper geboden mogelijkheid om de hoeveelheden boter van onvoldoende kwaliteit te vervangen, kan worden geschrapt zonder dat dit voor de marktdeelnemers nadelige gevolgen zal hebben ;

Overwegende dat, ter vergemakkelijking van de controle op de aanwezigheid van de onder een contract voor particuliere opslag vallende produkten in het pakhuis, dient te

(1) PB nr. L 148 van 28. 6. 1968, blz. 13.
(2) PB nr. L 169 van 18. 7. 1968, blz. 1.
(3) PB nr. L 187 van 13. 7. 1991, blz. 1.
(4) PB nr. L 298 van 19. 11. 1994, blz. 1.
(5) PB nr. L 90 van 15. 4. 1969, blz. 12.
(6) PB nr. L 53 van 24. 2. 1994, blz. 11.

worden bepaald dat de boter per partij moet worden uitgeslagen, tenzij de Lid-Staat uitslag van een kleinere hoeveelheid toestaat;

Overwegende dat het in verband met de huidige situatie op de boter- en roommarkt aanbeveling verdient een latere begindatum voor de inslag in het kader van de particuliere opslag vast te stellen en de maximale opslagduur te bekorten en dat het met het oog op een duidelijker beheer van de regeling voor de particuliere opslag dienstig is te voorzien in de jaarlijkse vaststelling van het steunbedrag;

Overwegende dat overigens de bepalingen betreffende de interventiemaatregelen, met inbegrip van de bepalingen betreffende de afzet van boter uit de voorraden van de interventiebureaus, hun waarde hebben bewezen en derhalve, afgezien van enkele technische aanpassingen, kunnen worden gehandhaafd;

Overwegende dat de ontstaansfeiten voor de landbouwomrekeningskoers die geldt voor de regelingen inzake openbare en particuliere opslag, zijn vastgesteld bij Verordening (EEG) nr. 1756/93 van de Commissie [1], laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 267/95 [2];

Overwegende dat het Comité van beheer voor melk en zuivelprodukten geen advies heeft uitgebracht binnen de door zijn voorzitter bepaalde termijn,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

Bij deze verordening worden de uitvoeringsbepalingen vastgesteld voor de in artikel 6 van Verordening (EEG) nr. 804/68 bedoelde interventiemaatregelen in de sector melk en zuivelprodukten.

TITEL I

Aankoop en afzet van boter door de interventiebureaus

Artikel 2

De interventiebureaus kopen slechts boter die aan de in artikel 6, lid 1, van Verordening (EEG) nr. 804/68 vastgestelde definitie en aan de in bijlage I bedoelde kwaliteitseisen voldoet en waarvoor de volgende voorwaarden zijn vervuld:

a) de kwaliteitscontrole is verricht volgens de in de bijlagen I, III en IV bedoelde analysemethoden en aan de hand van de monsters die op de in bijlage V bedoelde wijze zijn genomen. Wat de kwaliteitscontrole betreft kunnen de Lid-Staten echter, nadat de Commissie daarmee heeft ingestemd, een onder hun toezicht staand systeem voor zelfcontrole vaststellen voor bepaalde kwaliteitseisen en bepaalde erkende ondernemingen;

b) de mate van radioactiviteit van de boter overschrijdt de in de communautaire wetgeving vastgestelde maximaal toelaatbare niveaus niet.

Voor produkten van oorsprong uit de Gemeenschap gelden de in artikel 3 van Verordening (EEG) nr. 737/90 van de Raad [3] vastgestelde niveaus. Alleen als de situatie het vereist, wordt het produkt gedurende de periode waarin het nodig is gecontroleerd op de mate van radioactieve besmetting. De geldigheidsduur en de draagwijdte van de controlemaatregelen worden zo nodig vastgesteld volgens de procedure van artikel 30 van Verordening (EEG) nr. 804/68;

c) de boter is vervaardigd gedurende de periode van 14 dagen voorafgaande aan de dag waarop het interventiebureau de aanbieding om de boter te verkopen, ontvangt;

d) de in artikel 4 bedoelde eisen ten aanzien van de minimumhoeveelheid, de aanbiedingsvorm en de verpakking zijn nageleefd.

Artikel 3

1. De in artikel 6, lid 1, van Verordening (EEG) nr. 804/68 bedoelde onderneming wordt slechts erkend indien zij:

a) is erkend overeenkomstig artikel 10 van Richtlijn 92/46/EEG van de Raad [4] en beschikt over de gepaste technische installaties;

b) zich ertoe verbindt doorlopend de door de bevoegde instantie van iedere Lid-Staat bepaalde registers, waarin de oorsprong van de grondstoffen, de verkregen hoeveelheden boter en de aanbiedingsvorm, de identificatie en de datum van uitslag van elke geproduceerde partij voor openbare interventie staan vermeld, bij te houden;

c) ermee instemt de vervaardiging van boter die in aanmerking kan komen om voor interventie te worden aangeboden, aan een specifieke officiële controle te onderwerpen en in voorkomend geval te voldoen aan de eisen voor de in bijlage II bedoelde nationale kwaliteitsklasse;

d) zich ertoe verbindt om de bevoegde controle-instantie ten minste twee werkdagen vooraf in kennis te stellen van haar voornemen om boter voor openbare interventie te vervaardigen. De Lid-Staat kan evenwel een kortere termijn vaststellen.

2. Teneinde de bepalingen van deze verordening te doen naleven, voeren de bevoegde instanties onaangekondigde controles ter plaatse uit op basis van het programma voor de vervaardiging van interventieboter van de betrokken ondernemingen.

Het minimumaantal controles is:

— voor de verificatie van de in lid, onder b), bedoelde elementen, één controle per periode van 28 voor levering aan het interventiebureau gewerkte dagen en ten minste één controle per halfjaar;

[1] PB nr. L 161 van 2. 7. 1993, blz. 48.
[2] PB nr. L 31 van 10. 2. 1995, blz. 6.
[3] PB nr. L 82 van 29. 3. 1990, blz. 1.
[4] PB nr. L 268 van 14. 9. 1992, blz. 1.

— wat het toezicht op de inachtneming van de in lid 1 bedoelde voorwaarden voor erkenning betreft, één controle per halfjaar.

3. De erkenning wordt ingetrokken indien niet langer wordt voldaan aan de in lid 1 vastgestelde vooraf te vervullen voorwaarden. Zes maanden daarna kan op verzoek van de betrokken onderneming de erkenning na grondige controle opnieuw worden verleend.

Indien wordt geconstateerd dat een onderneming één van haar verbintenissen als bedoeld in lid 1, onder b), c) en d), niet is nagekomen, wordt, behalve in geval van overmacht, de erkenning geschorst voor een periode die met inachtneming van de ernst van de onregelmatigheid wordt vastgesteld op ten minste één maand en ten hoogste twaalf maanden.

De Lid-Staat kan besluiten die schorsing niet toe te passen indien vast is komen te staan dat de onregelmatigheid niet opzettelijk of door ernstige onachtzaamheid is begaan en dat de invloed ervan op de doeltreffendheid van de in lid 2 bedoelde controles zeer gering is.

4. Over de controles op grond van de leden 2 en 3 wordt een verslag opgesteld, waarin worden vermeld :

— de datum van de controle,

— de duur ervan,

— de verrichte controlewerkzaamheden.

Het controleverslag moet door de verantwoordelijke functionaris worden ondertekend.

5. De Lid-Staten delen de maatregelen die zij ten aanzien van de in de leden 2 en 3 bedoelde controles hebben genomen, aan de Commissie mede binnen één maand vanaf de vaststelling ervan.

6. Indien de boter in een andere Lid-Staat dan de Lid-Staat van produktie voor interventie wordt aangeboden, wordt de aankoop ervan afhankelijk gesteld van de overlegging van een door de bevoegde instantie van de Lid-Staat van produktie verstrekt certificaat dat de in artikel 4, lid 4, onder a), b) en d), bedoelde gegevens bevat.

Indien de Lid-Staat van produktie de in artikel 2, onder a), bedoelde controles heeft verricht, moeten in het certificaat ook de resultaten van die controles worden vermeld. In dit geval moet de in artikel 4, lid 3, bedoelde verpakking worden verzegeld met een genummerd etiket van de bevoegde instantie van de Lid-Staat van produktie. Dat nummer moet op het betrokken certificaat worden vermeld.

Artikel 4

1. De minimumhoeveelheid die kan worden aangeboden, bedraagt 10 ton. De Lid-Staten kunnen bepalen dat de boter moet worden aangeboden per gehele ton.

2. De boter moet worden aangeboden in kluiten van ten minste 25 kg nettogewicht.

3. De verpakkingen moeten nieuw zijn en bestaan uit stevig materiaal dat geschikt is om de boter gedurende het vervoer, de opslag en de afzet te beschermen.

4. Op de verpakking dienen ten minste de volgende gegevens te zijn vermeld, eventueel in code :

a) het erkenningsnummer ter identificatie van de fabriek en de Lid-Staat van produktie,

b) de datum van vervaardiging,

c) de datum van inslag,

d) het nummer van de levering en van de verpakkingseenheid,

e) de vermelding „boter van zoete room " wanneer de pH van de waterige fase van de boter daarmee overeenstemt,

f) de in bijlage II bedoelde nationale kwaliteitsklasse ingeval de Lid-Staat van produktie vermelding daarvan voorschrijft.

De Lid-Staten mogen ontheffing verlenen van de verplichting om de datum van inslag op de verpakkingen te vermelden, indien de verantwoordelijke functionaris van het pakhuis zich ertoe verbindt een register bij te houden waarin op de dag van inslag de in de voorgaande alinea bedoelde gegevens worden opgenomen.

5. Het interventiebureau registreert de dag van ontvangst van de aanbieding ten verkoop en de desbetreffende hoeveelheden en data van vervaardiging alsmede de plaats waar de aangeboden boter is opgeslagen. Na verificatie van de elementen van de aanbieding geeft het interventiebureau onverwijld een gedateerde en genummerde leveringsbon af waarop zijn vermeld :

a) de te leveren hoeveelheid ;

b) het tijdschema voor de levering van de boter ;

c) de koelhuizen waaraan de boter moet worden geleverd.

Artikel 5

1. In de zin van deze titel is de dag van overname de dag van inslag van de boter in het door het interventiebureau aangewezen koelhuis, doch op zijn vroegst de dag na die waarop de leveringsbon is afgegeven. De boter wordt betaald tussen de 45e en de 65e dag na de overname ervan, voor zover aan de in artikel 2 bedoelde eisen blijkt te zijn voldaan.

2. De boter wordt onderworpen aan een proefperiode van opslag. Deze periode bedraagt 30 dagen en begint op de dag van overname.

3. Door zijn aanbieding verbindt de verkoper zich ertoe om, indien uit de controle bij de inslag in het door het interventiebureau aangewezen koelhuis zou blijken dat de boter niet aan de in artikel 2 bedoelde eisen voldoet, of indien aan het einde van de proefperiode van opslag zou blijken dat de organoleptische kwaliteit van de boter minder is dan de in bijlage I vastgestelde minimumkwaliteit :

— de betrokken boter terug te nemen,

— de kosten van de opslag van de betrokken boter vanaf de dag van overname tot en met de uitslagdatum te betalen.

Deze opslagkosten worden als volgt forfaitair per ton vastgesteld :

a) 28,00 ecu voor de vaste kosten ;

b) 0,45 ecu per opslagdag voor de kosten van opslag in een koelhuis.

De betrokken bedragen worden gecrediteerd op de rekening van het Europees Oriëntatie- en Garantiefonds voor de Landbouw (EOGFL), afdeling Garantie.

Artikel 6

1. De Lid-Staten stellen voor de in artikel 6, lid 1, derde alinea, van Verordening (EEG) nr. 804/68 bedoelde koelhuizen technische normen vast, waaronder met name een opslagtemperatuur die niet hoger is dan − 15 °C, en zij nemen alle verdere maatregelen om de goede bewaring van de boter te waarborgen. De desbetreffende risico's worden gedekt door een verzekering die de vorm kan aannemen van hetzij een contractuele verplichting van de opslaghouders, hetzij een globale verzekering van het interventiebureau ; de Lid-Staat kan ook zijn eigen verzekeraar zijn.

2. De interventiebureaus verlangen dat de boter op laadborden in gemakkelijk te identificeren, gemakkelijk toegankelijke partijen wordt in- en opgeslagen.

3. De bevoegde controle-instantie verricht de in artikel 4 van Verordening (EEG) nr. 618/90 van de Commissie (1) bedoelde onverwachte controle op de aanwezigheid van de produkten in het pakhuis.

Artikel 7

1. Het interventiebureau kiest het koelhuis met beschikbare ruimte dat het dichtst bij de plaats ligt waar de boter is opgeslagen.

Op voorwaarde dat de keuze van een ander koelhuis geen extra opslagkosten meebrengt, kan het interventiebureau evenwel :

a) een ander koelhuis kiezen dat niet verder ligt dan de in lid 2 vastgestelde afstand :

b) een ander koelhuis kiezen dat verder ligt dan die afstand, waanneer deze keuze, rekening houdend met de betrokken opslag- en vervoerkosten, tot geringere uitgaven leidt. In dit geval stelt het interventiebureau de Commissie onverwijld van zijn keuze in kennis.

2. De in artikel 6, lid 1, derde alinea, van Verordening (EEG) nr. 804/68 bedoelde maximumafstand wordt vastgesteld op 350 km. De in geval van een grotere afstand door het interventiebureau gedragen extra vervoerkosten worden vastgesteld op 0,065 ecu per ton per kilometer.

Indien het kopende interventiebureau ressorteert onder een andere Lid-Staat dan die waar de aangeboden boter is opgeslagen, wordt echter voor de berekening van de afstand die wordt vergeleken met de in de eerste alinea vastgestelde maximumafstand, geen rekening gehouden met de afstand tussen het pakhuis van de verkoper en de grens van de Lid-Staat waaronder het kopende interventiebureau ressorteert.

3. De in lid 2 bedoelde extra kosten worden slechts door het interventiebureau gedragen indien de temperatuur van de boter bij aankomst in het koelhuis niet hoger is dan 6 °C.

Artikel 8

1. Bij de uitslag van de boter stelt het interventiebureau, in geval van levering af koelhuis, de boter ter beschikking op de laadkade van het koelhuis op laadborden en, in voorkomend geval, geladen op het vervoermiddel indien het een vrachtvragen of een spoorwagon betreft. De desbetreffende kosten zijn voor rekening van het interventiebureau, terwijl de eventuele kosten voor stuwage en aflading van de laadborden voor rekening van de koper van de boter zijn.

2. Bij levering in het kader van de voedeselhulp is het bepaalde in lid 1 van toepassing.

3. De overige bepalingen voor de afzet van boter uit de voorraden van het interventiebureau worden van geval tot geval vastgesteld.

TITEL II

Steun voor de particuliere opslag van boter of room

Artikel 9

De in artikel 6, lid 2, van Verordening (EEG) nr. 804/68 bedoelde contracten inzake de particuliere opslag van room en boter worden gesloten tussen de interventiebureaus van de Lid-Staten en natuurlijke of rechtspersonen, hierna contractanten genoemd.

Artikel 10

1. Een contract inzake particuliere opslag mag slechts worden gesloten voor de in artikel 6, lid 2, van Verordening (EEG) nr. 804/68 bedoelde room en boter die ten hoogste 28 dagen vóór de eerste dag van de contractuele opslag in een overeenkomstig artikel 3, lid 1, erkende onderneming zijn geproduceerd. De boter moet beantwoorden aan de in bijlage II bedoelde nationale kwaliteitsklasse van de Lid-Staat van produktie en mag de in artikel 2, onder b), bedoelde maximaal toelaatbare radioactiviteitsniveaus niet overschrijden.

(1) PB nr. L 67 van 15. 3. 1990, blz. 21.

Er mag geen opslagcontract worden gesloten voor boter of room :

a) waarvoor overeenkomstig andere communautaire bepalingen steun voor rechtstreekse consumptie is aangevraagd ;

b) die onder de in artikel 5, lid 1, van Verordening (EEG) nr. 565/80 van de Raad (1) bedoelde regeling is geplaatst ; latere plaatsing onder deze regeling wordt aangemerkt als uitslag in de zin van lid 7.

2. In deze titel wordt onder „partij" verstaan een ten minste 1 ton omvattende hoeveelheid boter of room van homogene samenstelling en kwaliteit die op dezelfde dag in hetzelfde pakhuis is ingeslagen.

3. Wanneer de boter wordt opgeslagen in een andere Lid-Staat dan de Lid-Staat van produktie, mag het opslagcontract slechts worden gesloten indien een door de bevoegde instantie van de Lid-Staat van produktie verstrekt certificaat wordt overgelegd dat de in de lid 6, onder a), b) en d), bedoelde gegevens bevat en waarin wordt bevestigd dat de boter beantwoordt aan de in bijlage II bedoelde nationale kwaliteitsklasse van de Lid-Staat van produktie.

4. Het opslagcontract wordt schriftelijk gesloten voor een of meer partijen en bevat met name bepalingen inzake :

a) de hoeveelheid boter of room waarop het contract betrekking heeft,

b) het bedrag van de steun, onverminderd artikel 16,

c) de data voor de uitvoering van het contract, rekening houdend met het bepaalde in artikel 6, lid 2, vierde alinea, tweede zin, van Verordening (EEG) nr. 804/68,

d) de identificatie van de koelhuizen.

5. De controlemaatregelen, en met name die zoals bedoeld in artikel 11, en de in lid 6 bedoelde vermeldingen zijn het voorwerp van een door het interventiebureau van de Lid-Staat van opslag opgesteld bestek. In het opslagcontract wordt naar dat bestek verwezen.

6. In het bestek wordt bepaald dat voor elke partij op de verpakking ten minste de volgende gegevens moeten zijn vermeld, eventueel in code :

a) het erkenningsnummer ter identificatie van de fabriek en de Lid-Staat van vervaardiging ;

b) de datum van vervaardiging ;

c) de datum van inslag ;

d) het nummer van de partij ;

e) de vermelding „gezouten" indien het gaat om boter als bedoeld in artikel 6, lid 2, eerste alinea, derde streepje, van Verordening (EEG) nr. 804/68 ;

f) de nationale kwaliteitsklasse als bedoeld in bijlage II ;

g) het nettogewicht.

De Lid-Staten mogen ontheffing verlenen van de verplichting om de datum van inslag op de verpakkingen te vermelden, indien de verantwoordelijke functionaris van het pakhuis zich ertoe verbindt een register bij te houden waarin op de dag van inslag de in de voorgaande alinea bedoelde gegevens worden opgenomen.

7. De eerste dag van de contractuele opslag is de dag volgende op de dag van inslag. De laatste dag van de contractuele opslag is de dag vóór die waarop de partij wordt uitgeslagen.

De steunaanvraag van de opslaghouder mag slechts betrekking hebben op partijen boter of room waarvoor de inslag is beëindigd.

Deze aanvraag moet bij het interventiebureau worden ingediend binnen een termijn van ten hoogste 30 dagen te rekenen vanaf de datum van inslag. Het interventiebureau registreert de dag van ontvangst van de aanvraag. Bereikt de aanvraag het interventiebureau echter binnen vijf werkdagen na de bovenbedoelde uiterste termijn, dan kan het opslagcontract worden gesloten, maar wordt het steunbedrag met 30 % verlaagd.

Het opslagcontract wordt gesloten binnen een termijn van ten hoogste 30 dagen te rekenen vanaf de datum van registratie van de aanvraag.

In het in lid 3 bedoelde geval wordt het opslagcontract gesloten binnen een termijn van ten hoogste 60 dagen te rekenen vanaf de datum van registratie van de aanvraag.

Artikel 11

1. De Lid-Staat vergewist zich ervan dat alle voorwaarden voor het recht op betaling van de steun in acht worden genomen.

2. De contractant geeft de met de controle op de maatregel belaste bevoegde instantie inzage van alle bescheiden die voor de produkten die zich in particuliere opslag bevinden, uitsluitsel geven over met name :

a) het erkenningsnummer ter identificatie van de fabriek en de Lid-Staat van vervaardiging ;

b) de datum van vervaardiging ;

c) de datum van inslag ;

d) het nummer van de partij ;

e) de aanwezigheid in het pakhuis ;

f) de datum van uitslag.

3. De contractant, of in voorkomend geval in diens plaats de pakhuisexploitant, voert voor elk contract een voorraadboekhouding, die in het pakhuis ter inzage ligt en die de volgende gegevens bevat :

(1) PB nr. L 62 van 7. 3. 1980, blz. 5.

a) identificatie, per partijnummer, van de produkten in particuliere opslag;

b) de datum van de inslag en van de uitslag;

c) de hoeveelheid boter of room, per partij;

d) de plaats waar de produkten in het pakhuis zijn opgeslagen.

4. De opgeslagen produkten moeten gemakkelijk identificeerbaar en gemakkelijk toegankelijk zijn en per contract uit elkaar kunnen worden gehouden.

5. De bevoegde instantie voert bij de inslag of in de loop van een periode van 21 dagen na de datum van registratie van de steunaanvraag controles uit om te waarborgen dat de opgeslagen produkten voor de steun in aanmerking komen. Deze controles bestaan met name uit de controle van het gewicht en de identificatie van de produkten alsmede de steekproefsgewijze controle van de aard ervan.

6. De met de controle belaste nationale autoriteit gaat over tot:

a) — hetzij verzegeling, bij de in lid 5 bedoelde controle, van alle produkten per contract, per partij of per kleinere hoeveelheid,

— hetzij een onaangekondigde steekproefsgewijze controle op de aanwezigheid van de produkten in het pakhuis. De getrokken steekproef moet representatief zijn en overeenkomen met ten minste 10 % van de totale contractuele hoeveelheid in het kader van een steunmaatregel voor particuliere osplag;

b) een steekproefsgewijze controle, bij de uitslag van de produkten, op het gewicht en de identificatie. Hiertoe waarschuwt de opslaghouder de bevoegde instantie ten minste vijf werkdagen vóór het begin van de uitslag onder vermelding van de partijen die zullen worden uitgeslagen. De Lid-Staat kan echter instemmen met een kortere waarschuwingstermijn.

7. Over de controles op grond van de leden 5 en 6 wordt een verslag opgesteld, waarin worden vermeld:

— de datum van de controle,

— de duur ervan,

— de verrichte controlewerkzaamheden.

Het controleverslag moet door de verantwoordelijke functionaris worden ondertekend.

8. Wanneer bij 5 % of meer van de hoeveelheden van de aan de controle onderworpen produkten onregelmatigheden worden geconstateerd, wordt een door de bevoegde instantie te bepalen grotere steekproef gehouden.

Artikel 12

1. De in artikel 6, lid 2, van Verordening (EEG) nr. 804/68 bedoelde steun voor particuliere opslag kan slechts worden toegekend als de duur van de opslag ten minste 90 dagen bedraagt. Het bedrag van de steun kan niet hoger zijn dan het bedrag dat overeenkomt met een opslagduur van 210 dagen.

2. De inslag mag slechts plaatsvinden tussen 15 april en 15 augustus van hetzelfde jaar. De uitslag mag slechts plaatsvinden vanaf 16 augustus van het jaar van inslag.

3. De steun voor de particuliere opslag kan slechts worden toegekend indien de opslagduur ten minste 90 dagen bedraagt. De produkten worden per hele partij of, indien de bevoegde instantie dat toestaat, per kleinere hoeveelheid uitgeslagen. In het in artikel 11, lid 6, onder a), eerste streepje, bedoelde geval kan de uitslag echter slechts een verzegelde hoeveelheid betreffen.

4. Elk jaar wordt voor de contracten voor particuliere opslag die in de loop van dat jaar ingaan, volgens de procedure van artikel 30 van Verordening (EEG) nr. 804/68 het in artikel 6, lid 2, van Verordening (EEG) nr. 804/68 bedoelde steunbedrag bepaald.

Indien de marktsituatie zulks vereist, kunnen het steunbedrag alsmede de perioden voor de in- en uitslag en de maximale opslagduur in de loop van het jaar voor de nog te sluiten contracten worden gewijzigd.

5. De steun wordt, op verzoek van de belanghebbende, uiterlijk binnen 120 dagen te rekenen vanaf de laatste dag van de contractuele opslag uitbetaald. Wanneer evenwel een administratief onderzoek naar het recht op de steun aan de gang is, vindt de betaling eerst plaats nadat het recht op de steun is erkend.

Na 60 dagen contractuele opslag kan, op verzoek van de belanghebbende, een enkel voorschot op de steun worden uitgekeerd, op voorwaarde dat de opslaghouder een zekerheid stelt die gelijk is aan het bedrag van het voorschot, vermeerderd met 10 %. Dit voorschot wordt berekend op basis van een opslagperiode van 120 dagen.

Artikel 13

1. Wanneer aan het einde van de eerste 60 dagen van de opslag de kwaliteitsvermindering van de boter of de room groter blijkt te zijn dan die welke onder normale omstandigheden het gevolg is van bewaring, kunnen de contractanten worden gemachtigd om, eenmaal per partij, op hun kosten de ondeugdelijke hoeveelheden te vervangen door een zelfde hoeveelheid boter of room als bedoeld in artikel 6, lid 2, van Verordening (EEG) nr. 804/68.

2. In het in lid 1 bedoelde geval is voor de berekening van de steun de eerste dag van de contractuele opslag de overeenkomstig artikel 10, lid 7, eerste alinea, in het contract vermelde eerste dag van de contractuele opslag.

Artikel 14

1. Voor boter mag de contractant, in afwijking van het bepaalde in artikel 12, lid 3, na het verstrijken van een contractuele opslagperiode van 60 dagen een of meer partijen waarvoor contracten zijn gesloten, of een kleinere

hoeveelheid indien de bevoegde instantie dat toestaat, uitslaan op voorwaarde dat de boter binnen 60 dagen volgende op de dag van uitslag in ongewijzigde staat of na verwerking tot butteroil :

— het douanegebied van de Gemeenschap heeft verlaten,

— op haar bestemming is aangekomen in de gevallen bedoeld in artikel 5, lid 1, van Verordening (EEG) nr. 3665/87 van de Commissie (1) of

— overeenkomstig het bepaalde in artikel 38 van Verordening (EEG) nr. 3665/87 in een erkend bevoorradingsentrepot is opgeslagen.

De contractant waarschuwt het interventiebureau ten minste vijf werkdagen vóór het begin van de uitslagwerkzaamheden en vermeldt daarbij de hoeveelheden die bestemd zijn voor uitvoer. De Lid-Staat kan echter instemmen met een kortere waarschuwingstermijn.

2. In het in lid 1 bedoelde geval :

a) wordt het bewijs van uitvoer geleverd zoals voor de restituties, overeenkomstig het bepaalde in Verordening (EEG) nr. 3665/87 ;

b) wordt de overeenkomstig artikel 12, lid 4, bepaalde steun berekend met inachtneming van de inkorting van de opslagduur ;

c) wordt, indien de in lid 1 bedoelde termijn van 60 dagen niet wordt nageleefd, het steunbedrag voor de betrokken hoeveelheid verminderd met 15 % en met een extra 5 % van het resterende gedeelte per dag waarmee de termijn van 60 dagen wordt overschreden ;

d) wordt, zodra het bewijs van uitvoer is geleverd overeenkomstig het bepaalde onder a), de in artikel 12, lid 5, tweede alinea, bedoelde zekerheid vrijgegeven na aftrek van een bedrag dat overeenkomt met de onder b) bedoelde vermindering van de steun.

Artikel 15

1. Steun voor de opslag van room kan slechts worden verleend voor gepasteuriseerde room met een vetgehalte van ten minste 35 % en ten hoogste 80 %.

De Lid-Staten kunnen echter toestaan dat de contractanten vrijwillig de verplichting aangaan om voor alle partijen van alle gedurende het gehele melkprijsjaar gesloten contracten een vooraf binnen de in de vorige alinea genoemde grenzen vastgesteld uniform minimumvetgehalte in acht te nemen.

2. Voor de berekening van de steun worden de hoeveelheden room omgerekend in boterequivalent, waarbij wordt uitgegaan van boter met een vetgehalte van 82 %, door de hoeveelheid vet in de room te vermenigvuldigen met 1,20.

3. Het in lid 1, eerste alinea, bedoelde vetgehalte wordt, voordat de room wordt bevroren, gecontroleerd door een door de bevoegde instantie erkend laboratorium.

4. In geval van toepassing van lid 1, tweede alinea, wordt de steun verleend op basis van het vooraf vastgestelde minimumvetgehalte.

In dit geval wordt door de Lid-Staten bij frequente en onverwachte inspecties het vetgehalte steekproefsgewijze gecontroleerd overeenkomstig lid 3.

Indien bij een dergelijke controle wordt geconstateerd dat het vetgehalte lager is dan het vooraf vastgestelde minimumvetgehalte, gelden de volgende bepalingen voor alle partijen die zijn ingeslagen sedert de laatste controle die geen aanleiding gaf tot opmerkingen :

a) Voor de betrokken partijen wordt geen steun betaald. Indien het geconstateerde vetgehalte evenwel minder dan 2 % lager is dan het vooraf vastgestelde minimumgehalte, wordt de steun betaald op grond van het geconstateerde vetgehalte na aftrek van een bedrag gelijk aan 10 %.

b) Lid 1, tweede alinea, is voor de betrokken contractant niet meer van toepassing tijdens het resterende gedeelte van de opslagperiode.

Artikel 16

Indien de via inschrijving overeenkomstig Verordening (EEG) nr. 1589/87 van de Commissie (2) vastgestelde maximumaankoopprijs, uitgedrukt in nationale valuta, die geldt op de eerste dag van de contractuele opslag,

a) hoger is dan die welke geldt op de laatste dag van de contractuele opslag, wordt de overeenkomstig artikel 12, lid 4, bepaalde steun verhoogd met een bedrag dat gelijk is aan het gedeelte van de verlaging van de maximumaankoopprijs boven 2 % van de op de eerste dag van de contractuele opslag geldende prijs ;

b) lager is dan die welke geldt op de laatste dag van de contractuele opslag, wordt de overeenkomstig artikel 12, lid 4, bepaalde steun verminderd met een bedrag dat gelijk is aan het gedeelte van de verhoging van de maximumaankoopprijs boven 2 % van de op de eerste dag van de contractuele opslag geldende prijs. Het bedrag waarmee de steun wordt verminderd, mag echter niet groter zijn dan het totale bedrag van de bedoelde steun.

(1) PB nr. L 351 van 14. 12. 1987, blz. 1.

(2) PB nr. L 146 van 6. 6. 1987, blz. 27.

Artikel 17

Verordening (EEG) nr. 685/69 wordt ingetrokken. Zij blijft evenwel van toepassing op de contracten inzake particuliere osplag die vóór de inwerkingtreding van deze verordening zijn gesloten.

Verwijzingen naar Verordening (EEG) nr. 685/69 dienen als verwijzingen naar deze verordening te worden opgevat.

Artikel 18

Deze verordening treedt in werking op de derde dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen.*

Zij is van toepassing met ingang van 1 maart 1995.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke Lid-Staat.

Gedaan te Brussel, 28 februari 1995.

Voor de Commissie

Franz FISCHLER

Lid van de Commissie

BIJLAGE I

EISEN AAN DE SAMENSTELLING, KWALITEITSKENMERKEN EN ANALYSEMETHODES

Boter is een vaste emulsie, voornamelijk van het water-in-olie type, met de volgende samenstelling en kwaliteitskenmerken :

Parameter	Gehalte, kwaliteitskenmerk	Referentiemethode
Vet	Min. 82 %	IDF-norm 80/1977
Water	Max. 16 %	IDF-norm 80/1977
Niet-vette vaste stoffen	Max 2 %	IDF-norm 80/1977
Vrije vetzuren (1)	Max 1,2 mmol/100 g vet	IDF-norm 6B/1989
Peroxidewaarde (1)	Max 0,3 mEq zuurstof/1 000 g vet	IDF-norm 74A/1991 Isolatie melkvet: volgens IDF-norm 6B/1989 (donker bewaren)
Coliforme organismen	Niet detecteerbaar in 1 g	IDF-norm 73A/1985
Niet-melkvet (1)	Niet detecteerbaar met triglyceridenanalyse	Bijlage III
Sterolverklikstoffen (2)	Niet detecteerbaar	Verordening (EG) nr. 86/94 van de Commissie (PB nr. L 17 van 20. 1. 1994, blz. 7)
Overige verklikstoffen (2)	Niet detecteerbaar	Door bevoegde autoriteit goedgekeurde methodes
Sensorische kenmerken	Minstens vier van de vijf punten voor uiterlijk, geur en consistentie	Bijlage IV
Waterdispersie	Minstens vier punten	IDF-norm 112A/1989

(1) De normen voor deze drie parameters worden een halfjaar na de bekendmaking in het Publikatieblad van toepassing. Op grond van de in de Lid-Staten verkregen en aan de Commissie voorgelegde gegevens zullen de normen zo nodig worden herzien.

(2) Bij de Verordeningen (EEG) nr. 3143/85, (EEG) nr. 570/88 en (EEG) nr. 429/90 toegestane verklikstoffen.

BIJLAGE II

NATIONALE KWALITEITSKLASSE

— „melkerijboter, extra kwaliteit; beurre de laiterie, qualité extra", wat Belgische boter betreft,

— „smør af første kvalitet", wat Deense boter betreft,

— „Markenbutter", wat Duitse boter betreft,

— „pasteurisé A", wat Franse boter betreft,

— „Irish creamery butter", wat Ierse boter betreft,

— een produkt dat uitsluitend is vervaardigd van room die een centrifuge- en pasteurisatiebehandeling heeft ondergaan, wat Italiaanse boter betreft,

— „Marque Rose" of „Beurre de première qualité", wat Luxemburgse boter betreft,

— „Extra kwaliteit", wat Nederlandse boter betreft,

— „Extra selected", wat boter uit Groot-Brittannië betreft, en „premium", wat boter uit Noord-Ierland betreft,

— een produkt dat uitsluitend is vervaardigd van room die een centrifuge- en pasteurisatiebehandeling heeft ondergaan, wat Griekse boter betreft,

— een produkt dat uitsluitend is vervaardigd van koemelk of room van koemelk die een pasteurisatiebehandeling heeft ondergaan, wat Spaanse boter betreft,

— een produkt dat uitsluitend is vervaardigd van koemelk of room van koemelk die een pasteurisatiebehandeling heeft ondergaan, wat Portugese boter betreft,

— „Teebutter", wat Oostenrijkse kwaliteitsboter betreft,

— „meijerivoi/mejerismör", wat Finse boter betreft,

— „svenskt smör", wat Zweedse boter betreft.

BIJLAGE III

REFERENTIEMETHODE VOOR DE DETECTIE VAN VREEMDE VETTEN IN MELKVET DOOR GASCHROMATOGRAFISCHE ANALYSE VAN TRIGLYCERIDEN — REVISIE 1

1. Doel en toepassingsgebied

Met deze norm wordt een methode vastgesteld voor de detectie van vreemde vetten, zowel plantaardige als dierlijke zoals rund- en varkensvet, in melkvet van melk en melkprodukten door analyse van triglyceriden door middel van gaschromatografie.

Aan de hand van gedefinieerde triglyceridenformules worden plantaardige en dierlijke vetten kwalitatief en kwantitatief in zuiver melkvet bepaald ongeacht de invloed van voedering of lactatie.

Opmerking 1: Hoewel het uitsluitend in melkvet voorkomende boterzuur (C4) een kwantitatieve schatting van geringe tot gemiddelde hoeveelheden melkvet in plantaardige vetten mogelijk maakt, kan kwalitatieve en kwantitatieve informatie nauwelijks worden verkregen bij toevoeging tot minstens 20 % (gewichtspercentage) vreemd vet aan zuiver melkvet wegens de grote variatie van C4 die ligt tussen ongeveer 3,5 en 4,5 %.

Opmerking 2: Kwantitatieve resultaten kunnen vrijwel uitsluitend worden verkregen door analyse van triglyceriden, omdat het sterolgehalte van de plantaardige vetten uiteenloopt als functie van de produktie en de behandeling.

2. Definitie

Vreemde vetten in melkvet: de in deze norm gedefinieerde vreemde vetten zijn alle plantaardige en dierlijke vetten behalve melkvet.

3. Principe van de methode

Na extractie van het melkvet wordt een stamoplossing bereid. Aan de hand van deze oplossing worden de triglyceriden (totale koolstofnummers) gaschromatografisch bepaald in gevulde kolommen. Door het gewichtspercentage van de vetmoleculen van verschillende grootte (C24 — C54 — alleen even nummers) in de triglyceridenformule in te voeren, worden de vreemde vetten hetzij kwalitatief gedetecteerd hetzij kwantitatief bepaald.

Opmerking: Wanneer de hier beschreven evaluatie in acht wordt genomen, kan van capillaire gaschromatografie gebruik worden gemaakt als gegarandeerd wordt dat vergelijkbare resultaten worden verkregen (1).

4. Reagentia

Er moeten chemicaliën van analysekwaliteit worden gebruikt.

4.1. Draaggas: stikstof, zuiverheidsgraad ≥ 99,996 %.

4.2. Standaardtriglyceriden (2), zowel verzadigde als cholesterol voor standaardisatie van een standaardmelkvet volgens paragraaf 6.5.4.

4.3. Methanol, watervrij.

4.4. *n*-hexaan.

4.5. *n*-heptaan.

4.6. Tolueen.

4.7. Dimethylchloorsilaanoplossing: 50 ml dimethylchloorsilaan wordt in 283 ml tolueen opgelost.

4.8. Verbrandingsgas: waterstof en synthetische lucht.

4.9. Stationaire fase, 3 % OV-1 op 125/150 µm (100/120 maaswijdte) GasChromQ (3).

4.10. 10 % cacaoboteroplossing.

(1) Er zijn al geschikte methodes beschreven; zie D. Precht en J. Molkentin: Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns, Chrompack News 4, 16-17 (1993).
(2) Er zijn geschikte produkten in de handel.
(3) Handelsnamen zoals Extrelut, Gas ChromQ, Chrompack, zijn voorbeelden van geschikte produkten die in speciaalzaken verkrijgbaar zijn. De bedoeling van deze informatie is de hantering van de norm door de gebruiker te vergemakkelijken en ze houdt geen requisitie van het produkt in. De aanduiding „grain" werd volgens BS 410 : 1988 „British Standard Specification for test sieves" in de SI-eenheid µm omgerekend.

5. **Instrumentarium**

Normale laboratoriumapparatuur, met name de volgende :

5.1. Gaschromatograaf geschikt voor hoge temperaturen van minsten 400 — 450 °C, uitgerust met een vlamionisatiedetector (VID) en constante massastroomregelaar voor het draaggas. Verbrandingsgas : 30 ml/min H_2, 270 ml/min synthetische lucht.

Gezien de sterke draaggasstroom moet de vlam bijzonder breed zijn.

Opmerking : Gezien de hoge temperaturen die tijdens de triglyceridenanalyses optreden, moeten de glazen geleidebuisjes in de VID of in het injectorsysteem vaak worden gereinigd.

De gaschromatograaf moet zijn voorzien van septa die tegen hoge temperaturen bestand zijn, vaak kunnen worden gebruikt en over het algemeen een geringe „lekkage" vertonen.

Opmerking : Chromblue ™-septa (Chrompack) zijn geschikt.

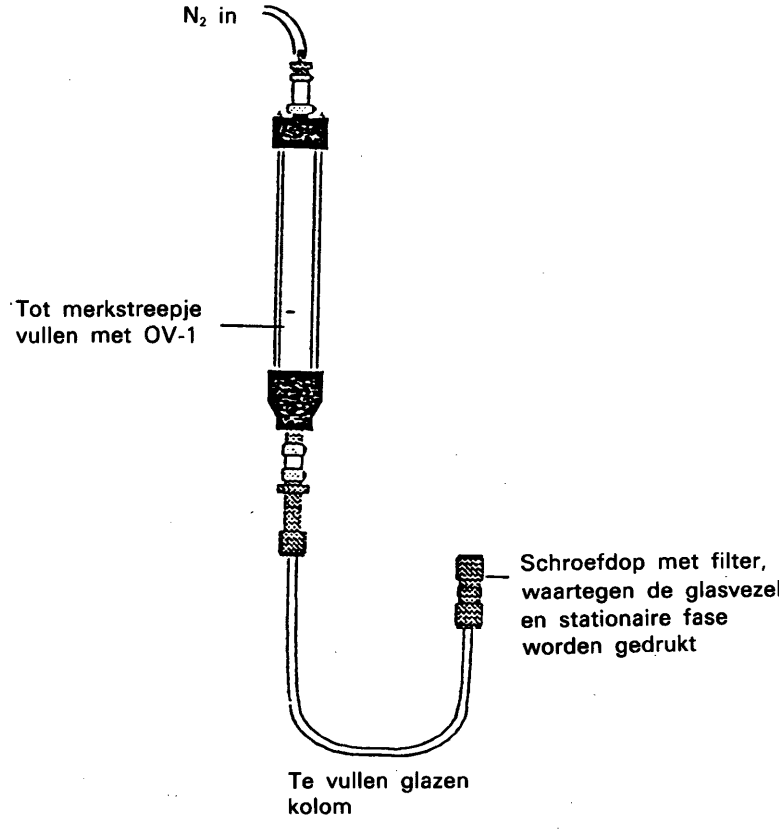
De septa moeten op gezette tijden worden vervangen, bij voorbeeld na ruwweg 100 injecties of zodra de resolutie achteruitgaat (zie figuur 4).

5.2. Chromatografiekolom

U-vormige glazen kolom (invoerdiameter 2 mm, 50 cm lang), die eerst volgens paragraaf 6,1 wordt gesilaneerd met dimethylchloorsilaan teneinde het glasoppervlak te inactiveren.

Opmerking : Iets langere gevulde kolommen (80 — 200 cm lang) zijn ook bruikbaar. Hiermede kan een iets betere reproduceerbaarheid van de resultaten worden bereikt. De stationaire fase vertoont daarentegen na gebruik van enkele maal breuken, die op hun beurt tot slechtere kwantitatieve resultaten aanleiding kunnen geven. Verder gaat de VID-vlam gemakkelijk uit als gevolg van de bijzonder sterke gasstroom van 75 — 85 ml/min die nodig is.

5.3. Opstelling voor het vullen van de kolom (zie figuur 1)



Figuur 1 : Vullen van de kolom

5.3.1. Plastic kolom voorzien van twee schroefdoppen en een merkstreepje tot waar de benodigde hoeveelheid stationaire fase kan worden gevuld.

5.3.2. Fijne zeef (maaswijdte ongeveer 100 µm) met schroefdop, geschikt voor afsluiting van de glazen kolom volgens figuur 1.

5.3.3. Geïnactiveerde, gesilaneerde glaswol,

5.3.4. Vibrator voor gelijkmatige verdeling van de stationaire fase tijdens het vullen.

5.4. 1 tot 3 ml Extrelut-kolom (1) met silicagel. Deze kolom kan als alternatief voor de extractie worden gebruikt om melkvet te verkrijgen.

5.5. Grafietpakking 6,4 mm (1/4") met een boring van 6 mm.

5.6. Inrichting voor het silaneren van het glasoppervlak van de kolom volgens paragraaf 6.1.

5.6.1. Woulff-fles.

5.6.2. Waterzuigpomp.

5.7. Waterbad, instelbaar op (50 ± 2) °C.

5.8. Droogkast, instelbaar op (50 ± 2) °C en (100 ± 2) °C.

5.9. µl-pipet.

5.10. 5 ml-pipet met schaalindeling voor het doseren van 1,5 ml methanol.

5.11. 50 ml-rondbodemkolf.

5.12. Erlenmeyerkolf, nominaal volume 50 ml.

5.13. Trechter.

5.14. Filter met fijne poriën.

5.15. Rotatieverdamper.

5.16. Ampullen, nominaal volume 1 ml, afsluitbaar met aluminiumdop, met een septum in het inwendige.

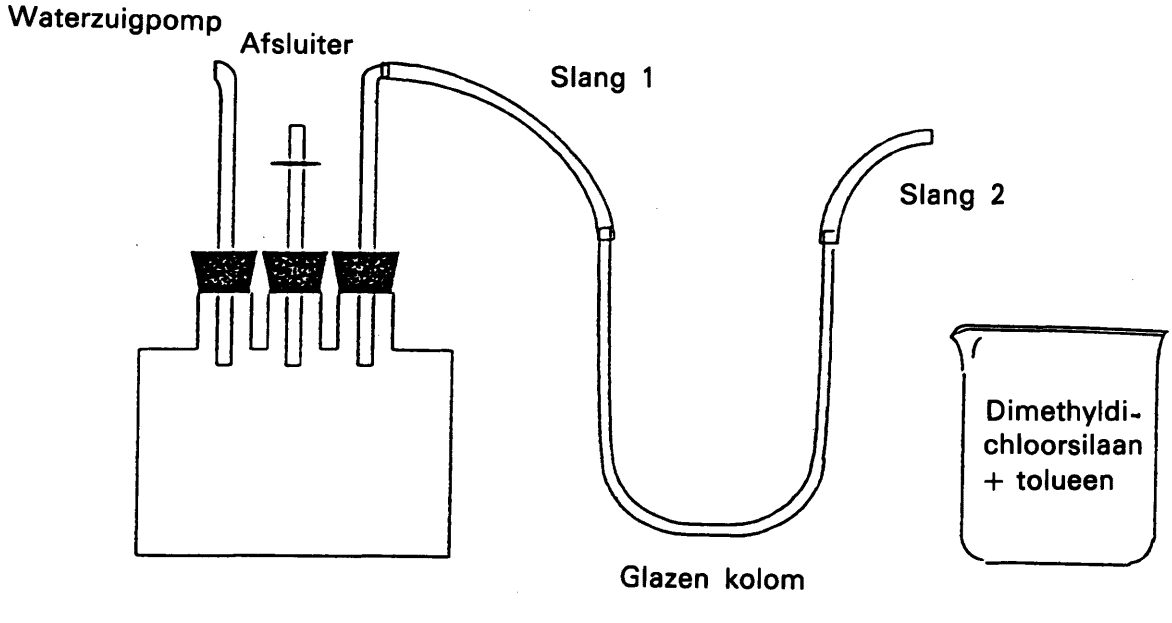
5.17. Injectiespuit; de zuiger van de gebruikte spuit mag niet tot in de naaldpunt reiken.

Opmerking: Met zulke spuiten is een betere reproduceerbaarheid van de te behalen resultaten mogelijk.

Teneinde achteruitgang van het septum te voorkomen, dient de naaldpunt op gezette tijden te worden gecontroleerd (b.v. met een stereomicroscoop).

6. Procedure

6.1. Klaarmaken van de kolom (silaneren). Na aansluiting van de Woulff-fles, als aangegeven in figuur 2, op de waterzuigpomp, wordt slang 2 in de oplossing volgens paragraaf 4.7 gehangen. Door de afsluiter te sluiten, wordt de kolom gevuld; daarna worden de beide slangen verwijderd.



Figuur 2: Opstelling voor silaneren

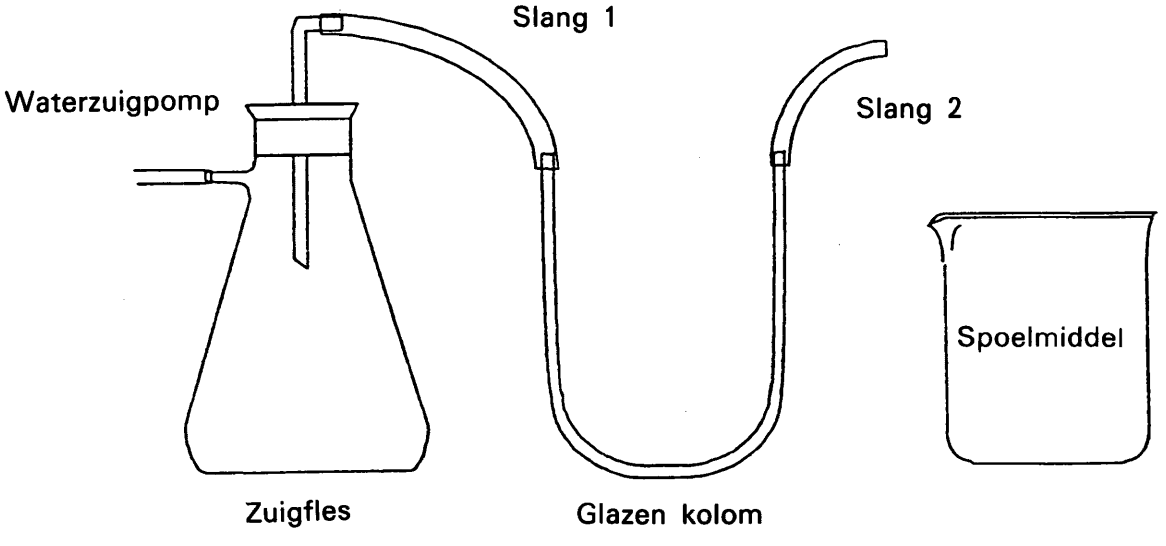
(1) Zie voetnoot 3 van blz. 11.

De kolom wordt op een statief bevestigd en met behulp van een pipet geheel met de dimethyldichloorsilaanoplossing gevuld.

Na 20 — 30 min. wordt de Woulff/fles door een zuigfles vervangen en de kolom geleegd door haar op de waterzuigpomp aan te sluiten (zie figuur 3).

6.2. Vullen van de kolom

Dit wordt gevolgd door het achtereenvolgens spoelen met 75 ml tolueen en 50 ml methanol ; daarna wordt de geleegde kolom in de drogkast gedurende ongeveer 30 min. bij 100 °C gedroogd.



Figuur 3 : Opstelling voor spoelen

Voor het vullen van de kolom wordt de opstelling als in figuur 1 weergegeven, aangehouden. De stationaire fase volgens paragraaf 4.9 wordt in de plastic kolom tot aan het merkstreepje afgevuld. Het ondereinde van de te vullen glazen kolom wordt afgesloten met een ongeveer 1 cm lange prop glaswol, die van tevoren is gesilaneerd en met een stalen staaf wordt aangedrukt. Het uiteinde van de kolom wordt dan met de zeef volgens paragraaf 5.3.2 gesloten.

De kolom wordt onder druk (3 bar, met N_2) met de stationaire fase gevuld. Om een gelijkmatige, continue en stevige vulling te verkrijgen, wordt tijdens het vullen een vibrator in de glanzen kolom op en neer bewogen.

Na het vullen wordt een stevige prop gesilaneerde glaswol in het andere uiteinde van de gevulde kolom geduwd, de uitstekende einden worden weggesneden en de prop wordt met een spatel een paar millimeter in de kolom geduwd.

6.3. Bereiding van de monsters

Ter bereiding van de monsters wordt een van de drie onderstaande methodes gebruikt :

6.3.1. Isolering van het melkvet uit boter

5 — 10 g boter wordt bij 50 °C in een geschikt bakje in een waterbad volgends paragraaf 5.7 gesmolten.

Een erlenmeyerkolf van 50 ml en een trechter met daarin een filter volgens paragraaf 5.14 worden in de droogkast tot 50 °C verwarmd. De vetlaag van het gesmolten-botermonster wordt met behulp van het voorverwarmde toestel gefilterd.

Een dergelijk melkvet is vrijwel vrij van fosfolipiden.

6.3.2. Extractie van de vetfractie volgens de methode Röse-Gottlieb.

Extractie vindt plaats volgens IDF-norm 1C : 1987, 16C : 1987, 116A : 1987 of 22 B : 1987. Met zo'n melkvet maken de fosfolipiden het mogelijk een cholesterolpiek te verkrijgen die met ongeveer 0,1 % verhoogd is.

Het triglyceridenspectrum dat op 100 gestandaardiseerd is met het cholesterol wordt daardoor niet noemenswaardig beïnvloed.

6.3.3. Extractie van melk met behulp van silicagelkolommen

0,7 ml van een tot 20 °C getemperd melkmonster wordt met een µl pipet volgens paragraaf 5.4 op een 1-3 ml Extrelut-kolom gebracht ; laat het zich gedurende ongeveer 5 min. gelijkmatig over de silicagel verdelen.

Voor denaturering van de eiwit-lipidecomplexen wordt 1,5 ml methanol met een pipet toegevoegd. Vervolgens wordt het monster met 20 ml *n*-hexaan geëxtraheerd. Het *n*-hexaan wordt langzaam in kleine hoeveelheden toegevoegd en het oplosmiddel wordt opgevangen in een rondbodemkolf van 50 ml die tot een constant, bekend gewicht was gedroogd.

Laat de kolom na extractie geheel leeglopen

De oplosmiddelen worden van het eluaat afgedestilleerd op een rotatieverdamper bij een waterbadtemperatuur tussen 40 en 50 °C.

De fles wordt gedroogd en de vetopbrengst wordt door weging vastgesteld.

Opmerking : Vetextracties volgens Gerber, Weibull-Berntrop, Schmid-Bondzynski-Ratzlaff of isolering van melkvet met behulp van detergentia (BDI-methode) zijn voor analyse van triglyceriden niet geschikt, omdat bij deze methodes min of meer grote hoeveelheden partiële glyceriden of fosfolipiden in de vetfase kunnen overgaan.

6.4. Bereiding van de monsteroplossing

Voor gaschromatografie wordt een 5 %-ige oplossing van het vet in *n*-heptaan verkregen volgens paragraaf 6.3 gebruikt. Ter bereiding van deze monsteroplossing worden overeenkomstige hoeveelheden van het volgens de paragrafen 6.3.1 en 6.3.2 verkregen monstermateriaal gewogen en in overeenkomstige hoeveelheden *n*-heptaan opgelost.

Met het monsterpreparaat volgens paragraaf 6.3.3 wordt de hoeveelheid aan het monstermateriaal in de fles toe te voegen *n*-heptaan berekend door middel van weging en de rest wordt erin opgelost.

Ongeveer 1 ml van de monsteroplossing wordt in een ampul volgens paragraaf 5.16 afgevuld.

6.5. Chromatografische bepaling van triglyceriden

Bij de hoge temperaturen tot 350 °C voor de eluering van de triglyceriden C52-C56 met lange ketens treedt gemakkelijk een verhoging van de basislijn op, vooral als de kolommen in het begin niet behoorlijk zijn geconditioneerd. Deze stijging van de basislijn bij hoge temperaturen kan geheel worden vermeden door twee kolommen te combineren of door aftrekken van de basislijn.

Bij de compensatoire modus of het gebruik van enkele kolommen alsook voor de glazen geleidebuisjes in de injector en in de detector moeten de grafietpakkingen volgens paragraaf 5.5 worden gebruikt.

6.5.1. Correctie van de basislijn

Ter voorkoming van verhoging van de basislijn kan een van deze vier methodes worden gebruikt :

6.5.1.1. Combinatie van kolommen

Er worden in de compensatoire modus twee gevulde kolommen gebruikt.

6.5.1.2. Correctie van de basislijn door de gaschromatograaf

Door de gaschromatograaf in werking te stellen zonder injectie van een vetoplossing gevolgd door aftrekken van de opgeslagen basislijn kan verhoging van de basislijn worden voorkomen.

6.5.1.3. Correctie van de basislijn door integratieprogrammatuur

Door toepassing van een reeks met het integratiesysteem zonder injectie van een vetoplossing gevolgd door aftrekken van de opgeslagen basislijn kan verhoging van de basislijn worden voorkomen.

6.5.1.4. Correctie van de basislijn door goede conditionering

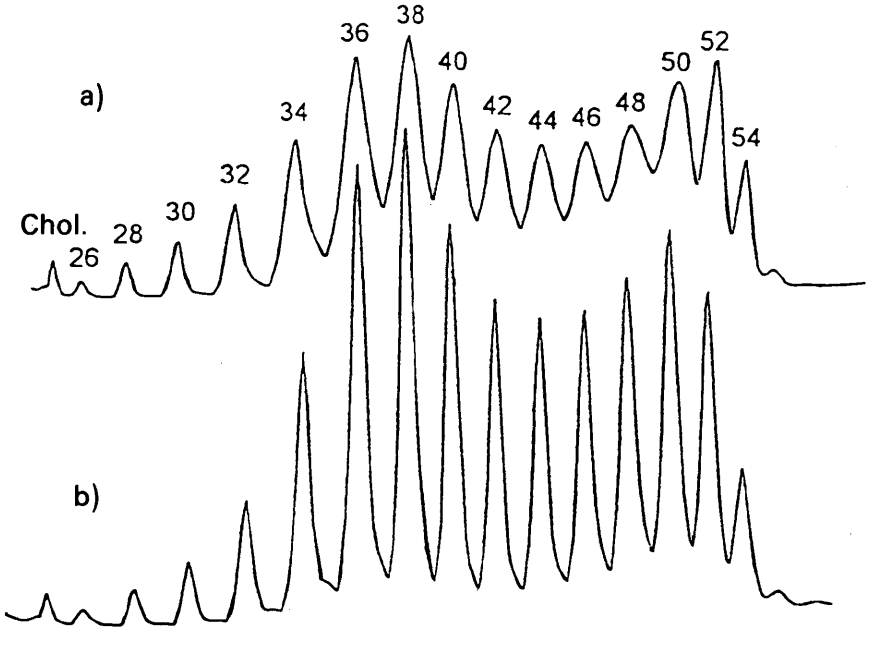
Door een goede initiële conditionering van de kolom en ongeveer 20 injecties met melkvetoplossingen is de basislijnverhoging bij hoge temperaturen dikwijls zo gering dat basislijncorrecties niet nodig zijn.

6.5.2. Injectietechniek

Ter vermijding van discriminatie-effecten wordt de „hete injectie"-techniek toegepast om met de triglyceridecomponenten met een hoog kookpunt betere kwantitatieve resultaten te verkrijgen. Hierbij wordt de vetoplossing in de spuit opgezogen en wordt de koude naald van de spuit vóór injectie ongeveer drie seconden in de injectorkop verwarmd. Daarna wordt de inhoud van de spuit snel geïnjecteerd.

Opmerking: Met deze injectietechniek wordt het risico van fractioneringsverschijnselen binnen de spuit of het injectieblok verkleind. Er wordt geen gebruik gemaakt van rechtstreekse injectie in het bovenste, verwarmde uiteinde van de kolom, omdat de fragmenten van het septum, die zich daar ophopen, alsmede verontreinigende stoffen met de gebruikte techniek gemakkelijk kunnen worden verwijderd door een injectorgeleidebuisje regelmatig te vervangen zonder te kolom te demonteren.

Verbuiging van de naaldpunt ten gevolge van contact met de bodem van de monsterbeker (zelfs als zulks nauwelijks met het oog waarneembaar is) moet absoluut worden vermeden teneinde het septum niet te beschadigen.



a) Slechte resolutie door een beschadigd septum.

b) Goede resolutie.

Figuur 4: Triglyceridenchromatogram van een melkvetmonster

6.5.3. Conditionering van een gevulde kolom

Tijdens stadium a) tot c) wordt de bovenzijde van de kolom niet met de detector verbonden om verontreiniging te voorkomen.

De volgens paragraaf 6.2. gevulde kolommen worden als volgt geconditioneerd:

a) 15 min 40 ml/min N_2-stroom bij 50 °C,

b) verhitting met 1 K/min tot 355 °C bij ml N_2/min,

c) 12-15 h op 355 °C houden,

d) twee injecties à 1 µl van de cacaoboteroplossing volgens paragraaf 4.10 en het desbetreffende temperatuurprogramma,

e) 20 injecties à 0,5 µl van een melkvetoplossing gedurende twee tot drie dagen volgens paragraaf 6.4.

Opmerking : Cacaoboter bestaat bijna volledig uit C50 — tot C56-triglyceriden met een hoog kookpunt. Het doel van injectie met cacaoboter is speciale conditionering in deze reeks met lange ketens. Met de triglyceriden C50 tot C54 met een hoog kookpunt kunnen zich gedeeltelijk responsfactoren tot ongeveer 1,20 voordoen. Normaliter valt met herhaalde injecties van een melkvetoplossing een vermindering van de aanvankelijk hoge responsfactoren voor C50 tot C54 te verwachten. De factoren benaderen 1 met triglyceriden met een laag acyl-c-getal.

Er worden respectievelijk drie paar van de volgens paragraaf 6.2 gevulde kolommen klaargemaakt. De geconditioneerde paren worden respectievelijk gecontroleerd door bij wijze van routine een melkvetanalyse uit te voeren.

Het paar met de beste kwantitatieve resultaten (responsfactoren bijna 1) wordt gebruikt voor het volgende. Bij responsfactoren > 1,20 wordt de kolom niet gebruikt.

6.5.4. IJking

Voor ijking dienen de responsfactoren van de overeenkomstige triglyceriden evenals van het cholesterol van een melkvet (gestandaardiseerd vet) te worden bepaald met behulp van de gestandaardiseerde triglyceriden (ten minste de verzadigde triglyceriden C24, C30, C36, C42, C48 en C54 alsmede cholesterol ; nog beter ook C50 en C52). Tussenliggende reponsfactoren kunnen door wiskundige interpolatie worden gevonden.

Met het gestandaardiseerde vet moeten dagelijks twee tot drie ijkingen worden verricht. Als vrijwel identieke resultaten worden verkregen, zullen met de analyse van triglyceriden in de monsters goed reproduceerbare kwantitatieve resultaten worden behaald.

Het gestandaardiseerde melkvet heeft bij een bewaartemperatuur van maximaal − 18 °C een houdbaarheid van verscheidene maanden en kan derhalve als norm worden gehanteerd.

6.5.5. Temperatuurprogramma, draaggas en andere voorwaarden voor analyse van triglyceriden

Temperatuurprogramma : aanvankelijke kolomtemperatuur 210 °C, 1 min. aanhouden, daarna op 6 °C/min. tot 350 °C programmeren en 5 min. op de eindtemperatuur houden.

Temperatuur van detector en injector : respectievelijk 370 °C.

Opmerking : Detector-, injector- en oventemperaturen (aanvankelijke temperatuur) moeten op een constant niveau worden gehouden (ook 's nachts, tijdens weekeinden en vakanties).

Draaggas : stikstof, stroomsnelheid 40 ml/min.

Opmerking : Als kolommen van 80 cm worden gebruikt, moet de stroomsnelheid minstens 75 ml/min N_2 bedragen. De draaggasstroom moet constant worden gehouden (ook 's nachts alsmede tijdens weekeinden en vakanties). De juiste draaggasstroom moet zodanig worden gereguleerd dat C54, ongeacht de kolomlengte, bij 341 °C wordt geëlueerd.

Duur der analyse : 29,3 min.

Injectievolume : 0,5 µl.

Opmerking : De spuit moet na injectie verscheidene malen met zuiver heptaan worden gespoeld.

VID-omstandigheden : volgens paragraaf 5.1.

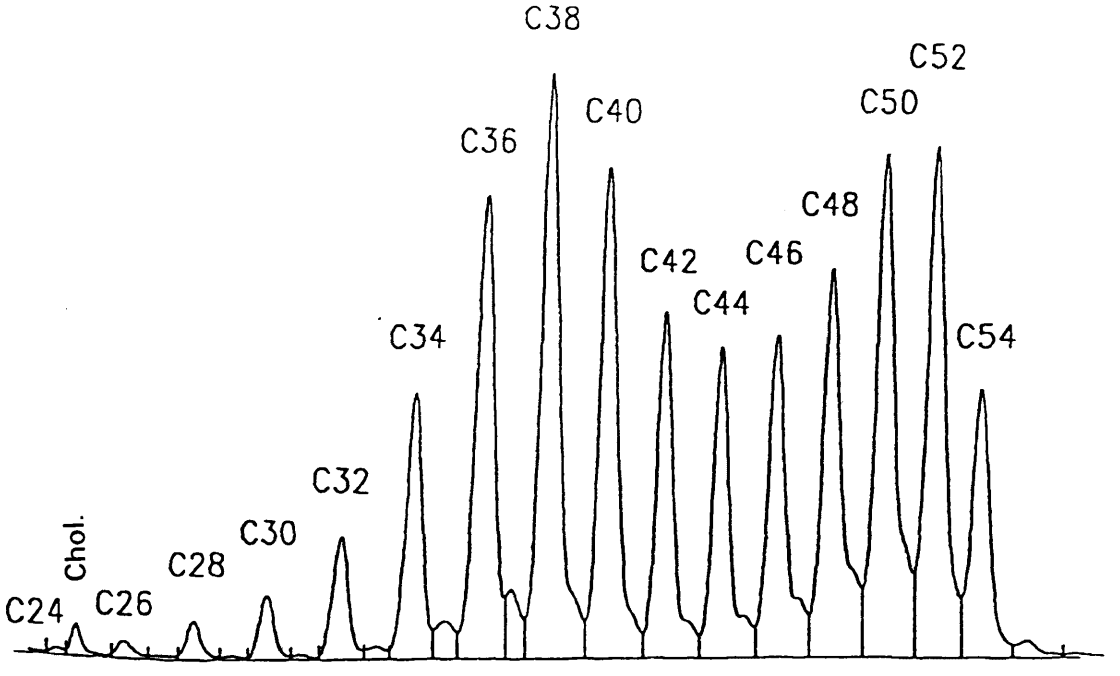
Opmerking : De vlamionisatiedetector wordt respectievelijk aan het begin van elke werkdag aangestoken.

7. Integratie, evaluatie en beheersing van de meetomstandigheden

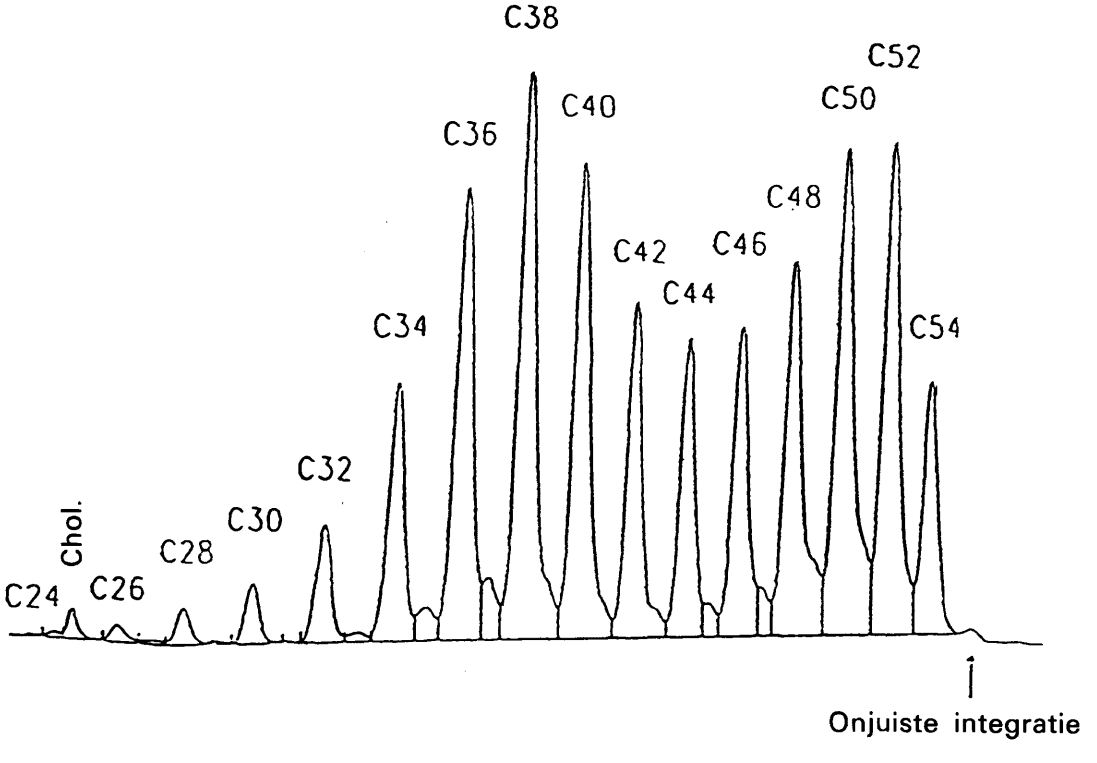
Triglyceriden met een oneven acyl-c-getal (2n + 1) worden met de voorgaande triglyceriden met even nummers (2n) gecombineerd. De minder reproduceerbare lage gehalten van C56 worden buiten beschouwing gelaten. De resterende triglyceriden (pieken) in het chromatogram, met inbegrip van cholesterol (piek dichtbij C24), worden met de respectieve responsfactoren van het standaardvet vermenigvuldigd (laatste ijking) en samen op 100 genormaliseerd. Behalve vrij cholesterol worden zodoende de triglyceriden C24, C26, C28, C30, C32, C34, C36, C38, C40, C42, C44, C46, C48, C50, C52 en C54 geëvalueerd. De resultaten worden uitgedrukt in gewichtspercenten (g/100 g).

De evaluatie van de chromatogrampieken moet met een integrator worden uitgevoerd, waarmee de basislijn kan worden uitgezet. Herintegratie met geoptimaliseerde integratieparameters dient mogelijk te zijn.

Figuur 5 en figuur 6 laten twee voorbeelden van triglyceridenchromatogrammen zien. Figuur 5 toont een chromatogram dat goed te evalueren is, terwijl figuur 6 een sporadische fout in de reeks C50 tot C54 laat zien, waarbij de basislijn in vergelijking met figuur 5 onjuist verloopt. Dergelijke fouten kunnen met een hoge mate van zekerheid worden ontdekt en alleen worden vermeden door gebruikmaking van een integrator waarmee de basislijn wordt uitgezet.



Figuur 5 : Gemakkelijk te evalueren triglyceridenchromatogram van een melkvet met ingetekende basislijn



Figuur 6 : Foutief geïntegreerd chromatogram van melkvet

Ter beheersing van de meetomstandigheden geeft tabel 1 de gemiddelde waarden en standaarddeviaties (SD) van een typerend wintermelkvet voor de verschillende triglyceriden afkomstig van 19 analyses van hetzelfde vet :

Tabel 1 : Triglyceridensamenstelling van een melkvet
Gemiddelde waarden en SD van 19 analyses

(in g/100 g)

Triglyceriden	Gemiddelde	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

Indien de SD's in vergelijking met de waarden in tabel 1 een grotere afwijking vertonen, zijn de chromatogrammen niet acceptabel meer en moeten de septa of moet de gasstroom worden gecontroleerd. Voorts kunnen bestanddeeltjes van het septum een neerslag op de glaswol bij het begin van de kolom hebben gevormd of kan de kolom ongeschikt voor gebruik zijn geworden wegens veroudering, temperatuurinvloeden enz. (zie figuur 3).

8. **Kwalitatieve detectie van vreemd vet**

Voor de detectie van vreemde vetten zijn triglyceridenformules (tabel 2) met grenzen S (tabel 3) ontwikkeld, waarin de S-waarden van zuivere melkvetten kunnen schommelen. Als die grenzen worden overschreden, kan worden aangenomen dat er een vreemd vet aanwezig is.

De gevoeligste formule voor de detectie van toegevoegd varkensvet is bij voorbeeld :

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

Opmerking : Aan de hand van 755 verschillende melkvetmonsters werd voor monsters van zuiver melkvet een 99 % betrouwbaarheid van S = 98,05 – 101,95 vastgesteld met een standaarddeviatie voor alle S-waarden SD = 0,39897.

Uitgaande van de triglyceridensamenstelling van een onbekend vetmonster maakt zo'n formule het zonder inschakeling van een computer mogelijk op eenvoudige wijze na te gaan of de som van de hier met de overeenkomstige factoren vermelde triglyceridengehalten buiten de spreiding van 98,05 – 101,95 valt en dan heeft men hoogst waarschijnlijk met toevoeging van een vreemd vet te maken.

Voor de detectie van verschillende vreemde vetten geeft tabel 2 verschillende triglyceridenformules. Ter detectie van de vreemde vetten sojaolie, zonnebloemolie, olijfolie, koolzaadolie, lijnzaadolie, tarwekiemolie, maïskiemolie, katoenzaadolie en gehydrogeneerde visolie, voor de plantaardige vetten kokosvet en palmpitvet alsmede voor palmolie en rundvet kan respectievelijk een gemeenschappelijke formule worden gebruikt.

Aangezien de triglyceridensamenstelling van de vreemde vetten ook aan schommelingen onderhevig is, werden niet minder dan vier verschillende, experimenteel gemeten gegevens van triglyceriden in vreemde vetten van hetzelfde type gebruikt. (Voor dezelfde typen vreemd vet is respectievelijk de minst gunstige grens in aanmerking genomen (zie tabel 4).

Met de volgende „totale formule" kunnen even goede resultaten worden bereikt voor alle vreemde vetten :

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

Berekeningen ter detectie van een willekeurige combinatie van vreemde vetten in melkvet hebben bij voorbeeld uitgewezen dat, hoewel volgens de in tabel 2 gegeven formule voor varkensvet de grens voor dat vreemde vet laag is, namelijk 2,7 %, andere vetten, zoals kokosvet, palmolie en palmpitvet, met detectiegrenzen van respectievelijk 26,8 12,5 en 19,3 %, met deze formule slechts kunnen worden gedetecteerd als ze in bijzonder grote hoeveelheden aan melkvet zijn toegevoegd. Dit geldt ook voor andere formules in tabel 2.

Tabel 2 : Triglyceridenformules ter detectie van verschillende vreemde vetten in melkvet met opgave van de standaarddeviaties SD voor S

Formule voor soja-, zonnebloem-, olijf-, koolzaad-, lijnzaad-, tarwekiem-, maïskiem-, katoenzaad- en visolie
$2{,}0983 \cdot C30 + 0{,}7288 \cdot C34 + 0{,}6927 \cdot C36 + 0{,}6353 \cdot C38 + 3{,}7452 \cdot C40 - 1{,}2929 \cdot C42 + 1{,}3544 \cdot C44 + 1{,}7013 \cdot C46 + 2{,}5283 \cdot C50 = S$; SD = 0,38157
Formule voor kokos- en palmpitvet
$3{,}7453 \cdot C32 + 1{,}1134 \cdot C36 + 1{,}3648 \cdot C38 + 2{,}1544 \cdot C42 + 0{,}4273 \cdot C44 + 0{,}5809 \cdot C46 + 1{,}2926 \cdot C48 + 1{,}0306 \cdot C50 + 0{,}9953 \cdot C52 + 1{,}2396 \cdot C54 = S$; SD = 0,11323
Formule voor palmolie en rundvet
$3{,}6644 \cdot C28 + 5{,}2297 \cdot C30 + 12{,}5073 \cdot C32 + 4{,}4285 \cdot C34 - 0{,}2010 \cdot C36 + 1{,}2791 \cdot C38 + 6{,}7433 \cdot C40 - 4{,}2714 \cdot C42 + 6{,}3739 \cdot C46 = S$; SD = 0,81094
Formule voor varkensvet
$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C54 = S$; SD = 0,39897

Ter controle van een onbekend vetmonster moeten derhalve alle in tabel 2 gegeven formules en de totale formule (2) worden gebruikt, als waarschijnlijk is dat het monster een mengsel van melkvet en een van de 14 verschillende vreemde vetten is of een combinatie van die vreemde vetten. Als door invoering van de triglyceriden van een te analyseren vetmonster een S-waarde wordt verkregen die buiten de spreiding van tabel 3 van slechts een van de vijf formules valt, dan is het monster hoogst waarschijnlijk een gemodificeerd melkvet. Detectie van een vreemd vet in melkvet door middel van een van de vier formules in tabel 2 laat geen conclusies toe met betrekking tot het type bijgemengde vreemde vet.

Tabel 3 : S-grenzen voor melkvetten

Formule ter detectie van	S-spreiding
Soja-, zonnebloem-, olijf-, koolzaad-, lijnzaad-, tarwekiem-, maïskiem-, katoenzaad- en visolie	98,05 — 101,95
kokos- en palmpitvet	99,42 — 100,58
palmolie en rundvet	95,90 — 104,10
varkensvet	97,96 — 102,04
totale formule	95,68 — 104,32

In tabel 4 worden de detectiegrenzen voor de verschillende vreemde vetten gegeven met een betrouwbaarheid van 99 %. In de eerste kolom staan de minimale detectiegrenzen voor de beste melkvetformules in tabel 2. In de tweede kolom staan de detectiegrenzen voor de totale formule. Hoewel de grenzen enigszings hoger liggen, is alleen deze formule nodig om iets grotere hoeveelheden vreemde vetten op te sporen. Met alle formules kunnen eveneens combinaties van de verschillende vreemde vetten worden opgespoord. De variatiebreedte van de triglyceriden van verschillende vreemde vetten van een bepaald type heeft op de detectiegrenzen geen belangrijke invloed.

Tabel 4 : 99 % detectiegrenzen door toevoeging van vreemd vet aan melkvet in %

	Afzonderlijke formule	Totale formule
Sojaolie	2,1	4,4
Zonnebloemolie	2,3	4,8
Olijfolie	2,4	4,7
Kokosvet	3,5	4,3
Palmolie	4,4	4,7
Palmpitvet	4,6	5,9
Koolzaadolie	2,0	4,4
Lijnzaadolie	2,0	4,0
Tarwekiemolie	2,7	6,4
Maïskiemolie	2,2	4,5
Katoenzaadolie	3,3	4,4
Varkensvet	2,7	4,7
Rundvet	5,2	5,4
Gehydrogeneerde visolie	5,4	6,1

Opmerking : De S-spreidingsbreedten worden zodanig berekend dat de aanwezigheid van een vreemd vet slechts wordt aangenomen als de grenzen van de afzonderlijke formules worden overschreden (zie tabel 4).

9. **Kwantitatieve bepaling van vreemd vet**

Teneinde kwantitatieve informatie over de concentratie aan vreemd vet in een melkvet te verkrijgen, wordt de volgende formule gebruikt :

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

waarin X de hoeveelheid onbekend vreemd vet of bijmenging van vreemd vet in een onbekend melkvet voorstelt. S is het gevolg van de toevoeging van een onbekend vreemd vet door invoering van de triglyceriden van het vreemde vet/melkvetmengsel in bovenstaande totale triglyceridenformule. Als aan melkvet een onbekend vet wordt toegevoegd, wordt voor S_F de gemiddelde S-waarde van de verschillende vreemde vetten voor de totale formule gekozen ; deze gemiddelde S-waarde wordt verkregen door de triglyceridengegevens van de zuivere vreemde vetten in die formule in te voeren en door een gemiddelde waarde te berekenen (S_F = 7,46). Er worden ook goede kwantitatieve resultaten met betrekking tot eventueel toegevoegde vreemde vetten verkregen door gebruik te maken van de palmolie/rundvetformule (tabel 2) en een gemiddelde S_F-waarde van 10,57.

In geval van bekende typen vreemde vetten moeten de volgende S_F-waarden in bovenstaande formule worden ingevoerd en moet de desbetreffende vreemd-vetformule uit tabel 2 worden gekozen :

Tabel 5 : S_F-waarden van diverse vreemde vetten

Vreemd vet	S_F
Sojaolie	8,18
Zonnebloemolie	9,43
Olijfolie	12,75
Kokosvet	118,13
Palmolie	7,55
Palmpitolie	112,32
Koolzaadolie	3,30
Lijnzaadolie	4,44
Tarwekiemolie	27,45
Maïskiemolie	9,29
Katoenzaadolie	41,18
Varkensvet	177,55
Rundvet	17,56
Visolie	64,12

10. **Toepassing van de detectiemethode**

De beschreven methode geldt voor losse melk en berust op de representativiteit van de melkvetmonsters.

Een uiterst specifieke detectie zou mogelijk zijn als voor een representatief aantal melkvetten formules zoals boven beschreven voor verschillende landen zouden worden opgesteld.

Er zouden bijzonder geschikte detectiemogelijkheden kunnen worden gecreëerd als in de verschillende landen formules, zoals hier beschreven, zouden worden opgesteld voor een representatief aantal melkvetten. In dat geval is het gebruik van ingewikkelde computerprogramma's niet nodig, indien de in tabel 2 gehanteerde triglyceridencombinaties worden gebruikt en de factoren opnieuw worden bepaald door middel van de methode der kleinste kwadraten.

Door toepassing van de in tabel 3 weergegeven S-spreidingsbreedten zijn de formules, onder bijzondere voederingsomstandigheden, zoals ondervoeding of het voeren van koeien met voedergist of Ca-zepen, in het algemeen geldig. Alleen in geval van extreme voederingsomstandigheden (b.v. hoge opname van zuivere voederoliën, flinke toediening van Ca-zepen in combinatie met voedervet enz.) wijzen de formules gedeeltelijk op een gemodificeerd melkvet.

Opmerking: Gefractioneerde melkvetten worden over het algemeen als ongemodificeerd melkvet herkend, als een modificatie alleen wanneer de grenzen worden overschreden, wordt aangenomen. Slechts bij gefractioneerde melkvetten met een ongewone melkvetsamenstelling, zoals bij voorbeeld het geval is met een harde fractie, die verkregen is door fractionering met fysische methodes bij hoge temperaturen van ongeveer 30 °C met een lage opbrengst van enkele procenten of door fractionering met overkritisch CO_2, wijzen de formules op een modificatie.

Melkvetfractionering kan echter met andere procedures, bij voorbeeld differentiële-scanningcalorimetrie, worden gedetecteerd.

11. **Nauwkeurigheid van de methode**

Wordt bepaald met melkvet aan de hand van de formules uit tabel 2 en de S-spreidingsbreedten in tabel 3.

11.1. Herhaalbaarheid

Het verschil van de S-waarden van twee door één persoon binnen de kortst mogelijke tijd uitgevoerde bepalingen door gebruikmaking van dezelfde procedure in identiek monstermateriaal onder dezelfde omstandigheden (zelfde persoon, zelfde instrumenten/zelfde inrichting, zelfde laboratorium):

Tabel 6: Herhaalbaarheidsgrenzen (r) voor de verschillende formules

Formule ter detectie van	r
Soja-, zonnebloem-, olijf-, koolzaad-, lijnzaad-, tarwekiem-, maïskiem-, katoenzaad- en visolie	0,67
kokos- en palmpitvet	0,12
palmolie en rundvet	1,20
varkensvet	0,58
totale formule	1,49

11.2. Reproduceerbaarheid

Het verschil van de S-waarden van twee door laboranten in verschillende laboratoria uitgevoerde bepalingen, volgens dezelfde procedure met gebruikmaking van identiek monstermateriaal onder verschillende omstandigheden (andere persoon, andere instrumenten) op verschillende tijdstippen.

Tabel 7: Reproduceerbaarheidsgrenzen (R) voor de verschillende formules

Formule ter detectie van	R
Soja-, zonnebloem-, olijf-, koolzaad-, lijnzaad-, tarwekiem-, maïskiem-, katoenzaad- en visolie	1,08
kokos- en palmpitvet	0,40
palmolie en rundvet	1,81
varkensvet	0,60
totale formule	2,07

11.3. Kritisch verschil

Met de herhaalbaarheids- (r) en de reproduceerbaarheidsgrenzen (R) kunnen de kritische verschillen voor alle S-spreidingsbreedten van tabel 3 worden berekend (analyses in duplo). De desbetreffende waarden worden in tabel 8 gegeven.

Tabel 8 : Kritische verschillen voor alle triglyceridenformules

Formule ter detectie van	Spreiding
Soja-, zonnebloem-, olijf-, koolzaad-, lijnzaad-, tarwekiem-, maïskiem-, katoenzaad- en visolie	97,43 — 102,57
kokos- en palmpitvet	99,14 — 100,86
palmolie en rundvet	94,91 — 105,09
varkensvet	97,65 — 102,35
totale formule	94,58 — 105,42

11.4. Aanvaardbaarheid van de resultaten

Alle geijkte op twee decimalen afgeronde, berekende triglyceridengehalten van C24, C26, C28 tot C54 alsmede het cholesterol moeten precies op 100 genormaliseerd worden.

De resultaten van de analyse in duplo worden gebruikt ter controle van de herhaalbaarheid. Als de absolute verschillen tussen de beide S-resultaten voor alle vijf triglyceridenformules de herhaalbaarheidsgrenzen r in tabel 6 niet overschrijden, dan wordt aan het herhaalbaarheidsvereiste voldaan.

Ter controle van de optimale gaschromatografische omstandigheden en met name van de kwaliteit van de kolom dient te worden gegarandeerd dat bij tien herhalingen het verschil tussen de maximale en minimale S-waarden van alle vijf triglyceridenformules de spreiding $x \cdot r$, waarbij $x = 1{,}58$ (voor tien reeksen, zie referentie 16), en de herhaalbaarheidsgrenzen r voor de verschillende formules in tabel 6 niet overschrijdt.

12. Geciteerde normen

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

IDF-norm 1C : 1987 — Milk, Determination of fat content — Röse Gottlieb gravimetric method

IDF-norm 16C : 1987 — Cream. Determination of fat content — Röse Gottlieb gravimetric method

IDF-norm 116A : 1987 — Milk-Based edible ices ans ice mixes. Determination of fat content — Röse Gottlieb gravimetric method

IDF-norm 22B : 1987 — Skimmed milk, whey & buttermilk. Determination of fat content — Röse Gottlieb gravimetric method.

13. Referenties

1. Commissie van de Europese Gemeenschappen : Detection of foreign fats in milk fat by means of gas chromatographic triglyceride analysis ; document VI/5202/90-EN, VI/2645/91.

2. Commissie van de Europese Gemeenschappen : Control of butter fat purity of 100 different samples of different feeding periods from 11 EEC countries ; document VI/4577/93.

3. Commissie van de Europese Gemeenschappen : Consideration of results from the first, second, third, fourth, fifth and sixth EEC collaborative trial : Determination of triglycerides in milk fat ; documenten VI/2644/91, VI/8.11.91, VI/1919/92, VI/3842/92, VI/5317/92 en 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 29-35 (1987).

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

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

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

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

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

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

13. Precht, D.: „Gas chromatography of triacylglycerols and other lipids on packed columns" in CRC Handbook of Chromatography: Analysis of lipids, blz. 123-138, Ed. K.D. Mukherjee, N. Weber, J. Sherma, CRC Press, Boca Raton (1993).

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

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

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

BIJLAGE IV

SENSORISCHE EVALUATIE VAN BOTER

1. Doel

Het doel van deze procedure voor de sensorische evaluatie van boter is een uniforme methode vast te stellen die in alle Lid-Staten van toepassing is.

2. Definities

Sensorische evaluatie (beoordeling) : het onderzoek naar de eigenschappen van een produkt door middel van de zintuigen.

Panel : een groep geselecteerde beoordelaars die tijdens de beoordeling, zonder onderling contact en zonder elkaar te beïnvloeden, hun werk doen.

Toekennen van punten : de sensorische evaluatie door een panel met gebruikmaking van een cijferschaal. Er moet een nomenclatuur voor de afwijkningen worden gehanteerd.

Classificeren : een classificatie van de kwaliteit op grond van het toekennen van punten.

Controledocumenten : documenten die worden gebruikt om de individuele punten per eigenschap en de eindclassificatie van het produkt te noteren. (Dit document kan ook worden gebruikt om de chemische samenstelling te noteren.)

3. Onderzoekruimte

3.1. Er moeten voorzorgen worden getroffen opdat de beoordelaars in de onderzoekruimte niet door uitwendige factoren worden beïnvloed.

3.2. De onderzoekruimte moet vrij van vreemde geuren en gemakkelijk schoon te houden zijn. De muren moeten licht van kleur zijn.

3.3. De onderzoekruimte en verlichting ervan moeten zodanig zijn dat ze de eigenschappen van de te beoordelen produkten niet beïnvloeden. De ruimte moet van een behoorlijke temperatuurbeheersing zijn voorzien.

4. Keuze der beoordelaars

De beoordelaar moet met boterprodukten vertrouwd zijn en deskundig zijn om een sensorische evaluatie uit te voeren. Zijn deskundigheid moet regelmatig (minstens eens per jaar) door de bevoegde autoriteit worden nagegaan.

5. Eisen aan het panel

Het aantal beoordelaars in het panel moet oneven zijn met als minimum een aantal van drie. Zij moeten in meerderheid werknemers van de bevoegde autoriteit of bevoegde deskundigen zijn.

6. Beoordeling van de waarde per eigenschap

6.1. De sensorische evaluatie moet met het oog op onderstaande drie eigenschappen worden uitgevoerd : uiterlijk, consistentie, en geur en smaak.

Uiterlijk betreft de volgende kenmerken : kleur, zichtbare zuiverheid, schimmelgroei en waterdispersie. De waterdispersie wordt onderzocht volgens IDF-norm 112A/1989.

Consistentie betreft de volgende kenmerken : vastheid en smeerbaarheid.

Voor de evaluatie van de boterconsistentie kunnen fysische methodes worden gebruikt. De Commissie is voornemens die methodes te harmoniseren.

Geur en smaak betreffen de volgende kenmerken : smaak en geur.

Een belangrijke afwijking van de aanbevolen temperatuur staat een betrouwbare evaluatie van de consistentie, geur en smaak in de weg. De temperatuur is van uitermate groot belang.

6.2. Elke eigenschap moet apart sensorisch worden geëvalueerd. Het toekennen van punten moet volgens tabel 1 plaatsvinden.

BIJLAGE IV

SENSORISCHE EVALUATIE VAN BOTER

1. Doel

Het doel van deze procedure voor de sensorische evaluatie van boter is een uniforme methode vast te stellen die in alle Lid-Staten van toepassing is.

2. Definities

Sensorische evaluatie (beoordeling) : het onderzoek naar de eigenschappen van een produkt door middel van de zintuigen.

Panel : een groep geselecteerde beoordelaars die tijdens de beoordeling, zonder onderling contact en zonder elkaar te beïnvloeden, hun werk doen.

Toekennen van punten : de sensorische evaluatie door een panel met gebruikmaking van een cijferschaal. Er moet een nomenclatuur voor de afwijkningen worden gehanteerd.

Classificeren : een classificatie van de kwaliteit op grond van het toekennen van punten.

Controledocumenten : documenten die worden gebruikt om de individuele punten per eigenschap en de eindclassificatie van het produkt te noteren. (Dit document kan ook worden gebruikt om de chemische samenstelling te noteren.)

3. Onderzoekruimte

3.1. Er moeten voorzorgen worden getroffen opdat de beoordelaars in de onderzoekruimte niet door uitwendige factoren worden beïnvloed.

3.2. De onderzoekruimte moet vrij van vreemde geuren en gemakkelijk schoon te houden zijn. De muren moeten licht van kleur zijn.

3.3. De onderzoekruimte en verlichting ervan moeten zodanig zijn dat ze de eigenschappen van de te beoordelen produkten niet beïnvloeden. De ruimte moet van een behoorlijke temperatuurbeheersing zijn voorzien.

4. Keuze der beoordelaars

De beoordelaar moet met boterprodukten vertrouwd zijn en deskundig zijn om een sensorische evaluatie uit te voeren. Zijn deskundigheid moet regelmatig (minstens eens per jaar) door de bevoegde autoriteit worden nagegaan.

5. Eisen aan het panel

Het aantal beoordelaars in het panel moet oneven zijn met als minimum een aantal van drie. Zij moeten in meerderheid werknemers van de bevoegde autoriteit of bevoegde deskundigen zijn.

6. Beoordeling van de waarde per eigenschap

6.1. De sensorische evaluatie moet met het oog op onderstaande drie eigenschappen worden uitgevoerd : uiterlijk, consistentie, en geur en smaak.

Uiterlijk betreft de volgende kenmerken : kleur, zichtbare zuiverheid, schimmelgroei en waterdispersie. De waterdispersie wordt onderzocht volgens IDF-norm 112A/1989.

Consistentie betreft de volgende kenmerken : vastheid en smeerbaarheid.

Voor de evaluatie van de boterconsistentie kunnen fysische methodes worden gebruikt. De Commissie is voornemens die methodes te harmoniseren.

Geur en smaak betreffen de volgende kenmerken : smaak en geur.

Een belangrijke afwijking van de aanbevolen temperatuur staat een betrouwbare evaluatie van de consistentie, geur en smaak in de weg. De temperatuur is van uitermate groot belang.

6.2. Elke eigenschap moet apart sensorisch worden geëvalueerd. Het toekennen van punten moet volgens tabel 1 plaatsvinden.

Tabel 1 : Puntenwaardering boter

Uiterlijk			Consistentie			Geur en smaak		
Punten	Nr. (1)	Opmerkingen	Punten (kwaliteits-klasse)	Nr. (1)	Opmerkingen	Punten (kwaliteits-klasse)	Nr. (1)	Opmerkingen
5		*Zeer goed* ideaal type hoogste kwaliteit (gelijkmatig droog)	5		*Zeer goed* ideaal type hoogste kwaliteit (goed smeerbaar)	5		*Zeer goed* ideaal type hoogste kwaliteit (absoluut zuivere fijnste smaak)
4		*Goed* (2) Geen duidelijke afwijkingen	4		*Goed* (2)	4		*Goed* (2) Geen duidelijke afwijkingen
				17	hard			
				18	zacht			
3		*Redelijk (geringe afwijkingen)*	3		*Redelijk (geringe afwijkingen)*	3		*Redelijk (geringe afwijkingen)*
	1	waterig (vrij vocht)		14	kort, brokkelig, kruimelig		21	onzuiver
	2	niet uniform, twee kleuren		15	deegachtig, vettig		22	vreemde smaak
	3	streperig		16	kleverig		25	zuur
	4	gevlekt, gemarmerd		17	hard		27	kooklucht, aangebrande lucht
	5	vlekkerig		18	zacht		33	voersmaak
	6	olieafscheiding					34	ruw, bitter
	7	te sterk gekleurd					35	te zout
	8	slap, open structuur						
2		*Slecht (duidelijke afwijkingen)*	2		*Slecht (duidelijke afwijkingen)*	2		*Slecht (duidelijke afwijkingen)*
	1	waterig (vrij vocht)		14	kort, brokkelig, kruimelig		21	onzuiver
	3	streperig		15	deegachtig, vettig		22	vreemde smaak
	4	gevlekt, gemarmerd		16	kleverig		23	muf
	5	vlekkerig		17	hard		25	zuur
	6	olieafscheiding		18	zacht		32	oxydatiesmaak, metaalsmaak
	10	vreemde stoffen					33	voersmaak
	11	beschimmeld					34	ruw, bitter
	12	onopgelost zout					35	te zout
							36	niet vers, rottend
							38	chemische smaak
1		*Zeer slecht (grote afwijkingen)*	1		*Zeer slecht (grote afwijkingen)*	1		*Zeer slecht (groote afwijkingen)*
	1	waterig (vrij vocht)		14	kort, brokkelig, kruimelig		22	vreemde smaak
	3	streperig		15	deegachtig, vettig		24	kazig, kaasgeur
	4	gevlekt, gemarmerd		16	kleverig		25	zuur
	5	vlekkerig		17	hard		26	gistachtig
	6	olieafscheiding		18	zacht		28	schimmelsmaak
	7	te sterk gekleurd					29	ranzig
	9	korrelig					30	olieachtig, visachtig
	10	vreemde stoffen					31	talkachtig
	11	beschimmeld					32	oxydatiesmaak, metaalsmaak
	12	onopgelost zout					34	ruw, bitter
							36	niet vers, rottend
							37	moutachtig
							38	chemische smaak

(1) Tabel 2.

(2) De onder „goed" vermelde afwijkingen zijn slechts zeer geringe afwijkingen van het ideale type.

Tabel 2 : Tabel van boterafwijkingen

I. *Uiterlijk*

1. waterig (vrij vocht)
2. niet uniform, twee kleuren
3. streperig
4. gevlekt, gemarmerd
5. vlekkerig
6. olieafscheiding
7. te sterk gekleurd
8. slap (open structuur)
9. korrelig
10. vreemde stoffen
11. beschimmeld
12. onopgelost

II. *Consistentie*

14. kort, brokkelig, kruimelig
15. deegachtig, vettig
16. kleverig
17. hard
18. zacht

III. *Geur en smaak*

20. ontbreken
21. onzuiver (1)
22. vreemde smaak
23. muf
24. kazig, kaasgeur
25. zuur
26. gistachtig
27. a) kooklucht
    b) aangebrande lucht
28. schimmelsmaak
29. ranzig
30. olieachtig, visachtig
31. talkachtig
32. a) oxydatiesmaak
    b) metaalsmaak
33. voersmaak
34. ruw, bitter
35. te zout
36. niet vers, rottend
37. moutachtig
38. chemische smaak

(1) Deze aanduiding moet zo weinig mogelijk worden gebruikt en alleen wanneer de afwijking niet nauwkeuriger kan worden beschreven.

BIJLAGE V

BEMONSTERING VOOR CHEMISCHE EN MICROBIOLOGISCHE ANALYSE EN SENSORISCHE EVALUATIE

1. Chemische en microbiologische analyse

Hoeveelheid boter (kg)	Minimumaantal te nemen monsters (> 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 per 25 000 kg of gedeelte daarvan

De bemonstering voor microbiologische analyse moet aseptisch worden uitgevoerd.

Tot vijf monsters à 100 g kunnen tot één monster worden gecombineerd, dat na grondige menging wordt geanalyseerd.

Monsters dienen willekeurig uit verschillende delen van de partij te worden getrokken en te worden gecontroleerd vóór of ten tijde van de opslag in het door het interventiebureau aangewezen koelhuis.

Bereiding van samengestelde botermonster (chemische analyse)

a) Neem met een schone droge boterboor of soortgelijk geschikt instrument een botermonster van minstens 30 g en doe dat in een monsterhouder. Het samengestelde monster kan dan worden verzegeld en voor analyse naar het laboratorium worden verzonden.

b) In het laboratorium wordt het samengestelde monster in de oorspronkelijke ongeopende monsterhouder zolang verwarmd tot 30 °C totdat door frequent schudden een homogene vloeibare emulsie zonder brokken is verkregen. De monsterhouder moet voor de helft tot twee derde vol zijn.

Per fabrikant die boter voor interventie aanbiedt, moeten jaarlijks twee monsters op niet-melkvet en één monster op verklikstoffen worden geanalyseerd.

2. Sensorische evaluatie

Hoeveelheid boter (kg)	Minimumaantal te nemen monters
1 000 ≤ 5 000	2
> 5 000 ≤ 25 000	3
> 25 000	3 + 1 per 25 000 kg of gedeelte daarvan

Monsters dienen willekeurig uit verschillende delen van de aangeboden hoeveelheid te worden getrokken tussen de 30e en de 35e dag na overname van de boter en dienen te worden geclassificeerd.

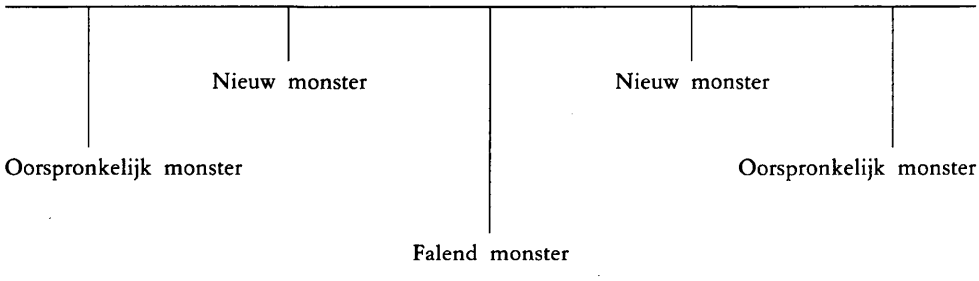
Elk monster moet apart worden beoordeeld overeenkomstig bijlage IV. Herbemonstering en herbeoordeling zijn niet toegestaan.

3. **Aan te houden richtlijnen bij een falend monster**

a) Chemische en microbiologische analyse

— Als er afzonderlijke monsters worden geanalyseerd, is per vijf tot tien monsters één monster met één enkele afwijking of zijn per elf tot vijftien monsters twee monsters met elk één enkele afwijking toegestaan. Bij een falend monster moeten twee nieuwe monsters worden genomen aan beide zijden van het falende monster en op de falende parameter worden gecontroleerd. Voldoen beide monsters niet aan de specificatie, dan moet van de aangeboden hoeveelheid de hoeveelheid boter tussen de beide oorspronkelijke monsters aan weerszijden van het falende monster worden afgekeurd.

Af te keuren hoeveelheid in geval van een opnieuw falend monster



— Als er samengestelde monsters worden geanalyseerd, wordt van de aangeboden hoeveelheid de door dat samengestelde monster vertegenwoordigde hoeveelheid afgekeurd, indien een samengesteld monster voor één parameter faalt.

b) Sensorische evaluatie

Als een monster niet door de sensorische evaluatie komt, wordt van de aangeboden hoeveelheid de hoeveelheid boter tussen twee aangrenzende monsters aan weerszijden van het falende monster afgekeurd.

c) Als de boter niet aan de chemische of microbiologische analyse en de sensorische evaluatie voldoet, wordt de totale hoeveelheid afgekeurd.