I

(Retsakter hvis offentliggørelse er obligatorisk)

KOMMISSIONENS FORORDNING (EF) Nr. 454/95

af 28. februar 1995

om gennemførelsesbestemmelser for interventioner på markedet for smør og fløde

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets forordning (EØF) nr. 804/68 af 27. juni 1968 om den fælles markedsordning for mælk og mejeriprodukter (1), senest ændret ved akten vedrørende Østrigs, Finlands og Sveriges tiltrædelse, særlig artikel 6, stk. 6, artikel 28 og 30, og

ud fra følgende betragtninger:

Rådets forordning (EØF) nr. 985/68 af 15. juli 1968 om fastsættelse af almindelige regler for interventionsforanstaltninger på markedet for smør og fløde (2), senest ændret ved forordning (EØF) nr. 2045/91 (3), ophæves med virkning fra den 1. marts 1995 ved Rådets forordning (EF) nr. 2807/94 (4); følgelig bør de regler, som ikke er blevet inkorporeret i forordning (EØF) nr. 804/68, indsættes i de gennemførelsesbestemmelser for interventioner på markedet for smør og fløde, som er fastsat ved Kommissionens forordning (EØF) nr. 685/69 (5), senest ændret ved forordning (EF) nr. 393/94 (6); da forordning (EØF) nr. 685/69 skal tilpasses på en lang række punkter, og da den allerede er blevet ændret mange gange, vil det være hensigtsmæssigt med en omarbejdning for overskuelighedens og klarhedens skyld; følgelig bør forordning (EØF) nr. 685/69 ophæves;

interventionsorgarnerne må kun opkøbe smør, der svarer til den fastlagte definition og til de fastsatte kvalitets- og præsentationskrav; der bør på baggrund af de tekniske specifikationer til bestemmelse af smørkvalitet fastsættes en række krav, som smørret skal opfylde, samt analysemetoder og regler for kvalitetskontrol; medlemsstaterne bør dog under visse omstændigheder have mulighed for at etablere en ordning med egenkontrol;

de nationale kvalitetsklasser for smør skal fortsat anvendes som kriterium for støtte til privat oplagring og kan også anføres på emballagen for smør opkøbt ved intervention; det er nødvendigt at fastlægge de relevante kvalitetsklasser;

smørret kan opkøbes af et interventionsorgan, der hører under en anden medlemsstat end den, hvori det er fremstillet; følgelig bør det fastsættes, at det pågældende interventionsorgan i en sådan situation skal kunne sikre sig, at kvalitets- og præsentationskravene er opfyldt, og det må præciseres, at afstanden mellem sælgerens fryselager og græsen i den medlemsstat, hvor det opkøbende interventionsorgan er beliggende, ikke indgår i beregningen af den maksimale afstand i forbindelse med betalingen af de supplerende transportomkostninger;

for at interventionsordningen kan fungere effektivt, er det nødvendigt at præcisere betingelserne for godkendelsen af produktionsvirksomhederne, den dertil hørende kontrol og medlemsstaternes forpligtelser i forbindelse med korrekt opbevaring af de oplagrede produkter, og der bør fatsættes bestemmelser om adgang til lagrene og identifikation af varepartierne og om tegning af forsikring til dækning af risici ved oplagringen; for at opnå, at kontrollen genemmføres lige hyppigt og lige grundigt, er det også nødvendigt at præcisere, hvor mange og hvilken form for kontrolbesøg de nationale myndigheder skal aflægge hos kontrahenterne;

for at sikre, at der ikke betales uretmæssigt for det opkøbte smør, bør smørrets prøvelagringstid reduceres, og det bør inden betalingen kontroleres, at alle betingelser er opfyldt; særlgerens mulighed for at udskifte de mangelfulde mængder smør kan ophæves uden at anfægte de berørtes rettigheder;

for at gøre det lettere at kontrollere, at de produkter, der er omfattet af kontrakter vedrørende privat oplagring, faktisk befinder sig på lageret, bør der indføres en

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

bestemmelse om, at udlagringen skal omfatte hele varepartier, medmindre medlemsstaten tillader udlagring af minder enheder;

under hensyntagen til den aktuelle situation på markedet for smør og fløde bør tidspunktet for den private oplagrings begyndelse udsættes og den maksimale oplagringsperiode reduceres; for at skabe større gennemsigtighed i forvaltningen af ordningen med privat oplagring bør der indføres en bestemmelse om, at støttebeløbet fastsættes en gang om året;

de øvrige bestemmelser om interventionsforanstaltninger, bl.a. verdrørende afsætning af interventionssmør, har stået deres prøve og kan derfor videreføres med visse tekniske tilpasninger;

de udløsende begivenheder for den landbrugsomregningskurs, der skal anvendes i forbindelse med ordningerne for offentlig og privat oplagring, er fatslagt ved forordning (EØF) nr. 1756/93 [1], senest ændret ved Kommissionens forordning (EF) nr. 267/95 [2];

Forvaltningskomitéen for Mælk og Mejeriprodukter har ikke afgivet udtalelse inden for den af formanden fastatte frist —

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

Artikel 1

Denne forordning fastlægger gennemførelsesbestemmelser til de interventionsforanstaltninger for mælk og mejeriprodukter, som er fastat i artikel 6 i forordning (EØF) nr. 804/68.

AFSNIT I

Opkøb og afsætning af smør ved offentlig intervention

Artikel 2

Interventionsorganerne opkøber kun smør, der svarer til definitionen i artikel 6, stk. 1, i forordning (EØF) nr. 804/68 og til kvalitetskravene i bilag I, og som opfylder følgende betingelser:

a) Der skal være foretaget kvalitetskontrol efter de i bilag I, III og IV omhandlede analysemetoder og på basis af prøver, der er udtaget efter reglerne i bilag V. Dog kan medlemsstaterne i forståelse med Kommissionen for denne kontrol fastsætte, at der under deres tilsyn etaleres en ordning med egenkontrol, nå det gælder visse kvalitetskrav og visse godkendte virksomheder.

b) Smørret må ikke overskride de ifølge fællesskabsbestemmelserne gældende maksimalt tilladte niveauer for radioaktivitet.

Niveauerne for produkter af fællesskabsoprindelse er fastsat i artikel 3 i Rådets forordning (EØF) nr. 737/90 [3]. Omfanget af den radioaktive kontamination kontrolleres kun, hvis situationen kræver det, og i den nødvendige periode. Om nødvendigt fastsættes varigheden og omfanget af kontrolforanstaltningerne efter proceduren i artikel 30 i forordning (EØF) nr. 804/68.

c) Smøret skal være fremstillet inden for de 14 dage, der går umiddelbart forud for den dag, interventionsorganet modtager salgstilbuddet.

d) De i nærværende forordnings artikel 4 opstillede betingelser med hensyn til mindstemængde, pakning og emballage skal være opfyldt.

Artikel 3

1. Den i artikel 6, stk. 1, i forordning (EØF) nr. 804/68 omhandlede virksomhed godkendes kun, hvis den:

a) er autoriseret efter artikel 10 i Rådets direktiv 92/46/EØF [4] og råder over egnet teknis udstyr

b) forpligter sig til konstant at føre de registre, der er foreskrevet af det kompetente organ i hver medlemsstat, og som angiver råvarenes oprindelse, de fremstillede mængder smør samt pakning, identifikation og afleveringsdato for hvert parti produceret til offentlig intervention

c) accepterer at lade sin produktion af smør, der kan tilbyde til intervention, underkaste en særlig officiel kontrol og, hvis det er relevant, at opfylde kravene i den i bilag II omhandlede nationale klassifikation

d) forpligter sig til mindst to hverdage i forvejen at informere det kompetente kontrolorgan om, at den agter at fremstille smør til offentlig intervention. Medlemsstaten kan dog fastsætte en kortere frist.

2. For at sikre, at bestemmelserne i denne forordning overholdes, foretager de kompetente kontrolorganer unameldt kontrol på stedet på grundlag af de pågældende virksomheders programmer for produktion af interventionssmør.

Denne kontrol skal mindst omfatte:

— et kontrolbesøg for hver periode på 28 dage, hvor der er blevet produceret til intervention, dog mindst en gang hvert halve år, for at verificere de i stk. 1, litra b), omhandle oplysninger

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

— et kontrolbesøg hvert halve år for at kontrollere, at de i stk. 1 omhandlede godkendelsesbetingeler er opfyldt.

3. Godkendelsen trækkes tilbage, hvis betingelserne i stk. 1 ikke længere er opfyldt. Efter anmodning fra den pågældende virksomhed kan godkendelse igen gives efter en minimumsperiode på seks måneder og efter en omfattende kontrol.

Hvis det konstateres, at en virksomhed ikke har opfyldt en af sine forpligtelser, jf. stk 1, litra b), c) og d), suspenderes godkendelsen, medmindre der er tale om force majeure, for en periode, der strækker sig fra en til tolv måneder afhængigt af, hvor alvorlig den pågældende uregelmæssighed er.

Medlemsstaten kan beslutte at undlade at suspendere godkendelsen, hvis det slås fast, at uregelmæssigheden ikke er begået forsætligt eller ved grov uagtsomhed, og at den er af minimal betydning for effektiviteten af de i stk. 2 fastsatte kontrolbesøg.

4. Der udarbejdes en rapport om de kontrolbesøg, der foretages i henhold til stk. 2 og 3, med følgende oplysninger:

— dato for kontrolbesøget

— dets varighed

— hvilke kontrolforanstaltninger der er gennemført.

Kontrolrapporten skal underskrives af den ansvarlige medarbejder.

5. Medlemsstaterne meddeler Kommissionen, hvilke foranstaltninger der træffes i forbindelse med de i stk. 2 og 3 omhandlede kontrolbesøg, senest en måned efter deres vedtagelse.

6. Hvis smørret tilbydes til intervention i en anden medlemsstat end produktionsmedlemsstaten, skal der ved opkøbet forelægges en attest fra produktionsmedlemsstatens kompetente organ med de oplysninger, der er nævnt i artikel 4, stk. 4, litra a), b) og d).

Hvis produktionsmedlemsstaten har foretaget den i artikel 2, litra a), omhandlede kontrol, angiver attesten også resultatet af denne kontrol. I så fald skal den i artikel 4, stk. 3 omhandlede emballage lukkes med en nummeret etiket udstedt af den kompetente myndighed i produktionsmedlemsstaten. Dette nummer skal anføres i attesten.

Artikel 4

1. Den mindste tilbudsmængde udgør 10 tons. Medlemsstaterne kan fastsætte, at smørret tilbydes i hele tons.

2. Smørret pakkes i blokke på mindst 25 kg netto.

3. Emballagem skal være ny, af et modstandsdygtigt materiale og udformet således, at smørret er beskyttet under hele transporten, oplagringen og afsætningen.

4. På emballagen skal der mindst være anført følgende oplysninger, eventuelt omsat til kode:

a) et godkendelsesnummer, der identificerer produktionsvirksomheden og -medlemsstaten

b) fremstillingsdatoen

c) indlagringsdatoen

d) leverancens og partiets nummer

e) påskriften »smør af usyrnet fløde«, såfremt ph-værdien i smørrets vandige fase svarer hertil

f) den i bilag II omhandlede nationale kvalitetsklasse, hvis det kræves af produktionsmedlemsstaten.

Medlemsstaterne kan fastsætte, at forpligtelsen til at anførte indlagringsdatoen på emballagen ikke gælder, hvis den ansvarlige for fryselageret forpligter sig til at føre et register, hvori de i foregående afsnit anførte oplysninger indføres på indlagringsdagen.

5. Interventionsorganet registrerer datoen for modtagelsen af salgstilbuddet og de tilsvarende mængder og fremstillingsdatoer samt stedet, hvor det tilbudte smør opbevares. Efter at have verificeret oplysningerne i tilbuddet, udsteder interventionsorganet straks et dateret og nummereret leveringsbevis med oplysning om:

a) den mængde, der skal leveres

b) tidsplanen for leveringen af smørret

c) de fryselagre, hvortil smørret skal leveres.

Artikel 5

1. I dette afsnit forstås ved overtagelsesdagen den dag, hvor smørret indlagres på det af interventionsorganet udpegede fryselager, dog tidligst dagen efter leveringsbevisets udstedelsesdato. Smørret betales inden for en frist, der begynder den 45. dag efter overtagelsen af smørret og udløber den 65. dag efter samme dag, forudsat at det er kontrolleret, at de i artikel 2 omhandlede krav er opfyldt.

2. Smørret lagres på prøve i en vis periode. Denne fastsættes til 30 dage begyndende med overtagelsesdagen.

3. Såfremt det af kontrollen ved indlagringen på det af interventionsorganet udpegede fryselager femgår, at smørret ikke opfylder kravene i artikel 2, eller såfremt det ved prøvelagringstidens udløb viser sig, at smørrets organoleptiske mindstekvalitet er ringere end den, der er fastsat i bilag I, forpligter sælgeren sig i forbindelse med tilbuddet til:

— at tage smørret tilbage

— at betale oplagringsomkostninger for det pågældende smør fra overtagelsesdagen til udlagringsdatoen.

Oplagringsomkostningerne fastsættes som et fast beløb pr. ton på følgende måde:

a) 28,00 ECU for de faste omkostninger

b) 0,45 ECU pr. oplagringsdag for omkostningerne ved opbevaringen på fryselager.

Beløbene krediteres Den Europæiske Udviklings- og Garantifond for Landbruget (EUGFL), Garantisektionen.

Artikel 6

1. Medlemsstaterne opstiller tekniske normer, bl.a. ved at fastsætte oplagringstemperaturen til −15 °C og derunder for fryselagre, jf. artikel 6, stk. 1, tredje afsnit, i forordning (EØF) nr. 804/68, og træffer alle andre foranstaltninger for at sikre en god holdbarhed for smørret. Den dermed forbundne risiko dækkes af en forsikring, som enten har form af en kontraktmæssig forpligtelse for lagerholderen eller en globalforsikring tegnet af interventionsorganet; medlemsstaten kan også være selvforsikrende.

2. Interventionsorganerne kræver, at smørret indlagres og oplagres på paller på en sådan måde, at partierne let kan identificeres, og at der er let adgang til dem.

3. Det kompetente kontrolorgan foretager uanmeldt kontrol af, at produkterne befinder sig på det pågældende lager, jf, artikel 4 i Kommissionens forordning (EØF) nr. 618/90 (1).

Artikel 7

1. Interventionsorganet vælger det fryselager, som ligger nærmest det sted, hvor smørret opbevares.

Hvis valg af et andet fryselager ikke giver ekstra oplagringsomkostninger, kan interventionsorganet dog:

a) vælge et andet fryselager inden for den afstand, der er fastsat i stk. 2

b) vælge et andet fryselager, der er beliggende i større afstand, hvis det betyder en besparelse de pågældende oplagrings- og transportomkostninger taget i betragtning. I så fald underretter interventionsorganet straks Kommissionen om sit valg.

2. Den maksimale afstand, jf. artikel 6, stk. 1, tredje afsnit, i forordning (EØF) nr. 804/68, fastsættes til 350 km. Er afstanden større, fastsættes de supplerende transportomkostninger, der afholdes af interventionsorganet, til 0,065 ECU/t/km.

Hvis det opkøbende interventionsorgan hører under en anden medlemsstat end den, hvor det udbudte smør opbevares, indgår afstanden mellem sælgerens fryselager og grænsen i den medlemsstat, hvor det opkøbende interventionsorgan er beliggende, ikke i beregningen af den i stk. 2 ovenfor omhandlede maksimale afstand.

3. De i stk. 2 omhandlede supplerende omkostninger afholdes kun af interventionsorganet, hvis smørrets temperatur ved ankomsten til fryselageret ikke overstiger 6 °C.

Artikel 8

1. Ved udlagring stiller interventionsorganet, hvis levering finder sted fra fryselager, smørret til rådighed på paller ved oplagringsstedets læsserampe og eventuelt læsset på transportmiddel, hvis det drejer sig om en lastvogn eller jernbanevogn. Omkostningerne herved afholdes af interventionsorganet, og eventuelle omkostninger ved stuvning og depalettering afholdes af køber.

2. I forbindelse med leverancer med henblik på fødevarehjælp anvendes stk. 1.

3. De øvrige bestemmelser vedrørende afsætning af smør i interventionsorganernes besiddelse fastlægges i hver enkelt tilfælde.

AFSNIT II

Støtte til privat oplagring af smør og fløde

Artikel 9

De i artikel 6, stk. 2, i forordning (EØF) nr. 804/68 omhandlede kontrakter vedrørende privat oplagring af fløde og smør indgås mellem medlemsstaternes interventionsorganer og fysiske eller juridiske personer, i det følgende benævnt »kontrahenter«.

Artikel 10

1. Der kan kun oprettes kontrakt om privat oplagring af fløde og smør, der er omhandlet i artikel 6, stk. 2, i forordning (EØF) nr. 804/68, og som er fremstillet i en godkendt virksomhed inden for 28 dage forud for dagen for den kontraktlige oplagrings begyndelse. Smørret skal svare til den nationale kvalitetsklasse i den medlemsstat, hvori det er fremstillet, jf. bilag II, og må ikke overskride de maksimalt tilladte niveauer for radioaktivitet, jf. artikel 2, litra b).

Der kan ikke oprettes oplagringskontrakter for smør eller fløde,

(1) EFT nr. L 67 af 15. 3. 1990, s. 21.

a) der har været genstand for ansøgning om støtte til direkte forbrug i henhold til andre fællesskabsbestemmelser

b) som er underlagt den i artikel 5, stk. 1, i Rådets forordning (EØF) nr. 565/80 (1) omhandlede ordning; hvis smørret eller fløden senere underlægges denne ordning, betragtes et som udlagring i henhold til stk. 7.

2. Ved parti forstås i dette afsnit en mængde smør eller fløde på mindst et ton af ensartet sammensætning og kvalitet indlagret på samme dag på samme lager.

3. Oplagres smørret i en anden medlemsstat end den, hvori det er fremstillet, kan der kun indgås oplagringskontrakt, hvis der fremlægges en af det kompetente organ i produktionsmedlemsstaten udstedt attest, som indeholder alle de oplysninger, der er nævnt i stk. 6, litra a), b) og d), og bekræfter, at smørret svarer til den nationale kvalitetsklasse i produktionsmedlemsstaten, jf. bilag II.

4. Oplagringskontrakten udformes skriftligt for et eller flere partier og skal navnlig indeholde bestemmelser om:

a) den mængde smør eller fløde, som omfattes af kontrakten

b) støttebeløbet, med forbehold af artikel 16

c) de for kontraktens opfyldelse gældende datoer under hensyntagen til artikel 6, stk. 2, fjerde afsnit, andet punktum, i forordning (EØF) nr. 804/68

d) identifikation af fryselagrene.

5. Interventionsorganet i den medlemsstat, hvori oplagringen finder sted, udarbejder et sæt oplagringsbetingelser, navnlig de i artikel 11 nævnte, samt de i stk. 6 anførte oplysninger. Oplagringskontrakten henviser til disse oplagringsbetingelser.

6. Oplagringsbetingelserne skal indeholde en bestemmelse om, at der på hvert partis emballage mindst skal være anført følgende oplysninger, eventuelt omsat til kode:

a) et godkendelsesnummer, der identificerer produktionsvirksomheden og -medlemsstaten

b) fremstillingsdatoen

c) indlagringsdatoen

d) varepartiets nummer

e) påskriften »saltet«, såfremt det drejer sig om smør som omhandlet i artikel 6, stk. 2, første afsnit, tredje led, i forordning (EØF) nr. 804/68

f) den i bilag II omhandlede nationale kvalitetsklasse

g) nettovægten.

Medlemsstaterne kan fastsætte, at forpligtelsen til at anføre indlagringsdatoen på emballagen ikke gælder, hvis den ansvarlige for fryselageret forpligter sig til at føre et register, hvori de i foregående afsnit anførte oplysninger indføres på indlagringsdagen.

7. Dagen efter indlagringsdagen betragtes som dagen for den kontraktlige oplagrings begyndelse. Dagen før udlagringsdagen betragtes som dagen for den kontraktlige oplagrings afslutning.

Kontrahenten kan kun ansøge om støtte til partier af smør eller fløde, for hvilke indlagringen er afsluttet.

Ansøgningen skal være interventionsorganet i hænde senest 30 dage efter indlagringsdatoen. Interventionsorganet registrerer datoen for ansøgningens modtagelse. Såfremt interventionsorganet modtager ansøgningen i løbet af de første fem hverdage efter udløbet af ovennævnte frist, kan oplagringskontrakten dog indgås, men støtten nedsættes med 30 %.

Oplagringskontrakten skal indgås senest 30 dage efter datoen for registreringer af ansøgningen.

I det i stk. 3 omhandlede tilfælde skal oplagringskontrakten indgås senest 60 dage efter datoen for registreringen af ansøgningen.

Artikel 11

1. Medlemsstaten sørger for, at alle betingelserne for at blive berettiget til støtteudbetaling overholdes.

2. Kontrahenten stiller al dokumentation med følgende oplysninger om de privat oplagrede produkter til rådighed for det kompetente organ, der kontrollerer følgende foranstaltninger:

a) et godkendelsesnummer, der identificerer produktionsvirksomheden og -medlemsstaten

b) fremstillingsdato

c) indlagringsdato

d) varepartiets nummer

e) tilstedeværelse på lageret

f) udlagringsdato.

3. Kontrahenten eller eventuelt lagerholderen fører for hver kontrakt et lagerregnskab som skal være til rådighed på oplagringsstedet og indeholde følgende oplysninger:

(1) EFT nr. L 62 af 7. 3. 1980, s. 5.

a) identifikation ved varepartiets nummer af de privat oplagrede produkter

b) indlagrings- og udlagringsdato

c) mængden af smør eller fløde angivet for hvert parti

d) produkternes placering på lageret.

4. De oplagrede produkter skal være lette at identificere og let tilgængelige, og de skal være oplagret adskilt efter kontrakt.

5. For at sikre, at de oplagrede produkter er støtteberettigede, foretager det kompetente organ kontrol ved indlagringen eller i løbet af de første 21 dage efter registreringen af ansøgningen om støtte. Denne kontrol omfatter bl.a. efterprøvning af vægten og identificering af produkterne samt stikprøvekontrol af produkternes art.

6. Det kompetente kontrolorgan :

a) — forsegler samtlige produkter pr. kontrakt, pr. vareparti eller pr. mindre enhed, når den i stk. 5 omhandlede kontro finder sted, eller

— foretager en uanmeldt stikprøvekontrol af, at produkterne befinder sig på lageret. Den udvalgte prøve skal være repræsentativ og svare til mindst 10% af den samlede kontraktmængde, hvortil der ydes støtte til privat oplagring

b) foretager en stikprøvekontrol ved produkternes udlagring, som omfatter efterprøvning af vægten og identificering af produkterne. Med henblik herpå giver kontrahenten mindst fem hverdage inden udlagringen påbegyndes det kompetente organ meddelelse om de varepartier der skal udlagres. Medlemsstaten kan dog acceptere en kortere frist.

7. Der udarbejdes en rapport om den kontrol, der gennemføres efter stk. 5 og 6, med følgende oplysninger :

— dato for kontrollen

— dens varighed

— hvilke kontrolforanstaltninger der er gennemført.

Kontrolrapporten skal underskrives af den ansvarlige medarbejder.

8. Hvis der konstateres uregelmæssigheder, som vedrører 5 % eller mere af den kontrollerede produktmængde, udvides kontrollen til at omfatte en større produktmængde, hvis størrelse fastlægges af det kompetente organ.

Artikel 12

1. Den i artikel 6, stk. 2, i forordning (EØF) nr. 804/68 fastsatte støtte til privat oplagring kan kun ydes, hvis oplagringsperioden er på mindst 90 dage. Støtten må ikke overstige et beløb, der svarer til en oplagringsperiode på 210 dag.

2. Indlagring kan kun finde sted mellem den 15. april og den 15. august samme år. Udlagring kan kun finde sted fra den 16. august i oplagringsåret.

3. Udlagringen omfatter hele varepartier eller, hvis det kompetente organ tillader det, mindre enheder. I det i artikel 11, stk. 6, litra a), første led, nævnte tilfælde kan udlagringen dog kun omfatte en forseglet mængde.

4. Hvert år fastsættes efter den i artikel 30 i forordning (EØF) nr. 804/68 nævnte procedure det i artikel 6, stk. 2, i forordning (EØF) nr. 804/68 omhandlede støttebeløb for de kontrakter vedrørende privat oplagring, der træder i kraft i løbet af det pågældende år.

Hvis markedssituationen kræver det, kan støttebeløbet samt indlagrings- og udlagringsperioderne og den maksimale oplagringsperiode ændres i løbet af året for de kontrakter, der skal indgås.

5. Støtten udbetales på anmodning af den støtteberettigede senest 120 dage efter den kontraktlige oplagrings sidste dag. Er der iværksat en administrativ undersøgelse af retten til støtte finder der dog ingen udbetaling sted, før denne ret er blevet anerkendt.

Efter 60 dages kontraktlig oplagring kan der på den støtteberettigedes anmodning udbetales et enkelt forskud, fordusat at kontrahenten stiller en sikkerhed, som svarer til forskudsbeløbet, forhøjet med 10 %. Forskuddet beregnes på grundlag af en oplagringsperiode på 120 dage.

Artikel 13

1. Viser det sig ved udgangen af oplagringsperiodens første 60 dage, at smørret eller fløden har undergået en større kvalitetsforringelse, end opbevaring normalt medfører, kan kontrakenten én gang pr. vareparti få tilladelse til for egen regning at udskifte de mangelfulde mængder med en tilsvarende mængde smør eller fløde af den i artikel 6, stk. 2, i forordning (EØF) nr. 804/68 angivne art.

2. I det i stk. 1 omhandlede tilfælde er den første kontraktlige oplagringsdag, der danner udgangspunkt for beregningen af støtten, den i kontrakten anførte dag for den kontraktlige oplagrings begyndelse, jf. artikel 10, stk. 7, første afsnit.

Artikel 14

1. Når det gælder smør, kan kontrahenten uanset artikel 12, stk. 3, ved udløbet af en kontraktlig oplagringsperiode på 60 dage udlagre et eller flere varepartier under

kontrakt eller en mindre mængde, hvis det kompetente organ tillader det, forudsat at det uforarbejdede eller til butteroil forarbejdede smør senest 60 dage efter udlagringen :

— har forladt Fællesskabets toldområde

— har nået sin destination i de i artikel 5 stk. 1, i Kommissionens forordning (EØF) nr. 3665/87 [1] omhandlede tilfælde, eller

— er anbragt i et proviantoplag, der er godkendt ifølge artikel 38 i forordning (EØF) nr. 3665/87.

Kontrahenten underretter interventionsorganet herom mindst fem arbejdsdage inden påbegyndelsen af udlagringen med angivelse af de mængder, der er beregnet til udførsel. Medlemsstaten kan dog acceptere en kortere frist.

2. I det i stk. 1 omhandlede tilfælde :

a) føres der bevis for udførsel ligesom ved restitutioner, jf. forordning (EØF) nr. 3665/87

b) tages der ved beregningen af den i henhold til artikel 12, stk. 4, fastsatte støtte hensyn til nedsættelsen af oplagringsperioden

c) nedsættes støttebeløbet for den pågældende mængde, såfremt den i stk. 1 omhandlede frist på 60 dage ikke overholdes, med 15 % og med yderligere 5 % for den resterende del for hver dag, fristen på 60 dage overskrides

d) frigives den i artikel 12, stk. 5 andet afsnit, omhandlede sikkerhed, så snart der er ført bevis for udførsel i henhold til litra a), efter fradrag af et beløb svarende til den i litra b) omhandlede nedsættelse af støtten.

Artikel 15

1. Der kan kun ydes støtte til oplagring af fløde, der er pasteuriseret, og som har et fedtindhold på mindst 35 % og højst 80 %.

Medlemsstaterne kan dog give kontrahenterne tilladelse til, at de for alle de partier, for hvilke der er indgået kontrakter i løbet af mejeriåret, frivilligt forpligter sig til i løbet af hele oplagringsperioden at overholde et bestemt minimumsfedtindhold som forudfastsættes inden for de grænser, der er nævnt i første afsnit.

2. Ved beregning af støtten omregnes fløde til en smørækvivalent, der svarer til smør med et fedthindhold på 82 %, ved at gange flødens fedtindhold med 1,20.

3. Det i stk. 1, første afsnit, nævnte fedtindhold kontrolleres, inden fløden nedfryses, af et af de kompetente organ godkendt laboratorium.

4. I det i stk. 1, andet afsnit, omhandlede tilfælde ydes støtten på grundlag af det forudfastsatte minimale fedtindhold.

Medlemsstaterne foretager i så fald stikprøvekontrol af fedtindholdet, jf. stk. 3, under hyppige uanmeldte besøg.

Konstateres det under en sådan kontrol, at fedtindholdet er lavere end det forudfastsatte minimale fedtindhold, gælder følgende bestemmelser for alle partier, der er indlagret siden den sidste kontrol, som ikke har givet anledning til bemærkninger :

a) der udbetales ingen støtte for de pågældende partier ; hvis det konstaterede fedtindhold er under 2 % lavere end det forudfastsatte minimale fedtindhold, udbetales der dog støtte i forhold til det konstaterede fedtindhold med fradrag af 10 %

b) stk. 1, andet afsnit, gælder ikke for den pågældende kontrahent i resten af oplagringsperioden.

Artikel 16

Hvis den maksimumsopkøbspris, der er fastsat ved licitation efter Kommissionens forordning (EØF) nr. 1589/87 [2], udtrykt i national valuta og gældende på dagen for den kontraktlige oplagrings begyndelse :

a) er højere end den pris, der gælder på den kontraktlige oplagrings sidste dag, forhøjes den i henhold til artikel 12, stk. 4, fastsatte støtte med et beløb, der er lig med den del af maksimumsopkøbsprisens formindskelse, som overstiger 2 % af prisen på dagen for den kontraktlige oplagrings begyndelse

b) er lavere end den pris, der gælder på den kontraktlige oplagrings sidste dag, nedsættes den i henhold til artikel 12, stk. 4, fastsatte støtte med et beløb, der er lig med den del af maksimumsopkøbsprisens forhøjelse, som overstiger 2 % af prisen på dagen for den kontraktlige oplagrings begyndelse. Dog kan støttenedsættelsen ikke overstige det samlede støttebeløb.

[1] EFT nr. L 351 af 14. 12. 1987, s. 1.

[2] EFT nr. L 146 af 6. 6. 1987, s. 27.

Artikel 17

Forordning (EØF) nr. 685/69 ophæves. Den gælder dog fortsat for private oplagringskontrakter, der er indgået inden nærværende forordnings ikrafttræden.

Henvisninger til forordning (EØF) nr. 685/69 skal betragtes som henvisninger til nærværende forordning.

Artikel 18

Denne forordning træder i kraft på tredjedagen efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende.*

Den anvendes fra den 1. marts 1995.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 28. februar 1995.

På Kommissionens vegne

Franz FISCHLER

Medlem af Kommissionen

BILAG I

KRAV TIL SAMMENSÆTNING, KVALITETSEGENSKABER OG ANALYSEMETODER

Smør er en fast emulsion, som hovedsagelig er af typen vanddråber i fedt, med nedenstående sammensætning og kvalitetsegenskaber :

Parameter	Indhold, kvalitetsegenskaber	Referencemetode
Fedt	Min. 82 %	IDF-standard 80/1977
Vand	Maks. 16 %	IDF-standard 80/1977
Fedtfrit tørstof	Maks. 2 %	IDF-standard 80/1977
Frie fedtsyrer (1)	Maks. 1,2 mmol/100 g fedt	IDF-standard 6B/1989
Peroxidtal (1)	Maks. 0,3 mekv/1 000 g fedt	IDF-standard 74A/1991 Mælkefedtisolation som beskrevet i IDF-standard 6B/1989 (beskyttelse mod lys)
Coliforme bakterier	Ikke påviselige i 1 g	IDF-standard 73A/1985
Fremmed fedtstof (1)	Ikke påviseligt ved triglyceridanalyse	Bilag III
Sterolrøbestoffer (2)	Ikke påviselige	Kommissionens forordning (EF) nr. 86/94 (EFT nr. L 17 af 20. 1. 94, s. 7)
Andre røbestoffer (2)	Ikke påviselige	Metoder, der er godkendt af kompetent myndighed
Organoleptiske egenskaber	Mindst 4 ud af 5 point for udseende, smag, lugt og konsistens	Bilag IV
Vandfordeling	Mindst 4 point	IDF-standard 112A/1989

(1) Standarderne for disse tre parametre skal finde anvendelse seks måneder efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende*. På grundlag af data, der er indhentet i medlemsstaterne og indberettet til Kommissionen, vil standarderne senere blive revideret.

(2) Røbestoffer accepteret efter forordning (EØF) nr. 3143/85, (EØF) nr. 570/88 og (EØF) nr. 429/90.

BILAG II

NATIONALE KVALITETSKLASSER

— »beurre laiterie ; qualité extra« »melkerijboter ; extra kwaliteit« — belgisk smør

— »smør af første kvalitet« — dansk smør

— »Markenbutter« — tysk smør

— »pasteurisé A« — fransk smør

— »Irish creamery butter« — irsk smør

— produkt, der udelukkende er fremstillet af fløde, og som har været behandlet ved centrifugering og pasteurisering — italiensk smør

— »Marque Rose« eller »Beurre de première qualité« — luxembourgsk smør

— »Extra kwaliteit« — nederlandsk smør

— »Extra selected« — britisk smør og »premium«, nordisk smør

— produkt, der udelukkende er fremstillet af fløde, og som har været behandlet ved centrifugering og pasteurisering — græsk smør

— produkt, der udelukkende er fremstillet af komælk eller pasteuriseret fløde — spansk smør

— produkt der udelukkende er fremstillet af komælk eller pasteuriseret fløde heraf — portugisisk smør

— klassificeret som »Teebutter« — østrigsk smør

— klassificeret som »meijerivoi/mejerismör« — finsk smør

— klassificeret som »svenskt smör« — svensk smør.

BILAG III

REFERENCEMETODE TIL PÅVISNING AF FREMMEDE FEDTSTOFFER I MÆLKEFEDT VED GASKROMATOGRAFISK ANALYSE AF TRIGLYCERIDER — REVISION 1

1. Anvendelsesområde

Denne standard fastsætter en metode til påvisning af fremmede fedtstoffer, såvel vegetabilske som animalske og animalske som f.eks. oksetalg og svinefedt, i mælkefedtet fra mælk og mælkeprodukter ved gaskromatografisk analyse af triglycerider.

Ved brug af veldefinerede triglyceridformler påvises vegetabilske og animalske fedtstoffer kvalitativt og kvantitativt i rent mælkefedt uanset fodrings- eller laktationsforholdene.

Note 1: Skønt smørsyre (C4), der udelukkende forekommer i mælkefedt, gør det muligt at foretage kvantitative skøn over lave til middelstore mængder af mælkefedt i vegetabilske fedtstoffer, kan der næppe fremskaffes kvalitative og kvantitative oplysninger inden for området af tilsætning af indtil 20 % (vægtprocent) fremmed fedtstof til rent mælkefedt fordi C4 har et vidtspændende område, der går fra omkring 3,5 til 4,5 % (vægtprocent).

Note 2: Kvantitative resultater kan praktisk taget kun fås ved triglyceridanalyse, da vegetabilske fedtstoffers sterolindhold er forskelligt alt efter produktions- og behandlingsbetingelser.

2. Definition

Fremmede fedtstoffer i mælkefedt: Ved fremmede fedtstoffer forstås i denne standard alle vegetabilske og animalske fedtstoffer undtagen mælkefedt.

3. Princip

Efter ekstrahering af mælkefedtet fremstilles en stamopløsning.

Triglyceriderne bestemmes fra denne opløsning gaskromatografisk på pakkede kolonner. Ved indsættelse af vægtprocenten af fedtmolekyler af forskellig størrelse (C24 til C54 kun lige numre) i triglyceridformlen påvises fremmede fedtstoffer kvalitativt eller de bestemmes kvantitativt.

Note: Ved den her beskrevne vurdering kan der benyttes gaskromatografi på en kapillarkolonne, hvis det sikres, at der opnås sammenlignelige resultater (1).

4. Reagenser

Der skal anvendes kemikalier af analysekvalitet.

4.1. Bæregas: nitrogen, renhedsgrad 99,996 % eller derover.

4.2. Standardtriglycerider (2), mættede samt kolesterol til standardisering af standardmælkefedt efter punkt 6.5.4.

4.3. Methanol, vandfrit.

4.4. n-hexan.

4.5. n-heptan.

4.6. Toluen.

4.7. Dimethylchlorsilanopløsnng: 50 ml dimethylchlorsilan opløses i 283 ml toluen.

4.8. Forbrændningsgas: Hydrogen og syntetisk luft.

4.9. Stationær fase, 3 % OV-1 på 125/150 µm (100/120 mesh) GasChromQ (3).

4.10. 10 % kakaosmøropløsning.

(1) Egnede metoder er allerede beskrevet, jf. D. Precht and J. Molkentin: *Quantitative triglyceride analaysis using short capillary columns.* Chrompack News 4 16-17 (1993).
(2) Egnede produkter kan fås i handelen.
(3) Handelsnavne, f.eks. Extrelut, GasChromQ og Chrompack er eksempler på egnede produkter, der fås i handelen. Disse oplysninger tjener til, at brugeren let kan benytte standarden, men udgør ikke et krav til produktet. Partikelangivelsen er udtrykt i SI-enhed µm ifølge BS 410:1988 »British Standard Specification for test sieves«.

5. **Apparatur**

Normalt laboratorieapparatur og navnlig følgende :

5.1. Højtemperaturgaskromatograf, der er egnet til temperaturer på mindst 400-450° C, og som er forsynet med en flammeionisationsdetektor (FID) og konstantstrømsregulator for bæregassen. Forbrændningsgas : 30 ml/min H_2, 270 ml/min. syntetisk luft.

På grund af den høje bæregashastighed bør instrumentet gøre brug af en særligt bred »flamejet«.

Note : På grund af de høje temperaturer, der forekommer under triglyceridanalyser, skal glasindsatsen i FID eller injektorsystemet hyppigt rengøres.

Gaskromatografen skal være forsynet med septa, der kan modstå høje temperaturer, og som kan bruges hyppigt og grundlæggende viser meget lille blødning.

Note : Hertil egner sig (f.eks. Chromblue (tm) septa (Chrompack(2)).

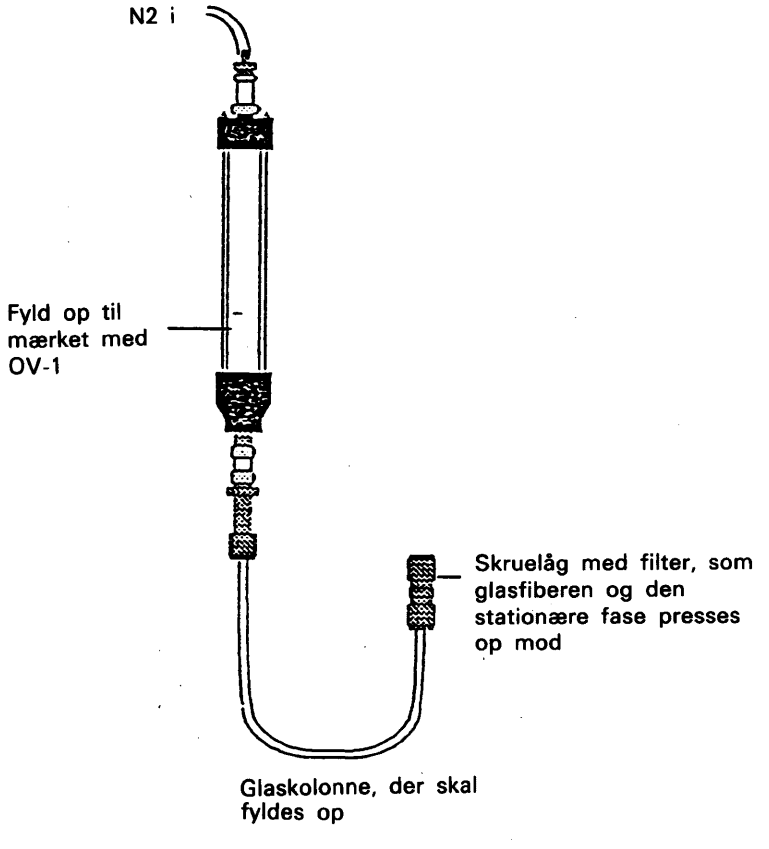
Septa skal udskiftes med regelmæssige mellemrum (f.eks. efter omkring 100 injektioner, eller så snart adskillelsen forringes (jf. fig. 4).

5.2. Kromatografikolonne :

U-formet glaskolonne (2 mm i.d. 500 mm lang), som forinden silaniseres efter punkt 6.1 med dimethylchlorosilan for at deaktivere glasoverfladen.

Note : Egnet er tillige noget længere (800-2 000 mm lange) pakkede kolonner. Med sådanne kolonner kan der opnås en noget bedre reproducerbarhed af resultaterne. Imidlertid opstår i den stationære fase lejlighedsvis revner efter en vis brug, som på deres side kan give ringere kvantitative resultater. Desuden slukkes FID-flammen let som følge af det anvendte yderst høje bæregasflow på 75—85 ml/min.

5.3. Fyldning af kolonnen (jf. fig. 1).



Figur 1 : Opstilling til kolonnefyldning

5.3.1. Plastkolonne med påskruede endestykker og et mærke, der viser, hvortil den krævede mængde stationære fase kan påfyldes.

5.3.2. Finmasket si (mesh på ca 100 µm) med skruelåg, der er egnet til at forsegle glaskolonnen som i fig. 1.

5.3.3. Deaktiveret, silaneret glasuld.

5.3.4. Vibrator til hjælp ved pakning af kolonne.

5.4. 1-3 ml Extrelut-kolonne (1) med silicagel. Denne kolonne kan også benyttes til ekstrahering for at fremskaffe mælkefedt.

5.5. Grafitferrule 6,4 mm (1/4") med 6 mm hul.

5.6. Udstyr til silanisering af kolonnens glasoverflade efter punkt 6.1.

5.6.1. Woulff-flaske.

5.6.2. Vandstrålepumpe.

5.7. Vandbad, justerbart til (50 ± 2) °C.

5.8. Tørreskab, justerbart til (50 ± 2) °C og (100 ± 2) °C.

5.9. Mikroliterpipette.

5.10. 5 ml målpipette til dosering af 1,5 ml methanol.

5.11. 50 ml rundbundet kolbe.

5.12. Erlenmayer-kolbe, nominelt rumfang 50 ml.

5.13 Tragt.

5.14. Finporet filter.

5.15. Rotationsfordamper.

5.16. Prøveglas, nominelt rumfang 1 ml, der kan forsegles med et aluminiumslåg, med indvendigt septum.

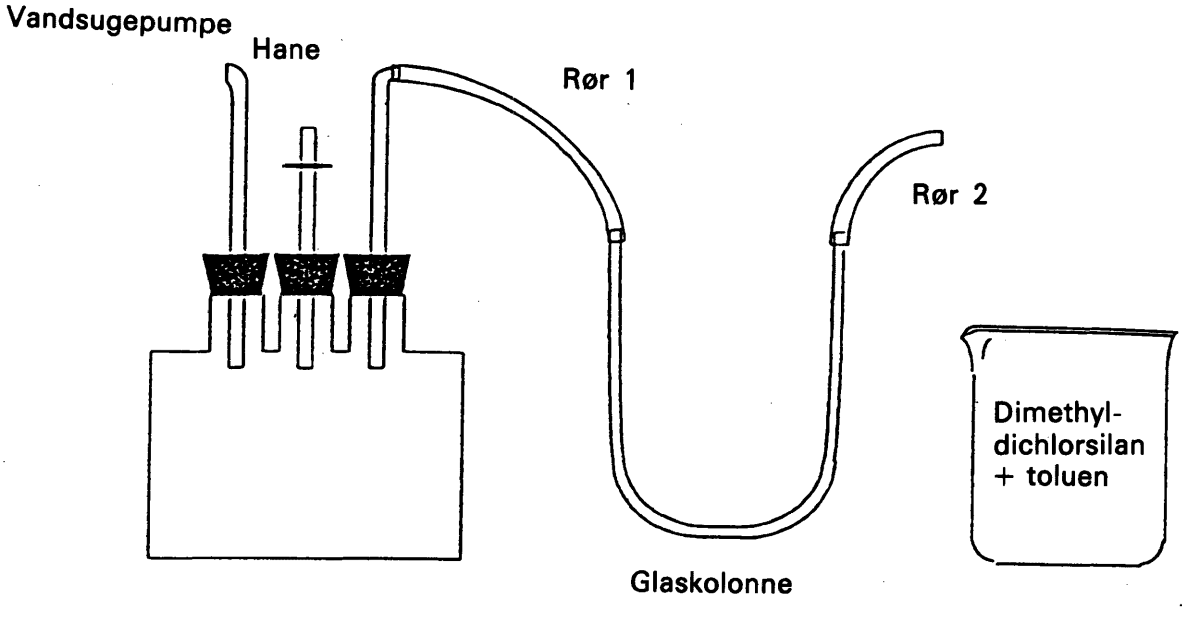
5.17. Injektionssprøjte ; den benyttede sprøjtes stempel må ikke trænge ind i kanylespidsen.

Note: Sådanne sprøjter gør det muligt at opnå en bedre reproducerbarhed af resultaterne.

For at undgå forringelse af septum bør kanylespidsen regelmæssigt kontrolleres (f.eks. med et stereomikroskop).

6. **Metodik**

6.1. Forberedelse af kolonnen (silanisering) : Efter at Woulff-flasken, jf. fig. 2, er forbundet med vandstrålepumpen, dyppes slange 2 ned i opløsningen efter punkt 4.7. Ved aflukning af hanen er kolonnen fyldt. Derefter fjernes de to slanger.



Figur 2 : Opstilling til silanisering

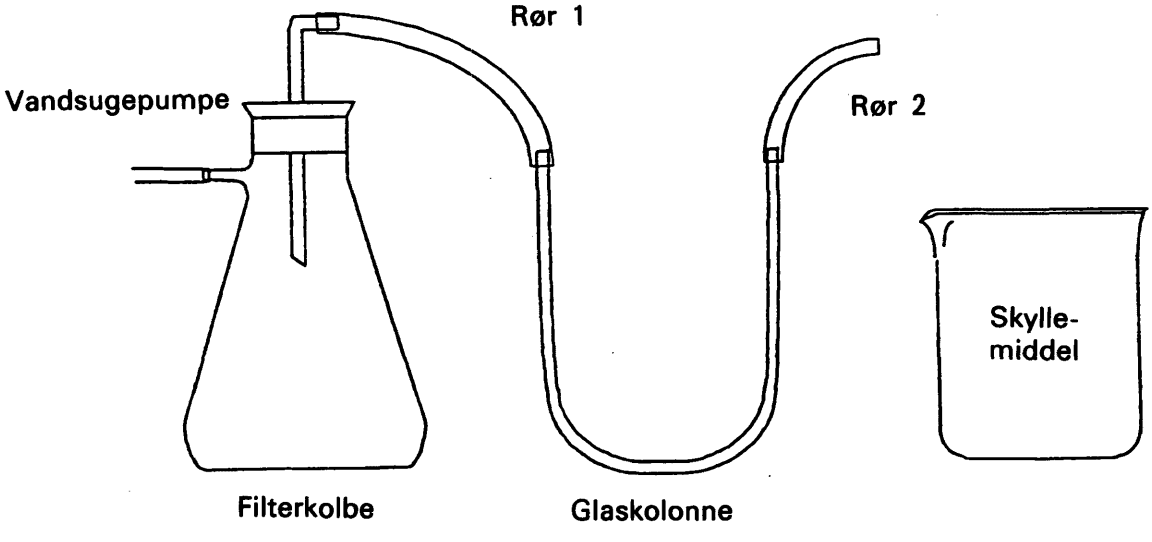
(1) Jf. note 3 side 11.

Kolonnen fastgøres på et stativ og fyldes helt op med dimethyldichlorosilanopløsningen ved hjælp af en pipette.

Efter 20-30 min. skiftes Woulff-flasken ud med en sugekolbe ved at forbinde den med vandstråle-pumpen (jf. fig. 3).

6.2. Kolonnefyldning:

Herefter gennemskylles kolonnen successivt med 75 ml toluen og 50 ml methanol; den tømte kolonne tørres i tørreskabet ved 100 °C i ca. 30 min.



Figur 3: Opstilling til gennemskylning

Til kolonnefyldningen benyttes opstillingen som vist i fig. 1.

Den stationære fase efter punkt 4.9 fyldes i plastkolonnen op til mærket.

Den nederste ende af den glaskolonne, som skal fyldes, forsegles med en ca. 1 cm lang tot glasuld, der på forhånd er silaniseret, og som presses ind med en stålstang. Kolonnens ende lukkes derefter med sien efter punkt 5.3.2.

Kolonnen fyldes med den stationære fase under tryk (3 bar, med N_2). For at få en ensartet, sammenhængende og fast pakning føres en vibrator op og ned i glaskolonnen under fyldningen.

Efter fyldningen presses en massiv tot silaniseret glasuld ind i den anden ende af den pakkede kolonne; de ender, der rager frem, afskæres, og glasuldstotten presses nogle få millimeter ind i kolonnen med en spatel.

6.3. Forbehandling af prøver:

En af følgende tre metoder benyttes til forbehandling af prøver:

6.3.1. Isolering af mælkefedtet fra smør.

5-10 g smør smeltes i en egnet beholder i vandbad efter punkt 5.7 ved 50 °C.

En 50 ml Erlenmeyer-kolbe og en tragt med filterindsats efter punkt 5.14 opvarmes i tørreskabet til 50 °C. Fedtfasen filtreres ved brug af det forhåndenværende udstyr.

Et sådant mælkefedt er så godt som fri for fosfolipider.

6.3.2. Ekstrahering af fedtfraktionen efter Röse-Gottliebmetoden.

Ekstrahering foretages efter IDF-standard 1C : 1987, 16C : 1987, 116A : 1987 eller 22B : 1987.

Med et sådant mælkefedt gør fosfolipiderne det muligt at opnå en kolesteroltop, der øges med ca. 0,1 %.

Triglyceridspektret standardiseret til 100 med kolesterol bliver derved kun påvirket i uvæsentligt omfang.

6.3.3. Ekstrahering fra mælk ved brug af silicakolonner.

0,7 ml af en mælkeprøve lunet til 20 °C påføres en 1-3 ml Extrelut-kolonne med mikroliterpipette efter punkt 5.4, og man lader den fordele sig ensartet på silicagelen i ca. 5 min.

Til denaturering af proteinlipidkomplekser tilsættes der med pipette 1,5 ml methanol. Derefter ekstraheres prøven med 20 ml n-hexan ; n-hexanen tilsættes langsomt i små mængder, og opløsningsmidlet samles i en 50 ml rundbundet kolbe, som er tørret til en konstant, kendt vægt.

Efter ekstrahering henstår kolonnen til afdrypning, indtil den er tom.

Opløsningsmidlerne afdampes fra eluatet på en rotationsfordamper ved en vandbadstemperatur på 40-50 °C.

Kolben tørres, og fedtmængden bestemmes ved vejning.

Note : Fedtekstraheringer ifølge Gerber, Wibull-Berntrop, Schmid-Bondszinsky-Ratzlaff eller isolering af mælkefedt ved brug af detergenter (BDI-metode) er ikke egnet til triglyceridanalyse, da mere eller mindre store mængder partielle glycerider eller fosfolipider kan medgå i fedtfasen.

6.4. Fremstilling af prøveopløsningen.

Til gaskromatografi bruges der en 5 %-opløsning af fedtstoffet i n-heptan som fremtillet efter punkt 6.3. Til tilberedelse af denne prøveopløsning afvejes tilsvarende mængder af prøvematerialet fremstillet efter punkt 6.3.1 og 6.3.2 og opløses i tilsvarende mængder n-heptan.

For prøver forbehandlet efter punkt 6.3.3 beregnes den mængde n-heptan, der skal tilsættes til prøvematerialet i kolben, ved vejning, og det resterende opløses heri.

Ca. 1 ml af prøveopløsningen fyldes i et prøveglas, jf. punkt 5.16.

6.5. Kromatografisk triglyceridanalyse.

Med så høje temperaturer som op til 350 °C til eluering af de langkædede triglycerider C52 til C56 sker det nemt, at basislinjen stiger, især hvis kolonnerne ikke er blevet tilstrækkeligt konditioneret fra starten. Basislinjens drift ved høje temperaturer kan fuldstændigt undgås enten ved kombinering af to kolonner eller ved basislinjesubtraktion.

Ved kompensationsmetode eller arbejde med enkeltkolonner skal der tillige for glasindsatserne i injektoren og i detektoren anvendes grafitferruler, jf. punkt 5.5.

6.5.1. Basislinjekorrektion.

For at undgå, at basislinjen stiger, benyttes en af følgende fire metoder :

6.5.1.1. Kombinering af kolonner.

Der anvendes to pakkede kolonner efter kompensationsmetoden.

6.5.1.2. Basislinjekorrektion ved gaskromatografi.

Ved at lade gaskromatografen køre en enkelt gang uden injektion af fedtopløsning og efterfølgende subtraktion af den målte basislinje kan det undgås, at basislinjen stiger.

6.5.1.3. Basislinjekorrektion ved integrationsprogrammel.

Ved at lade integrationssystemet køre en enkelt gang uden injektion af fedtopløsning og efterfølgende subtraktion af den målte basislinje kan det undgås, at basislinjen driver.

6.5.1.4. Basislinjekorrektion ved passende konditionering.

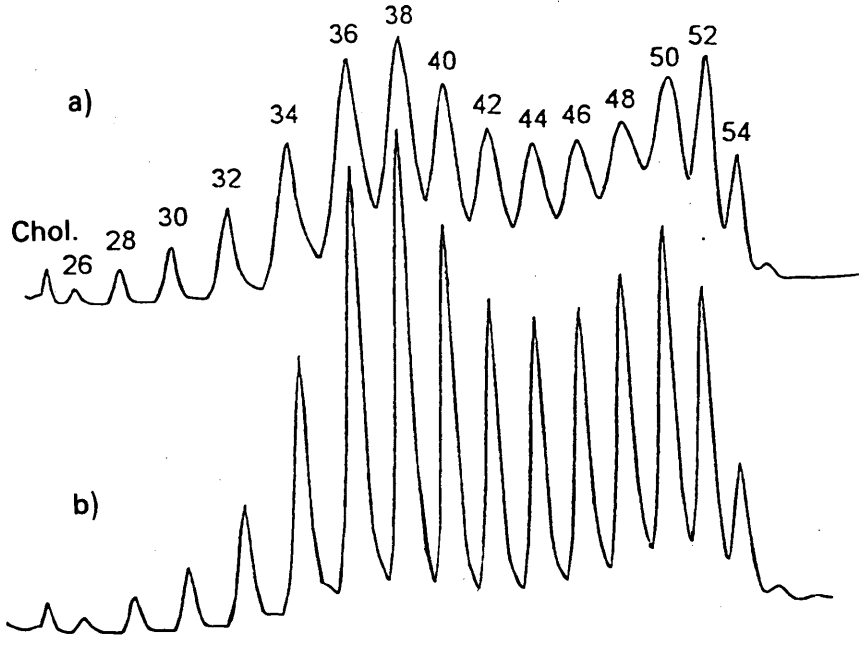
Ved tilstrækkelig initialkonditionering af kolonnen og en snes injektioner med mælkefedtopløsninger er basislinjens drift ved høje temperaturer hyppigt så lille, at basislinjekorrektioner ikke er nødvendige.

6.5.2. Injektionsteknik.

For at undgå fraktionering benyttes der »hot injection«, hvorved der opnås bedre kvantitative resultater med de højtkogende triglyceridkomponenter. Fedtopløsningen trækkes op i sprøjten, og den kolde sprøjtekanyle opvarmes inden injektionen ca. 3 sek. i injektorblokken. Derefter injiceres sprøjtens indhold meget hurtigt.

Note: Med denne injektionsteknik nedsættes risikoen for fraktioneringsfænomener inden i sprøjten eller injektionsblokken. Der benyttes ikke direkte injektion på kolonnen i den øvre, udvidede og opvarmede del af kolonnen, da fragmenter af septum, der akkumuleres her, såvel som forureninger let kan elimineres med den benyttede metode, ved at der jævnligt skiftes injektorindsats, uden at kolonnen afmonteres.

Det må absolut undgås at bøje kanylespidsen ved berøring af prøvebægerets bund (også selv om dette knap er synligt med det blotte øje) for ikke at ødelægge septum.



a) ringe adskillelse som følge af beskadiget septum

b) god adskillelse.

Figur 4: Triglyceridkromatogram af en mælkefedtprøve

6.5.3. Konditionering af en pakket kolonne.

Under trin a) til c) er kolonnens top ikke forbundet med detektoren for at undgå forurening.

De efter punkt 6.2 fyldte kolonner konditioneres som følger:

a) 15 min. 40ml/min. N_2-flow ved 50 °C

b) opvarming med 1 K/min. indtil 355°C ved 10 ml N_2/min.

c) Henstand i 12-15 timer ved 355 °C

d) 2 injektioner med 1 µl kakaosmøropløsning efter punkt 4.10 og dertil hørende temperaturprogram

e) 20 injektioner med 0,5 µl mælkefedtopløsning i 2-3 døgn efter punkt 6.4.

Note: Kakaosmør består næsten udelukkende af højtkogende C50 til C56 triglycerider. Injektion med kakaosmør tjener til særlig konditionering i denne langkædede række. Med de højtkogende triglycerider C50 til C54 kan der forekomme responsfaktorer på indtil ca. 1,20. Normalt må der ved gentagen injektion af en mælkefedtopløsning forventes et fald i de initialt høje responsfaktorer for C50 til C54. For triglycerider med lavt acyl-c-tal ligger faktorerne på omkring 1.

Der tilberedes tre par kolonner fyldt efter punkt 6.2. De konditionerede par kontrolleres med en mælkefedtanalyse til rutinetest. Det par, der har de bedste kvantitative resultater (responsfaktorer næsten 1), anvendes til det efterfølgende. Kolonner med responsfaktorer > 1,20 anvendes ikke.

6.5.4. Kalibrering.

Til kalibrering bestemmes responsfaktorerne af de respektive triglycerider såvel som af kolesterol af et mælkefedt (standardiseret fedt) ved anvendelse af de standardiserede triglycerider (mindst de mættede triglycerider C24, C30, C36, C42, C48 og C54 samt kolestrol; endnu bedre hvis C50 og C52 også medtages). Mellemliggende responsfaktorer kan findes ved matematisk interpolering.

Når der anvendes standardiseret fedt, må der hver dag foretages 2-3 kalibreringer. Hvis der fremkommer så godt som identiske resultater, opnås der velreproducerbare kvantitative resultater ved trigyliceridanalyse af prøverne.

Det standardiserede mælkefedt har en holdbarhed på flere måneder ved en temperatur på maks. −18 °C og kan derfor benyttes som standard.

6.5.5. Temperaturprogram, bæregas og andre betingelser for triglyceridanalyse.

Temperaturprogram : Initial kolonnetemperatur 210 °C holdes i 1 min., hvorefter der programmeres ved 6 °C/min. til 350 °C, og kolonnen holdes ved sluttemperaturen i 5 min.

Detektor- og injektortemperatur : Begge 370 °C.

Note: Detektor-, injektor- og ovntemperaturer (initialtemperaturer) bør holdes konstante (også natten over, i weekender og på helligdage).

Bæregas : Nitrogen, hastighed 40 ml/min.

Note: Hvis der benyttes 80 cm kolonner, skal bæregasflow være mindst 75 ml/min. N_2. Bæregasflowet bør holdes konstant (også natten over, i weekender og på helligdage). Det nøjagtige bæregasflow bør reguleres således, at C54 uanset kolonnelængde elueres ved 341 °C.

Analysevarighed : 29,3 min.

Injektionsvolumen : 0,5 µl.

Note: Sprøjten skal skylles flere gange efter hver injektion med ren heptan.

FID-betingelser efter punkt 5.1.

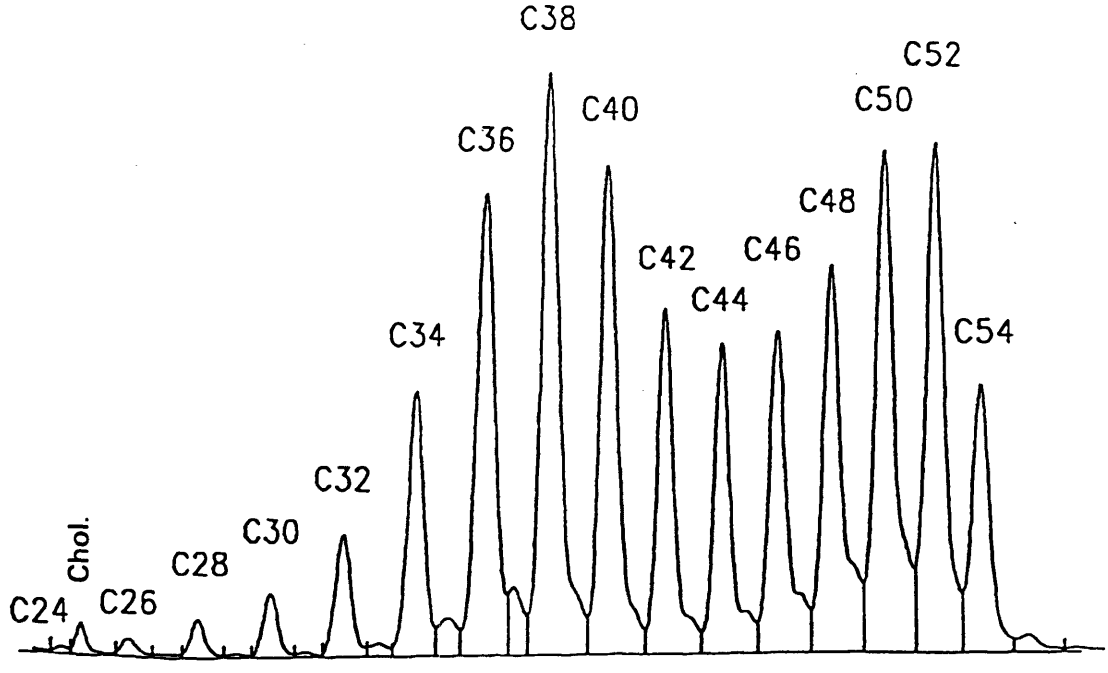
Note: Flammeonisationsdetektoren tændes ved hver arbejdsdags begyndelse.

7. Integration, evaluering og kontrol af målebetingelserne

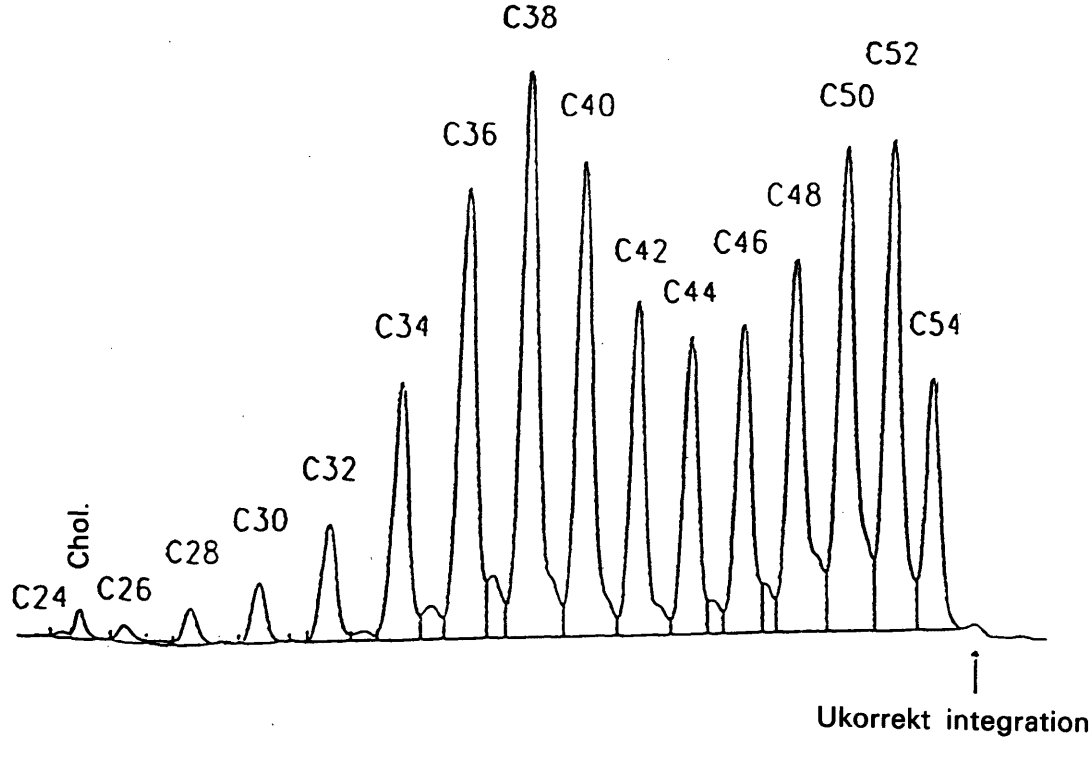
Triglycerider med ulige acyl-c-nummer (2n + 1) kombineres med det forudgående triglycerid med lige nummer (2n). De mindre reprocerbare, lave C56-inhold tages ikke i betragtning. De resterende triglycerider (toparealet) i kromatogrammet, inkl. kolosterol (top nær C24), multipliceres med de forskellige responsafaktorer for standardfedtet (sidste kalibrering), og summen sættes til 100. Foruden fri kolosterol evalueres således triglyceriderne C24, C26, C28, C30, C32, C34, C36, C38, C40, C42, C44, C46, C48, C50, C52 og C54. Resultaterne gengives i vægtprocent (g/100 g).

Kromatogrammets toppe bør evalueres med en integrator, hvormed basislinjen kan plottes. Reintegrering med optimerede integrationsparametre bør være mulig.

Fig. 5 og 6 viser to eksempler på triglyceridkromatogrammer. Fig. 5 viser et kromatogram, der kan evalueres godt, mens fig. 6 viser en sporadisk fejl i området C50 til C54, idet basislinjen løber ukorrekt i sammenligning med fig. 5. Sådanne fejl kan kun påvises og undgås ved brug af en integrator, som tillader plotning af basislinjen.



Figur 5 : Triglyceridkromatogram (der er let at evaluere) af et mælkefedt med basislinjen indtegnet



Figur 6 : Ukorrekt integreret kromatogram af mælkefedt

Til kontrol af målebetingelserne viser tabel 1 middelværdierne og standardafvigelserne af typisk fedt fra vintermælk i de 19 analyser af det samme fedt.

Tabel 1 : Triglyceridsammensætning af mælkefedt ; middelværdier og standardafvigelser i 19 analyser

(g/100 g)

Triglycerid	Middel	Standardafvigelser
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

Med større standardafvigelser end værdierne i tabel 1 kan kromatogrammerne ikke længere accepteres, og septa og gashastighed bør kontrolleres. Desuden kan mindre små dele af septum have afsat sig på glasulden ved kolonnens indgang, eller kolonnen er blevet uegnet til brug som følge af ældning, temperaturpåvirkninger osv. (jf. fig. 3).

8. Kvalitativ påvisning af fremmede fedtstoffer

Til påvisning af fremmede fedtstoffer er der udviklet triglyceridformler (tabel 2) med S-grænser (tabel 3) hvori S-værdierne af rent mælkefedt kan vise udsving. Hvis grænserne overskrides, kan det antages, at et fremmed fedtstof er til stede.

Den mest følsomme formel til påvisning af tilsætning af svinefedt er :

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

Note : Ved anvendelse af 755 forskellige mælkefedtprøver blev der fastslået et 99 % konfidensinterval på S = 98,05 – 101,95 for rene mælkefedtprøver med en standardafvigelse for alle S-værdier på 0,39897.

Ved at gå ud fra triglyceridsammensætningen af en ukendt fedtprøve kan en sådan formel uden brug af edb gøre det muligt ganske enkelt at verificere, om summen af de her angivne triglyceridindhold med de tilsvarende faktorer falder uden for intervallet på 98,05-101,95, og der er så højst sandsynligt tale om tilsætning af et fremmed fedtstof.

Til påvisning af forskellige fremmede fedtstoffer viser tabel 2 forskellige triglyceridformler. Til påvisning af de fremmede olier sojaolie, solsikkeolie, olivenolie, rapsolie, hørolie, hvedekimolie, majskimolie, bomuldsfrøolie og hydrogeniseret fiskeolie og de vegetabilske fedtstoffer kokosnød- og palmekerneolie samt palmeolie og oksetalg kan der benyttes en fælles formel.

Eftersom der også er udsving for triglyceridsammensætningen af fremmede fedtstoffer, blev der anvendt fire forskellige, eksperimentelt målte triglyceriddata for fremmede fedtstoffer af samme type. (Med de samme typer fremmede fedtstoftyper er den mindst gunstige grænse blevet taget i betragtning (jf. tabel 4)).

Med nedenstående »totalformel« kan der opnås gode resultater for alle fremmede fedtstoffer:

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

Udregninger til påvisning af kombinationer af fremmede fedtstoffer i mælk har vist, at skønt der f.eks. med formlen for svinefedt i tabel 2 er en lav grænse for dette fremmede fedtstof, nemlig 2,7 % kan andre fedtstoffer som kokosnødfedt, palmeolie eller palmekerneolie med påvisningsgrænser på henholdsvis 26,8 %, 12,5 % og 19,3 % kun påvises, hvis der er blevet tilsat særdeles store mængder til mælkefedtet. Det samme gælder de øvrige formler i tabel 2.

Tabel 2 : Triglyceridformler til påvisning af forskellige fremmede fedtstoffer i mælkefedt med angivelse af standardafvigelserne (SD) for S

Formel for sojaolie, solsikkeolie, olivenolie, rapsolie, hørolie, hvedekimolie, majskimolie, bomuldsfrøolie og fiskeolie
$2{,}0983 \cdot C30 + 0{,}7288 \cdot C34 + 0{,}6927 \cdot C36 + 0{,}6353 \cdot C38 + 3{,}7452 \cdot C40 - 1{,}2929 \cdot C42 + 1{,}3544 \cdot C44 + 1{,}7013 \cdot C46 + 2{,}5283 \cdot C50 = S;\ SD = 0{,}38157$
Formel for kokosnød- og palmekernolie
$3{,}7453 \cdot C32 + 1{,}1134 \cdot C36 + 1{,}3648 \cdot C38 + 2{,}1544 \cdot C42 + 0{,}4273 \cdot C44 + 0{,}5809 \cdot C46 + 1{,}1296 \cdot C48 + 1{,}0306 \cdot C50 + 0{,}9953 \cdot C52 + 1{,}2396 \cdot C54 = S;\ SD = 0{,}11323$
Formel for palmeolie og oksetalg
$3{,}6644 \cdot C28 + 5{,}2297 \cdot C30 - 12{,}5073 \cdot C32 + 4{,}4285 \cdot C34 - 2{,}2010 \cdot C36 + 1{,}2791 \cdot C38 + 6{,}7433 \cdot C40 - 4{,}2714 \cdot C42 + 6{,}746 = S;\ SD = 0{,}81094$
Formel for svinefedt
$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C544 = S;\ SD = 0{,}39897$

Følgelig må der til kontrol af en ukendt fedtprøve benyttes samtlige formler i tabel 2 og totalformlen (2), hvis det er sandsynligt, at prøven er en blanding af mælkefedt og et af de 14 forskellige fremmede fedtstoffer eller en kombination af sådanne fremmede fedtstoffer. Hvis der ved indsættelse af triglyceriderne fra en fedtprøve, som skal analyseres, fremkommer en S-værdi, der ligger uden for intervallerne i tabel 3 for blot en af de fem formler, er det mest sandsynligt, at prøven er et modificeret mælkefedt. Påvisning af et fremmed fedtstof i mælkefedt ved benyttelse af en af de fire formler, er det mest sandsynligt, at prøven er et modificeret mælkefedt. Påvisning af et fremmed fedtstof i mælkefedt ved benyttelse af en af de fire formler i tabel 2 gør det ikke muligt at drage konklusioner med hensyn til typen af det iblandede fremmede fedtstof.

Tabel 3 : S-værdier for mælkefedt

Formel til påvisning af	S-interval
Sojaolie, solsikkeolie, olivenolie rapsolie, hørolie, hvedekimolie, majskimolie, bomuldsfrøolie og fiskeolie	98,05 — 101,95
Kokosnød- og palmekerneolie	99,42 — 100,58
Palmeolie og oksetalg	95,90 — 104,10
Svinefedt	97,96 — 102,04
Totalformel	95,68 — 104,32

I tabel 4 angives påvisningsgrænserne for de forskellige fremmede fedtstoffer med en konfidens på 99 %. Den første spalte viser de laveste påvisningsgrænser for de bedste mælkeformler i tabel 2. I anden spalte gengives påvisningsgrænserne for totalformlen. Skønt grænserne ligger lidt højere, kan der med denne formel påvises en ganske lille smule højere indhold af fremmede fedtstoffer. Der kan med samtlige formler også påvises blandinger af de forskellige fremmede fedtstoffer. Variationsintervallet for triglycerider af forskellige fremmede fedtstoffer af en enkelt type har ingen væsentlig indflydelse på påvisningsgrænserne.

Tabel 4 : 99 % påvisningsgrænser ved tilsætning af fremmed fedtstof til mælkefedt i %

	Specifik formel	Totalformel
Sojaolie	2,1	4,4
Solsikkeolie	2,3	4,8
Olivenolie	2,4	4,7
Kokosnødfedt	3,5	4,3
Palmeolie	4,4	4,7
Palmekerneolie	4,6	5,9
Rapsolie	2,0	4,4
Hørolie	2,0	4,0
Hvedekimolie	2,7	6,4
Majskimolie	2,2	4,5
Bomuldsfrøolie	3,3	4,4
Svinefedt	2,7	4,7
Oksetalg	5,2	5,4
Hydrogeniseret fiskeolie	5,4	6,1

Note : S-intervallerne er således udregnet, at tilstedeværelsen af et fremmed fedtstof kun antages, hvis grænserne for de individuelle formler er overskredet (jf. tabel 4).

9. **Kvantitativ bestemmelse af fremmede fedtstoffer**

Til at få kvantitative oplysninger om koncentrationen af det fremmede fedtstof i en mælkefedtprøve benyttes følgende formel :

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

hvor X er mængden af ukendt fremmed fedstof eller blanding af fremmede fedtstoffer i et ukendt mælkefedt. S er resultatet af tilsætning af et ukendt fremmed fedtstof ved indsættelse af triglyceriderne fra det fremmede fedt/mælkefedtblanding i ovenstående totalglyceridformel. Hvis mælkefedt er tilsat et ukendt fremmed fedtstof, vælges S-middelværdien af de forskellige fremmede fedtstoffer for totalformeln som S_F. S_F-middelværdien fremkommer ved at indsætte de rene, fremmede fedtstoffers triglyceriddata i denne formel og udregne en middelværdi (S_F = 7,46). Der opnås også gode kvantitative resultater for tilsætninger af fremmede fedtstoffer ved at benytte formelen for palmeolie og oksetalg (tabel 2) og en S_F-middelværdi på 10,57.

For kendte fremmede fedtstoftypers vedkommende skal følgende S_F-værdier indsættes i ovenstående formel, og de relevante formler for fremmede fedtstoffer i tabel 2 skal vælges.

Tabel 5 : S_F-værdier af forskellige fremmede fedtstoffer

Fremmed fedtstof	S_F
Sojaolie	8,18
Solsikkeolie	9,43
Olivenolie	12,75
Kokosnødfedt	118,13
Palmeolie	7,55
Palmekerneolie	112,32
Rapsolie	3,30
Hørolie	4,44
Hvedekimolie	27,45
Majskimolie	9,29
Bomulsfrøolie	41,18
Svinefedt	177,55
Oksetalg	17,56
Fiskeolie	64,12

10. **Anvendelsesområde for påvisningsmetoden**

Den beskrevne metode anvendes på bulkmælk og er baseret på mælkefedtprøvernes repræsentativitet.

Det ville være muligt at foretage højst specifik påvisning, hvis der for et repræsentativt antal mælkefedtprøver kunne bestemmes formler for forskellige lande.

Der kunne frembringes særligt velegnede muligheder for påvisning, hvis formler som her beskrevet blev etableret i de forskellige lande for et repræsentativt antal mælkefedtstoffer. I dette tilfælde kræves det ikke, at der bruges indviklede edb-programmer, hvis triglyceridkombinationerne i tabel 2 benyttes, og faktorerne genbestemmes efter de mindste kvadraters metode.

Ved benyttelse af S-intervallerne i tabel 3 er formlerne normalt anvendelige under særlige fodringsbetingelser som f.eks. underfodring eller fodring af køer med fodergær eller Ca-sæber. Kun under ekstreme fodringsbetingelser (f. eks. stor indtagelse af rene foderolier, stor tildeling af Ca-sæber kombineret med foderfedt osv.) angiver formlen til dels et modificeret mælkefedtstof.

Note: Fraktionerede mælkefedstoffer anerkendes normalt som umodificeret mælkefedt, hvis der udelukkende antages en modifikation, når grænserner er overskredet. Kun i tilfælde af fraktionerede mælkefedtstoffer med usædvanlig mælkefedtsammensætning, således som f.eks. en hård fraktion, der er fremkommet ved fraktionering efter fysiske metoder ved høje temperaturer på ca. 30 °C med lave udbytter på nogle få procenter eller ved fraktionering med overkritisk CO_2, angiver formlen en modifikation.

Mælkefedtfraktionering kan imidlertid påvises efter andre metoder som f.eks. differentialscanningkalorimetri.

11. **Nøjagtighed**

Metodens nøjagtighed bestemmes ved brug af mælkefedt ud fra formlerne i tabel 2 og S-intervallerne i tabel 3.

11.1. Repeterbarhed

Som differens af S-værdierne ved to bestemmelser foretaget med kortest mulige mellemrum af en kromatografiker, der benytter samme metode og identisk prøvemateriale under samme betingelser (samme person, samme instrument/samme opstilling, samme laboratorium):

Tabel 6: Repeterbarhedsgrænser (r) for de forskellige formler

Formel til påvisning	r
af sojaolie, solsikkeolie, olivenolie, rapsolie, hørolie, hvedekimolie, majskimolie, bomuldsfrøolie og fiskeolie	0,67
af kokosnød- og palmekerneolie	0,12
af palmeolie og oksetalg	1,20
af svinefedt	0,58
af totalformel	1,49

11.2. Reproducerbarhed

Som differens af S-værdierne ved to bestemmelser foretaget af analytikere på forskellige laboratorier med benyttelse af identisk prøvemateriale under forskellige betingelser (anden person, andre instrumenter) på forskellige tidspunkter.

Tabel 7: Reproducerbarhedsgrænser (R) for de forskellige formler

Formel til påvisning	R
af sojaolie, solsikkeolie, olivenolie, rapsolie, hørolie, hvedekimolie, majskimolie, bomuldsfrøolie og fiskeolie	1,08
af kokosnød- og palmekerneolie	0,40
af palmeolie og oksetalg	1,81
af svinefedt	0,60
af totalformel	2,07

11.3. Kritisk differens

Med repeterbarhedsgrænserne (r) og reproducerbarhedsgrænserne (R) kan de kritiske differenser for samtlige S-intervaller i tabel 3 udregnes (dobbeltanalyser). De respektive værdier er gengivet i tabel 8.

Tabel 8 : Kritiske differenser for samtlige triglyceridformler

Formel til påvisning	Interval
af sojaolie, solsikkeolie, olivenolie, rapsolie, hørolie, hvedekimolie, majskimolie, bomuldsfrøolie og fiskeolie	97,43 — 102,57
af kokosnød- og palmekerneolie	99,14 — 100,86
af palmeolie og oksetalg	94,91 — 105,09
af svinefedt	97,65 — 102,35
totalformel	94,58 — 105,42

11.4. Godkendelse af resultaterne

Alle med afrunding til to decimaler beregnede triglyceridindhold af C24, C26, C28 til C54 samt kolesterol skal sættes til præcis 100.

Resultaterne af dobbeltanalysen bruges som kontrol af repeterbarheden. Hvis den absolutte differens mellem to S-resultater for samtlige fem triglyceridformler ikke overskrider repeterbarhedsgrænserne (r) i tabel 6, er kravene til repterbarhed opfyldt.

Til kontrol af optimale gaskromatografiske betingelser og især af kolonnens kvalitet bør det sikres, at differensen mellem største og mindste S-værdier af samtlige fem triglyceridformler ved gentagelse med ti kørsler ikke overskrider intervallet, $x^* r$ hvor $x = 1{,}58$ (for ti kørsler, jf. literaturhennvisning 16), og r er repeterbarhedsgrænserne for de forskellige formler i tabel 6.

12. Nævnte standardmetoder

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. Litteraturhenvisninger

1. Kommissionen for De Europæiske Fællesskaber : *Detection of foreign fats in milk fat by means of gas chromatographic triglyceride analysis;* dok. nr. VI/5202/90-EN, VI/2645/91.
2. Kommissionen for De Europæiske Fællesskaber : *Control of butter fat purity of 100 different samples of different feeding periods from 11 EEC countries;* dok. nr. VI/4577/93.
3. Kommissionen for De Europæiske Fællesskaber : *Consideration of results from the first, second, third, fourth, fifth and sixth EEC collaborative trial : Determination of triglycerides in milk fat;* dok. nr. VI/2644/91, VI/8.11.91, VI/1919/92, VI/3842/92, VI/53178/92, 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 (1990).

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* i 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, Berlin, blz. 378 (1970).

BILAG IV

ORGANOLEPTISK BEDØMMELSE AF SMØR

1. Formål

Formålet med denne metode til organoleptisk bedømmelse af smør er at give en ensartet metode, der kan benyttes i samtlige medlemsstater.

2. Definitioner

Ved *organoleptisk bedømmelse* (vurdering) forstås undersøgelse af et produkts egenskaber ved hjælp af sanseorganerne.

Ved *panel* forstås en gruppe udvalgte smørdommere, der under vurderingen arbejder uden indbyrdes kontakt og uden at påvirke hinanden.

Ved *karaktergivning* forstås et panels organoleptiske vurdering efter en talskala. Der skal benyttes en nomenklatur for fejl.

Ved *klassificering* forstås en kvalitetssortering, der sker på grundlag af karaktergivningen.

Ved *kontroldokumenter* forstås papirer, hvorpå der noteres de enkelte point for hver egenskab samt produktets endelige klasse (samme papir kan også anvendes til angivelse af kemisk sammensætning).

3. Prøvelokale

3.1. Der skal træffes forholdsregler, så smørdommerne i prøvelokalet ikke bliver påvirket af udefra kommende faktorer.

3.2. Prøvelokalet skal være frit for fremmede lugte og let at rengøre. Væggene skal have lys farve.

3.3. Prøvelokalet og dets belysning skal være således, at de produktegenskaber, der skal bedømmes, ikke påvirkes. Lokalet skal være forsynet med passende temperaturkontrol.

4. Udvælgelse af smørbedømmere

En smørbedømmer skal være velkendt med smørprodukter og kunne foretage organoleptisk vurdering. Vedkommendes egnethed bør vurderes regelmæssigt (mindst en gang om året) af den kompetente myndighed.

5. Krav til panelet

Antallet af smørbedømmere i panelet bør være ulige og mindst tre personer. Flertallet af dem skal være medarbejdere ved den kompetente myndighed eller autoriserede personer, der ikke er ansat i mejeribruget.

6. Vurdering af værdien af de enkelte egenskaber

6.1. Den organoleptiske vurdering skal omfatte følgende egenskaber : udseende, konsistens, lugt og smag.

Udseende omfatter farve, synlig renhed, mugvækst og vandets fordeling. Vandfordelingen afprøves efter IDF-standard 112A/1989.

Konsistens omfatter hårdhed og smørbarhed.

Der kan benyttes fysiske metoder til vurdering af smørrets konsistens. Kommissionen forudser fremtidig harmonsering af sådanne metoder.

Lugt og smag.

En signifikant afvigelse fra den anbefalede temperatur forhindrer pålidelig vurdering af konsistens, lugt og smag. Temperaturen er af altafgørende betydning.

6.2. Egenskaberne skal vurderes organoleptisk hver for sig. Der gives karakterer efter tabel 1.

6.3. Det kan være ønskværdigt, at smørbedømmerne, inden de begynder vurderingen, sammen giver karakterer for en eller flere referenceprøver med hensyn til udseende, konsistens samt lugt og smag, så der bliver vurderet ensartet.

6.4. Karaktererne for, at produktet kan godkendes, er som følger :

	Maksimum	Krævet
Udseende	5	4
Konsistens	5	4
Lugt og smag	5	4

Hvis den krævede karakter ikke opnås, skal fejlen beskrives. De karakterer, den enkelte smørbedømmer giver for hver egenskab, skal optegnes i kontroldokumentet. *Produktet godkendes eller afvises på grundlag af en flertalsbeslutning.* Der bør ikke ofte forekomme tilfælde (ikke mere end et pr. 20 prøver), hvor de enkelte smørbedømmeres karakter for hver egenskab giver en forskel på over et point. Hvis det sker, må panellederen kontrollere, om panelet er kompetent.

7. Tilsyn

Lederen af et panel, som skal være en medarbejder ved den komeptente myndighed og kan være medlem af panelet, skal være generelt ansvarlig for hele vurderingen. Vedkommende skal optegne de enkelte smørbedømmeres karakter for hver egenskab i kontroldokumentet og attestere, om produktet er godkendt eller afvist.

8. Udtagning og forberedelse af prøver

8.1. — Det er ønskværdigt, at prøvernes identitet er skjult under vurderingen, så enhver form for eventuel partiskhed undgås.

— Panellederen bør aarrangere dette inden vurderingen i de øvrige panelmedlemmers fravær.

8.2. Når den organoleptiske vurdering foretages på frysehus, udtages prøven med en smørstikker. Hvis den organoleptiske vurdering finder sted på et andet sted end i frysehuset, skal der udtages en prøve på mindst 500 g.

8.3. Under vurderingen bør smørret have en temperatur på 10 - 12 °C. Større afvigelser bør for enhver pris undgås.

9. Nomenklatur

Jf. vedlagte tabel 2.

Tabel 1 : Bedømmelsesskema for smør

Udseende			Konsistens			Smag og aroma		
Point	Nr. (1)	Bemærkninger	Point	Nr. (1)	Bemærkninger	Point	Nr. (1)	Bemærkninger
5		*Meget tilfredsstillende* Ideal type Højeste kvalitet (ensartet, tør)	5		*Meget tilfredsstillende* Ideal type Højeste kvalitet (godt smørbar)	5		*Meget tilfredsstillende* Ideal type Højeste kvalitet (absolut ren, fineste aroma)
4		*Tilfredsstillende* (2) Ingen åbenlyse mangler	4		*Tilfredsstillende* (2)	4		*Tilfredsstillende* (2) Ingen åbenlyse mangler
				17	hård			
				18	blød			
3		*Temmelig tilfredsstillende (mindre mangler)*	3		*Temmelig tilfredsstillende (mindre mangler)*	3		*Temmelig tilfredsstillende (mindre mangler)*
	1	synlige vanddråber		14	skør, smuldrende		21	uren
	2	ikke ensartet farve, tofarvet		15	dejagtig, fedtet		22	fremmed smag
				16	klæbrig		25	syrlig
	3	stribet		17	hård		27	kogt smag, sveden smag
	4	skjoldet, marmoreret		18	blød		33	fodersmag
	5	plettet					34	grov, bitter
	6	olieudskillelse					35	oversaltet
	7	for stærk farve						
	8	porøs, åben tekstur						
2		*Utilfredsstillende (åbenlyse mangler)*	2		*Utilfredsstillende (åbenlyse mangler)*	2		*Utilfredsstillende (åbenlyse mangler)*
	1	synlige vanddråber		14	skør, smuldrende		21	uren
	3	stribet		15	dejagtig, fedtet		22	fremmed smag
	4	skjoldet, marmoreret		16	klæbrig		23	gammel smag
	5	plettet		17	hård		25	syrlig
	6	olieudskillelse		18	blød		32	oxideret smag, metallisk smag
	10	fremmede bestanddele					33	fodersmag
	11	muggen					34	grov, bitter
	12	uopløst salt					35	oversaltet
							36	muggen, fad, rådden
							38	kemikaliesmag
1		*Særdeles utilfredsstillende (udtalte mangler)*	1		*Særdeles utilfredsstillende (udtalte mangler)*	1		*Særdeles utilfredsstillende (udtalte mangler)*
	1	synlige vanddråber		14	skør, smuldrende		22	fremmed smag
	3	stribet		15	dejagtig, fedtet		24	osteagtig, syrlig ostesmag
	4	skjoldet, marmoreret		16	klæbrig			
	5	plettet		17	hård		25	syrlig
	6	olieudskillelse		18	blød		26	gærsmag
	7	for stærk farve					28	muggen smag
	9	kornet					29	harsk
	10	fremmede bestanddele					30	olieagtig, trannet
	11	muggen					31	talgagtig
	12	uopløst salt					32	oxideret smag, metallisk smag
							34	grov, bitter
							36	muggen, fad, rådden
							37	maltagtig
							38	kemikaliesmag

(1) Tabel 2.

(2) De defekter, der er nævnt under »Utilfredsstillende«, må kun bestå i meget små afvigelser fra idealtypen.

Tabel 2: Nomenklatur over mangler ved smør

I. *Udseende*

1. synlige vanddråber
2. ikke ensartet farve, tofarvet
3. stribet
4. skjoldet, marmoreret
5. plettet
6. olieudskillelse
7. for stærk farve
8. porøs, åben tekstur
9. kornet
10. fremmede bestanddele
11. muggen
12. uopløst salt

II. *Konsistens*

14. skør, smuldrende
15. dejagtig, fedtet
16. klæbrig
17. hård
18. blød

III. *Smag og aroma*

20. uden smag
21. uren (1)
22. fremmed smag
23. gammel smag
24. osteagtig, syrlig ostesmag
25. syrlig
26. gærsmag
27. a) kogt smag
    b) sveden smag
28. muggen smag
29. harsk
30. olieagtig, trannet
31. talgagtig
32. a) oxideret smag
    b) metallisk smag
33. fodersmag
34. grov, bitter
35. oversaltet
36. muggen, fad, rådden
37. maltagtig
38. kemikaliesmag

(1) Denne benævnelse bør bruges så sjældent som muligt og kun, når manglen ikke kan beskrives mere præcist.

BILAG V

UDTAGNING AF PRØVER TIL KEMISK OG MIKROBIOLOGISK ANALYSE SAMT TIL ORGANOLEPTISK VURDERING

1. Kemisk og mikrobiologisk analyse

Smørmængde (kg)	Mindste antal prøver (> 100 g)
≤ 1 000	2
over 1 000 til 5 000	3
over 5 000 til 10 000	5
over 10 000 til 15 000	5
over 15 000 til 20 000	6
over 20 000 til 25 000	7
over 25 000	7 + 1 pr. 25 000 kg eller del deraf

Udtagning af prøver til mikrobiologisk analyse skal ske aseptisk.

Indtil fem prøver a 100 g kan kombineres til en samleprøve, der analyseres efter grundig blanding.

Prøverne udtages vilkårligt fra forskellige steder i partiet og analyseres inden eller på tidspunktet for indlagring på det frysehus, interventionsorganet har udpeget.

Forbehandling af en sammensat smørprøve (kemisk analyse):

a) Med en ren, tør smørstikker eller lignende, egnet instrument udtages en smørprop på mindst 30 g og anbringes i en prøvebeholder. Den sammensatte prøve kan derefter forsegles og indsendes til laboratoriet til analyse.

b) På laboratoriet opvarmes den sammensatte prøve i den oprindelige, uåbnede beholder ved 30 °C, indtil der ved hyppig rystning opnås en homogen flydende emulsion, som er fri for uopblødte dele. Beholderen skal være halvt eller to tredjedele fyldt.

Der skal for hver fabrik, der tilbyder smør til intervention, analyseres to prøver pr. år for fremmed fedtstof og en prøve for røbestoffer.

2. Organoleptisk vurdering

Smørmængde (kg)	Mindste antal prøver
1 000 til 5 000	2
over 5 000 til 25 000	3
over 25 000	3 + 1 pr. 25 000 kg eller del deraf

Prøverne udtages vilkårligt fra forskellige steder i den tilbudte mængde mellem den 30. og den 35. dag efter overtagelsen af smørret og derefter klassificeres.

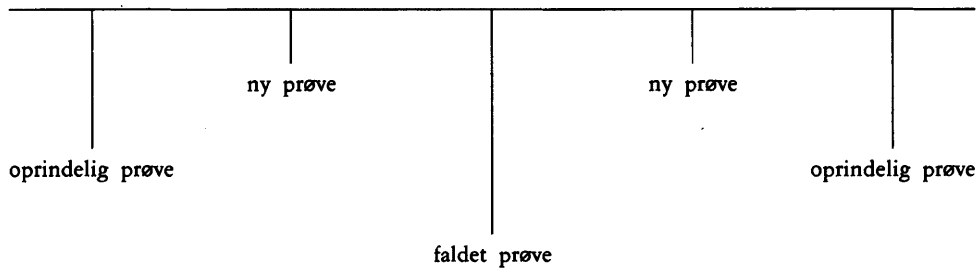
Hver prøve bedømmes enkeltvis. Det er ikke tilladt at foretage genudtagning af prøver eller gentagen vurdering.

3. **Retningslinjer, der skal følges, såfremt en prøve ikke består**

a) Kemisk og mikrobiologisk analyse

— ved analyse af enkeltprøver kan en prøve med en enkelt fejl pr. 5-10 prøver eller to prøver med en enkelt fejl pr. 11-15 prøver tillades. Hvis prøven ikke består, skal der fra hver side af den prøve, der er faldet, vælges to nye prøver, som skal kontrolleres for det parameter, prøven ikke har bestået. Hvis de to nye prøver heller ikke opfylder specifikationen, skal den mængde smør, der befinder sig mellem de to originale prøver på hver side af den prøve, der er faldet, afvises fra den tilbudte mængde.

Mængde, der skal afvises, såfremt en ny prøve ikke består



— ved analyse af sammensatte prøver, hvor en sammensat prøve ikke består et af parametrene, skal den mængde, som den sammensatte prøve repræsenterer, fjernes fra den tilbudte mængde.

b) Organoleptisk vurdering

— hvis en prøve ikke består den organoleptiske vurdering, afvises den mængde smør, der befinder sig mellem de to tilstødende prøver på hver side af den prøve, der er faldet, fra den tilbudte mængde.

c) I tilfælde af, at en kemisk eller mikrobiologisk analyse og en organoleptisk vurdering ikke bestås, afvises hele mængden.