I

(Actos cuja publicação é uma condição da sua aplicabilidade)

REGULAMENTO (CE) Nº 454/95 DA COMISSÃO

de 28 de Fevereiro de 1995

que estabelece as normas de execução das intervenções no mercado da manteiga e da nata

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Europeia,

Tendo em conta o Regulamento (CEE) nº 804/68 do Conselho, de 27 de Junho de 1968, que estabelece a organização comum de mercado no sector do leite e dos produtos lácteos (1), com a última redacção que lhe foi dada pelo Acto de Adesão da Áustria, da Finlânida e da Suécia, e, nomeadamente, o nº 6 do seu artigo 6º e os seus artigos 28º e 30º,

Considerando que o Regulamento (CEE) nº 985/68 do Conselho, de 15 de Julho de 1968, que estabelece as regras gerais que regem as medidas de intervenção no mercado da manteiga e da nata (2), com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CEE) nº 2045/91 (3), será revogado com efeitos a partir de 1 de Março de 1995 pelo Regulamento (CE) nº 2807/94 do Conselho (4); que é, pois, necessário incluir as normas que não foram integradas no Regulamento (CEE) nº 804/68 nas normas de execução das intervenções no mercado da manteiga e da nata previstas pelo Regulamento (CEE) nº 685/69 da Comissão (5), com a úlitma redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CEE) nº 393/94 (6); que a importância das adaptações a introduzir no Regulamento (CEE) nº 685/69 e o elevado número de alterações de que esse regulamento já foi objecto tornam adequada a sua reformulação por razões de clareza e transparência; que, por conseguinte, é necessário revogar o Regulamento (CEE) nº 685/69;

Considerando que só a manteiga que obedeça à definição e às condições de qualidade e de apresentação exigidas pode ser comprada pelos organismos de intervenção; que, atendendo às especificações técnicas relativas à determinação da qualidade da manteiga, é necessário fixar as exigências qualitativas que a manteiga deve satisfazer, bem como os métodos de análise e as regras de controlo da qualidade; que, no entanto, deve ser prevista a possibilidade, para os Estados-membros, de estabelecer um sistema de autocontrolo sob determinadas condições;

Considerando que as classes nacionais de qualidade da manteiga se mantêm válidas enquanto condição de elegibilidade para a ajuda à armazenagem privada, podendo ser indicadas igualmente na embalagem da manteiga comprada no âmbito do regime de intervenção; que é necessário determinar as correspondentes classes nacionais;

Considerando que a manteiga pode ser comprada em intervenção por um organismo de intervenção de um Estado-membro que não aquele em cujo território a manteiga tenha sido fabricada; que é, pois, necessário prever, nessas circunstâncias, os meios necessários para permitir que o organismo de intervenção comprador se assegure de que as condições de qualidade e de apresentação são respeitadas, bem como especificar que a distância entre o armazém do vendedor e a fronteira do Estado-membro do organismo de intervenção comprador não é tida em conta para o cálculo da distância máxima relativa ao pagamento dos custos suplementares de transporte;

Considerando que, para assegurar o bom funcionamento do regime de intervenção, é necessário especificar as condições relativas à aprovação das empresas de fabrico, bem como as regras de controlo do seu cumprimento, e as obrigações dos Estados-membros com vista à boa conservação das quantidades armazenadas, nomeadamente através da previsão do acesso aos lotes e da sua identificação, bem como de um seguro destinado a cobrir os riscos referentes aos produtos armazenados; que é igualmente necessário, para assegurar uma frequência e um nível de inspecções a efectuar pelas autoridades nacionais junto dos armazenistas;

Considerando que, para assegurar que não seja efectuado qualquer pagamento indevido da manteiga comprada, é conveniente reduzir o período probatório da manteiga e especificar que o respeito de todas as condições seja verificado antes do pagamento; que a faculdade, dada ao vendedor, de substituir as quantidades defeituosas de manteiga pode ser suprimida sem consequências prejudiciais para os operadores;

Considerando que, para facilitar o controlo da presença dos produtos em armazém sob contratos de armazenagem

(1) JO nº L 148 de 28. 6. 1968, p. 13.
(2) JO nº L 169 de 18. 7. 1968, p. 1.
(3) JO nº L 187 de 13. 7. 1991, p. 1.
(4) JO nº L 298 de 19. 11. 1994, p. 1.
(5) JO nº L 90 de 15. 4. 1969, p. 12.
(6) JO nº L 53 de 24. 2. 1994, p. 11.

privada, é conveniente prever uma desarmazenagem por lote, excepto no caso de o Estado-membro autorizar uma quantidade menor;

Considerando que, atendendo à situação actual do mercado da manteiga e da nata, é necessário adiar a data do início das operações de armazenagem privada e reduzir a duração máxima de armazenagem; que, para assegurar uma gestão mais clara do regime de armazenagem privada, é conveniente prever a fixação anual do montante da ajuda;

Considerando, além disso, que as disposições relativas às medidas de intervenção, incluindo as respeitantes ao escoamento da manteiga detida pelos organismos de intervenção, se revelaram adequadas e podem, mediante certas adaptações de ordem técnica, ser mantidas;

Considerando que os factos geradores da taxa de conversão agrícola aplicável aos regimes de armazenagem pública e privada são fixados no Regulamento (CEE) nº 1756/93 da Comissão [1], com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) nº 267/95 [2];

Considerando que o Comité de gestão do leite e dos produtos lácteos não emitiu qualquer parecer no prazo fixado pelo seu presidente,

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

Artigo 1º

O presente regulamento estabelece as normas de execução relativas às medidas de intervenção previstas para o sector do leite e dos produtos lácteos no artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68.

TÍTULO I

Compras e escoamento de intervenção pública da manteiga

Artigo 2º

Os organismos de intervenção só comprarão manteiga que satisfaça a definição prevista no nº 1 do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68 e as exigências de qualidade previstas no anexo I, e desde que:

a) O controlo da qualidade tenha sido efectuado segundo os métodos de análise referidos nos anexos I, III e IV com base em amostras colhidas segundo as normas previstas no anexo V. No entanto, no que diz respeito ao controlo da qualidade, os Estados-membros podem, após acordo da Comissão, estabelecer, sob sua vigilância, um sistema de autocontrolo para certas exigências de qualidade e para certas empresas aprovadas;

b) A manteiga não exceda os níveis máximos admissíveis de radioactividade previstos na regulamentação comunitária.

Os níveis aplicáveis aos produtos de origem comunitária são os fixados no artigo 3º do Regulamento (CEE) nº 737/90 do Conselho [3]. O controlo do nível de contaminação radioactiva do produto só será efectuado quando a situação o exija e durante o período necessário. Em caso de necessidade, o período de aplicação e o alcance das medidas de controlo serão determinados em conformidade com o procedimento previsto no artigo 30º do Regulamento (CEE) nº 804/68;

c) A manteiga tenha sido fabricada no período de 14 dias anterior ao dia da recepção da proposta de venda da manteiga pelo organismo de intervenção;

d) A quantidade mínima, o acondicionamento e a embalagem referidos no artigo 4º do presente regulamento sejam respeitados.

Artigo 3º

1. A empresa referida no nº 1 do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68 só será aprovada se:

a) For aprovada em conformidade com o artigo 10º da Directiva 92/46/CEE do Conselho [4] e dispuser de instalações técnicas adequadas;

b) Se comprometer a manter em permanência registos, definidos pelo organismo competente de cada Estado-membro, relativos à origem das matérias-primas, quantidades de manteiga obtidas, acondicionamento, identificação e data de saída de cada lote produzido para a intervenção pública;

c) Aceitar submeter a um controlo oficial específico a sua produção de manteiga susceptível de ser proposta para intervenção e, se for caso disso, satisfazer as exigências da classe nacional de qualidade referida no anexo II;

d) Se comprometer a informar o organismo competente encarregado do controlo, pelo menos com uma antecedência de dois dias úteis, da sua intenção de fabricar manteiga destinada à intervenção pública. No entanto, o Estado-membro pode fixar um prazo mais curto.

2. Para assegurar o respeito do disposto no presente regulamento, os organismos competentes assegurarão a realização de controles inesperados no local, em função do programa de fabrico de manteiga de intervenção das empresas em causa.

Esses controlos devem assegurar, pelo menos:

— um controlo por cada período de 28 dias de produção destinada à intervenção, e pelo menos uma vez por semestre, para examinar os elementos referidos na alínea b) do nº 1,

[1] JO nº L 161 de 2. 7. 1993, p. 48.
[2] JO nº L 31 de 10. 2. 1995, p. 6.
[3] JO nº L 82 de 29. 3. 1990, p. 1.
[4] JO nº L 268 de 14. 9. 1992, p. 1.

— um controlo por semestre, para verificar o cumprimento das condições de aprovação referidas no nº 1.

3. A aprovação será revogada se as condições prévias previstas no nº 1 deixarem de ser satisfeitas. A pedido da empresa em causa, a aprovação pode ser restabelecida após um período mínimo de seis meses na sequência de um controlo aprofundado.

No caso de se constatar que uma empresa não respeitou um dos seus compromissos referidos nas alíneas b), c) e d) do nº 1, excepto em caso de força maior, a aprovação será suspendida por um período de um a 12 meses, consoante a gravidade da irregularidade.

O Estado-membro pode decidir não impor a referida suspensão quando se estabeleça que a irregularidade não foi cometida deliberadamente ou por negligência grave e que se reveste de uma importância mínima relativamente à eficácia dos controlos previstos no nº 2.

4. Os controlos efectuados por força dos nºs 2 e 3 devem ser objecto de um relatório que especifique:

— a data do controlo,

— a sua duração,

— as operações efectuadas.

O relatório do controlo deve ser assinado pelo agente responsável.

5. Os Estados-membros comunicarão à Comissão as medidas tomadas relativamente aos controlos previstos nos nºs 2 e 3 no prazo de um mês a contar da data da respectiva adopção.

6. No caso de a manteiga ser proposta para intervenção num Estado-membro diferente do de produção, a compra ficará subordinada à apresentação de um certificado fornecido pelo organismo competente do Estado-membro de produção, do qual constem as indicações referidas no nº 4, alíneas a), b) e d), do artigo 4º

No caso de o Estado-membro de produção ter efectuado os controlos referidos na alínea a) do nº 2, os resultados desses controlos constarão igualmente do certificado. Nesse caso, a embalagem referida no nº 3 do artigo 4º deve ser selada por um rótulo numerado do organismo competente do Estado-membro de produção. Esse número deve constar do certificado referido.

Artigo 4º

1. A quantidade mínima da proposta será de 10 toneladas. Os Estados-membros podem estabelecer que a manteiga seja proposta por toneladas completas.

2. A manteiga será acondicionada em blocos com um peso líquido mínimo de 25 quilogramas.

3. As embalagens serão novas, de materiais resistentes e concebidas de forma a assegurar a protecção da manteiga durante as operações de transporte, armazenagem e escoamento.

4. Da embalagem devem constar, pelo menos, as seguintes indicações, se for caso disso transcritas em código:

a) O número de aprovação que identifica a fábrica e o Estado-membro de produção;

b) A data de fabrico;

c) A data de entrada no armazém;

d) O número da entrega e do lote;

e) A menção « manteiga de nata doce » consoante o pH da fase aquosa da manteiga;

f) A classe nacional de qualidade referida no anexo II no caso de o Estado-membro de produção o exigir.

Os Estados-membros podem prever que a obrigação de inscrever a data de entrada no armazém nas embalagens não se aplica se o responsável do armazém se comprometer a manter um registo em que sejam inscritas no dia do início da armazenagem as indicações constantes do parágrafo anterior.

5. O organismo de intervenção registará o dia de recepção da proposta de venda e as quantidades e datas de fabrico correspondentes, bem como o local onde a manteiga proposta se encontra armazenada. Após verificação dos elementos da proposta, o organismo de intervenção emitirá imediatamente uma nota de entrega datada e numerada, indicando:

a) A quantidade a entregar;

b) O calendário de entrega da manteiga;

c) Os armazéns firgoríficos onde se deve proceder à entrega.

Artigo 5º

1. Para efeitos do presente título, o dia da tomada a cargo é o dia da entrada da manteiga no armazém frigorífico designado pelo organismo de intervenção, não podendo ser anterior ao dia seguinte ao da emissão da nota de entrega. O pagamento da manteiga será efectuada entre o quadragésimo quinto e o sexagésimo quinto dias após a tomada a cargo da manteiga, desde que se verifique o respeito das exigências referidas no artigo 2º

2. A manteiga será submetida a um período probatório de armazenagem. Esse período é fixado em 30 dias a contar da data da tomada a cargo.

3. Pela sua proposta, o vendedor compromete-se, no caso de o controlo efectuado à entrada no armazém designado pelo organismo de intervenção revelar que a manteiga não é conforme às exigências previstas no artigo 2º ou no caso de, no final do período probatório de armazenagem, se verificar que a qualidade organoléptica mínima da manteiga é inferior à fixada no anexo I:

— a retomar a manteiga em causa,

— a pagar os custos de armazenagem da manteiga em causa desde a data da sua tomada a cargo até à data de saída.

Esses custos de armazenagem serão fixados forfetariamente, por tonelada, da seguinte forma:

a) 28,00 ecus para os custos fixos;

b) 0,45 ecu por dia de armazenagem, no que respeita aos custos de armazenagem frigorífica.

Os montantes serão creditados ao Fundo Europeu de Orientação e de Garantia Agrícola (FEOGA) secção Garantia.

Artigo 6º

1. Os Estados-membros estabelecerão as normas técnicas, devendo prever nomeadamente uma temperatura de armazenagem igual ou inferior a −15 °C, para os armazéns frigoríficos referidos no nº 1, terceiro parágrafo, do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68 e adoptarão as medidas necessárias para assegurar a boa conservação da manteiga. Os riscos correspondentes serão cobertos por um seguro que assumirá a forma de uma obrigação contratual dos armazenadores ou de um seguro global do organismo da intervenção; o Estado-membro pode também ser o seu próprio segurador.

2. Os organismos de intervenção exigirão que a colocação em armazém e a armazenagem da manteiga sejam efectuadas em paletes e de forma a que os lotes constituídos sejam facilmente identificáveis e acessíveis.

3. O organismo competente responsável pelo controlo procederá ao controlo inesperado da presença dos produtos em armazém, conforme previsto no artigo 4º do Regulamento (CEE) nº 618/90 da Comissão (1).

Artigo 7º

1. O organismo de intervenção escolherá o armazém frigorífico disponível mais próximo do local onde a manteiga esteja armazenada.

No entanto, e desde que a escolha de outro armazém não implique custos suplementares de armazenagem, o organismo pode:

a) Escolher outro armazém que esteja a uma distância inferior ou igual à referida no nº 2;

b) Para além dessa distância, escolher outro armazém quando essa escolha implique uma menor despesa, tendo em conta os custos de armazenagem e de transporte envolvidos. Nesse caso, o organismo de intervenção comunicará imediatamente à Comissão a sua escolha.

2. A distância máxima referida no nº 1, segundo parágrafo, do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68 é fixada em 350 quilómetros. Para distâncias superiores, os custos suplementares de transporte a cargo do organismo de intervenção são fixados em 0,065 ecu por tonelada e por quilómetro.

No entanto, se o organismo de intervenção comprador for o de um Estado-membro que não aquele em cujo território a manteiga proposta está armazenada, a distância entre o armazém do vendedor e a fronteira do Estado-membro do organismo de intervenção comprador não será tida em conta para o cálculo da distância máxima referida no parágrafo anterior.

3. Os custos suplementares referidos no nº 2 só ficarão a cargo do organismo de intervenção se a temperatura da manteiga à chegada ao armazém não for superior a 6 °C.

Artigo 8º

1. Aquando da desarmazenagem da manteiga, o organismo de intervenção, em caso de entrega a partir do armazém frigorífico, colocará a manteiga à disposição no local de carregamento do armazém em paletes e, se for caso disso, carregada num meio de transporte, se se tratar de um camião ou de um vagão de caminho-de-ferro. Os custos correspondentes ficarão a cargo do organismo de intervenção e os eventuais custos de arrumação e remoção das paletes a cargo do comprador da manteiga.

2. No âmbito dos fornecimentos a título de auxílio alimentar, são aplicáveis as disposições do nº 1.

3. As outras disposições relativas ao escoamento da manteiga detida pelo organismo de intervenção serão determinadas caso a caso.

TÍTULO II

Ajudas à armazenagem privada da manteiga ou da nata

Artigo 9º

Os contratos relativos à armazenagem privada da nata e da manteiga referidos no nº 2 do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68 serão celebrados entre os organismos de intervenção dos Estados-membros e pessoas singulares ou colectivas, a seguir designadas « contratantes ».

Artigo 10º

1. Só podem ser objecto de um contrato de armazenagem privada a nata e a manteiga referidas no nº 2 do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68 produzidas numa empresa aprovada em conformidade com o disposto no nº 1 do artigo 3º no período de 28 dias que precede a data de início da armazenagem contratual. A manteiga deve corresponder à classe nacional de qualidade do Estado-membro de produção referida no anexo II, não devendo exceder os níveis máximos admissíveis de radioactividade referidos na alínea b) do artigo 2º

Não podem ser celebrados contratos de armazenagem para a manteiga ou nata:

a) Para as quais tenha sido pedida a concessão de uma ajuda ao consumo directo prevista por outras disposições comunitárias;

(1) JO nº L 67 de 15. 3. 1990, p. 21.

b) Que tenham sido colocadas sob o regime referido no nº 1 do artigo 5º do Regulamento (CEE) nº 565/80 do Conselho (1); a posterior colocação sob esse regime é considerada como saída da armazenagem na acepção do nº 7.

2. Para efeitos do presente título, entende-se por lote uma quantidade de manteiga ou de nata de, pelo menos, uma tonelada, com composição e qualidade homogéneas, entrada em armazém no mesmo dia, no mesmo armazém.

3. Quando a armazenagem da manteiga seja efectuada num Estado-membro que não o Estado-membro de produção, a celebração do contrato de armazenagem fica sujeita à apresentação de um certificado fornecido pelo organismo competente do Estado-membro de produção do qual constem as indicações referidas nas alíneas a), b) e d) do nº 6 e a confirmação de que a manteiga corresponde à classe nacional de qualidade do Estado-membro de produção referida no anexo II.

4. O contrato de armazenagem será estabelecido por escrito para um ou vários lotes e incluirá, nomeadamente, disposições relativas:

a) À quantidade de manteiga ou de nata a que o contrato se aplica;

b) Ao montante da ajuda, sem prejuízo do disposto no artigo 16º;

c) Às datas relativas à execução do contrato, tendo em conta o disposto no nº 2, segundo período do quarto parágrafo, do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68;

d) À identificação dos armazéns frigoríficos.

5. As medidas de controlo, nomeadamente as referidas no artigo 11º, e as indicações referidas no nº 6 devem ser objecto de um caderno de encargos estabelecido pelo organismo de intervenção do Estado-membro de armazenagem. O contrato de armazenagem deve fazer referência a esse caderno de encargos.

6. O caderno de encargos preverá, para cada lote, que a embalagem ostente, pelo menos, as seguintes indicações, se for caso disso transcritas em código:

a) O número de aprovação que identifica a fábrica e o Estado-membro de fabrico;

b) A data de fabrico;

c) A data de entrada no armazém;

d) O número do lote;

e) A menção « com sal » quando se trate da manteiga referida no nº 2, terceiro travessão do primeiro parágrafo, do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68;

f) A classe nacional de qualidade referida no anexo II;

g) O peso líquido.

Os Estados-membros podem prever que a obrigação da inscrição da data de entrada no armazém nas embalagens não seja aplicável se o responsável do armazém se comprometer a manter um registo em que, no dia de início da armazenagem, sejam inscritas as indicações constantes do parágrafo anterior.

7. A data de início da armazenagem contratual será o dia seguinte ao dia de entrada no armazém. O último dia da armazenagem contratual será o dia que precede o dia de saída da armazenagem.

O pedido de ajuda do contratante só pode dizer respeito a lotes de manteiga ou de nata para os quais as operações de início de armazenagem estejam concluídas.

Esse pedido deve ser recebido pelo organismo de intervenção num prazo máximo de 30 dias a contar da data de início de armazenagem. O organismo de intervenção registará a data de recepção do pedido. No entanto, no caso de esse pedido ser recebido pelo organismo de intervenção num prazo de cinco dias úteis seguintes ao prazo máximo atrás referido, o contrato de armazenagem pode ser celebrado, mas o montante da ajuda sofrerá uma redução de 30 %.

O contrato de armazenagem será celebrado num prazo máximo de 30 dias a contar da data de registo do pedido.

No caso referido no nº 3, o contrato de armazenagem será celebrado num prazo máximo de 60 dias a contar da data de registo do pedido.

Artigo 11º

1. O Estado-membro velará por que sejam respeitadas todas as condições que dão direito ao pagamento da ajuda.

2. O contratante manterá à disposição do organismo competente encarregado do controlo da medida toda a documentação que permita, nomeadamente, verificar, no que diz respeito aos produtos colocados em armazenagem privada, os seguintes elementos:

a) O número de aprovação que identifica a fábrica e o Estado-membro de fabrico;

b) A data de fabrico;

c) A data de entrada no armazém;

d) O número do lote;

e) A presença no armazém;

f) A data de saída do armazém.

3. O contratante ou, se for caso disso, em sua vez, a pessoa que explora o armazém manterá disponível neste último, para cada contrato, uma contabilidade de existências de que constem:

(1) JO nº L 62 de 7. 3. 1980, p. 5.

a) A identificação, por número de lote, dos produtos colocados em armazenagem privada;

b) As datas de entrada e saída do armazém;

c) A quantidade de manteiga ou de nata, por lote;

d) A localização dos produtos no armazém.

4. Os produtos armazenados devem ser facilmente identificáveis e acessíveis e estar individualizados por contrato.

5. O organismo competente efectuará controlos destinados a assegurar que os produtos armazenados são elegíveis para a ajuda aquando da colocação em armazém ou no decurso do período de 21 dias seguintes à data de registo do pedido de ajuda. Esses controlos devem incluir nomeadamente a verificação do peso e a identificação dos produtos, bem como a verificação, por amostragem, da sua natureza.

6. A autoridade nacional encarregada do controlo procederá:

a) — Quer à selagem, aquando do controlo referido no nº 5, do conjunto dos produtos por contratos, por lote ou por uma quantidade menor,

— quer a um controlo inesperado, por amostragem, destinado a provar a presença dos produtos no armazém. A amostra analisada deve ser representativa e corresponder a um mínimo de 10 % da quantidade contratual global relativa a uma medida de ajuda à armazenagem privada.

b) A um controlo, por amostragem, aquando da saída dos produtos, do peso e da identificação. Para esse efeito, o armazenista informará o organismo competente, pelo menos cinco dias úteis antes do início das operações de saída de armazenagem, indicando os lotes destinados a serem desarmazenados. No entanto, o Estado-membro pode aceitar um prazo mais curto.

7. Os controlos efectuados em cumprimento dos nºs 5 e 6 devem ser objecto de um relatório que indique:

— a data do controlo,

— a sua duração,

— as operações efectuadas.

O relatório do controlo deve ser assinado pelo agente responsável.

8. Em caso de irregularidades que afectem 5 % ou mais das quantidades dos produtos submetidos ao controlo, este deve ser alargado a uma amostra maior, a determinar pelo organismo competente.

Artigo 12º

1. A ajuda à armazenagem privada prevista no nº 2 do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68 só pode ser concedida se a armazenagem tiver uma duração de, pelo menos, 120 dias. O montante da ajuda não pode exceder o montante correspondente a um período de armazenagem de 210 dias.

2. As operações de entrada no armazém só podem ser efectuadas entre 15 de Abril e 15 de Agosto do mesmo ano. As operações de desarmazenagem só podem ser efectuadas a partir de 16 de Agosto do ano de armazenagem.

3. A ajuda à armazenagem privada só pode ser concedida se a armazenagem tiver uma duração mínima de 90 dias. A desarmazenagem será efectuada por lote inteiro, ou, se o organismo competente o autorizar, por uma quantidade menor. No entanto, no caso referido no nº 6, primeiro travessão da alínea a), do artigo 11º, a desarmazenagem apenas pode incidir sobre uma quantidade selada.

4. Para os contratos de armazenagem privada com início no decurso do corrente ano, efectuar-se-á anualmente, segundo o procedimento previsto no artigo 30º do Regulamento (CEE) nº 804/68, a determinação do montante da ajuda referida no nº 2 do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68.

Se a situação do mercado o exigir, o montante da ajuda, bem como os períodos das operações de armazenagem e desarmazenagem e a duração máxima da armazenagem podem ser alterados no decurso do ano para os contratos a celebrar.

5. A ajuda será paga a pedido do interessado o mais tardar num prazo de 120 dias a contar do último dia da armazenagem contratual. No entanto, sempre que esteja em curso um inquérito administrativo relativo ao direito à ajuda, o pagamento apenas será efectuado após o reconhecimento desse direito.

Após 60 dias de armazenagem contratual e a pedido do interessado, pode ser pago um único adiantamento relativo à ajuda, desde que o armazenador constitua uma garantia igual ao montante do adiantamento acrescido de 10 %. Esse adiantamento é calculado com base num período de armazenagem de 120 dias.

Artigo 13º

1. Se, no termo dos 60 primeiros dias de armazenagem, a diminuição da qualidade da manteiga ou da nata for superior à que resultaria normalmente da conservação, os contratantes podem ser autorizados a substituir, uma vez por lote, com os respectivos custos a seu cargo, as quantidades defeituosas por uma quantidade igual de manteiga ou de nata em conformidade com o nº 2 do artigo 6º do Regulamento (CEE) nº 804/68.

2. No caso referido no nº 1, para calcular a ajuda, o primeiro dia de armazenagem contratual será o dia de início da armazenagem contratual indicado no contrato em conformidade com o nº 7, primeiro parágrafo, do artigo 10º

Artigo 14º

1. No que diz respeito à manteiga, e em derrogação do disposto no nº 3 do artigo 12º, no termo de um período de armazenagem contratual de 60 dias, o contratante pode

proceder à desarmazenagem de um ou vários lotes sob contrato, ou de uma quantidade menor se o organismo competente o autorizar, desde que, nos 60 dias seguintes ao da desarmazenagem, a manteiga, no seu estado inalterado ou após transformação em *butteroil*:

— tenha deixado o território aduaneiro da Comunidade,

— tenha chegado ao seu destino nos casos referidos no nº 1 do artigo 5º do Regulamento (CEE) nº 3665/87 (1) ou

— tenha sido colocada num armazém de abastecimento aprovado em conformidade com o disposto no artigo 38º do Regulamento (CEE) nº 3665/87.

Pelo menos cinco dias úteis antes do início das operações de desarmazenagem, o contratante informará do facto o organismo de intervenção, indicando as quantidades destinadas à exportação. No entanto, o Estado-membro pode aceitar um prazo mais curto.

2. No caso referido no nº 1:

a) A prova da exportação será apresentada como no caso das restituições, em conformidade com o Regulamento (CE) nº 3665/87;

b) A ajuda determinada em conformidade com o nº 4 do artigo 12º será calculada em função da diminuição do período de armazenagem;

c) Se o prazo de 60 dias referido no nº 1 não for respeitado, o montante da ajuda para a quantidade em causa será reduzido de 15 % e de 5 % suplementares relativamente à parte restante por cada dia que exceda o prazo de 60 dias;

d) A garantia referida no nº 5, segundo parágrafo, do artigo 12º será liberada logo que a prova de exportação seja apresentada em conformidade com o disposto na alínea a), após dedução de um montante correspondente à redução da ajuda referida na alínea b).

Artigo 15º

1. Só pode ser concedida uma ajuda à armazenagem de nata relativamente à nata pasteurizada cujo teor de matérias gordas se situe entre 35 % e 80 %.

No entanto, os Estados-membros podem permitir que os contratantes se comprometam voluntariamente, para todos os lotes de todos os contratos celebrados durante a campanha, a respeitar um teor mínimo de matérias gordas único fixado antecipadamente dentro dos limites referidos no parágrafo anterior.

2. Para o cálculo da ajuda, as quantidades de nata são convertidas em equivalentes-manteiga, por referência à manteiga com 82 % de matérias gordas, multiplicando por 1,20 a quantidade de matérias gordas contida na nata.

3. O controlo do teor de matérias gordas referido no primeiro parágrafo do nº 1 será efectuado antes da congelação da nata por um laboratório aprovado pelo organismo competente.

4. Em caso de aplicação do segundo parágrafo do nº 1, a ajuda será concedida com base no teor mínimo de matérias gordas fixado antecipadamente.

Nesse caso, os Estados-membros procederão a controlos da matéria gorda em conformidade com o nº 3, por amostragem efectuada aquando de visitas frequentes e inesperadas.

Se, aquando desses controlos, se constatar que o teor de matérias gordas é inferior ao teor mínimo fixado antecipadamente, aplicar-se-ão a todos os lotes entrados em armazém desde o último controlo satisfatório as seguintes disposições:

a) Não será paga qualquer ajuda para os lotes em questão. No entanto, se o teor de matérias gordas for inferior em menos de 2 % ao teor mínimo fixado antecipadamente, a ajuda será paga em função do teor de matérias gordas verificado após dedução de um montante de 10 %;

b) O segundo parágrafo do nº 1 deixa de ser aplicável ao armazenador em causa durante o resto do período de armazenagem.

Artigo 16º

Nos casos em que o preço máximo de compra fixado por concurso em conformidade com o Regulamento (CEE) nº 1589/87 da Comissão (2), expresso em moeda nacional, válido no dia do início da armazenagem contratual:

a) Seja superior ao preço válido no último dia da armazenagem contratual, a ajuda determinada em conformidade com o nº 4 do artigo 12º será acrescida de um montante igual à parte da diminuição do preço máximo de compra que exceda 2 % do preço válido no dia do início da armazenagem contratual;

b) Seja inferior ao preço válido no último dia da armazenagem contratual, a ajuda determinada em conformidade com o nº 4 do artigo 12º será diminuída de um montante igual à parte do aumento do preço mínimo de compra que exceda 2 % do preço válido no dia do início da armazenagem contratual. No entanto, o montante da diminuição da ajuda não pode exceder o montante total da ajuda em causa.

(1) JO nº L 351 de 14. 12. 1987, p. 1.

(2) JO nº L 146 de 6. 6. 1987, p. 27.

Artigo 17º

É revogado o Regulamento (CEE) nº 685/69. No entanto, manter-se-á aplicável aos contratos de armazenagem privada celebrados antes da entrada em vigor do presente regulamento.

Artigo 18º

O presente regulamento entra em vigor no terceiro dia seguinte ao da sua publicação no *Jornal Oficial das Comunidades Europeias.*

É aplicável a partir de 1 de Março de 1995.

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e directamente aplicável em todos os Estados-membros.

Feito em Bruxelas, em 28 de Fevereiro de 1995.

Pela Comissão

Franz FISCHLER

Membro da Comissão

ANEXO I

EXIGÊNCIAS DE COMPOSIÇÃO, CARACTERÍSTICAS QUALITATIVAS E MÉTODOS ANALÍTICOS

A manteiga é uma emulsão sólida, sobretudo de tipo água em óleo, com as seguintes características qualitativas e composição:

Parâmetros	Teor, características qualitativas	Método de referência
Matéria gorda	Mínimo 82 %	Norma FIL 80/1977
Água	Máximo 16 %	Norma FIL 80/1977
Résíduo seco isento de matéria gorda	Máximo 2 %	Norma FIL 80/1977
Ácidos gordos livres (1)	Máximo 1,2 mmol/100 g de gordura	Norma FIL 6B/1989
Índice de peróxidos (1)	Máximo 0,3 mequiv. oxigénio/1 000 g de gordura	Norma FIL 74A/1991 Isolamento da matéria gorda láctea como descrito na norma FIL 6B/1989 (protecção da luz)
Coliformes	Não detectáveis em 1 g	Norma FIL 73A/1985
Matéria gorda não láctea (1)	Não detectável através da análise dos triglicéridos	Anexo III
Esteróis marcadores (2)	Não detectável	Regulamento (CE) nº 86/94 da Comissão (JO nº L 17 de 20. 1. 1994, p. 17)
Outros marcadores (2)	Não detectável	Métodos aprovados pela autoridade competente
Características organolépticas	Pelo menos 4 pontos em 5 quanto ao aspecto, *flavour* e consistência	Anexo IV
Dispersão da água	Pelo menos 4 pontos	Norma FIL 112A/1989

(1) Para estes três parâmetros, as normas são aplicáveis seis meses após a publicação no Jornal Oficial. Com base nos dados obtidos nos Estados-membros e apresentados à Comissão, as normas podem, se necessário, ser alteradas.

(2) Marcadores aceites nos termos dos regulamentos (CEE) nº 3143/85, (CEE) nº 570/88 e (CEE) nº 429/90.

ANEXO II

CLASSE NACIONAL DE QUALIDADE

— « beurre de laiterie ; qualité extra ; melkerijboter ; extra kwaliteit », no que diz respeito à manteiga belga,

— « smor of forste kvalitet », no que diz respeito à manteiga dinamarquesa,

— « markenbutter », no que diz respeito à manteiga alemã,

— « pasteurisé A », no que diz respeito à manteiga francesa,

— « Irish creamery butter », no que diz respeito à manteiga irlandesa,

— « produto exclusivamente à base de nata de leite submetida a um tratamento de centrifugação e de pasteurização », no que diz respeito à manteiga italiana,

— « Marque Rose » ou « Beurre de première qualité », no que diz respeito à manteiga luxemburguesa,

— « Extra kwaliteit », no que diz respeito à manteiga neerlandesa,

— « Extra selected », no que diz respeito à manteiga da Grã Bretanha e « premium », no que diz respeito à manteiga da Irlanda do Norte,

— « produto exclusivamente à base de nata de leite submetida a um tratamento de centrifugação e de pasteurização », no que diz respeito à manteiga grega,

— « produto exclusivamente a partir de leite de vaca ou de nata de leite pasteurizados », no que diz respeito à manteiga espanhola,

— « produto exclusivamente a partir de leite ou de nata de leite de vaca pasteurizados », no que diz respeito à manteiga portuguesa,

— classificada « Teebutter », no que diz respeito à manteiga de qualidade austríaca,

— classificada « meijerivoi/mejerismör », no que diz respeito à manteiga finlandesa,

— classificada « svenskt smör », no que diz respeito à manteiga sueca.

ANEXO III

MÉTODO DE REFERÊNCIA PARA DETECÇÃO DE MATÉRIA GORDA ESTRANHA EM MATÉRIA GORDA LÁCTEA POR ANÁLISE DOS TRIGLICÉRIDOS ATRAVÉS DE CROMATOGRAFIA EM FASE GASOSA — REVISÃO 1

1. Objectivo e domínio de aplicação

A presente norma estabelece um método de detecção de matéria gorda estranha, quer vegetal quer animal, como a gordura de bovino e a banha, em matéria gorda do leite ou dos produtos lácteos, por análise dos triglicéridos através de cromatografia em fase gasosa.

A utilização de fórmulas definidas de triglicéridos permite a detecção qualitativa e quantitativa de matérias gordas vegetais e animais na matéria gorda láctea pura, independentemente das condições de alimentação ou de lactação.

Nota 1: Apesar de o ácido butírico (C4), que apenas ocorre na matéria gorda láctea, permitir a estimativa quantitativa de pequenas a médias quantidades de matérias gordas lácteas e matérias gordas vegetais, é difícil a obtenção de informações qualitativas e quantitativas em caso de adição até, pelo menos, 20 % (% em peso) de matéria gorda estranha à matéria gorda láctea pura, atendendo à ampla variação de C4, que oscila aproximadamente entre 3,5 e 4,5 (% em peso).

Nota 2: Só podem praticamente ser obtidos resultados quantitativos com a análise de triglicéridos, dado que o teor de esteróis das matérias gordas vegetais é diferente consoante as condições de produção e de tratamento.

2. Definição

Na presente norma, entende-se por matéria gorda estranha na matéria gorda láctea toda a gordura vegetal e animal, excluindo a gordura láctea.

3. Fundamento do método

Após extracção da matéria gorda láctea, é preparada uma solução-padrão. A partir desta solução, são determinados os triglicéridos (números de carbono total) por cromatografia em fase gasosa em colunas de enchimento. Introduzindo o peso percentual das moléculas de gordura de diferentes dimensões (C24 — C54 — unicamente números pares) na fórmula do triglicérido, as matérias gordas estranhas são detectadas qualitativamente ou quantitativamente.

Nota: Mediante o respeito do processo descrito, é possível utilizar a cromatografia em fase gasosa em colunas capilares, se se tiver garantias quanto à obtenção de resultados comparáveis (1).

4. Reagentes

Devem ser utilizados produtos químicos de qualidade analítica.

4.1. Gás de arrastamento: azoto, grau de pureza ≥ 99, 996 %

4.2. Triglicéridos-padrão (2), saturados, bem como colesterol para normalizar a matéria gorda láctea padrão, de acordo com o ponto 6.5.4.

4.3. Metanol, isento de água

4.4. n-Hexano

4.5. n-Heptano

4.6. Tolueno

4.7. Solução de dimetilclorossilano: são dissolvidos 50 ml de dimetilclorossilano em 283 ml de tolueno

4.8. Gás combustível: hidrogénio e ar artificial

4.9. Fase estacionária: 3 % de OV-1 em 125/150 µm (100/120 mesh) de GasChromQ (3).

4.10. Solução a 10 % de manteiga de cacau

(1) Foram já descritos métodos adequados (ver D. Precht e J. Molkentin: *Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns,* Chrompack News 4 16-17 (1993).
(2) Encontram-se no comércio produtos adequados.
(3) As designações comerciais como, por exemplo, Extrelut, GasChromQ, Chrompack, correspondem a produtos adequados disponíveis no comércio especializado. Esta informação serve para facilitar ao utilizador a preparação do padrão, mas não representa a obrigatoriedade de utilização deste produto. A indicação do grão foi transferida para unidades do sistema internacional µm, de acordo com BS 410: 1988 « British Standard Specification for test sieves ».

5. **Aparelhos e utensílios**

Equipamento normal de laboratório e, em especial, o seguinte:

5.1. Cromatógrafo de fase gasosa de temperatura elevada, adequado para funcionar a, pelo menos, 400 a 450 °C, equipado com um detector de ionização de chama (DIC) e um regulador do fluxo mássico do gás de arrastamento. Gás de combustão: 30 ml de H_2/min, 270 ml de ar artifical/min.

Atendendo ao elevado fluxo do gás de arrastamento, o jacto da chama deve ser especialmente amplo.

Nota: Devido às temperaturas elevadas que ocorrem durante a análise dos triglicéridos, as cabeças de vidro do DIC ou do sistema de injecção devem ser limpas frequentemente.

O cromatógrafo de fase gasosa deve estar equipado com septos, resistentes a elevadas temperaturas, que possam ser utilizados frequentemente e que apresentem, em geral, um grau muito reduzido de fugas.

Nota: São adequados os septos Chromblue (tm) [Chrompach]

Os septos devem ser mudados periodicamente, por exemplo após cerca de 100 injecções ou quando a resolução se deteriorar (ver figura 4).

5.2. Coluna de cromatografia

Coluna de vidro em forma de U (2 mm de diâmetro interno e 500 mm de comprimento), previamente silanizada de acordo com o ponto 6.1 com dimetilclorossilano, a fim de desactivar a superfície de vidro.

Nota: São também adequadas as colunas de enchimento um tanto mais compridas (800 — 2000 mm de comprimento). Com estas colunas, podem ser obtidos resultados com uma reprodutibilidade ligeiramente superior. Por um lado, a fase estacionária apresenta ocasionalmente fracturas após a operação, o que pode conduzir, por seu turno, a piores resultados quantitativos. Além disso, a chama do DIC pode ser facilmente apagada na sequência fluxo extremamente elevado do gás de arrastamento, de 75 a 85 ml/min.

5.3. Processo de enchimento de coluna (ver figura 1)

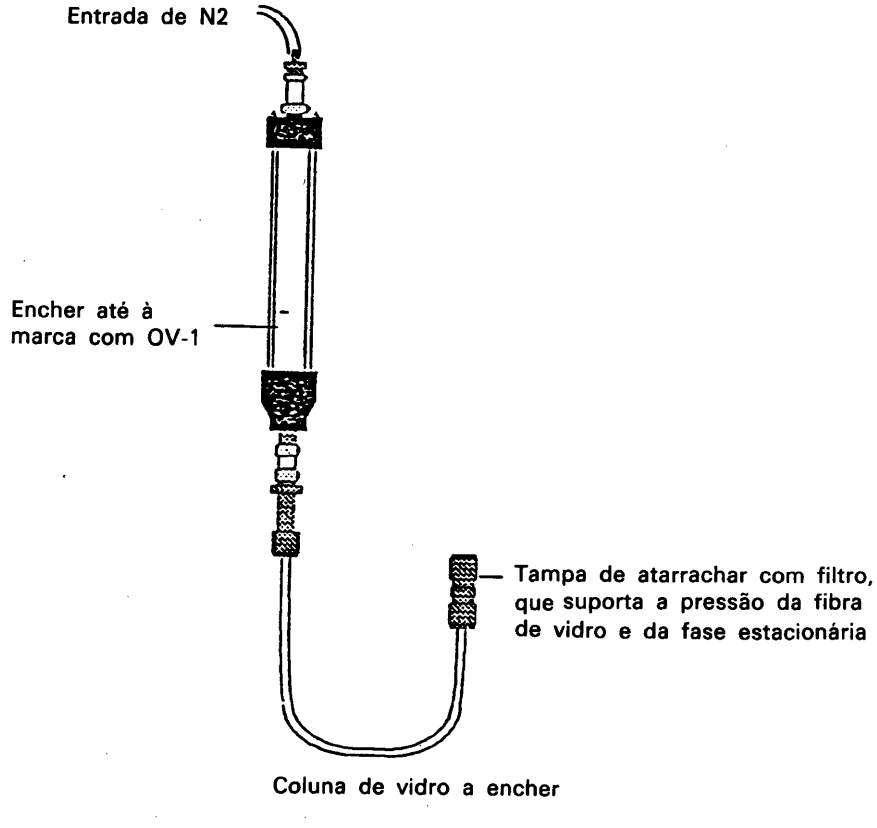


Figura 1: Enchimento da coluna

5.3.1. Coluna plástica com extremidades com tampas de atarrachar, que disponha de uma marca até à qual pode ser vertida a quantidade necessária de fase estacionária.

5.3.2. Peneira fina (dimensão de malha de, aproximadamente, 100 µm) com uma tampa de atarrachar, adequada para fechar a coluna de vidro, de acordo vom a figura 1.

5.3.3. Lã de vidro desactivada, silanizada.

5.3.4. Vibrador para distribuição uniforme de fase estacionária durante o enchimento.

5.4. Coluna de Extrelut de 1 a 3 ml (1), com sílica gel. Esta coluna poder ser utilizada, alternativamente, para extracção com vista à obtenção da matéria gorda láctea.

5.5. Juntas de grafite de 6,4 mm (1/4"), com uma perfuração de 6 mm.

5.6. Dispositivos para silanizar a superfície de vidro da coluna, de acordo com o ponto 6.1

5.6.1. Garrafa de Woulff

5.6.2. Bomba de sucção de águna

5.7. Banho de água, ajustável a (50 ± 2) °C

5.8. Estufa, ajustável a (50 ± 2) °C e (100 ± 2) °C

5.9. Micropipeta

5.10. Pipeta graduada de 5 ml, para dosagem de 1,5 ml de metanol

5.11. Balão de gargalo redondo, de 50 ml

5.12. Balão de Erlenmeyer, com um volume nominal de 50 ml

5.13 Funil

5.14. Filtro de poros finos

5.15. Evaporador rotativo

5.16. Ampolas, de volume nominal de 1 ml, que possam ser fechadas com uma tampa de alumínio, com um septo no interior.

5.17. Seringa de injecção, cujo êmbolo não deve atingir a extremidade da agulha.

Nota: As seringas deste tipo permitem uma melhor reprodutibilidade dos resultados obtidos.

Para evitar a deterioração do septo, a extremidade da agulha deve ser controlada regularmente (por exemplo, com um estereomicroscópio).

6. **Técnica**

6.1. Preparação da coluna (silanização)

Depois de ligar a garrafa de Woulff, como indicado na figura 2, à bomba de sucção de água, o tubo 2 é mergulhado na solução, de acordo com o ponto 4.7. Ao fechar a torneira, a coluna é enchida; em seguida, são retirados os dois tubos.

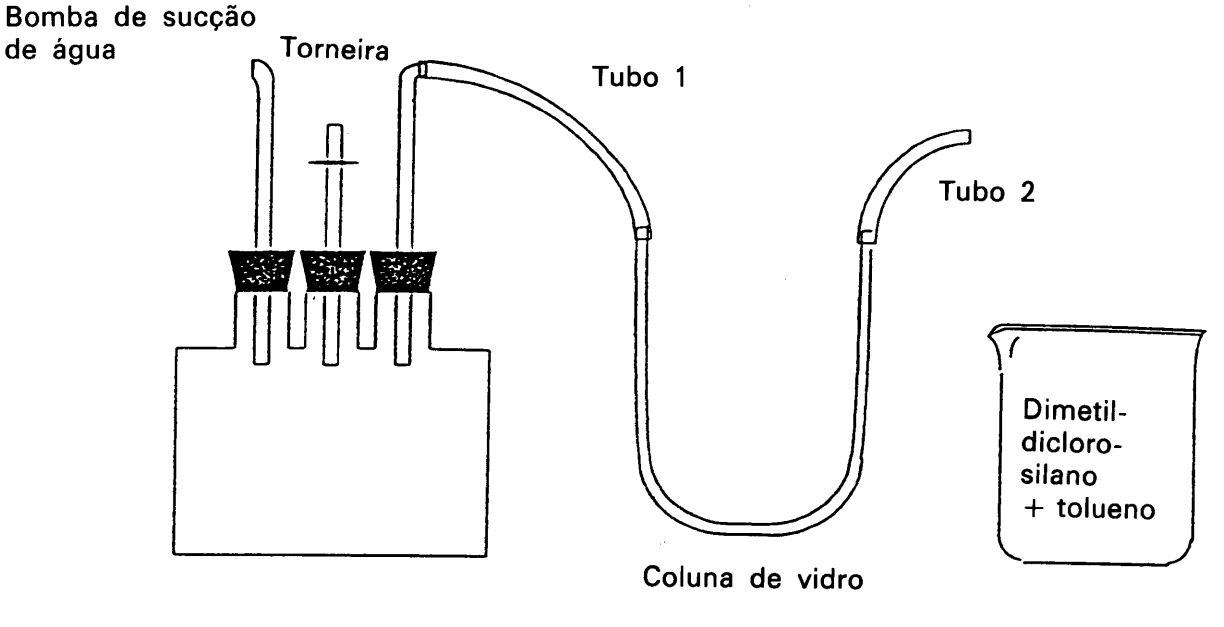


Figura 2: Processo de silanização

(1) Ver nota 3 da página 11.

A coluna é fixada num suporte e completamente enchida com a solução de dimetildiclorossilano, através de uma pipeta.

Após 20 a 30 min., a garrafa de Woulff é substituída por um balão de filtração, e a coluna é enchida ligando-a à bomba de sucção de água (ver figura 3).

6.2. Enchimento da coluna

Este processo é seguido de lavagens sucessivas, utilizando 75 ml de tolueno e 50 ml de metanol ; em seguida, a coluna esvaziada é seca na estufa a 100 °C durante, aproximadamente, 30 minutos.

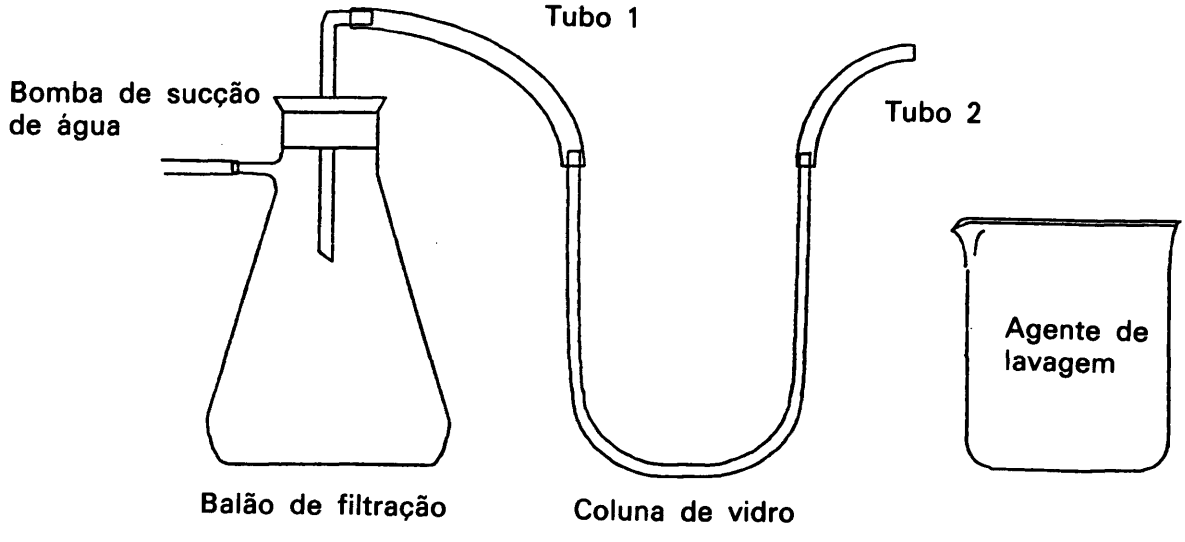


Figura 3 : Processo de lavagem

Para o enchimento da coluna, é utilizado o processo da figura 1. A fase estacionária, de acordo com o ponto 4.9, é vertida para a coluna de plástico até à marca.

A extremidade inferior da coluna de vidro a encher é fechada com uma rolha, de fibra de vidro, com cerca de 1 cm de comprimento, previamente silanizada, e que é introduzida por meio de uma vareta metálica. Em seguida, à extremidade da coluna é fechada com a peneira de acordo com o ponto 5.3.2.

O enchimento da coluna é feito sob pressão (com azoto a 3 bares) com a fase estacionária. Para obter um empacotamento uniforme, contínuo e firme, o vibrador é deslocado para cima e para baixo ao longo da coluna de vidro, durante o enchimento.

Após o enchimento, introduz-se uma rolha sólida de fibra de vidro silanizada na outra extremidade da coluna cheia, as extremidades protuberantes são cortadas e a rolha é empurrada para o interior da coluna mais alguns milímetros, por meio de uma espátula.

6.3. Preparação das amostras

Para a preparação das amostras, é utilizado um dos seguintes três métodos :

6.3.1. Isolamento da matéria gorda láctea da manteiga

São fundidos 5 a 10 g de manteiga num recipiente adequado num banho de água a 50 °C, de acordo com o ponto 5.7.

Numa estufa a 50 °C, são aquecidos um balão de Erlenmeyer de 50 ml e um funil, equipado com um filtro, de acordo com o ponto 5.14. A camada de matéria gorda da amostra de manteiga fundida é filtrada através do equipamento pré-aquecido.

Essa matéria gorda láctea está praticamente isenta de fosfolípidos.

6.3.2. Extracção da fracção gorda de acordo com o método de Röse-Gottlieb

A extracção é realizada de acordo com a norma FIL 1C : 1987, 16C : 1987, 116A : 1987 ou 22B : 1987.

Com esta matéria gorda láctea, os fosfolípidos permitem a obtenção de um pico de colesterol aumentado em aproximadamente 0,1 %.

O cromatograma dos triglicéridos normalizados a 100 com colesterol é, assim, influenciado apenas de uma forma negligenciável.

6.3.3. Extracção de matéria gorda láctea utilizando colunas de sílica gel

Com uma pipeta de microlitro, introduzem-se 0,7 ml de amostra de leite, a 20 °C, numa coluna de Extrelut de 1 a 3 ml ; de acordo com o ponto 5.4 deixa-se distribuir uniformemente na sílica gel durante, aproximadamente, 5 minutos.

Para desnaturar os complexos proteína-lípidos, são adicionados, com uma pipeta, 1,5 ml de metanol. Em seguida, a amostra é extraída com 20 ml de n-hexano. O n-hexano é adicionado lentamente, em pequenas quantidades, e o solvente resultante é recolhido num balão de gargalo redondo de 50 ml, que foi objecto de secagem, até obtenção de um peso constante e conhecido.

Após extracção, deixa-se drenar a coluna até que esta fique vazia.

A partir do eluído, os solventes são destilados num evaporador rotativo num banho de água a uma temperatura compreendida entre 40 e 50 °C.

O balão é seco e a gordura obtida determinada por pesagem.

Nota : As extracções de matéria gorda de acordo com os processos de Gerber, Weibull-Berntrop, Schmid-Bondzynski-Ratzlaff, ou o isolamento da matéria gorda láctea utilizando detergentes (metodo BDI) não são adequados para a análise dos triglicéridos, uma vez que estes métodos permitem a passagem para a fase gorda de quantidades mais ou menos elevadas de fosfolípidos ou glicéridos parciais.

6.4. Preparação da solução de teste

Para a cromatografia em fase gasosa, é utilizada uma solução, a 5 %, de matéria gorda em n-heptano, obtida de acordo com o ponto 6.3. Para a preparação desta solução de amostra são pesadas e dissolvidas quantidades correspondentes de material de amostra obtido em conformidade com os pontos 6.3.1 e 6.3.2 em quantidades correspondentes de n-heptano.

Na preparação de amostras de acordo com o ponto 6.3.3, a quantidade de n-heptano a adicionar ao material de amostra no balão é calculada com base na pesagem, e o restante é dissolvido na mesma.

De acordo com o ponto 5.16, é vertido aproximadamente 1 ml de solução de amostra numa ampola.

6.5. Determinação cromatográfica dos triglicéricos

Com as elevadas temperaturas até 350 °C para a eluição dos triglicéridos de cadeia longa C52-C56, ocorre facilmente um aumento da linha de base, em especial se as colunas não tiverem sido, de início, devidamente condicionadas.

O aumento da linha de base a altas temperaturas pode ser totalmente evitado combinando duas colunas ou mediante subtracção da linha de base. Com o método de compensação ou a utilização de colunas simples, bem como para as cabeças de vidro do injector e do detector, devem ser utilizadas juntas de grafite de acordo com o ponto 5.5.

6.5.1. Correcção da linha de base

Para evitar o aumento da linha de base, é utilizado um dos quatro métodos seguintes :

6.5.1.1. Combinação de colunas

São utilizadas duas colunas de enchimento de uma forma compensada.

6.5.1.2. Cromatografia em fase gasosa

Com a utilização do cromatógrafo de fase gasosa sem injecção da solução de matéria gorda e subsequente substracção da linha de base registada, pode ser evitado o aumento da linha de base.

6.5.1.3. Integração de *software*

Com a utilização de um sistema de integração sem injecção de solução de matéria gorda e subsequente subtracção da linha de base registada, pode ser evitado o aumento da linha de base.

6.5.1.4. Condicionamento adequado

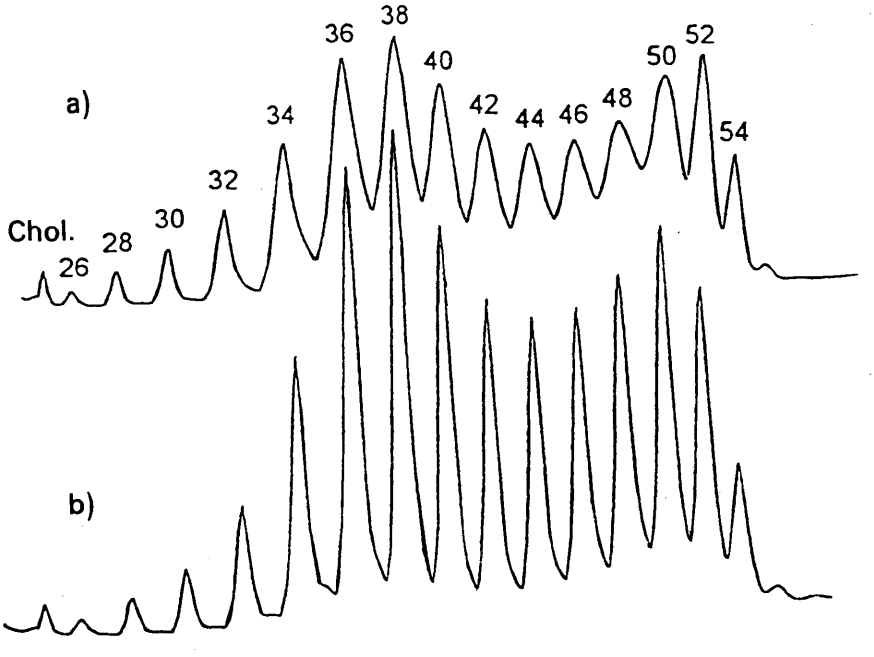
Com um condicionamento inicial adequado da coluna e aproximadamente 20 injecções com soluções com matéria gorda láctea, o aumento da linha de base a altas temperaturas é, frequentemente, tão reduzido que são desnecessárias as correcções da linha de base.

6.5.2. Técnica de injecção

Para evitar efeitos de discriminação, é utilizada a técnica da « injecção a quente » para alcançar melhores resultados quantitativos com os componentes dos triglicéridos de elevado ponto de fusão. Neste caso, a solução de matéria gorda é aspirada para a seringa e a agulha fria desta é aquecida antes da injecção durante aproximadamente 3 segundos na cabeça do injector. Em seguida, o conteúdo da seringa é rapidamente injectado.

Nota : Com esta técnica de injecção, o risco de fenómenos de fraccionamento no interior da seringa ou no bloco de injecção é reduzido. Não é aplicada uma injecção directa na parte superior e aquecida da coluna dado que os fragmentos do septo, que aqui se acumulam, bem como contaminantes, podem ser facilmente eliminados com a técnica utilizada através da mudança regular da cabeça do injector, sem desmontar a coluna.

Para não danificar o septo, deve-se evitar curvar a extremidade da agulha devido ao contacto com o fundo do recipiente que contém a amostra (mesmo que tal seja dificilmente visível a olho nu).



a) Resolução deficiente na sequência de um septo defeituoso

b) Resolução adequada

Figura 4 : Cromatograma dos triglicéridos de uma amostra de matéria gorda láctea

6.5.3. Condicionamento da coluna de enchimento

Durante as fases referidas nas alíneas a) a c), o cimo da coluna não está ligado ao detector, para evitar a contaminação.

As colunas objecto de enchimento de acordo com o ponto 6.2 são condicionadas do seguinte modo :

a) 15 min. 40 ml de N_2/min — fluxo a 50 °C

b) Aquecimento com 1 K/min até 355 °C, a 10 ml de N_2/min

c) Manutenção durante 12 a 15 h a 355 °C

d) Duas injecções de 1 µl de solução de manteiga de cacau, de acordo com o ponto 4.10 e respectivo programa de temperatura.

e) 20 injecções de 0,5 µl de uma solução de matéria gorda láctea durante 2 a 3 dias, de acordo com o ponto 6.4.

Nota : A manteiga de cacau consiste, quase exclusivamente, em triglicéridos C50 a C56 com elevado ponto de fusão. A injecção de manteiga de cacau é adequada ao condicionamento especial destes compostos de cadeia longa. Com os triglicéridos em C50 a C54 de elevado ponto de fusão, podem ocorrer factores de resposta parciais até, aproximadamente, 1,20. Normalmente, com a injecção repetida de solução de matéria gorda láctea, é de prever uma redução dos factores de resposta inicialmente elevados para os C50 a C54. Com os triglicéridos com um reduzido número de grupos c-acilo, os factores aproximam-se de 1.

São preparados três pares, respectivamente, de colunas objecto de enchimento de acordo com o ponto 6.2. Os pares condicionados são verificados, respectivamente, com uma análise da matéria gorda láctea para teste de rotina.

O par com os melhores resultados quantitativos (factores de resposta quase de 1) é utilizado no processo seguinte. Com factores de resposta superiores a 1,20, a coluna não é utilizada.

6.5.4. Calibração

Para efeitos de calibração, os factores de resposta dos triglicéridos correspondentes, bem como do colesterol, da matéria gorda láctea (matéria gorda normalizada) devem ser determinados utilizando os triglicéridos normalizados (pelo menos, os triglicéridos saturados C24, C30, C36, C42, C48 e C54, bem como o colesterol ; é conveniente usar também C50 e C52). Os factores de resposta intermédios podem ser determinados por interpolação matemática.

Em caso de utilização de matéria gorda normalizada, devem ser realizadas, diariamente, duas a três calibrações. Se os resultados forem praticamente idênticos, serão obtidos resultados quantitativos com uma reprodutibilidade adequada a partir da análise dos triglicéridos das amostras.

A matéria gorda láctea normalizada tem um período de conservação de vários meses, a uma temperatura de armazenagem de, no máximo, −18 °C e, assim, pode ser utilizada como padrão.

6.5.5. Programa de temperatura, gás de arrastamento e outras condições para a análise dos triglicéridos

Programa de temperatura : temperatura inicial da coluna 210 °C, mantida durante 1 minuto ; em seguida programar para 6 °C/minuto até 350 °C e manter à temperatura final durante 5 minutos.

Temperatura do detector e do injector : 370 °C.

Nota : As temperaturas do detector, injector e estufa (temperaturas iniciais) devem ser mantidas a um nível constante (igualmente durante a noite, fins-de-semana e férias).

Gás de arrastamento : azoto, fluxo de 40 ml/min.

Nota : Se forem utilizadas colunas com 80 cm, o fluxo deve ser de, pelo menos, 75 ml de N_2/min. O fluxo do gás de arrastamento deve ser mantido constante (igualmente durante a noite, fins-de-semana e férias). O fluxo exacto do gás de arrastamento deve ser ajustado de modo a eluir a 341 °C, independentemente do comprimento da coluna, um triglicérido C54.

Duração da análise : 29,3 minutos.

Volume de injecção : 0,5 µl.

Nota : A seringa deve ser lavada diversas vezes com heptano puro, após cada injecção.

Condições — DIC de acordo com o ponto 5.1.

Nota : O detector de ionização de chama deve ser posto em funcionamento no princípio de cada dia de trabalho.

7. Integração, avaliação e controlo das condições de medição

Os triglicéridos com um número ímpar de grupos c-acilo (2n + 1) são combinados com os triglicéridos anteriores de número par (2n). Não são tidos em conta os teores de baixa reprodutibilidade de C56. Os restantes triglicéridos (área dos picos) do cromatograma, incluindo o colesterol (pico próximo de C24), são multiplicados pelos respectivos factores de resposta de uma matéria gorda padrão (última calibração), sendo todos normalizados a 100. Junto do colesterol livre, os triglicéridos C24, C26, C28, C30, C32, C34, C36, C38, C40, C42, C44, CV46, C48, C50, C52 e C54 são, por conseguinte, avaliados. Os resultados são apresentados em percentagem em peso (g/100 g).

A avaliação dos picos do cromatograma deve ser feita com um integrador, que permite delinear a linha de base. Deve ser possível a reintegração com parâmetros de integração optimizados.

As figuras 5 e 6 ilustram dois exemplos de cromatogramas de triglicéridos. A figura 5 mostra um cromatograma que pode ser bem avaliado, enquanto a figura 6 apresenta um erro esporádico na gama de C50 a C54, com a linha de base incorrectamente traçada em comparação com a figura 5. Estes erros típicos podem ser detectados com um elevado grau de certeza e evitados unicamente através da utilização de um integrador que permita delinear a linha de base.

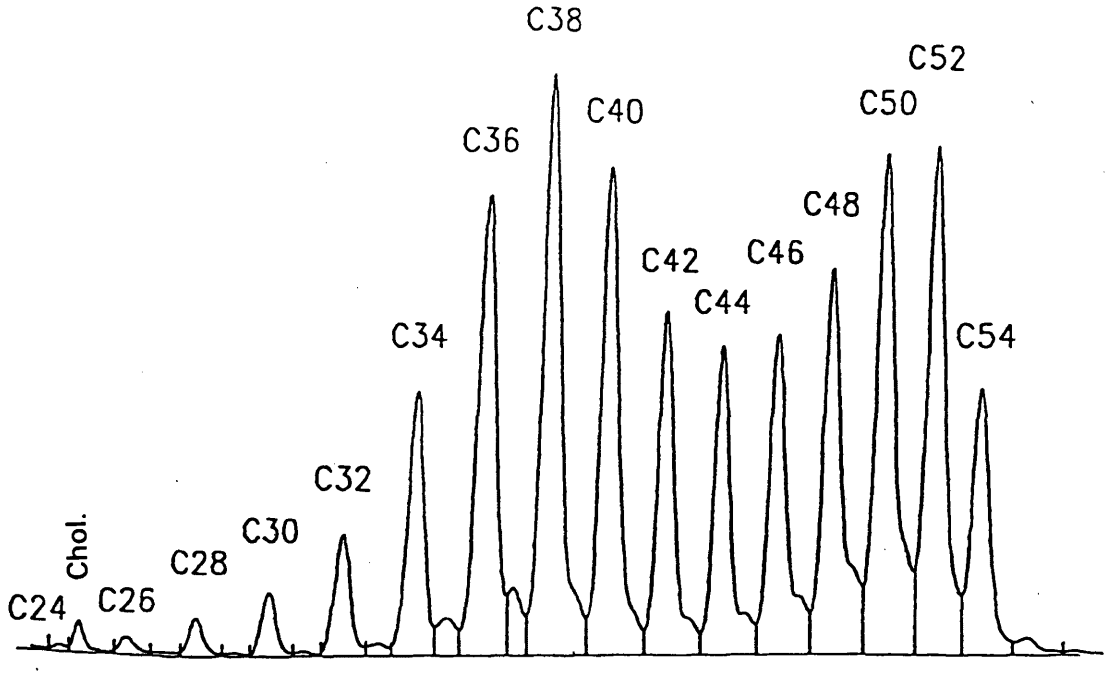


Figura 5 : Cromatograma dos triglicéridos de matéria gorda láctea de fácil avaliação, com a linha de base traçada

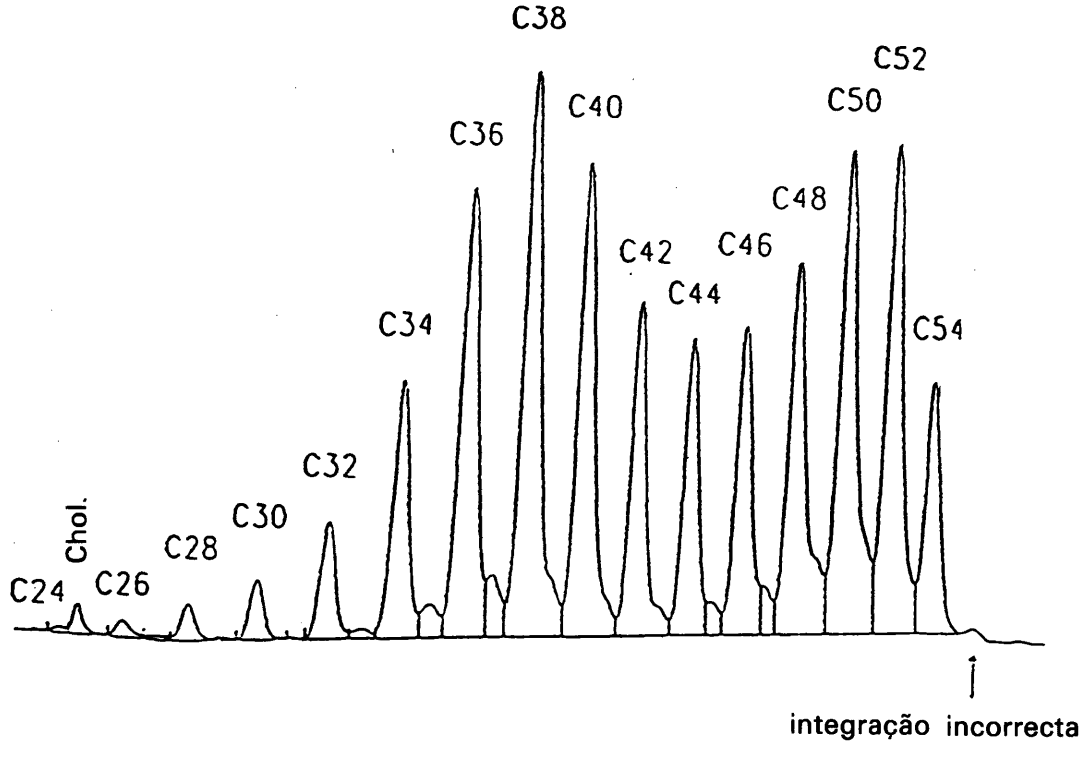


Figura 6 : Cromatograma dos triglicéridos de matéria gorda láctea, incorrectamente integrado

Para o controlo das condições de medição, o quadro 1 apresenta os valores médios e os desvios-padrão (DP) de uma gordura láctea típica de Inverno para diferentes triglicéridos com base 19 análises da mesma matéria gorda :

Quadro 1 : Composição em triglicéridos de uma matéria gorda láctea
Valores médios e DP de 19 análises

(em g/100 g)

Triglicéridos	Média	Desvios-padrão
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

Se os desvios-padrão apresentarem variações maiores do que as constantes do quadro 1, o cromatograma deixa de ser aceitável e os septos ou o fluxo de gás devem ser verificados. Além disso, pequenos constituintes do septo podem ter formado depósitos na lã de vidro na entrada da coluna ou a coluna pode ter-se tornado inadequada na sequência de desgaste ou da influência da temperatura, etc. (ver figura 3).

8. **Detecção qualitativa de matéria gorda estranha**

Para a detecção de matéria gorda estranha foram desenvolvidas fórmulas de triglicéridos (quadro 2) com limites S (quadro 3), nas quais os valores S de matéria gorda láctea pura podem flutuar. Se estes limites forem ultrapassados, conclui-se que existe matéria gorda estranha.

A fórmula mais adequada para a detecção de adição de banha é, por exemplo :

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

Nota : Utilizando 755 amostras diferentes de matéria gorda láctea, o intervalo de confiança corresponde a 99 % entre S = 98,05 e 101,95 para amostras puras de matéria gorda láctea ; o desvio-padrão para todos os valores S é de 0,39897.

A partir de uma composição de triglicéridos de uma amostra de matéria gorda desconhecida, essa fórmula permite, sem usar um computador, verificar de uma forma simples se a soma do teor de triglicéridos assim estabelecida, com os factores correspondentes, sai do intervalo de 98,5-101,95 e se, provavelmente, se trata de uma adição de matéria gorda estranha.

Para a detecção de diferentes matérias gordas estranhas, o quadro 2 apresenta diferentes fórmulas de triglicéridos. Para a detecção de matérias gordas estranhas como o óleo de soja, óleo de girassol, azeite, óleo de colza, óleo de linhaça, óleo de gérmen de trigo, óleo de gérmen de milho, óleo de semente de algodão e óleo de peixe hidrogenado, gorduras vegetais de coco e óleo de palmiste, bem como para o óleo de palma a gordura de bovino, pode ser utilizada uma fórmula comum.

Dado que a composição de triglicéridos das matérias gordas estranhas também está sujeita a flutuações, foram usadas até 4 dados diferentes, avaliados experimentalemente, respeitantes a triglicéridos de matérias gordas estranhas. [Com os mesmos tipos de matéria gorda estranha, foi considerado o limite menos favorável, respectivamente (ver quadro 4)].

Com a seguinte « fórmula total » podem ser obtidos bons resultados semelhantes para todas as gorduras vegetais:

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

Os cálculos para a detecção de qualquer combinação de matéria gorda estranha em matéria gorda de leite mostraram que, por exemplo, apesar de com a fórmula para a banha indicada no quadro 2 o limite para a matéria gorda estranha ser baixo, nomeadamente 2,7 %, outras matérias gordas como a gordura de coco, o óleo de palma ou o óleo de palmiste, com limites de detecção de, respectivamente, 26,8 12,5 e 19,3 %, só podem, com esta fórmula, ser detectadas se tiverem sido adicionadas quantidades muito elevadas à matéria gorda láctea. O mesmo se aplica a outras fórmulas do quadro 2.

Quadro 2 : Fómulas de triglicéridos para detecção de diversas matérias gordas estranhas em matéria gorda láctea e que indicam os desvios-padrão para S

Fórmula para o óleo de soja, girassol, colza, linhaça, gérmen de trigo, gérmen de milho, sementes de algodão e peixe e para o azeite
$2{,}0983 \cdot C30 + 0{,}7288 \cdot C34 + 0{,}6927 \cdot C36 + 0{,}6353 \cdot C38 + 3{,}7452 \cdot C40 - 1{,}2929 \cdot C42 + 1{,}3544 \cdot C44 + 1{,}7013 \cdot C46 + 2{,}5283 \cdot C50 = S;\ SD = 0{,}38157$
Fórmula para a gordura de coco e o óleo de palmiste
$3{,}7453 \cdot C32 + 1{,}1134 \cdot C36 + 1{,}3648 \cdot C38 + 2{,}1544 \cdot C42 + 0{,}4273 \cdot C44 + 0{,}5809 \cdot C46 + 1{,}2926 \cdot C48 + 1{,}0306 \cdot C50 + 0{,}9953 \cdot C52 + 1{,}2396 \cdot C34 = S;\ SD = 0{,}11323$
Fórmula para o óleo de palma e a gordura de bovino
$3{,}6644 \cdot C28 + 5{,}2297 \cdot C30 + 12{,}5073 \cdot C32 + 4{,}4285 \cdot C34 - 2{,}2010 \cdot C36 + 1{,}2791 \cdot C38 + 6{,}7433 \cdot C40 - 4{,}2714 \cdot C42 + 6{,}3739 \cdot C46 = S;\ SD = 0{,}81094$
Fórmula para a banha
$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C54 = S;\ SD = 0{,}39897$

Por conseguinte, para a verificação de uma amostra de matéria gorda desconhecida, devem ser utilizadas todas as fórmulas indicadas no quadro 2 e a fórmula total (2), se for provável que a amostra consista numa mistura de matéria gorda láctea e de uma das catorze diferentes matérias gordas estranhas ou numa combinação destas últimas. Se, através da análise de triglicéridos de uma amostra de matéria gorda, for obtido um valor S não abrangido pelos intervalos do quadro 3 para apenas uma das cinco fórmulas, poder-se-à concluir que é provável que a amostra consista numa matéria gorda láctea modificada. A detecção de uma matéria gorda estranha na gordura do leite através de uma das quatro fómulas do quadro 2 não permite tirar conclusões quanto ao tipo de mistura de matéria gorda estranha.

Quadro 3 : Limites-S para matérias gordas lácteas

Fórmula para a detecção	Variação-S
De óleo de soja, girassol, colza, linhaça, gérmen de trigo, gérmen de milho, algodão e peixe, e azeite	98,05 — 101,95
De gordura de coco e óleo de palmiste	99,42 — 100,58
De óleo de palma e gordura de bovino	95,90 — 104,10
De banha	97,96 — 102,04
De fómula total	95,68 — 104,32

O quadro 4 indica os limites de detecção para as diferentes matérias gordas estranhas, com intervalo de confiança de 99 %. Da primeira coluna constam os limites de detecção mínimos para as melhores fórmulas respeitantes às matérias gordas lácteas do quadro 2. A segunda coluna indica os limites de detecção para a fórmula total. Apesar de estes limites serem ligeiramente superiores, só é necessária esta fórmula para detectar quantidades ligeiramente mais elevadas de matérias gordas estranhas. Com todas as fórmulas, podem também ser detectadas combinações de diferentes matérias gordas estranhas. Os intervalos de variação dos triglicéridos das diferentes matérias gordas estranhas de um tipo não têm influência considerável nos limites de detecção.

Quadro 4 : Limites de detecção, em %, para a adição de gordura estranha à matéria gorda láctea, com um intervalo de confiança de 99 %

	Fórmula individual	Fórmula total
Óleo de soja	2,1	4,4
Óleo de girassol	2,3	4,8
Azeite	2,4	4,7
Gordura de coco	3,5	4,3
Óleo de palma	4,4	4,7
Óleo de palmiste	4,6	5,9
Óleo de colza	2,0	4,4
Óleo de linhaça	2,0	4,0
Óleo de gérmen de trigo	2,7	6,4
Óleo de gérmen de milho	2,2	4,5
Óleo de sementes de algodão	3,3	4,4
Banha	2,7	4,7
Gordura de bovino	5,2	5,4
Óleo de peixe hidrogenado	5,4	6,1

Nota : Os intervalos-S são calculados de modo a que a presença de uma matéria gorda estranha só pode ser estabelecida se os limites das fórmulas individuais forem superadas (ver quadro 4).

9. **Determinação quantitativa de matéria gorda estranha**

Para obter informações quantitativas quanto à concentração de matéria gorda estranha numa amostra de matéria gorda láctea, é utilizada a seguinte fórmula :

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

em que X é a quantidade de matéria gorda estranha desconhecida ou de uma mistura de matéria gorda estranha numa matéria gorda láctea desconhecida. S resulta da adição de uma gordura desconhecida, inserindo os triglicéridos da matéria gorda estranha/mistura de matéria gorda láctea na fórmula total de triglicéridos anteriormente indicada. Se for adicionada uma gordura estranha desconhecida à matéria gorda láctea, escolhe-se para S_F o valor médio S das diferentes matérias gordas estranhas para a fórmula total ; este valor médio S é obtido adicionando os dados dos triglicéridos de matérias gordas estranhas puras a esta fórmula e calculando o valor médio (S_F = 7,46). São também obtidos resultados quantitativos adequados respeitantes a quaisquer adição de matéria gorda estranha utilizando a fórmula relativa ao óleo de palma/gordura de bovino (quadro 2) e um valor médio S_F de 10,57.

A partir de tipos de matéria gorda estranha conhecidos, devem ser adicionados os seguintes valores S_F na fórmula anterior, devendo ser escolhida a fórmula respectiva de matéria gorda estranha do quadro 2 :

Quadro 5 : Valores S_F de diversas matérias gordas estranhas

Matérias gordas estranhas	S_F
Óleo de soja	8,18
Óleo de girassol	9,43
Azeite	12,75
Gordura de coco	118,13
Óleo de palma	7,55
Óleo de palmiste	112,32
Óleo de colza	3,30
Óleo de linhaça	4,44
Óleo de gérmen de trigo	27,45
Óleo de gérmen de milho	9,29
Óleo de sementes de algodão	41,18
Banha	177,55
Gordura de bovino	17,56
Óleo de peixe	64,12

10. **Campo de aplicação do método de detecção**

O método descrito aplica-se a leite a granel e baseia-se na representatividade das amostras da matéria gorda láctea.

Seria possível uma detecção altamente específica se, para um número representativo de matérias gordas lácteas, as fórmulas anteriormente descritas fossem provenientes de diferentes países.

A probabilidade de detecção seria mais elevada se fosse estabelecido, para um número representativo de matérias gordas lácteas, fórmulas para diferentes países, como as anteriormente descritas. Neste caso, não é necessária a utilização de programas complexos de informática caso as combinações de triglicéridos usadas no quadro 2 sejam aplicadas e os factores redeterminados utilizando o método dos mínimos quadrados.

Através da aplicação dos intervalos S como indicado no quadro 3, as fórmulas são geralmente aplicáveis, em condições especiais de alimentação como, por exemplo, a subalimentação ou a alimentação de bovinos com alimentos fermentados ou sais de cálcio. Só no caso de condições extremas de alimentação (por exemplo, administração de grandes quantidades de óleos alimentares puros ou de sais de cálcio combinados com alimentos gordos, etc.), as fórmulas indicam parcialmente uma matéria gorda láctea modificada.

Nota: As matérias gordas fraccionadas são geralmente consideradas matérias gordas não modificadas, e só se conclui que existe uma modificação se forem superados os limites. As fórmulas só indicam uma modificação com matérias gordas lácteas fraccionadas que apresentem uma composição de gordura inabitual como, por exemplo, no caso de uma fracção dura obtida através do fraccionamento, por métodos físicos a altas temperaturas de aproximadamente 30 °C, com baixos rendimentos de poucos pontos percentuais ou com o fraccionamento em condições supercríticas de dióxido de carbono.

O fraccionamento da matéria gorda láctea pode, no entanto, ser detectado utilizando outros processos, como por exemplo, a análise calorimétrica diferencial.

11. **Precisão do método**

Determinada utilizando matéria gorda láctea com base nas fórmulas do quadro 2 e nos intervalos-S do quadro 3.

11.1. Repetibilidade

A diferença entre os valores-S de duas determinações realizadas com o menor intervalo de tempo possível, por um operador, utilizando a mesma técnica e material de amostra idêntico, nas mesmas condições (mesmo operador, mesmo equipamento/instrumentos, mesmo laboratório).

Quadro 6: Limites de repetibilidade (r) para as diferentes fórmulas

Fórmula de detecção de	r
Óleo de soja, girassol, colza, linhaça, gérmen de trigo, gérmen de milho, algodão e peixe, e azeite	0,67
Gordura de coco e óleo de palmiste	0,12
Óleo de palma e gordura de bovino	1,20
Banha	0,58
Fórmula total	1,49

11.2. Reprodutibilidade

A diferença dos valores-S de duas determinações realizadas por operadores em laboratórios diferentes, utilizando a mesma técnica e material de amostra idêntico, em condições diferentes (operador diferente, diferente equipamento/instrumentos) em ocasiões diferentes.

Quadro 7: Limites de reprodutibilidade (R) para as diferentes fórmulas

Fórmula de detecção	R
De óleo de soja, girassol, colza, linhaça, gérmen de trigo, gérmen de milho, algodão e peixe, e azeite	1,08
De gordura de coco e óleo de palmiste	0,40
De óleo de palma e gordura de bovino	1,81
De banha	0,60
De fórmula total	2,07

11.3. Diferença crítica

A partir dos limites de repetibilidade (r) e de reprodutibilidade (R) podem ser calculadas as diferenças críticas para todos os intervalos-S do quadro 3 (análises duplicadas). Os respectivos valores são indicados no quadro 8.

Quadro 8 : Diferenças críticas para todas as fórmulas de triglicéridos

Fórmula de detecção	Intervalo
De óleo de soja, girassol, colza, linhaça, gérmen de trigo, gérmen de milho, algodão e peixe, e azeite	97,43 — 102,57
De gordura de coco e óleo de palmiste	99,14 — 100,86
De óleo de palma e gordura de bovino	94,91 — 105,09
De banha	97,65 — 102,35
De fórmula total	94,58 — 105,42

11.4. Aceitabilidade dos resultados

Todos os teores de triglicéridos de C24, C26, C28 a C54 calculados com duas casas decimais, bem como o colesterol devem ser normalizados a 100.

Os resultados das análises duplicadas são utilizados para controlar a repetibilidade. Sé a diferença absoluta entre dois resultados S para as cinco fórmulas de triglicéridos não excederem os limites de repetibilidade (r) do quadro 6, considera-se que estão satisfeitos os critérios de repetibilidade.

Para o controlo das condições óptimas de cromatografia em fase gasosa e, em especial, da qualidade da coluna, deve garantir-se que em dez repetições, a diferença entre os valores S máximos e mínimos das cinco fórmulas de triglicéridos não excede o intervalo x. r com x = 1,58 (para 10 utilizações, ver ponto 16 das referências bibliográficas), e os limites de repetibilidade r para as diferentes fórmulas do quadro 6.

12. **Normas consideradas**

Norma DIN 10 336 : 1994	Nachweis und Bestimmung von Fremdfetten in Milchfett anhand einer gaschromatographischen Triglyceridanalyse
Norma FIL 1C : 1987	Milk determination of Fat Content —Röse Gottlieb Gravimetric Method
Norma FIL 16C : 1987	Cream. Determination of Fat Content —Röse Gottlieb Gravimetric Method
Norma FIL 116A : 1987	Milk-Based Edible Ices and Ice Mixes. Determination of Fat Content-Röse Gottlieb Gravimetric Method
Norma FIL 22B : 1987	Skimmed Milk, Whey & Buttermilk. Determination of Fat Content--Röse Gottlieb Gravimetric Method.

13. **Referências bibliográficas**

1. Comissão das Comunidades Europeias : *Detection of foreign fats in milk fat by means of gas chromatographic triglyceride analysis;* Doc. nº VI/5202/90-EN, VI/2645/91.

2. Comissão das Comunidades Europeias : *Control of butter fat purity of 100 different samples of different feeding periods from 11 EEC countries;* Doc. nº VI/4577/93.

3. Comissão das Comunidades Europeias : *Consideration of results from the first, second, third, fourth, fifth and sixth EEC collaborative trial : Determination of triglycerides in milk fat;* Doc. nº VI/2644/91, VI/8.11.91, VI/1919/92, VI/3842/92, VI/5317/92 e VI/4604/93.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

13. Precht, D.: *Gas chromatography of triacylglycerols and other lipids on packed columns* in *CRC Handbook of Chromatography: Analysis of Lipids,* p. 123-138, Ed. K.D. Mukherjee, N. Weber, J. 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, p. 378 (1970).

ANEXO IV

EXAME ORGANOLÉPTICO DA MANTEIGA

1. Objectivo

O presente método tem por objectivo estabelecer um método uniforme de exame organoléptico da manteiga aplicável em todos os Estados-membros.

2. Definições

Entende-se por :

Exame organoléptico (avaliação), a apreciação das características de um produto pelos órgãos dos sentidos.

Júri, um grupo de provadores seleccionados que trabalha, durante a avaliação, sem comunicar e sem exercer quaisquer influências entre si.

Pontuação, a avaliação organoléptica pelo júri, utilizando uma escala numérica. Deve ser utilizada a nomenclatura relativa aos defeitos.

Classificação, uma avaliação qualitativa realizada com base na pontuação.

Controlo documental, os documentos utilizados para registar as pontuações individuais respeitantes a cada atributo e a classificação final do produto. (Este documento pode ser também utilizado para registar a composição química.).

3. Sala de prova

3.1. Devem ser enviados esforços para que os provadores na sala de prova não sejam influenciados por factores externos.

3.2. A sala de prova deve estar isenta de cheiros estranhos e ser de fácil limpeza. As paredes devem ser de cor clara.

3.3. A sala de prova e a respectiva iluminação devem ser tais que as propriedades dos produtos a examinar não sejam afectadas. A sala deve estar equipada com um dispositivo adequado de controlo da temperatura.

4. Selecção dos provadores

O provador deve estar familiarizado com produtos à base de manteiga e ter competência para realizar o exame organoléptico. Essa competência deve ser avaliada regularmente (pelo menos uma vez por ano) pela autoridade competente.

5. Exigências relativas ao júri

O número de provadores do júri deve ser ímpar, não podendo ser inferior a três. Os provadores, na sua maioria, devem ser funcionários da autoridade competente. Após um período de transição de dois anos, o júri deve consistir em, pelo menos, três provadores oficiais.

6. Avaliação do valor de cada atributo

6.1. O exame organoléptico deve ser realizado relativamente aos três atributos seguintes : aspecto, consistência e *flavour.*

O aspecto abrange as seguintes características : cor, pureza aparente, desenvolvimento de fungos e dispersão de água.

A consistência abrange as seguintes características : firmeza e aptidão para barrar.

Podem ser utilizados métodos físicos na avaliação da consistência da manteiga. A Comissão prevê a harmonização futura destes métodos.

O « flavour » envolve as seguintes características : sabor e cheiro.

Um desvio significativo da temperatura recomendada impossibilita uma avaliação fiável da consistência e do *flavour.* Por conseguinte, a temperatura é de importância capital.

6.2. Cada atributo deve ser examinado organolepticamente de forma separada. A pontuação é atribuída de acordo com o quadro 1.

6.3. Pode ser desejável que os provadores atribuam pontuação em conjunto, antes de iniciar o exame, relativamente a uma ou mais amostras de referência quanto ao aspecto, consistência e *flavour*, de modo a obter uniformidade.

6.4. A pontuação para a aceitação é a seguinte :

	Máximo	Valor exigido
Aspecto	5	4
Consistência	5	4
Flavour	5	4

Quando não seja obtida a pontuação necessária, deve ser apresentada uma descrição dos defeitos verificados. A pontuação atribuída por cada provador relativamente a cada atributo deve ser registada num documento de controlo. O produto é aceite ou rejeitado com base num decisão adoptada por maioria. Não podem ocorrer frequentemente casos em que as diferenças entre a pontuação individual relativa a cada atributo seja superior a um ponto (uma vez por vinte amostras, no máximo). Neste caso, a competência do júri deve ser verificada pelo *leader* do júri.

7. Controlo

O *leader* do júri deve ser um funcionário oficial da autoridade competente ; deve ser um membro do júri, responsabilizando-se de forma geral por todo o processo. Compete-lhe registar as pontuações individuais para cada atributo no documento de controlo e verificar se o produto é aceite ou rejeitado.

8. Amostragem e preparação da amostra

8.1. — É aconselhável que a identidade das amostras não seja divulgada durante a avaliação, de forma a evitar qualquer eventual influência.

— esta tarefa deve ser organizada pelo *leader* de júri, antes da avaliação, sem que estejam presentes os restantes membros do júri.

8.2. Quando o exame organoléptico é efectuado no armazém frigorífico, a amostra é colhida utilizando uma sonda para manteiga. Se o exame organoléptico for efectuado noutro local que não o armazém frigorífico, devem ser colhidos, pelo menos, 500 g de amostra.

8.3. Durante o exame, a manteiga deve estar a uma temperatura compreendida entre 10 e 12 °C. É fundamental evitar grandes desvios.

9. Nomenclatura

Ver quadro 2 em anexo.

Quadro 1

Aspecto			Consistência			*Flavour* e aroma		
Pontos	Número (1)	Observações	Pontos (classe de qualidade)	Número (1)	Observações	Pontos (classe de qualidade)	Número (1)	Observações
5		*Muito boa* tipo ideal qualidade superior (uniforme, seco)	5		*Muito boa* tipo ideal qualidade superior (barrada facilmente)	5		*Muito boa* tipo ideal qualidade superior (aroma absolutamente puro)
4		*Boa* (2) (sem defeitos aparentes)	4		*Boa* (2)	4		*Boa* (2) (sem defeitos aparentes)
				17	Dura			
				18	Mole			
3		*Razoável defeitos ligeiros)*	3		*Razoável (defeitos ligeiros)*	3		*Razoável (defeitos ligeiros)*
	1	Aquosa, gotas de água visíveis		14	Pasta, quebradiça, grumosa		21	Impura
	2	Não homogénea, bicolor		15	Pastosa, pomada		22	Sabor estranho
	3	Raiada		16	Colante		25	Ácida
	4	Marmoreada		17	Dura		27	Sabor a cozido queimado
	5	Manchada		18	Mole		33	Sabor a forragem
	6	Separação de óleo					34	Acre, amarga
	7	Coloração demasiado intensa					35	Demasiado salgada
	8	Inclusão de ar aparente						
2		*Fraca (defeitos aparentes)*	2		*Fraca (defeitos aparentes)*	2		*Fraca (defeitos aparentes)*
	1	Aquosa, gotas de água visíveis		14	Pasta, quebradiça, grumosa		21	Impura
							22	Sabor estranho
	3	Raiada		15	Pastosa, pomada		23	Sabor a velho
	4	Marmoreada		16	Colante		25	Ácida
	5	Manchada		17	Dura		32	Sabor a oxidado metálico
	6	Separação de óleo		18	Mole		33	Sabor a forragem
	10	Matérias estranhas					34	Acre, amarga
	11	Bolorenta					35	Demasiado salgada
	12	Sal não dissolvido					36	Sabor a bolor, pútrido
							38	Sabor a produtos químicos
1		*Muito franca (defeitos acentuados)*	1		*Muito fraca (defeitos acentuados)*	1		*Muito fraca (defeitos acentuados*
	1	Aquosa, gotas de água visíveis		14	Pasta, quebradiça grumosa		22	Sabor estranho Sabor a queijo
	3	Raiada		15	Pastosa, pomada		24	Sabor a queijo ácido
	4	Marmoreada		16	Colante		25	Ácido
	5	Manchada		17	Dura		26	Fermentado
	6	Separação do óleo		18	Mole		28	Sabor a bolor
	7	Coloração demasiado intensa					29	Rançosa
							30	Oleosa, sabor a peixe
	9	Granulosa					31	Sebosa
	10	Matérias estranhas					32	Sabor a oxidado Sabor metálico
	11	Bolorenta						
	12	Sal não dissolvido					34	Acre, amarga
							36	Sabor a bolor, pútrido
							37	Sabor a malte
							38	Sabor a produtos químicos

(1) Quadro 2.

(2) Os defeitos da categoria « boa » correspondem apenas a desvios muito ligeiros relativamente ao tipo ideal.

Quadro 2 : Nomenclatura dos defeitos da manteiga

I. *Aspecto*

1. Aquosa, gotas de água visíveis
2. Não homogénea, bicolor
3. Raida
4. Marmoreada
5. Manchada
6. Separação de óleo
7. Coloração demasiado intensa
8. Inclusão de ar aparente
9. Granulosa
10. Matérias estranhas
11. Bolorenta
12. Sal mal dissolvido

II. *Consistência*

14. Pasta, quebradiça, grumosa
15. Pastosa, pomada
16. Colante
17. Dura
18. Mole

III. *Flavour*

20. Falta de aroma
21. Impura (1)
22. Sabor estranho
23. Sabor a velho
24. Sabor a queijo
    Sabor a queijo ácido
25. Ácida
26. Fermentada
27. a) Sabor a cozido
    b) Sabor a queimado
28. Sabor a bolor
29. Rançosa
30. Sabor a óleo de peixe
31. Sebosa
32. a) Sabor a oxidado
    b) Sabor metálico
33. Sabor a forragem
34. Acre, amarga
35 Demasiado salgada
36. Sabor a bolor, pútrido
37. Sabor a malte
38. Sabor a produtos químicos

(1) Esta designação deve ser utilizada o mais raramente possível e apenas quando não seja possível uma definição mais precisa.

ANEXO V

AMOSTRAGEM PARA ANÁLISE QUÍMICA E MICROBIOLÓGICA E EXAME ORGANOLÉPTICO

1. Análise química e microbiológica

Quantidade de manteiga (kg)	Número mínimo de amostras (> 100 g) a colher
≤ 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 por 25 000 kg ou respectivas fracções

A colheita de amostras para análise microbiológica deve ser efectuada em condições assépticas.

Podem ser combinadas numa amostra até 5 amostras de 100 g; essa amostra única será analisada após uma mistura completa.

As amostras devem ser colhidas aleatoriamente de diferentes partes do lote e analisadas antes, ou no momento, da entrada no armazém frigorífico designado pelo organismo de intervenção.

Preparação da amostra de manteiga composta (análise química)

a) Com a sonda para manteiga limpa e seca, ou um instrumento adequado semelhante, extrair um pedaço de manteiga de pelo menos 30 g e colocá-lo no recipiente para amostra. A amostra composta será então fechada e enviada para análise laboratorial.

b) No laboratório, a amostra composta a 30 °C é aquecida no recipiente inicial, por abrir, até à obtenção, por meio de agitação frequente, de uma emulsão homogénea fluida, isenta de matérias rígidas. O recipiente deve ser cheio até metade ou dois terços.

Para cada fabricante que entregue manteiga para intervenção, devem ser analisadas duas amostras por ano no que respeita à matéria gorda não láctea e uma amostra no que respeita aos marcadores.

2. Exame organoléptico

Quantidade de manteiga (kg)	Número mínimo de amostras a colher
1 000 ≤ 5 000	2
> 5 000 ≤ 25 000	3
> 25 000	3 + 1 por 25 000 kg ou respectivas fracções

As amostras devem ser colhidas aleatoriamente de diferentes partes da quantidade proposta entre o trigésimo e o trigésimo quinto dia após a tomada a cargo da manteiga e calibradas.

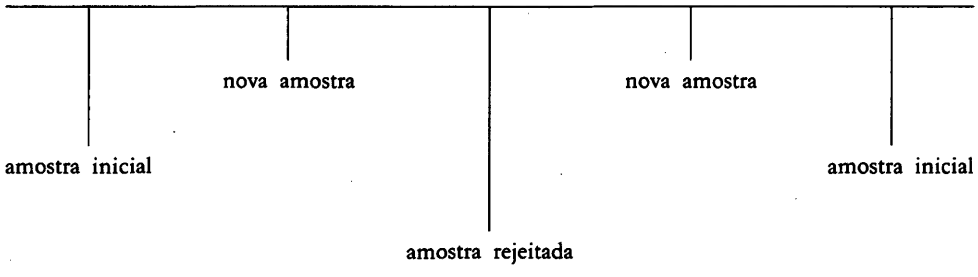
Cada amostra deve ser avaliada individualmente por três provadores, que trabalham independentemente. Não é permitida uma nova amostragem nem uma nova avaliação.

3. **Directrizes a aplicar em caso de rejeição da amostra**

a) Análise química e microbiológica

— Quando são analisadas amostras individuais, é aceitável uma amostra com um único defeito por cada cinco amostras ou 2 amostras com um único defeito por cada 11 a 15 amostras. Caso uma amostra seja rejeitada, devem ser colhidas duas novas amostras de ambos os lados da amostra rejeitada, a controlar em relação ao parâmetro em causa. Se ambas as amostras não satisfizerem a especificação, a quantidade de manteiga entre as duas amostras iniciais de ambos os lados da amostra rejeitada deve ser retirada da quantidade entregue.

quantidade a rejeitar em caso de uma nova rejeição da amostra



— Quando são analisadas amostras compostas, caso uma amostra deste tipo seja rejeitada relativamente a um parâmetro, a quantidade representada por essa amostra composta é rejeitada da quantidade entregue.

b) Exame organoléptico

Quando uma amostra é rejeitada no exame organoléptico, a quantidade de manteiga entre duas amostras adjacentes de ambos os lados da amostra rejeitada é rejeitada da quantidade entregue.

c) Em caso de resultados negativos, tanto na análise química ou microbiológica como no exame organoléptico, é recusada toda a quantidade.