

32003L0126

L 339/78

JURNALUL OFICIAL AL UNIUNII EUROPENE

24.12.2003

DIRECTIVA 2003/126/CE A COMISIEI
din 23 decembrie 2003
privind metoda analitică de determinare a componentelor de origine animală pentru controlul oficial al
furajelor
(Text cu relevanță pentru SEE)

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

Articolul 1

având în vedere Directiva 70/373/CEE a Consiliului din 20 iulie 1970 privind introducerea modalităților de prelevare de probe și a metodelor comunitare de analiză pentru controlul oficial al furajelor ⁽¹⁾, în special articolul 2,

Statele membre prevăd ca analiza oficială a furajelor în vederea controlului oficial pentru constatarea prezenței, identificarea și/sau estimarea cantității de componente de origine animală din furaje, în cadrul programului de inspecție coordonată în domeniul nutriției animalelor în conformitate cu Directiva 95/53/CE a Consiliului ⁽³⁾, să se efectueze în conformitate cu dispozițiile din anexa la prezenta directivă.

întrucât:

Articolul 2

(1) În temeiul Directivei 70/373/CEE, controalele oficiale ale furajelor având ca scop verificarea conformității cu cerințele actelor cu putere de lege și actelor administrative care reglementează calitatea și compoziția furajelor, se efectuează în conformitate cu modalitățile de prelevare de probe și metodele comunitare de analiză.

Statele membre asigură că laboratoarele care efectuează controalele oficiale privind prezența componentelor de origine animală în furaje participă cu regularitate la testele de performanță bazate pe metodele analitice și că personalul de laborator care efectuează aceste analize beneficiază de formarea profesională corespunzătoare.

(2) În conformitate cu dispozițiile privind etichetarea furajelor și cerințele privind interzicerea utilizării anumitor tipuri de proteine de origine animală în furajele pentru anumite categorii de animale este necesar să se prevadă metode analitice fiabile care să permită detectarea prezenței acestor substanțe și, după caz, procentul lor.

Articolul 3

(3) Metoda descrisă în Directiva 98/88/CE a Comisiei din 13 noiembrie 1998 de stabilire a orientărilor pentru identificarea și estimarea prin examinare microscopică a componentelor de origine animală pentru controlul oficial al furajelor ⁽²⁾ este în prezent unica metodă validată pentru controlarea prezenței proteinelor de origine animală, inclusiv a proteinelor tratate la 133 °C/3 bar/20', din furaje.

Directiva 98/88/CE se abrogă.

Trimiterile la directiva abrogată se interpretează ca trimiteri la prezenta directivă.

(4) Un studiu comparativ între laboratoare pentru determinarea proteinelor de origine animală prelucrate a demonstrat recent că datorită modului diferit de aplicare a analizelor microscopice stabilite în Directiva 98/88/CE s-au obținut diferențe semnificative în privința sensibilității, a specificității și a preciziei metodei. Pentru armonizarea și îmbunătățirea determinării proteinelor de origine animală prelucrate ar trebui ca dispozițiile referitoare la metoda de analiză microscopică să fie detaliate și să devină obligatorii. Este necesar să se asigure că analiștii care aplică metoda au o pregătire adecvată, deoarece performanța depinde de competența analistului.

Articolul 4

(5) Directiva 98/88/CE ar trebui să fie, prin urmare, înlocuită.

(1) Statele membre pun în aplicare actele cu putere de lege și actele administrative necesare pentru a se conforma prezentei directive până la 1 iulie 2004. Statele membre comunică de îndată Comisiei textul acestor dispoziții, precum și un tabel de corespondență între aceste acte și prezenta directivă.

Atunci când statele membre adoptă aceste acte, ele conțin o trimitere la prezenta directivă sau sunt însoțite de o asemenea trimitere la data publicării lor oficiale. Statele membre stabilesc modalitatea de efectuare a acestei trimiteri.

(6) Măsurile prevăzute în prezenta directivă sunt în conformitate cu avizul Comitetului permanent pentru lanțul alimentar și sănătatea animală,

(2) Comisiei i se comunică de către statele membre textele dispozițiilor de drept intern pe care le adoptă în domeniul reglementat de prezenta directivă.

⁽¹⁾ JO L 170, 3.8.1970, p. 2. Directivă, astfel cum a fost modificată ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 807/2003 (JO L 122, 16.5.2003, p. 36).

⁽²⁾ JO L 318, 27.11.1998, p. 45.

⁽³⁾ JO L 265, 8.11.1995, p. 17. Directivă, astfel cum a fost modificată ultima dată prin Directiva 2001/46/CE a Parlamentului European și a Consiliului (JO L 234, 1.9.2001, p. 55).

Articolul 5

Prezenta directivă intră în vigoare în a douăzecea zi de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Uniunii Europene*.

Articolul 6

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Adoptată la Bruxelles, 23 decembrie 2003.

Pentru Comisie

David BYRNE

Membru al Comisiei

ANEXĂ

Condiții pentru detectarea, identificarea și estimarea prin examinare microscopică a componentelor de origine animală în furaje**1. Obiectiv și domeniu de aplicare**

Prezentele condiții se utilizează în cazul în care detectarea componentelor de origine animală (definite ca produse rezultate din prelucrarea carcaselor sau a unor părți din corpul mamiferelor, păsărilor de casă sau peștilor) din furaje se realizează prin examinare microscopică în cadrul unui program de inspecție coordonată în domeniul nutriției animalelor, în conformitate cu Directiva 95/53/CE a Consiliului. Pentru o mai bună detectare a anumitor tipuri de componente de origine animală sau pentru a se specifica, de asemenea, originea componentelor de origine animală, se poate realiza o a doua analiză prin metode derivate sau metode alternative, cu condiția ca metodele din prezenta anexă să se utilizeze în toate analizele oficiale. În plus, se poate utiliza o variantă de protocol în cazul în care se examinează anumite componente de origine animală specifice, ca plasma sau oasele din seu (vezi și punctul 9), cu condiția ca analizele respective să se realizeze în completarea analizelor prevăzute în programul de inspecție coordonată.

2. Sensibilitate

În funcție de natura componentelor de origine animală, este posibilă detectarea unor cantități foarte mici (< 0,1 %) în furaje.

3. Principiu

Pentru identificare se utilizează o probă reprezentativă, prelevată în conformitate cu dispozițiile stabilite în Directiva 76/371/CEE a Comisiei din 1 martie 1976 de stabilire a metodelor comunitare de prelevare de probe pentru controlul oficial al furajelor ⁽¹⁾ și pregătită corespunzător. Protocolul descris în continuare este potrivit pentru tratarea furajelor cu un conținut mic de umiditate. Furajele cu un conținut de umiditate mai mare de 14 % se usucă (condensează) înaintea tratamentului. Furajele speciale sau materiile prime furajere speciale (de exemplu, grăsimi, uleiuri) necesită un tratament specific (vezi punctul 9). Componentele de origine animală se identifică pe baza caracteristicilor tipice, identificabile prin examinare microscopică (adică fibre musculare și alte particule ale cărnii, cartilajii, oase, carne, păr, păr de porc, sânge, pene, coji de ouă, oase și solzi de pește). Identificarea trebuie să se realizeze atât pentru fracția care a trecut prin sită (6.1), cât și pentru sedimentul concentrat (6.2) de probă.

4. Reactivi**4.1. Agent de incluziune**

4.1.1. Hidrat de cloral (soluție apoasă 60 % greutate/vol.)

4.1.2. Leșie (NaOH 2,5 % greutate/vol. sau KOH 2,5 % greutate/vol.) pentru fracțiile care trec prin sită

4.1.3. Ulei de parafină sau glicerină (vâscozitate: 68-81) pentru examinarea microscopică a sedimentului

4.2. Agenți de spălare

4.2.1. Alcool, 96 %

4.2.2. Acetonă

4.3. Agent de concentrare

4.3.1. Tetracloroetilenă (densitate 1,62)

4.4. Reactivi de colorare

4.4.1. Soluție de iod/iodură de potasiu (se dizolvă 2 g iodură de potasiu în 100 ml apă și se adaugă 1 g de iod sub agitare)

4.4.2. Roșu de alizarină (se diluează 2,5 ml acid clorhidric 1M în 100 ml apă și se adaugă 200 mg roșu de alizarină în soluția obținută)

4.4.3. Reactiv cistină (2 g acetat de plumb, 10 g NaOH/100 ml H₂O)

4.4.4. Soluție de iod/iodură de potasiu [dizolvată în etanol 70 %]

⁽¹⁾ JO L 102, 15.4.1976, p. 1.

4.5. *Reactiv de albire*

4.5.1. Soluție comercială de hipoclorit de sodiu (9,6 % clor activ)

5. **Aparatură și accesorii**

5.1. Balanță analitică (precizie de 0,01 g, cu excepția sedimentului concentrat: 0,001 g)

5.2. Dispozitiv de măcinat (moară de măcinat sau piuă, în special pentru furaje ce conțin > 15 % grăsime, găsită la analiză)

5.3. Sită cu ochiuri pătrate cu lățimea de maximum 0,50 mm

5.4. Pâlnie de separare sau flacon de decantare cu fund conic

5.5. Microscop stereoscopic (mărire de minimum 40 de ori)

5.6. Microscop compus (mărire de minimum 40 de ori), lumină transmisă sau lumină polarizată

5.7. Sticlărie standard de laborator

Toată aparatura se curăță cu grijă. Pâlniile de separare și sticlăria trebuie să fie spălate în mașina de spălat. Sitele se curăță cu o perie cu peri aspri.

6. **Mod de lucru**

Dacă fracțiile se analizează ca probe individuale, furajele granulate se cern în prealabil.

Cel puțin 50 g de probă se tratează [dacă este necesar, se macină cu grijă cu un dispozitiv de măcinare potrivit (5.2) pentru a obține o structură corespunzătoare]. Din materialul măcinat se iau două porțiuni reprezentative, una pentru fracția cernută (cel puțin 5 g) (6.1) și una pentru sedimentul concentrat (cel puțin 5 g) (6.2). Pentru identificare, se poate aplica colorarea cu agenți de colorare (6.3).

Pentru a indica natura proteinelor de origine animală și originea particulelor, se poate utiliza un sistem de decizie de tipul Aries și probele de referință se pot justifica.

6.1. *Identificarea componentelor de origine animală din fracțiile cernute*

O probă de cel puțin 5 g se cerne prin sită (5.3) în două fracții.

Fracția(ile) cernută(e) cu particule mari (sau o parte reprezentativă a fracției) se aplică în strat subțire pe un suport potrivit și se observă sistematic la microscopul stereoscopic (5.5) la mărimi diferite pentru detectarea componentelor de origine animală.

Lamelele preparate cu fracția(ile) cu particule fine se examinează sistematic la microscopul compus (5.6) la mărimi diferite pentru detectarea componentelor de origine animală.

6.2. *Identificarea componentelor de origine animală din sedimentul concentrat*

Cel puțin 5 g (cu o precizie de până la 0,01 g) de probă se transferă într-o pâlnie de separare sau într-un flacon de decantare cu fund rotund și se tratează cu cel puțin 50 ml tetracloroetenă (4.3.1). Amestecul se agită de câteva ori.

— Dacă se utilizează o pâlnie de separare închisă, sedimentul se lasă liniștit un timp suficient (cel puțin trei minute) înainte de a fi separat. Se repetă agitarea și sedimentul se lasă iar liniștit cel puțin trei minute. Se separă din nou sedimentul.

— Dacă se utilizează un flacon deschis, sedimentul se lasă liniștit cel puțin cinci minute înainte de a fi separat.

Sedimentul total se usucă și apoi se cântărește (cu o precizie de 0,001 g). Cântărirea este necesară doar dacă este necesară o estimare. Dacă sedimentul conține multe particule mari, se poate cerne printr-o sită (5.3) în două fracții. Sedimentul uscat se examinează la microscopul stereoscopic (5.5) și la microscopul compus (5.6) pentru detectarea componentelor osoase.

6.3. Utilizarea agenților de incluziune și a reactivilor de colorare

Pentru a facilita identificarea la microscop a componentelor de origine animală se pot utiliza agenți de incluziune și reactivi de colorare speciali.

Hidrat de cloral (4.1.1):	Prin încălzire atentă, structurile celulare se pot observa mai clar, deoarece granulele de amidon gelatinizează și celulele nedorite sunt eliminate.
Leșie (4.1.2):	Fie hidroxidul de sodiu, fie hidroxidul de potasiu pune în evidență materialul furajului, facilitând detectarea fibrelor musculare, a părului și a altor structuri cheratinoase.
Ulei de parafină și glicerină (4.1.3):	Componente ale oaselor se pot identifica bine în acest agent de incluziune, deoarece majoritatea lacunelor rămân umplute cu aer și apar sub formă de găuri negre de aproximativ 5-15 μm.
Soluție de iod/iodură de potasiu (4.4.1):	Se utilizează pentru detectarea amidonului (culoare albastru-violetă) și a proteinelor (culoare galben-portocalie). Soluțiile se pot dilua, dacă este necesar.
Soluție de roșu de alizarină (4.4.2):	Colorarea în roșu/roz a oaselor, a oaselor de pește și a solzilor. Înainte de uscarea sedimentului (vezi punctul 6.2), sedimentul total se transferă într-o eprubetă de sticlă și se spală de două ori cu aproximativ 5 ml alcool (4.2.1) (de fiecare dată se utilizează o turbionare, se lasă să se decanteze solventul aproximativ un minut și apoi se scurge). Înaintea utilizării acestui reactiv de colorare, sedimentul se decolorează prin adăugarea a cel puțin 1 ml soluție de hipoclorit de sodiu (4.5.1). Reacția se lasă să continue 10 minute. Eprubeta se umple cu apă, se lasă să se decanteze sedimentul timp de două-trei minute și apa împreună cu particulele în suspensie se scurge. Sedimentul se mai spală de două ori cu aproximativ 10 ml de apă (se utilizează o turbionare, se lasă să se decanteze și se scurge apa de fiecare dată). Se adaugă două până la zece picături (în funcție de cantitatea de reziduu) de soluție de roșu de alizarină. Amestecul se agită și se lasă reacția să decurgă câteva secunde. Sedimentul colorat se spală de două ori cu aproximativ 5 ml alcool (4.2.1), după care se spală cu acetonă (4.2.2) (de fiecare dată se utilizează o mișcare turbionară, solventul se lasă să se decanteze timp de aproximativ un minut și se scurge). Sedimentul este apoi pregătit pentru uscare.
Reactiv cistină (4.4.3):	Prin încălzire atentă, componentele ce conțin cistină (păr, pene etc.) se colorează în brun-negru.

6.4. Examinarea furajelor susceptibile a conține făină de pește

Se examinează la microscopul compus (6.1 și 6.2) cel puțin o lamelă din fracția fină cernută și din fracția fină de sediment.

Dacă eticheta indică includerea făinii de pește în componente sau dacă se suspectează sau se detectează prezența făinii de pește la examinarea inițială, se examinează cel puțin încă două lamele cu fracție fină cernută din proba originală, precum și fracția de sediment total.

7. Calculare și evaluare

Statele membre asigură utilizarea procedurilor descrise în prezentul punct la realizarea unei analize oficiale în vederea estimării cantității (și nu doar a prezenței) componentelor de origine animală.

Calculul se poate realiza doar în cazul în care componentele de origine animală conțin fragmente osoase.

Fragmentele osoase ale speciilor terestre cu sânge cald (de exemplu, mamifere și păsări) se pot distinge de diferitele tipuri de os de pește de pe o lamelă microscopice cu ajutorul lacunei tipice. Proporția de componente de origine animală din probă se estimează luând în considerare următoarele:

- proporția estimată (% în greutate) de fragmente osoase în sedimentul concentrat și
- proporția (% în greutate) de os din componentele de origine animală.

Pentru estimare trebuie să se examineze (dacă este posibil) cel puțin trei lamele și cel puțin cinci câmpuri pentru fiecare lamelă. În furajele combinate, sedimentul concentrat conține de regulă nu numai fragmente de oase de animale terestre și de oase de pește, ci și alte particule cu greutate specifică mare, de exemplu, minerale, nisip, fragmente de plante lignificate și altele asemănătoare.

7.1. *Valoarea estimată a ponderii fragmentelor osoase*

$$\% \text{ de fragmente de oase de animale terestre} = (S \times c)/W$$

$$\% \text{ de oase și solzi de pește} = (S \times d)/W$$

[S = greutatea sedimentului (mg), c = factor de corecție (%) pentru porțiunea estimată de oase de animale terestre din sediment, d = factor de corecție (%) pentru porțiunea estimată de fragmente de oase și solzi de pește din sediment, W = greutatea probei pentru sedimentare (mg)].

7.2. *Valoarea estimată a componentelor de origine animală*

Proporția de os din produsele de origine animală poate să varieze foarte mult. (Ponderea oaselor din făina de oase este de ordinul a 50-60 % și în făina de carne este de ordinul a 20-30 %; în cazul făinii de pește, conținutul de oase și solzi variază în funcție de categoria și originea acesteia, de obicei de ordinul a 10-20 %).

Dacă tipul făinii de origine animală prezente în probă se cunoaște, este posibil să se estimeze conținutul:

$$\text{Conținutul estimat de componente de produse derivate din animale terestre (\%)} = (S \times c)/(W \times f) \times 100$$

$$\text{Conținutul estimat de componente de produse derivate din pește (\%)} = (S \times d)/(W \times f) \times 100$$

[S = greutatea sedimentului (mg), c = factor de corecție (%) pentru porțiunea estimată de componente de oase de animale terestre din sediment, d = factor de corecție (%) pentru porțiunea estimată de fragmente de oase și solzi de pește din sediment, f = factor de corecție pentru porțiunea de oase din componentele de origine animală din proba examinată, W = greutatea probei pentru sedimentare (mg)].

8. **Exprimarea rezultatelor examinării**

Raportul conține cel puțin informații privind prezența componentelor derivate din animale terestre și din făină de pește. Diferitele cazuri se raportează în modul următor:

8.1. *Referitor la prezența componentelor derivate din animale terestre:*

— în măsura în care a fost perceptibil la microscop, în proba analizată nu fost detectată nici o componentă derivată din animale terestre

sau

— în măsura în care a fost perceptibil la microscop, în proba analizată au fost detectate componente derivate din animale terestre.

8.2. *Referitor la prezența făinii de pește:*

— în măsura în care a fost perceptibil la microscop, nici o componentă derivată din pește nu fost detectată în proba analizată

sau

— în măsura în care a fost perceptibil la microscop, în proba analizată au fost detectate componente derivate din pește.

În cazul în care se găsesc componente derivate din pește sau animale terestre, raportul privind rezultatele examinării, dacă este necesar, poate să indice o estimare a cantității de componente detectate (x %, < 0,1 %; 0,1-0,5 %; 0,5-5 % sau > 5 %), alte specificații privind tipul animalului terestru, dacă este posibil, precum și componentele de origine animală identificate (fibre musculare, cartilaj, oase, coarne, peri de porc, pene, sânge, coji de ouă, oase de pește, solzi).

Pentru cazul în care se estimează cantitatea de componente de origine animală, se menționează factorul de corecție f.

Pentru cazul în care se identifică componente osoase derivate de la animalele terestre, raportul conține în plus fraza:

„Nu se poate exclude posibilitatea provenienței din mamifere a componentelor menționate anterior.”

Această frază suplimentară nu este necesară în cazul în care fragmentele osoase provenite de la animale terestre sunt specificate ca fragmente osoase provenite de la păsări de curte sau mamifere.

9. **Protocol facultativ pentru analiza grăsimilor sau a uleiurilor**

Pentru analiza grăsimilor sau a uleiurilor se poate utiliza următorul protocol:

- În cazul în care grăsimea este solidă, se încălzește, de exemplu într-o etuvă cu microunde până devine lichidă.
 - Cu ajutorul unei pipete, se transferă 40 ml de grăsime de la partea inferioară a probei într-o eprubetă de centrifugare.
 - Se centrifughează timp de 10 minute la 4 000 rpm.
 - În cazul în care grăsimea se solidifică după centrifugare, se încălzește încă o dată într-o etuvă până când devine lichidă. Se repetă centrifugarea timp de cinci minute la 4 000 rpm.
 - Cu ajutorul unei linguri sau spatule, se transferă jumătate din impuritățile decantate într-un vas Petri sau pe o lamelă de microscop pentru identificarea prin observare microscopică a unui posibil conținut de componente de origine animală (fibre de carne, pene, fragmente osoase). Ca agent de incluziune pentru microscopie, se recomandă uleiul de parafină sau glicerina.
 - Impuritățile rămase se utilizează pentru sedimentare, conform descrierii de la punctul 6.2.
-