

RÈGLEMENT (CE) N° 2799/1999 DE LA COMMISSION

du 17 décembre 1999

portant modalités d'application du règlement (CE) n° 1255/1999 en ce qui concerne l'octroi d'une aide au lait écrémé et au lait écrémé en poudre destinés à l'alimentation des animaux et la vente dudit lait écrémé en poudre

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement (CE) n° 1255/1999 du Conseil du 17 mai 1999 portant organisation commune des marchés dans le secteur du lait et des produits laitiers ⁽¹⁾, et notamment ses articles 10 et 15,

considérant ce qui suit:

(1) le règlement (CE) n° 1255/1999 a remplacé le règlement (CEE) n° 804/68 du Conseil ⁽²⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 1587/96 ⁽³⁾, et, entre autres, le règlement (CEE) n° 986/68 du Conseil du 15 juillet 1968, régissant l'octroi des aides pour le lait écrémé et le lait écrémé en poudre destinés à l'alimentation des animaux ⁽⁴⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 1802/95 de la Commission ⁽⁵⁾. Pour tenir compte du nouveau régime ainsi que de l'expérience acquise, il y a lieu de modifier et, le cas échéant, de simplifier les dispositions du règlement (CEE) n° 1725/79 de la Commission du 26 juillet 1979 relatif aux modalités d'octroi des aides au lait écrémé transformé en aliments composés et au lait écrémé en poudre notamment destiné à l'alimentation des veaux ⁽⁶⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 83/96 ⁽⁷⁾. À l'occasion de ces modifications, il convient, pour des raisons de clarté, de procéder à la refonte dudit règlement en y incorporant aussi les dispositions du règlement (CEE) n° 3398/91 de la Commission du 20 novembre 1991 relatif à la vente par adjudication de lait écrémé en poudre destiné à la fabrication d'aliments composés et modifiant le règlement (CEE) n° 569/88 ⁽⁸⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 124/1999 ⁽⁹⁾, et du règlement (CEE) n° 1634/85 de la Commission du 17 juin 1985 fixant l'aide accordée pour le lait écrémé et le lait écrémé en poudre destinés à l'alimentation des animaux ⁽¹⁰⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 1802/95;

(2) l'objectif de la mesure d'aide prévue par l'article 11 du règlement (CE) n° 1255/1999 est de soutenir la valorisation des protéines du lait. Il paraît dès lors opportun de lier le paiement de l'aide à la teneur en protéines laitières du lait écrémé ou du lait écrémé en poudre mis en œuvre;

(3) il convient d'assurer que le lait écrémé et le lait écrémé en poudre bénéficiant des aides sont effectivement utilisés pour l'alimentation des animaux. À cet effet, il est nécessaire de prévoir que le bénéfice des aides soit réservé au lait écrémé et au lait écrémé en poudre transformés en aliments composés pour animaux ou dénaturé conformément à certaines exigences. Il convient, en outre, de prévoir des dispositions appropriées pour éviter que le même produit bénéficie plusieurs fois de l'aide;

(4) le règlement (CE) n° 1043/97 de la Commission ⁽¹¹⁾ prévoit une dérogation à certaines dispositions de contrôle du règlement (CEE) n° 1725/79. Il convient de tenir compte de cette dérogation dans le cadre des contrôles prévus par le présent règlement et d'abroger le règlement (CE) n° 1043/97;

(5) il convient de n'octroyer les aides que si les aliments composés pour animaux satisfont à certaines normes de composition habituellement observées dans l'industrie et s'ils ont atteint le dernier stade de la fabrication industrielle. Il est en outre nécessaire pour le contrôle de prescrire que lesdits produits soient conditionnés dans des emballages permettant leur identification. Il convient que les États membres aient la possibilité de préciser les modalités selon lesquelles sont remplies les exigences précitées;

(6) un emballage particulier n'est pas nécessaire lorsque les aliments composés pour animaux incorporent de la farine de luzerne. Par ailleurs, cette exigence n'est pas adaptée au transport par citernes ou containers pratiqué par certains utilisateurs, et il convient dès lors de soumettre ce mode de transport à des modalités particulières de contrôle et de prescrire que le paiement de l'aide n'intervient qu'à l'issue du contrôle prévu;

(7) un contrôle de l'utilisation du lait écrémé et du lait écrémé en poudre à prix réduit n'est possible que si les entreprises bénéficiant des aides offrent des garanties suffisantes. Il est indiqué à cet égard d'exiger l'agrément de l'entreprise transformatrice par l'organisme compétent de l'État membre concerné et de prescrire une comptabilité adaptée aux exigences de l'octroi des aides;

(8) en ce qui concerne les méthodes de référence applicables aux analyses prévues par le régime d'aide en cause, il y a lieu de se référer à la liste publiée chaque année en application du règlement (CE) n° 2721/95 de la Commission du 24 novembre 1995 fixant les règles d'application de méthodes de référence et de routine à utiliser pour l'analyse et l'évaluation de la qualité du lait

⁽¹⁾ JO L 160 du 26.6.1999, p. 48.

⁽²⁾ JO L 148 du 28.6.1968, p. 13.

⁽³⁾ JO L 206 du 16.8.1996, p. 21.

⁽⁴⁾ JO L 169 du 18.7.1968, p. 4.

⁽⁵⁾ JO L 174 du 26.7.1995, p. 27.

⁽⁶⁾ JO L 199 du 7.8.1979, p. 1.

⁽⁷⁾ JO L 17 du 23.1.1996, p. 3.

⁽⁸⁾ JO L 320 du 22.11.1991, p. 16.

⁽⁹⁾ JO L 16 du 21.1.1999, p. 19.

⁽¹⁰⁾ JO L 158 du 18.6.1985, p. 7.

⁽¹¹⁾ JO L 152 du 11.6.1997, p. 6.

et des produits laitiers conformément à l'organisation commune des marchés ⁽¹⁾. Toutefois, en l'absence de méthodes de référence pour la détermination de la quantité de lait écrémé en poudre dans les aliments composés, pour la détermination de lactosérum présumé dans le lait écrémé en poudre et pour la détermination qualitative de l'amidon dans le lait écrémé en poudre, il y a lieu d'établir les méthodes appropriées dans le cadre du présent règlement;

- (9) en ce qui concerne la vente de lait écrémé en poudre du stock public, il convient d'appliquer la procédure d'adjudication permanente afin d'assurer l'égalité d'accès à tous les acheteurs, de fixer un prix de vente reflétant les conditions du marché et de comptabiliser de façon efficace les quantités destinées à la fabrication d'aliments composés. Le niveau des prix offerts peut sensiblement varier compte tenu notamment de l'âge et de la localisation des quantités de poudre mises en vente. Il est opportun de prévoir la possibilité de fixer des prix minimaux différenciés;
- (10) la date limite d'entrée en stock aux fins de la vente doit être prévue par le présent règlement. Il y a lieu donc d'abroger le règlement (CEE) n° 3536/91 de la Commission du 2 décembre 1991 déterminant la date limite d'entrée en stock du lait écrémé en poudre vendu au titre du règlement (CEE) n° 3398/91 ⁽²⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 2508/1999 ⁽³⁾;
- (11) l'expérience acquise montre que le régime d'aide prévu par le règlement (CEE) n° 1105/68 de la Commission du 27 juillet 1968 relatif aux modalités d'octroi des aides pour le lait écrémé destiné à l'alimentation des animaux ⁽⁴⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1802/95, pose de nombreux problèmes en ce qui concerne sa mise en œuvre et le contrôle des bénéficiaires. En outre, les quantités de lait écrémé bénéficiant de cette mesure ont fortement diminué ces dernières années, à tel point que l'impact de ce régime d'aide sur l'équilibre du marché laitier est devenu marginal. Par ailleurs, le soutien du marché du lait écrémé restera assuré grâce à l'aide octroyée pour sa transformation en aliments composés pour animaux. Il est dès lors opportun de supprimer la mesure d'aide prévue par le règlement (CEE) n° 1105/68 et d'abroger ledit règlement;
- (12) le comité de gestion du lait et des produits laitiers n'a pas émis d'avis dans le délai imparti par son président,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

CHAPITRE I

DISPOSITIONS GÉNÉRALES

Article premier

Le présent règlement établit les modalités d'application du règlement (CE) n° 1255/1999 en ce qui concerne:

- l'octroi, en vertu de l'article 11 dudit règlement, d'une aide au lait écrémé, au lait écrémé en poudre, au babeurre et au babeurre en poudre destinés à l'alimentation des animaux;
- la vente, conformément à l'article 7, paragraphe 4, dudit règlement, de lait écrémé en poudre destiné à l'alimentation des animaux.

Article 2

Au sens du présent règlement, on entend par:

- «lait»: le produit de la traite d'une ou de plusieurs vaches auquel rien n'a été ajouté et qui n'a tout au plus subi qu'un écrémage partiel;
- «lait écrémé»: le lait contenant au maximum 1 % de matières grasses et dont la teneur en matière protéique de l'extrait sec non gras est d'au moins 31,4 %;
- «lait écrémé en poudre»: le produit obtenu par l'élimination de l'eau du lait contenant au maximum 11 % de matières grasses et 5 % d'eau et dont la teneur en matière protéique de l'extrait sec non gras est d'au moins 31,4 %;
- «babeurre»: le sous-produit de la fabrication du beurre, obtenu après barattage ou butyrication de la crème et séparation de la phase grasse solide contenant au maximum 1 % de matières grasses et dont la teneur en matière protéique de l'extrait sec non gras est d'au moins 31,4 %;
- «babeurre en poudre»: le produit obtenu par l'élimination de l'eau du babeurre contenant au maximum 11 % de matières grasses et 5 % d'eau et dont la teneur en matière protéique de l'extrait sec non gras est d'au moins 31,4 %.

Article 3

Pour l'application du présent règlement, le babeurre et le babeurre en poudre sont assimilés, respectivement, au lait écrémé et lait écrémé en poudre.

Article 4

Sont considérés comme mélanges destinés à la fabrication d'aliments composés (ci-après dénommés: «mélanges»), les produits présentant la composition suivante:

⁽¹⁾ JO L 283 du 25.11.1995, p. 7.

⁽²⁾ JO L 335 du 6.12.1991, p. 8.

⁽³⁾ JO L 304 du 27.11.1999, p. 21.

⁽⁴⁾ JO L 184 du 29.6.1968, p. 24.

- a) du lait écrémé en poudre;
- b) des matières grasses;
- c) des vitamines;
- d) des sels minéraux;
- e) du saccharose;
- f) des agents antimottants et/ou fluidifiants de 0,3 % au maximum;
- g) d'autres agents technologiques liposolubles, notamment des agents antioxygène et des émulsifiants.

Article 5

1. Sont considérés comme aliments composés pour animaux (ci-après dénommés: «aliments composés»), les produits:

- a) contenant par 100 kg de produits finis:
 - i) 50 kg au moins et 80 kg au plus de lait écrémé en poudre
et
 - ii) 5 kg de matières grasses non butyriques au minimum et au moins 2 kg d'amidon ou d'amidon gonflé
ou
 - iii) 2,5 kg de matière grasses non butyriques au minimum et au moins 2 kg d'amidon ou d'amidon gonflé dans le cas où il est incorporé, par 100 kg de lait écrémé en poudre, 5 kg de farine de luzerne ou de farine d'herbe contenant au moins 50 % (m/m) de particules ne dépassant pas les 300 microns. Les particules ne dépassant pas les 300 microns doivent être réparties de façon uniforme dans le mélange;
- b) directement utilisables pour l'alimentation des animaux et qui ne seront ni transformés, ni mélangés avant le stade de l'utilisateur final.

2. Lorsqu'il est établi que le produit fabriqué contient une quantité de lait écrémé en poudre supérieure à la quantité maximale de 80 kg visée au paragraphe 1, point a) i), mais ne dépassant pas 81 kg, l'aide peut néanmoins être versée sur la base d'une teneur en lait écrémé en poudre de 80 kg.

Si le produit fabriqué ne contient pas la quantité minimale de 50 kg de lait écrémé en poudre visée au paragraphe 1, point a) i), une aide dont le montant est réduit de 15 % est accordée pour le lait écrémé en poudre effectivement incorporé, à condition que la teneur en lait écrémé en poudre soit au moins égale à 45 kg sur 100 kg de produit fini.

Article 6

1. Sont considérés comme «lait écrémé en poudre dénaturé» les produits dont la composition répond à l'une des formules suivantes:

- a) formule A: par 100 kg de lait écrémé en poudre sont ajoutés:
 - i) au moins 9 kg de farine de luzerne ou de farine d'herbe contenant au moins 50 % (m/m) de particules ne dépassant pas 300 microns

et

- ii) au moins 2 kg d'amidon ou d'amidon gonflé (prégélatinisé);
- b) formule B: par 100 kg de lait écrémé en poudre sont ajoutés:
 - i) au moins 5 kg de farine de luzerne ou de farine d'herbe contenant au moins 50 % (m/m) de particules ne dépassant pas 300 microns
et
 - ii) au moins 12 kg de farine de poisson non désodorisée ou ayant une odeur bien marquée, contenant au moins 30 % (m/m) de particules ne dépassant pas 300 microns
et
 - iii) au moins 2 kg d'amidon ou d'amidon gonflé (prégélatinisé).

Sont considérées comme étant équivalentes aux dimensions maximales visées pour les particules du produit concerné celles qui, d'après la norme BS 410-1976, en sont les plus proches sans pour autant être inférieures.

2. Les substances ajoutées au lait écrémé en poudre doivent être réparties de façon uniforme dans le mélange.

Il n'est pas permis de soumettre le lait écrémé en poudre, en l'état ou après dénaturation, à un procédé quelconque susceptible d'affaiblir ou de neutraliser les effets de la dénaturation, notamment en ce qui concerne les agents désodorisants, ou modifiant le goût et l'odeur par élimination des composants responsables de la perception gustative et/ou olfactive ainsi que par adjonction d'ingrédients donnant un goût et une odeur se superposant à ceux de la farine de poisson.

CHAPITRE II

AIDE AU LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE

Section 1

Montant de l'aide et conditions relatives à la mise en œuvre

Article 7

1. Le montant de l'aide est fixé à:
 - a) 5,80 euros par 100 kg de lait écrémé dont la teneur en matière protéique de l'extrait sec non gras est d'au moins 35,6 %;
 - b) 5,12 euros par 100 kg de lait écrémé dont la teneur en matière protéique de l'extrait sec non gras est d'au moins 31,4 % mais inférieure à 35,6 %;
 - c) 71,51 euros par 100 kg de lait écrémé en poudre dont la teneur en matière protéique de l'extrait sec non gras est d'au moins 35,6 %;
 - d) 63,07 euros par 100 kg de lait écrémé en poudre dont la teneur en matière protéique de l'extrait sec non gras est d'au moins 31,4 % mais inférieure à 35,6 %.
2. Pour les quantités de lait écrémé en poudre dont la teneur en eau dépasse 5 %, le montant de l'aide est diminué de 1 % pour chaque fraction supplémentaire de 0,2 % de la teneur en eau.

Article 8

Pour bénéficier de l'aide, le lait écrémé et le lait écrémé en poudre doivent respecter les conditions suivantes:

- a) être utilisés dans une entreprise agréée conformément à l'article 9:
 - i) en l'état ou après incorporation préalable dans un mélange pour la fabrication d'aliments composés
 - ou
 - ii) en l'état pour la fabrication de lait écrémé en poudre dénaturé;
- b) ne pas bénéficier d'une aide ou d'une réduction de prix en vertu d'autres mesures communautaires.

Article 9

1. Une entreprise qui produit des mélanges, des aliments composés ou du lait écrémé en poudre dénaturé doit être agréée à cette fin par l'organisme compétent de l'État membre sur le territoire duquel la production a lieu.

2. L'agrément est accordé aux entreprises qui:

- a) disposent des installations techniques appropriées et des moyens administratifs et comptables permettant l'exécution des dispositions prévues au présent règlement et des exigences supplémentaires fixées par l'État membre;
- b) se soumettent à un contrôle effectué par l'organisme compétent.

3. Dans le cas où il est constaté qu'une entreprise ne remplit plus les conditions visées au paragraphe 2, ou une autre obligation découlant du présent règlement, sauf en cas de force majeure, l'agrément est suspendu pour une période d'un à douze mois, en tenant compte de la gravité de l'irrégularité.

À l'issue de cette période, l'agrément est retiré si les conditions visées au paragraphe 2 ne sont pas remplies. À la demande de l'entreprise concernée, l'agrément peut être rétabli après une période de six mois au minimum à l'issue d'un contrôle approfondi.

Ladite suspension n'est pas imposée lorsque l'État membre établit que l'irrégularité n'a pas été commise délibérément ou par négligence grave et qu'elle est d'une importance minime.

Article 10

1. Les emballages des mélanges doivent porter les mentions suivantes:

- a) une ou plusieurs des mentions visées à l'annexe II, point A;
- b) l'indication de la teneur en lait écrémé en poudre, de la teneur en sels minéraux et en saccharose ajoutés et de la teneur en matières grasses, y compris les agents technologiques liposolubles;
- c) une inscription permettant d'identifier l'entreprise par référence à son numéro d'agrément.

2. Sans préjudice de l'article 11 et des dispositions de la directive 79/373/CEE du Conseil ⁽¹⁾, les aliments composés sont emballés dans des sacs ou autres récipients fermés d'un contenu maximal de qui portent les mentions suivantes:

- a) une ou plusieurs des mentions visées à l'annexe II, point B;
- b) une inscription permettant d'identifier l'entreprise par référence à son numéro d'agrément;
- c) la teneur en lait écrémé en poudre;
- d) le numéro du lot de fabrication;
- e) la date de fabrication dans le cas où le numéro du lot de fabrication ne permettrait pas d'identifier la date de fabrication.

Ces mentions doivent être clairement lisibles et indélébiles et sont reprises sur l'emballage, sur le récipient ou sur une étiquette fixée à celui-ci.

3. Les États membres peuvent préciser les modalités selon lesquelles a lieu le marquage des emballages prescrit au paragraphe 2 ainsi que des mentions complémentaires pouvant figurer sur l'emballage, sur le récipient ou sur l'étiquette. Ils communiquent à la Commission les mesures qu'ils prennent à cette fin.

Article 11

Les dispositions de l'article 10, paragraphe 2, ne sont pas applicables aux aliments composés:

- a) contenant de la farine de luzerne ou d'herbe dans les conditions prévues à l'article 5, paragraphe 1, point a) iii);
- b) livrés par citernes ou conteneurs à une exploitation agricole ou à une exploitation d'élevage ou d'engraissement utilisatrices de ces aliments composés, dans les conditions visées aux articles 12 et 13.

Article 12

L'entreprise bénéficiaire de l'aide est, sur sa demande, autorisée à livrer les aliments composés par citernes ou conteneurs. Cette autorisation est accordée par l'organisme compétent de l'État membre sur le territoire duquel l'entreprise est établie.

La livraison a lieu sous contrôle administratif. Ce contrôle assure notamment que la livraison est effectuée à une exploitation agricole ou à une exploitation d'élevage ou d'engraissement utilisatrice.

Article 13

1. Dans le cas où la livraison par citernes ou conteneurs a lieu dans un autre État membre que l'État membre de production, la preuve de la livraison sous contrôle administratif conformément à l'article 12 est apportée par la production de l'exemplaire de contrôle visé aux articles 471 à 495 du règlement (CEE) n° 2454/93 de la Commission ⁽²⁾.

⁽¹⁾ JO L 86 du 6.4.1979, p. 30.

⁽²⁾ JO L 253 du 11.10.1993, p. 1.

2. La case 104 de l'exemplaire de contrôle doit comporter une ou plusieurs des mentions visées à l'annexe II, point C.

3. L'État membre de destination contrôle que le destinataire répond aux conditions visées à l'article 12, deuxième alinéa.

Section 2

Mesures de contrôle

Article 14

1. L'entreprise qui produit des aliments composés ne peut bénéficier de l'aide que si elle tient des registres, extraits de la comptabilité, correspondant au rythme de paiement fixé par l'État membre et qui comportent au moins les indications suivantes:

- a) quantités de produits laitiers achetés ou fabriqués ainsi que leur date de livraison ou de production;
- b) date de livraison et quantités de lait écrémé et de lait écrémé en poudre fabriquées ou livrées en l'état ou sous forme de mélanges utilisés pour la fabrication d'aliments composés pour animaux ainsi que le nom et l'adresse du fournisseur et la teneur en protéines laitières de ces produits;
- c) date de fabrication et quantités d'aliments composés pour animaux fabriquées et achetées, avec indication de la composition des produits et le pourcentage des éléments constitutifs, en précisant, notamment, les quantités de caséine et/ou caséinates ajoutées en l'état ou sous forme de mélange;
- d) date de vente et quantités de lait écrémé, de lait écrémé en poudre et d'aliments composés pour animaux ainsi que le nom et l'adresse du destinataire;
- e) pertes, échantillons, quantités rendues ou remplacées de lait écrémé, de lait écrémé en poudre et d'aliments composés pour animaux.

2. Les indications visées au paragraphe 1 sont justifiées notamment par les bons de livraisons et les factures.

3. Les États membres peuvent exiger que l'entreprise tienne une comptabilité matières spécifique consignante, notamment, les indications complémentaires jugées nécessaires pour faciliter l'application du présent règlement.

Article 15

Afin d'assurer le respect des dispositions du présent chapitre, les États membres prennent notamment les mesures de contrôle visées aux articles 16 à 18.

Les résultats de ces contrôles sont consignés par l'organisme chargé du contrôle sur des bulletins qui comportent, notam-

ment, les informations prévues à l'annexe I du présent règlement.

Article 16

1. Sous réserve du paragraphe 2, en ce qui concerne le respect des teneurs en protéines, en eau et en matières grasses du lait écrémé et du lait écrémé en poudre incorporés, le contrôle est effectué avant ou au plus tard lors de leur utilisation, en l'état ou sous forme de mélange, dans la fabrication des aliments composés ou leur utilisation en l'état dans la fabrication du lait écrémé en poudre dénaturé.

2. Lorsque le lait écrémé en poudre utilisé, en l'état ou sous forme de mélange, provient directement de l'établissement où il est produit, le contrôle visé au paragraphe 1 peut être effectué avant la sortie du lait écrémé en poudre dudit établissement de production. Dans ce cas les règles suivantes s'appliquent:

- a) l'organisme compétent prend les dispositions nécessaires pour que la quantité de lait écrémé en poudre ayant fait l'objet du contrôle soit utilisée pour la fabrication d'aliments composés ou de lait écrémé en poudre dénaturé;
- b) les sacs, emballages ou récipients dans lesquels est conditionné le lait écrémé en poudre portent les mentions permettant d'identifier le lait écrémé en poudre ainsi que l'établissement de production, et ils indiquent la date de fabrication, le poids net et les teneurs en protéines, en eau et en matières grasses du lait écrémé en poudre;
- c) les documents de contrôle établis par l'organisme de contrôle doivent:
 - i) indiquer, notamment, la quantité de lait écrémé en poudre, ses teneurs en protéines, en eau et en matières grasses, son identification et sa date de fabrication;
 - ii) accompagner le lait écrémé en poudre jusqu'à son incorporation dans les aliments composés;
 - iii) être annexés aux registres visés à l'article 14, paragraphe 1.

Article 17

1. En ce qui concerne l'utilisation du lait écrémé et du lait écrémé en poudre, en l'état ou sous forme de mélange, dans la fabrication d'aliments composés, les modalités du contrôle, déterminées par l'État membre concerné, remplissent au moins les conditions prévues aux paragraphes 2 à 5.

2. Le contrôle des entreprises concernées porte, notamment, sur:

- a) la composition du lait écrémé et du lait écrémé en poudre en l'état utilisés;
- b) la composition des mélanges utilisés;
- c) la composition des aliments composés fabriqués.

3. Le contrôle des entreprises concernées a lieu sur place et porte notamment sur les conditions de fabrication établies par:

- a) l'examen des matières premières mises en œuvre;
- b) le contrôle des entrées et des sorties des produits;
- c) le prélèvement d'échantillons;
- d) des vérifications relatives à la tenue des registres visés à l'article 14, paragraphe 1.

4. Les contrôles sont inopinés et effectués au minimum une fois tous les quatorze jours de fabrication. Leur cadence est établie en tenant compte notamment de l'importance des quantités de lait écrémé en poudre utilisées par l'entreprise concernée et de la fréquence du contrôle approfondi de sa comptabilité conformément aux dispositions du paragraphe 5.

Les entreprises qui n'utilisent pas de lait écrémé ou de lait écrémé en poudre de façon permanente communiquent leur programme de fabrication à l'organisme de contrôle de l'État membre concerné afin que cet organisme puisse prévoir les contrôles correspondants.

La cadence de ces contrôles ne concerne pas le cas où la fabrication des aliments composés fait l'objet d'un contrôle permanent sur place.

5. Les contrôles visés au paragraphe 4 sont complétés par un contrôle approfondi et inopiné des documents commerciaux et des registres visés à l'article 14, paragraphe 1.

Ce contrôle complémentaire est effectué au moins tous les douze mois. Si ce contrôle est effectué au moins tous les trois mois, la cadence des contrôles visés au paragraphe 3 peut être ramenée d'un minimum de quatorze jours à un minimum de vingt-huit jours de fabrication.

Article 18

1. La fabrication du lait écrémé en poudre dénaturé est contrôlée sur place au moins une fois par jour pendant la durée de la dénaturation.

2. L'entreprise qui fabrique le lait écrémé en poudre dénaturé communique par écrit ou par tout moyen de télécommunication écrite à l'organisme compétent avant la fabrication:

- a) le numéro d'agrément identifiant l'usine;
- b) la quantité de lait écrémé en poudre à dénaturer;
- c) le lieu de la dénaturation;
- d) les dates prévues pour la dénaturation.

L'organisme compétent fixe le délai pour la communication des dates de fabrication et peut demander des renseignements complémentaires.

Article 19

Sous réserve de l'article 20, les méthodes de référence applicables aux analyses prévues par le présent règlement sont celles

reprises sur la liste établie en application de l'article 2 du règlement (CE) n° 2721/95 de la Commission.

Article 20

1. La teneur en lait écrémé en poudre des mélanges et des aliments composés est vérifiée au moyen d'une analyse, effectuée au moins en double, conformément à la méthode indiquée à l'annexe III, complétée par les mesures de contrôle mentionnées à l'article 17, paragraphe 3. En cas de discordance entre les résultats de ces vérifications, le résultat des contrôles sur place est déterminant.

2. L'absence de lactosérum présure est établie selon la méthode décrite à l'annexe IV.

3. La teneur en amidon des aliments composés est établie par les mesures de contrôle mentionnées à l'article 17, paragraphe 3, qui doivent être complétées par la méthode d'analyse qualitative exposée à l'annexe V.

4. La teneur en humidité du babeurre acide en poudre est établie selon la méthode décrite à l'annexe VI.

5. La teneur en farine d'herbe ou de luzerne, la teneur en amidon et la teneur en farine de poisson du lait écrémé en poudre dénaturé sont établies soit par analyse de laboratoire, soit par le contrôle sur place visé à l'article 18, paragraphe 1.

Article 21

En vue d'effectuer les contrôles analytiques prévus par le présent chapitre, les États membres peuvent établir, après accord de la Commission et sous leur surveillance, un système d'autocontrôle pour certains établissements agréés.

Section 3

Païement de l'aide

Article 22

1. Le montant de l'aide est celui applicable, selon le cas, le jour de la transformation du lait écrémé ou du lait écrémé en poudre en aliments composés ou le jour de la dénaturation du lait écrémé en poudre.

2. L'aide est versée par l'organisme compétent désigné par l'État membre sur le territoire duquel se trouve le fabricant qui a utilisé le lait écrémé ou le lait écrémé en poudre, selon le cas, pour la fabrication d'aliments composés ou pour la dénaturation.

3. L'aide est payée sur la base d'une demande présentée par le fabricant des aliments composés ou du lait écrémé en poudre dénaturé (ci-après dénommé «le bénéficiaire») auprès de l'organisme compétent et indiquant:

- a) le nom et l'adresse du bénéficiaire;
 - b) la quantité de lait écrémé ou de lait écrémé en poudre pour laquelle il sollicite l'aide avec l'indication de sa teneur en protéines;
 - c) le cas échéant, la quantité d'aliments composés dans laquelle est incorporé le lait écrémé ou le lait écrémé en poudre visés au point b), avec référence éventuelle aux numéros des lots de fabrication auxquels elle se rapporte.
4. Le rythme des paiements d'aide est fixé par l'État membre, mais la période faisant l'objet de la demande de paiement ne doit pas être supérieure à un mois.

Article 23

1. Le paiement de l'aide est subordonné aux conditions prévues aux paragraphes 2 à 4.
2. Les résultats des analyses prévues par le présent chapitre et des contrôles visés à l'article 15 concernant la période de paiement précédant la période pour laquelle l'aide est demandée doivent établir que les dispositions du présent chapitre ont été respectées.
3. Le bénéficiaire doit démontrer à la satisfaction de l'autorité compétente que la quantité correspondante de lait écrémé ou de lait écrémé en poudre a été transformée en aliments composés ou dénaturée pendant la période pour laquelle l'aide est demandée.
4. Dans le cas visé à l'article 12, le bénéficiaire fournit, à la satisfaction de l'autorité compétente, les pièces justificatives permettant d'établir que la livraison par citernes ou conteneurs des aliments composés à une exploitation agricole ou à une exploitation d'élevage ou d'engraissement utilisatrice a eu lieu.

Article 24

1. Sans préjudice de l'article 25, si le résultat des analyses prévues par le présent chapitre et des contrôles visés à l'article 15 font apparaître que le bénéficiaire n'a pas respecté les dispositions du présent chapitre au cours de la période de paiement précédente, le paiement de l'aide pour la période faisant l'objet de la demande est suspendu, en attendant le résultat des contrôles effectués pour cette période. En outre, l'aide indûment versée pour la période précédente concernée est récupérée.
2. Le montant de l'aide indûment versée concerne la totalité du lait écrémé ou du lait écrémé en poudre utilisé pendant la période qui s'étend entre la date du contrôle précédent n'ayant pas donné lieu à des observations et la date du contrôle établis-

sant que le bénéficiaire se conforme de nouveau aux dispositions du présent règlement.

Toutefois, si le bénéficiaire en formule la demande et à sa charge, l'organisme chargé du contrôle effectue une enquête spéciale dans les meilleurs délais. Si la preuve est apportée que la quantité est inférieure à celle visée au premier alinéa, le montant à récupérer est adapté en conséquence.

Article 25

Sous réserve que la condition prévue à l'article 23), paragraphe 3, soit remplie, les États membres sont autorisés à verser une avance, au sens de l'article 18 du règlement (CEE) n° 2220/85 de la Commission ⁽¹⁾, dont le montant est égal au montant de l'aide demandée, après constitution d'une garantie égale à 110 % du montant avancé.

Dans ce cas, les pièces justificatives prouvant le droit à l'aide sont fournies dans un délai de six mois à compter du versement de l'avance.

CHAPITRE III

VENTE DU LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDDRE DU STOCK PUBLIC

Section 1

Organisation et participation aux adjudications

Article 26

1. La vente de lait écrémé en poudre a lieu selon la procédure d'adjudication permanente qui est assurée par chacun des organismes d'intervention.
2. La vente concerne le lait écrémé en poudre entré en stock avant le 31 décembre 1997.
3. Un avis d'adjudication permanente est publié au *Journal officiel des Communautés européennes*, au moins huit jours avant l'expiration du premier délai pour la présentation des offres.
4. L'organisme d'intervention établit un avis d'adjudication indiquant notamment le délai et le lieu de présentation des offres.

Pour les quantités de lait écrémé en poudre qu'il détient, l'organisme d'intervention indique, en outre:

- a) l'emplacement des entrepôts où le lait écrémé en poudre destiné à la vente est entreposé;
- b) les quantités de lait écrémé en poudre mises en vente dans chaque entrepôt.
5. L'organisme d'intervention tient à jour et met à disposition des intéressés, à leur demande, une liste contenant les indications visées au paragraphe 4. En outre, il procède régulièrement, sous une forme appropriée qu'il indique dans l'avis d'adjudication, à la publication de cette liste mise à jour.
6. L'organisme d'intervention prend les dispositions nécessaires pour permettre aux intéressés:
 - a) d'examiner à leurs frais, avant l'offre, des échantillons du lait écrémé en poudre mis en vente;

⁽¹⁾ JO L 205 du 3.8.1985, p. 5.

b) de vérifier les résultats des analyses visés à l'article 3 du règlement (CEE) n° 322/96 de la Commission ⁽¹⁾.

Article 27

1. L'organisme d'intervention procède, pendant la période de validité de l'adjudication permanente, à des adjudications particulières.

2. Le délai pour la présentation des offres de chacune des adjudications particulières expire les deuxième et quatrième mardis de chaque mois à 12 heures (heure de Bruxelles), à l'exception du deuxième mardi du mois d'août et du quatrième mardi du mois de décembre. Si le mardi est un jour férié, le délai expire le dernier jour ouvrable précédent, à 12 heures (heure de Bruxelles).

Article 28

1. Le lait écrémé en poudre vendu en application du présent chapitre peut bénéficier de l'aide prévue à l'article 1^{er}, point a).

2. Les intéressés participent à l'adjudication particulière soit par lettre recommandée ou par dépôt de l'offre écrite auprès de l'organisme d'intervention contre accusé de réception, soit par tout moyen de télécommunication écrit.

L'offre est introduite auprès de l'organisme d'intervention qui détient le lait écrémé en poudre.

3. L'offre indique:

- a) le nom et l'adresse du soumissionnaire;
- b) la quantité demandée;
- c) le prix offert par 100 kg de lait écrémé en poudre, compte non tenu des impositions intérieures, départ entrepôt, exprimé en euros;
- d) l'État membre sur le territoire duquel la transformation en aliments composés ou la dénaturation aura lieu;
- e) le cas échéant, l'entrepôt où le lait écrémé en poudre se trouve et éventuellement un entrepôt de remplacement.

4. Une offre n'est valable que si:

- a) elle concerne une quantité d'au moins 10 tonnes. Toutefois, au cas où la quantité disponible dans un entrepôt est inférieure à dix tonnes, la quantité disponible constitue la quantité minimale pour l'offre;
- b) elle est accompagnée de l'engagement écrit du soumissionnaire de respecter les conditions suivantes:
 - i) transformer ou faire transformer le lait écrémé en poudre acheté en aliments composés ou en lait écrémé en poudre dénaturé dans un délai de soixante jours calculé à partir de la clôture du délai pour la présentation des offres relative à l'adjudication particulière visé à l'article 27, paragraphe 2;
 - ii) respecter ou faire respecter les dispositions du présent règlement.

c) La preuve est apportée que le soumissionnaire a constitué, dans l'État membre où l'offre est introduite et avant l'expiration du délai pour la présentation des offres, une garantie d'adjudication de 36 euros par tonne pour l'adjudication particulière concernée.

5. L'offre ne peut être retirée après la clôture du délai visé à l'article 27, paragraphe 2.

Article 29

En ce qui concerne la garantie d'adjudication prévue à l'article 28, paragraphe 4, point c), le maintien de l'offre après la clôture du délai pour la présentation des offres, la constitution de la garantie de transformation visée à l'article 30, paragraphe 3, et le paiement du prix constituent des exigences principales au sens de l'article 20 du règlement (CEE) n° 2220/85.

Section 2

Exécution de l'adjudication

Article 30

1. Les États membres communiquent à la Commission le jour même de la clôture du délai visé à l'article 27, paragraphe 2, les quantités et les prix offerts par les soumissionnaires ainsi que la quantité de lait écrémé en poudre mise en vente.

2. Compte tenu des offres reçues pour chaque adjudication particulière, la Commission fixe un prix minimal de vente du lait écrémé en poudre, selon la procédure prévue à l'article 42 du règlement (CE) n° 1255/1999. Ce prix peut être différencié en fonction de l'âge et de la localisation des quantités de lait écrémé en poudre mises en vente.

Il peut être décidé de ne pas donner suite à l'adjudication.

3. En même temps que le prix minimal de vente et selon la même procédure, la Commission fixe le montant de la garantie de transformation par 100 kg de lait écrémé en poudre.

La garantie de transformation est destinée à assurer l'exécution de l'exigence principale au sens de l'article 20 du règlement (CEE) n° 2220/85 concernant la mise en œuvre du lait écrémé en poudre conformément à l'engagement visé à l'article 28, paragraphe 4, point b). Cette garantie est constituée dans l'État membre sur le territoire duquel la transformation en aliments composés ou la dénaturation aura lieu, auprès de l'organisme désigné par cet État membre.

Article 31

L'offre est refusée si le prix proposé est inférieur au prix minimal.

Article 32

1. L'organisme d'intervention procède à l'attribution de l'adjudication en tenant compte des règles prévues aux paragraphes 2 à 5.

⁽¹⁾ JO L 45 du 23.2.1996, p. 5.

2. Le lait écrémé en poudre est attribué en fonction de sa date d'entrée en stock, en partant du produit le plus âgé de la quantité totale disponible dans le ou les entrepôts désignés par l'opérateur.

3. Sans préjudice des dispositions de l'article 31, l'adjudicataire est celui qui offre le prix le plus élevé. Si la quantité disponible n'est pas épuisée, l'adjudication est attribuée, pour la quantité restante, aux autres adjudicataires en fonction des prix offerts en partant du prix le plus élevé.

4. Dans le cas où l'acceptation d'une offre conduirait, pour l'entrepôt concerné, à dépasser la quantité de lait écrémé en poudre encore disponible, l'adjudication n'est attribuée au soumissionnaire en cause que pour cette quantité.

Toutefois, l'organisme d'intervention peut désigner, en accord avec le soumissionnaire, d'autres entrepôts pour atteindre la quantité figurant dans l'offre.

5. Dans le cas où, par l'acceptation de plusieurs offres indiquant le même prix pour un même entrepôt, la quantité disponible serait dépassée, il est procédé à l'attribution de l'adjudication par la répartition de la quantité disponible proportionnellement aux quantités figurant aux offres concernées.

Toutefois, dans le cas où une telle répartition conduirait à attribuer des quantités inférieures à cinq tonnes, il est procédé à l'attribution par tirage au sort.

Article 33

Les droits et obligations découlant de l'adjudication ne sont pas transmissibles.

Article 34

1. Chaque soumissionnaire est immédiatement informé par l'organisme d'intervention du résultat de sa participation à l'adjudication particulière.

La garantie visée à l'article 29 est libérée sans délai pour des offres qui ne sont pas retenues.

2. L'adjudicataire verse à l'organisme d'intervention, avant l'enlèvement du lait écrémé en poudre et dans le délai visé à l'article 35, paragraphe 2, pour chaque quantité qu'il entend retirer, le montant correspondant à son offre et constitue la garantie de transformation visée à l'article 30, paragraphe 3.

Article 35

1. Lorsque le versement du montant visé à l'article 34, paragraphe 2, a été effectué et que la garantie visée à l'article 30, paragraphe 3, a été constituée, l'organisme d'intervention

libère la garantie d'adjudication visée à l'article 29 et délivre un bon d'enlèvement indiquant:

- a) la quantité pour laquelle les conditions visées dans la phrase liminaire sont remplies;
- b) l'entrepôt où elle est entreposée;
- c) la date limite pour l'enlèvement du lait écrémé en poudre;
- d) la date limite de transformation en aliments composés ou de dénaturation.

2. L'adjudicataire, dans un délai de trente jours suivant le jour de clôture pour la présentation des offres, procède à l'enlèvement du lait écrémé en poudre qui lui a été attribué. Cet enlèvement peut être fractionné.

Sauf en cas de force majeure, si l'enlèvement du lait écrémé en poudre n'a pas lieu dans le délai visé au premier alinéa, le stockage du lait écrémé en poudre est à la charge et au risque de l'adjudicataire à compter du premier jour suivant le jour de l'expiration du délai.

3. Le lait écrémé en poudre est remis par l'organisme d'intervention dans des emballages portant, en caractères clairement visibles et lisibles, la mention du présent règlement.

À la demande de l'intéressé, l'organisme d'intervention délivre une copie du certificat, concernant la composition des produits achetés, prévu à l'article 3 du règlement (CE) n° 322/96.

4. Outre les mentions prévues au règlement (CEE) n° 3002/92 de la Commission⁽¹⁾ la case 104 de l'exemplaire de contrôle T 5 doit comporter une ou plusieurs des mentions visées à l'annexe II, point D. La case 106 doit indiquer la date limite de transformation en aliments composés ou de dénaturation.

CHAPITRE IV

DISPOSITIONS TRANSITOIRES ET FINALES

Article 36

Les règlements (CEE) n° 1105/68, (CEE) n° 1725/79, (CEE) n° 1634/85, (CEE) n° 3398/91, (CEE) n° 3536/91 et (CE) n° 1043/97 sont abrogés.

Les références faites aux règlements (CEE) n° 1725/79 et (CEE) n° 3398/91 s'entendent comme faites au présent règlement.

Article 37

Les emballages préimprimés visés à l'article 4, paragraphes 2 et 4, du règlement (CEE) n° 1725/79 peuvent être utilisés jusqu'au 30 juin 2000.

Les agréments accordés conformément à l'article 4, paragraphe 5, et à l'article 8, paragraphe 2, du règlement (CEE) n° 1725/79 restent valables dans le cadre de l'application du présent règlement.

Les dispositions du règlement (CEE) n° 1725/79 restent applicables aux quantités de lait écrémé en poudre adjudgées dans le cadre du règlement (CEE) n° 3398/91.

⁽¹⁾ JO L 301 du 17.10.1992, p. 17.

Article 38

Le présent règlement entre en vigueur le 1^{er} janvier 2000.

Il ne s'applique qu'aux quantités de lait écrémé ou de lait écrémé en poudre transformées en aliments composés ou en lait écrémé en poudre dénaturé à partir de cette date.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 17 décembre 1999.

Par la Commission

Franz FISCHLER

Membre de la Commission

ANNEXE I

CONTRÔLES ANALYTIQUES

En ce qui concerne la prise d'échantillons, sont applicables les dispositions arrêtées conformément à la directive 70/373/CEE du Conseil du 20 juillet 1970 concernant l'introduction de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyses communautaires pour le contrôle officiel des aliments des animaux (JO L 170 du 3.8.1970, p. 21).

A. Lait écrémé en poudre en l'état

1. Dosage:

- a) de la teneur en eau;
- b) de la teneur en protéines;
- c) de la teneur en matières grasses.

2. Dépistage de produits étrangers selon les modalités définies par les autorités nationales:

- a) amidon et amidon gonflé;
- b) farine d'herbe ou de luzerne;
- c) lactosérum prérésumé;
- d) farine de poisson;
- e) autres et notamment lactosérum acide, dont la détection est exigée par les autorités nationales.

B. Lait écrémé en poudre incorporé dans un mélange

Épreuves supplémentaires à celles visées au point A.

Dosage:

- a) de la teneur en lait écrémé en poudre;
- b) de la teneur en matières grasses, y compris les agents technologiques liposolubles.

C. Lait écrémé en poudre dénaturé

Épreuves supplémentaires à celles visées au point A.

1. En cas de dénaturation selon la formule A:

Dosage:

- a) de la teneur en farine d'herbe ou de luzerne;
- b) de la teneur en amidon.

Granulométrie de la farine d'herbe ou de luzerne.

2. En cas de dénaturation selon la formule B:

Dosage:

- a) de la teneur en farine d'herbe ou de luzerne;
- b) de la teneur en amidon;
- c) de la teneur en farine de poisson.

Granulométrie:

- a) de la farine d'herbe ou de luzerne;
- b) de la farine de poisson.

Odeur: le contrôle par addition d'une poudre inerte peut être effectué avant la dénaturation (dilution 1:20) ou bien après la dénaturation (dilution 1:2). On doit constater encore une odeur caractéristique et bien marquée.

D. Aliments composés

Dosage:

- a) teneur en lait écrémé en poudre;
- b) teneur en farine d'herbe ou de luzerne;
- c) teneur en matières grasses.

Détection de la présence d'amidon.

Granulométrie de la farine d'herbe ou de luzerne (contrôlée avant l'incorporation).

ANNEXE II

A. Mentions à indiquer sur les emballages des mélanges

- Mezcla destinada a la fabricación de piensos compuestos — Reglamento (CE) n° 2799/1999
- Blanding bestemt til fremstilling af foderblandinger — Forordning (EF) nr. 2799/1999
- Mischung zur Herstellung von Mischfutter — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
- Μείγμα που προορίζεται για την παρασκευή συνθέτων ζωοτροφών — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
- Mixture intended for the manufacture of compound feedingstuffs — Regulation (EC) No 2799/1999
- Mélange destiné à la fabrication d'aliments composés — Règlement (CE) n° 2799/1999
- Miscela destinata alla fabbricazione di alimenti composti — Regolamento (CE) n. 2799/1999
- Voor de vervaardiging van mengvoeders bestemd mengsel — Verordening (EG) nr. 2799/1999
- Mistura destinada ao fabrico de alimentos compostos — Regulamento (CE) n.º 2799/1999
- Rehuseosten valmistukseen tarkoitettu esiseos — asetus (EY) N:o 2799/1999
- Blandning avsedd för framställning av foderblandningar — Förordning (EG) nr 2799/1999

B. Mentions à indiquer sur les emballages des aliments composés

- Pienso compuesto que contiene leche desnatada en polvo — Reglamento (CE) n° 2799/1999
- Foderblanding med indhold af skummetmælkspulver — Forordning (EF) nr. 2799/1999
- Magermilchpulver enthaltendes Mischfutter — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
- Σύνθετη ζωοτροφή που περιέχει αποκορυφωμένο γάλα σε σκόνη — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
- Compound feedingstuff containing skimmed-milk powder — Regulation (EC) No 2799/1999
- Aliment composé pour animaux contenant du lait écrémé en poudre — Règlement (CE) n° 2799/1999
- Alimento composto per animali contenente latte scremato in polvere — Regolamento (CE) n. 2799/1999
- Mageremelkpoeder bevattend mengvoeder — Verordening (EG) nr. 2799/1999
- Alimento composto para animais com leite em pó desnatado — Regulamento (CE) n.º 2799/1999
- Rasvatonta maitojauhetta sisältävä rehuseos — asetus (EY) N:o 2799/1999
- Foderblanding innehållande skummjörkspulver — Förordning (EG) nr 2799/1999

C. Mentions particulières à apposer dans la case 104 de l'exemplaire de contrôle T 5 dans le cas d'une livraison par citernes ou conteneurs

- Piensos compuestos destinados a una explotación agraria o una explotación pecuaria o de engorde que utilice los piensos compuestos — Reglamento (CE) n° 2799/1999
- Foderblanding til brug på en landbrugsbedrift, en opdrætnings- eller en opfædningsvirksomhed — Forordning (EF) nr. 2799/1999
- Für landwirtschaftliche Betriebe bzw. Aufzucht- oder Mastbetriebe bestimmtes Mischfutter — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
- Σύνθετες ζωοτροφές που θα χρησιμοποιηθούν από γεωργική εκμετάλλευση ή κτηνοτροφική εκμετάλλευση παχύνσεως — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
- Compound feedingstuffs bound for a farm or breeding or fattening concern which uses feedingstuffs — Regulation (EC) No 2799/1999
- Aliments composés pour animaux destinés à une exploitation agricole ou à une exploitation d'élevage ou d'engraissement utilisatrice — Règlement (CE) n° 2799/1999
- Alimenti composti per animali destinati ad un'azienda agricola o ad un'azienda dedita all'allevamento o all'ingrasso che utilizzano gli alimenti composti — Regolamento (CE) n. 2799/1999
- Mengvoeder, bestemd voor een dit voeder gebruikend landbouwbedrijf of veeteelt- of veemesterijbedrijf — Verordening (EG) nr. 2799/1999
- Alimentos compostos para animais destinados a uma exploração agrícola, pecuária ou de engorda utilizadora — Regulamento (CE) n.º 2799/1999
- Maatilalle, jalostuskarjatilalle tai lihakarjatilalle tarkoitettu rehuseos — asetus (EY) N:o 2799/1999
- Foderblandningar avsedda att användas i ett jordbruksföretag, eller för uppfödning eller gödning — Förordning (EG) nr 2799/1999

D. Mentions particulières à apposer dans la case 104 de l'exemplaire de contrôle T 5 dans le cas du lait écrémé en poudre vendu du stock public

- Debe transformarse en piensos compuestos o desnaturalizarse — Reglamento (CE) n° 2799/1999
 - Skal forarbejdes til foderblandinger eller denatureres — Forordning (EF) nr. 2799/1999
 - Zur Verarbeitung zu Mischfutter oder zur Denaturierung — Verordnung (EG) Nr. 2799/1999
 - Να μεταποιηθεί σε σύνθετες ζωοτροφές ή να μετουσιωθεί — Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2799/1999
 - To be processed into compound feedingstuffs or denatured — Regulation (EC) No 2799/1999
 - À transformer en aliments composés pour animaux ou à dénaturer — Règlement (CE) n° 2799/1999
 - Da trasformare in alimenti composti per animali o da denaturare — Regolamento (CE) n. 2799/1999
 - Moet tot mengvoeder worden verwerkt of worden gedensureerd — Verordening (EG) nr. 2799/1999
 - Para transformação em alimentos compostos para animais ou desnaturação — Regulamento (CE) n.º 2799/1999
 - Rehuseoksiksi jalostettavaksi tai denaturoitavaksi — asetus (EY) N:o 2799/1999
 - För bearbetning till foderblandningar eller denaturering — Förordning (EG) nr 2799/1999
-

ANNEXE III

DÉTERMINATION DE LA QUANTITÉ DE LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE PRÉSENT DANS LES ALIMENTS COMPOSÉS DES ANIMAUX, PAR COAGULATION ENZYMATIQUE DE LA PARACASÉINE**1. Objet**

Détermination de la quantité de lait écrémé en poudre présent dans un aliment composé des animaux par coagulation enzymatique de la paracaséine.

2. Domaine d'application

Cette méthode s'applique aux aliments composés des animaux contenant au moins 10 % de lait écrémé en poudre; la présence de quantités importantes de babeurre et/ou de certaines protéines non laitières peut provoquer des interférences.

3. Principe de la méthode

- 3.1. Solubilisation de la caséine contenue dans l'aliment composé des animaux par extraction avec une solution de citrate de sodium.
- 3.2. Rétablissement de la concentration en ions calcium nécessaire à la précipitation de la paracaséine; transformation de la caséine en paracaséine par l'action de la présure.
- 3.3. Détermination de l'azote de la paracaséine après minéralisation selon la méthode de Kjeldahl, visée dans la norme FIL 20 A 1986; calcul de la quantité de lait écrémé en poudre présente sur la base d'un contenu minimal en caséine de 27,5 % (voir point 9.1).

4. Réactifs

Les réactifs utilisés sont de pureté analytique. L'eau utilisée est de l'eau distillée ou de pureté équivalente. À l'exception de la présure (point 4.5), tous les réactifs et solutions employés devront être exempts de substances azotées.

- 4.1. Citrate trisodique dihydraté (solution à 1 % p/v)
- 4.2. Chlorure de calcium (solution 2M). Peser 20,018 g de CaCO_3 (pureté analytique) dans une capsule de porcelaine de dimension appropriée (150-200 ml) ou dans un becher. Couvrir d'eau distillée et transférer sur un bain-marie. Ajouter lentement 50 à 60 ml d'une solution de HCl (conc. HCl: eau = 1:1) pour dissoudre entièrement le carbonate. Maintenir au bain-marie jusqu'à déshydratation au CaCl_2 pour éliminer le HCl qui n'a pas réagi. Transférer avec de l'eau distillée dans un ballon jaugé de 100 ml et diluer jusqu'à la marque. Contrôler la valeur du pH qui ne doit pas être inférieure à 4,0. Conserver la solution dans un réfrigérateur.
- 4.3. Hydroxyde de sodium 0,1 N
- 4.4. Acide chlorhydrique 0,1 N
- 4.5. Solution de présure standardisée au 1:10 000 (extrait de caillette de veau). Conserver au réfrigérateur 4-6 °C
- 4.6. Réactifs pour le dosage de l'azote selon la méthode de Kjeldahl, visée dans la norme FIL 20 A 1986

5. Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

- 5.1. Mortier ou moulin homogénéisateur
- 5.2. Balance analytique
- 5.3. Centrifugeuse de table (2 000 à 3 000 tpm) équipée de tubes à centrifuger de 50 ml
- 5.4. Agitateur magnétique avec barreaux de 10 à 15 mm
- 5.5. Bechers de 150 à 200 ml
- 5.6. Matras de 250 ml et de 500 ml
- 5.7. Entonnoirs en verre d'un diamètre de 60-80 mm
- 5.8. Filtres circulaires exempts de cendres, à filtration rapide, d'un diamètre de 150 mm (S.S. 589² S.S. 595 1/2)
- 5.9. Pipettes de différentes tailles

- 5.10. Bain-marie réglé à 37 °C par thermostat
- 5.11. pH mètre
- 5.12. Minéralisateur et distillateur pour la méthode de Kjeldahl avec accessoires correspondants
- 5.13. Burette graduée de 25 ml pour tirage
- 5.14. Pissette en plastique pour eau distillée
- 5.15. Spatules en acier inoxydable
- 5.16. Thermomètre
- 5.17. Étuve à chaleur réglable

6. Mode opératoire

6.1. Préparation de l'échantillon

10-20 g de l'échantillon sont broyés dans un mortier ou agités en homogénéisateur mélangeur afin d'obtenir un mélange homogène.

6.2. Solubilisation de la poudre de lait et séparation du résidu insoluble

6.2.1. Peser $1,000 \pm 0,002$ g d'aliment composé des animaux bien homogénéisé (6.1) directement dans un tube à centrifuger de 50 ml. Ajouter 30 ml de solution de citrate trisodique (4.1) préalablement réchauffée à 45 °C. Disperser la poudre par agitation magnétique pendant au moins 5 minutes.

6.2.2. Centrifuger à 500 g (2 000 à 3 000 tpm) pendant 10 minutes et recueillir le surnageant aqueux dans un becher de 150-200 ml. Éviter la perte de particules insolubles pendant le transfert du surnageant.

6.2.3. Procéder à deux autres extractions sur le résidu, en suivant le même mode opératoire et en mélangeant les trois extraits aqueux.

6.2.4. Au cas où une remontée de matière grasse se produirait, refroidir jusqu'à solidification de la phase grasse qui sera ensuite enlevée à l'aide d'une spatule.

6.3. Coagulation de la caséine par les enzymes de la présure

6.3.1. À l'extrait aqueux total (environ 100 ml) ajouter goutte à goutte, sous agitation, 3,4 ml d'une solution saturée de chlorure de calcium (4.2). Ajuster le pH à 6,4-6,5 avec des solutions diluées de NaOH (4.3) ou HCl (4.4). Placer la solution dans un bain thermostaté à 37 °C pendant 15 à 20 minutes pour permettre à l'équilibre salin de s'établir. Ceci se manifeste par l'apparition d'un aspect lactescent.

6.3.2. Transférer le liquide dans un (ou deux) tube(s) à centrifuger et centrifuger à 2 000 g pendant 10 minutes afin d'éliminer le précipité. Transférer le surnageant, sans laver le sédiment, dans un (ou deux) tube(s) à centrifuger.

6.3.3. Ramener la température du surnageant à 37 °C. Ajouter goutte-à-goutte à l'extrait, en remuant, 0,5 ml de présure liquide (4.5). La coagulation se forme en une ou deux minutes.

6.3.4. Remettre l'échantillon au bain-marie et laisser à une température de 37 °C pendant 15 minutes. Enlever l'échantillon du bain et rompre le coagulum en agitant. Centrifuger à 2 000 g pendant 10 minutes. Filtrer le surnageant à l'aide d'un filtre approprié ⁽¹⁾ (Whatman n° 541 ou équivalent) et conserver le filtre. Laver le sédiment dans le tube à centrifuger à l'aide de 50 ml d'eau à environ 35 °C en remuant le sédiment.

Centrifuger de nouveau à 2 000 g pendant 10 minutes. Filtrer le surnageant à travers le filtre conservé antérieurement.

6.4. Détermination de l'azote caséinique

6.4.1. Après lavage, transférer quantitativement le sédiment dans le filtre conservé antérieurement (6.3.4) à l'aide d'eau distillée. Transférer le filtre dans le ballon Kjeldahl. Déterminer la teneur en azote selon la méthode Kjeldahl décrite dans la norme FIL 20 A 1986.

7. Essai à blanc

7.1. Effectuer systématiquement un essai à blanc en utilisant un filtre exempt de cendres (5.8) humecté à l'aide d'un mélange composé de 90 ml d'une solution citrate de sodium (4.1), 1 ml d'une solution saturée de chlorure de calcium (4.2), 0,5 ml de présure liquide (4.5), et lavé à l'aide de 3×15 ml d'eau avant d'être minéralisé selon la méthode Kjeldahl, visée dans la norme FIL 20 A 1986.

7.2. Déduire du volume d'acide (4.4) versé pour le tirage de l'échantillon examiné le volume nécessaire pour l'essai à blanc.

⁽¹⁾ Utiliser un papier exempt de cendre à filtrage rapide.

8. Essai de contrôle

- 8.1. En vue de contrôler le procédé analytique et les réactifs mentionnés ci-dessus, exécuter une détermination sur un aliment composé des animaux, de composition standard, dont la teneur en lait écrémé en poudre connue a été établie par une analyse circulaire. Le résultat moyen d'une détermination en double ne doit pas s'écarter de plus de 1 % de celui obtenu par l'analyse circulaire.

9. Expression des résultats

- 9.1. Le pourcentage de lait écrémé en poudre dans l'aliment composé se calcule selon la formule suivante:

$$\% \text{ MMP} = \frac{\left(\frac{N \times 6,38}{27,5} \times 100 \right) - 2,81}{0,908}$$

où N représente le pourcentage d'azote de la para-caséine, 27,5 est le facteur de conversion de la caséine déterminée en un pourcentage de lait écrémé en poudre, 2,81 et 0,908 sont des facteurs de correction obtenus par analyse de régression.

10. Précision de la méthode

10.1. Répétabilité

Dans au moins 95 % des cas étudiés, la différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un même échantillon, dans le même laboratoire par le même opérateur, ne doit pas excéder 2,3 g de lait écrémé en poudre pour 100 g d'aliment composé des animaux examinés.

10.2. Reproductibilité

Dans au moins 95 % des cas étudiés, la différence entre les résultats obtenus par deux laboratoires sur un même échantillon ne doit pas dépasser 6,5 g de lait écrémé en 100 g d'aliment composé des animaux examinés.

11. Limite de tolérance

La valeur de CrD_{95} (différence critique; limite de confiance 95 %) se calcule selon la formule (ISO 5725):

$$CrD_{95} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - r^2 \left(\frac{n-1}{n} \right)}$$

(R: reproductibilité; r: répétabilité)

Double détermination: $CrD_{95} = 4,5$ g

Lorsque le résultat de l'analyse chimique ne diffère pas de la teneur déclarée en lait écrémé en poudre de plus de 4,5 g (double détermination), le lot d'aliment composé est réputé conforme à la présente disposition du règlement.

12. Observations

- 12.1. L'addition d'un pourcentage important de certaines protéines non laitières, et notamment de celles de soja, pour autant qu'elles aient été chauffées avec le lait écrémé en poudre, entraîne des résultats trop élevés du fait de la coprécipitation de celles-ci avec la paracaseine du lait.
- 12.2. L'addition de babeurre peut entraîner parfois des chiffres trop bas, car la détermination ne porte que sur l'extrait dégraissé. L'addition de certains babeurre de crème acide peut donner des chiffres nettement plus faibles, car leur dissolution dans la solution de citrate est incomplète.
- 12.3. L'addition d'au moins 0,5 % de lécithine peut également entraîner des résultats trop faibles.
- 12.4. L'incorporation de lait en poudre chauffé à haute température (*high-heat*) peut donner des valeurs trop élevées, du fait de la coprécipitation de certaines protéines du lactosérum avec la paracaseine du lait.

ANNEXE IV

LA DÉTERMINATION DE LACTOSÉRUM PRÉSURE SEC DANS LE LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE ET LES MÉLANGES VISÉS AU RÈGLEMENT (CEE) N° 1725/79

1. **Objectif:** Détection d'addition de lactosérum présure sec dans les produits suivants:
 - a) lait écrémé en poudre défini à l'article 1^{er} du règlement (CEE) n° 986/68 et
 - b) les mélanges définis à l'article 1^{er} paragraphe 3 du règlement (CEE) n° 1725/79.
2. **Références:** Norme internationale ISO 707.

Lait et produits laitiers: méthodes d'échantillonnage conformément aux indications figurant à l'annexe I, point 2 c), du règlement (CEE) n° 625/78.
3. **Définition**

La teneur de lactosérum présure sec est définie comme le pourcentage (en masse) déterminé par la procédure décrite.
4. **Principe**

Détermination de la teneur en glycomacropéptide A conformément à l'annexe V du règlement (CEE) n° 625/78. Les échantillons donnant des résultats positifs sont analysés pour détecter les glycomacropéptides A (GMPA) par chromatographie en phase liquide à haute performance en phase inverse (méthode CLHP). L'évaluation du résultat est obtenue par référence aux échantillons étalons constitués de lait écrémé en poudre avec et sans addition de lactosérum en poudre. Des résultats supérieurs à 1 % (m/m) prouvent la présence de lactosérum présure sec.
5. **Réactifs**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau ayant une pureté au moins équivalente. L'acétonitrile doit être de qualité spectroscopique ou HPLC.

Les réactifs utilisés pour la procédure décrite dans le règlement (CEE) n° 625/78 sont décrits à l'annexe V du présent règlement.

Réactifs pour la procédure CLHP en phase inversée.
 - 5.1. *Solution d'acide trichloracétique*

Dissoudre 240 g d'acide trichloracétique (CCl₃CCOOH) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.
 - 5.2. *Éluants A et B*

Éluant A: introduire, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 150 ml d'acétonitrile (CH₃CN), 20 ml d'isopropanol (CH₃CHOHCH₃) et 1,00 ml d'acide trifluoroacétique (TFA, CF₃COOH). Diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Éluant B: introduire, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 550 ml d'acétonitrile, 20 ml d'isopropanol et 1,00 ml de TFA. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Filtrer la solution éluante, avant l'utilisation, sur une membrane filtrante de 0,45 micromètre (μm) de diamètre de pore.
 - 5.3. *Conservation de la colonne*

Après les analyses, la colonne est rincée avec l'éluant B (à l'aide d'un gradient) puis rincée avec de l'acétonitrile (à l'aide d'un gradient pendant 30 minutes). La colonne est conservée dans l'acétonitrile.
 - 5.4. *Échantillons témoins*
 - 5.4.1. Lait écrémé en poudre répondant aux exigences du règlement (CEE) n° 625/78, soit (0).
 - 5.4.2. Le même lait écrémé en poudre adulteré à 5 % (m/m) par du lactosérum en poudre de type présure de composition standard, soit (5).
 - 5.4.3. Le même lait écrémé en poudre adulteré à 50 % (m/m) par du lactosérum en poudre de type présure de composition standard, soit (50) (*)
6. **Appareillage**

L'appareillage requis pour le mode opératoire décrit dans le règlement (CEE) n° 625/78 est décrit à l'annexe V du présent règlement.

(*) Le lactosérum en poudre de type présure de composition standard ainsi que la poudre de lait écrémé adulteré peuvent être obtenus auprès de NIZO, Kernhemseweg 2, PO Box 20, NL-6710 BA.
Cependant, les poudres donnant des résultats équivalents à ceux des poudres NIZO peuvent également être utilisées.

- 6.1. Balance analytique
- 6.2. Centrifugeuse pouvant atteindre une force centrifuge de 2 200 g et munie de tubes à centrifuger bouchés, d'une capacité d'environ 50 ml.
- 6.3. Agitateur mécanique pouvant agiter à 50 °C.
- 6.4. Agitateur magnétique.
- 6.5. Entonnoirs en verre, d'environ 7 cm de diamètre.
- 6.6. Papiers filtres, filtration moyenne, d'environ 12,5 cm de diamètre.
- 6.7. Dispositif de filtration en verre muni de membrane filtrante de 0,45 micromètre de diamètre de pore.
- 6.8. Pipettes graduées, permettant de délivrer 10 ml (ISO 648, classe A ou ISO/R 835) ou un système pouvant délivrer 10,0 ml en deux minutes.
- 6.9. Bain d'eau thermostaté réglé à $25 \pm 0,5$ °C.
- 6.10. Équipement CLHP comprenant:
 - 6.10.1. pompe à gradient binaire,
 - 6.10.2. injecteur, manuel ou automatique, de 100 microlitres (μ l) de capacité,
 - 6.10.3. une colonne Dupont Protein Plus (longueur : 25 cm, diamètre intérieur: 0,46 cm) ou une colonne équivalente en phase inverse, à base de silice, à larges pores,
 - 6.10.4. four à colonne thermostatée réglé à 35 ± 1 °C,
 - 6.10.5. détecteur UV à longueur d'onde variable, permettant d'effectuer des mesures à 210 nm (si nécessaire, une longueur d'onde supérieure pouvant atteindre 220 nm peut être utilisée) à une sensibilité de 0,02 Å,
 - 6.10.6. intégrateur pouvant intégrer de vallée à vallée.

Note

Il est possible de travailler avec des colonnes maintenues à température ambiante à condition que cette température ambiante ne fluctue pas plus de 1 °C; sinon, on constate des variations assez grandes dans le temps de rétention des GMP_A .

7. Échantillonnage

- 7.1. Norme internationale ISO 707 — Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage conformément aux indications figurant au point 2 c) de l'annexe I du règlement (CEE) n° 625/78.
- 7.2. Conserver l'échantillon dans des conditions telles qu'aucune détérioration ou modification de composition ne puisse intervenir.

8. Mode opératoire

8.1. Préparation de l'échantillon pour essai

Transvaser le lait en poudre dans un récipient de capacité environ double du volume de la poudre, muni d'un couvercle étanche à l'air. Fermer le récipient immédiatement. Bien mélanger le lait en poudre par retournements successifs du récipient.

8.2. Prise d'essai

Peser $2,00 \pm 0,001$ g d'échantillon pour essai dans un tube à centrifuger (point 6.2) ou dans un ballon bouché (50 ml).

8.3. Élimination des matières grasses et des protéines

- 8.3.1. Ajouter 20,0 g d'eau chaude (50 °C) à la prise d'essai. Dissoudre la poudre en agitant pendant cinq minutes à l'aide de l'agitateur ou pendant trente minutes, dans le cas de babeurre acide, à l'aide de l'agitateur mécanique (point 6.3). Placer le tube dans le bain d'eau (point 6.9) et ramener la température du tube à 25 °C.
- 8.3.2. Ajouter, en deux minutes, 10,0 ml de la solution d'acide trichloracétique à 25 °C (point 5.1), tout en agitant vigoureusement à l'aide de l'agitateur magnétique (point 6.4). Placer le tube dans le bain d'eau (point 6.9) et l'y maintenir 60 minutes.
- 8.3.3. Centrifuger (point 6.2) 2 200 g pendant dix minutes, ou filtrer sur papier (point 6.6), rejeter les cinq premiers ml de filtrat.

8.4. Détermination chromatographique

- 8.4.1. Procéder à l'analyse CLHP telle qu'elle est décrite à l'annexe V du règlement (CEE) n° 625/78. Si le résultat est négatif, l'échantillon analysé ne contient pas de lactosérum présumé en quantités décelables. Si le résultat est positif, il faut appliquer la méthode CLHP en phase inverse décrite ci-après. La présence de babeurre acide en poudre peut donner lieu à de faux résultats positifs. La méthode CLHP en phase inverse exclut cette possibilité.

- 8.4.2. Avant de mettre en œuvre l'analyse CLHP en phase inverse, il faut optimiser les conditions de gradient. Un temps de rétention de 26 minutes \pm 2 minutes pour les GMP_A est idéal pour les systèmes à gradient ayant un volume mort d'environ 6 ml (volume du point où les solvants se retrouvent au volume de la boucle de l'injecteur compris). Dans le cas de systèmes à gradient ayant un volume mort inférieur (par exemple 2 ml) on devrait appliquer comme temps de rétention optimal une durée de 22 minutes.

Préparer les échantillons étalons (voir point 5.4) sans et avec 50 % de lactosérum présure.

Injecter 100 μ l de surnageant ou de filtrat (voir point 8.3.3) dans l'appareil CLHP en utilisant les conditions du gradient de référence indiquées au tableau 1.

Tableau 1. Conditions du gradient de référence pour l'optimisation de la chromatographie.

Temps (minutes)	Débit (ml/minute)	% A	% B	Courbe
Init	1,0	90	10	*
27	1,0	60	40	lin
32	1,0	10	90	lin
37	1,0	10	90	lin
42	1,0	90	10	lin

La comparaison des deux chromatogrammes doit faire apparaître le pic de GMP_A.

À l'aide de la formule donnée ci-après, la composition du solvant initial à utiliser pour le gradient normal (voir point 8.4.3) peut être calculée comme suit:

$$\% B = 10 - 2,5 + (13,5 + (RT_{GMPA} - 26)/6) * 30/27$$

$$\% B = 7,5 + (13,5 + (RT_{GMPA} - 26)/6) * 1,11$$

dans laquelle:

- RT_{GMPA} = temps de rétention du GMP_A dans le gradient de référence
 10 = le % B initial du gradient de référence
 2,5 = % B au point central moins % B au début dans le gradient normal
 13,5 = temps à mi-parcours du gradient de référence
 26 = temps de rétention nécessaire pour le GMP_A
 6 = rapport des pentes du gradient de référence et du gradient normal
 30 = % B au début moins % B à 27 minutes. Dans le gradient de référence
 27 = temps de parcours du gradient de référence.

8.4.3. Injection des échantillons pour essai

Injecter 100 μ l mesurés exactement de surnageant ou de filtrat (point 8.3.3) dans l'appareil CLHP sous un débit de 1,0 ml de solution éluante (point 5.2) par minute.

La composition de l'éluant au début de l'analyse découle du point 8.4.2 Elle est normalement proche de A : B = 76 : 24 (point 5.2). Immédiatement après l'injection on démarre le gradient linéaire pour arriver après 27 minutes à un pourcentage B supérieur de 5 %. Puis, on démarre le gradient linéaire qui amène la composition de l'éluant B à 90 % en cinq minutes. Cette composition est maintenue pendant cinq minutes. Puis, toujours à l'aide d'un gradient linéaire, revenir à la composition initiale en 5 minutes. Selon le volume interne du système de pompage, l'injection suivante peut être faite 15 minutes après avoir atteint les conditions initiales.

Remarques

1. Le temps de rétention des glycomacropéptides devrait être de 26 minutes \pm 2 minutes, ce qui peut être obtenu en variant les conditions initiales et les conditions finales du premier gradient. Cependant, la différence dans le % B entre les conditions initiales et les conditions finales du premier gradient doit rester de 5 % B.
2. Les éluants doivent être dégazés suffisamment et doivent également être conservés dégazés. Cela est indispensable au bon fonctionnement du système de pompage du gradient. L'écart type concernant le temps de rétention du pic du GMP doit être inférieur à 0,1 minute (n = 10).
3. Tous les cinq échantillons, il y a lieu d'injecter et d'utiliser l'échantillon de référence (5) pour calculer un nouveau coefficient de réponse R (voir 9.1.1).

- 8.4.4. Les résultats de l'analyse chromatographique de l'échantillon pour essai (E) sont obtenus sous la forme d'un chromatogramme où le pic de GMP est identifié par son temps de rétention d'environ 26 minutes.

L'intégrateur (point 6.10.6) calcule automatiquement la hauteur de pic H du pic de GMP. La ligne de base doit être vérifiée pour chaque chromatogramme. L'analyse ou l'intégration doit être répétée si la ligne de base est incorrectement située.

Afin de détecter les anomalies éventuelles dues soit à un mauvais fonctionnement de l'appareillage ou de la colonne, soit à l'origine et à la nature de l'échantillon analysé, il est nécessaire d'observer l'aspect de chaque chromatogramme avant toute interprétation quantitative. En cas de doute, répéter l'analyse.

8.5. *Étalonnage*

- 8.5.1. Appliquer exactement aux échantillons témoins (points 5.4.1 et 5.4.2) le mode opératoire décrit du point 8.2 au point 8.4.4. Utiliser des solutions fraîchement préparées car le GMP se dégrade en milieu trichloracétique à 8 %, à température ambiante. À 4 °C, la solution reste stable pendant 24 heures. Dans le cas de longues séries d'analyses, il est opportun d'utiliser un plateau dans l'injecteur automatique référé.

Note

Le point 8.4.2 peut être omis si le % B aux conditions initiales est connu à partir d'analyses antérieures.

Le chromatogramme de l'échantillon de référence (5) doit être conforme à la figure 1. Dans cette figure, le pic du GMP_A est précédé par deux petits pics. Il est indispensable d'obtenir une séparation comparable.

- 8.5.2. Avant de procéder à toute détermination chromatographique des échantillons, injecter 100 ml de l'échantillon étalon sans lactosérum présure (0) (point 5.4.1).

Le chromatogramme ne doit pas présenter de pic au temps de rétention du pic du GMP_A .

- 8.5.3. Déterminer les coefficients de réponse R en injectant le même volume de filtrat (point 8.5.1) que celui qui a été utilisé pour les échantillons.

9. **Expression des résultats**

9.1. *Mode de calcul et formules*

- 9.1.1. Calcul du coefficient de réponse R

$$\text{Pic GMP} = W/H$$

où:

R = le coefficient de réponse du pic GMP

H = la hauteur du pic GMP

W = la quantité de lactosérum contenue dans l'échantillon témoin (5).

9.2. *Calcul du pourcentage de lactosérum présure en poudre présent dans l'échantillon*

$$W(E) = R \times H (E)$$

où:

W (E) = le pourcentage m/m de lactosérum présure présent dans l'échantillon (E),

R = le coefficient de réponse du pic GMP (point 9.1.1),

H (E) = la hauteur du pic GMP de l'échantillon (E).

Si W(E) est supérieur à 1 % et si la différence entre le temps de rétention et celui de l'échantillon témoin (5) est inférieur à 0,2 minute, la présence de lactosérum présure est démontrée.

9.3. *Précision de la méthode*

9.3.1. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou dans un court intervalle de temps par le même analyste utilisant le même appareillage, sur la même prise d'échantillon, ne doit pas dépasser 0,2 % m/m.

9.3.2. Reproductibilité

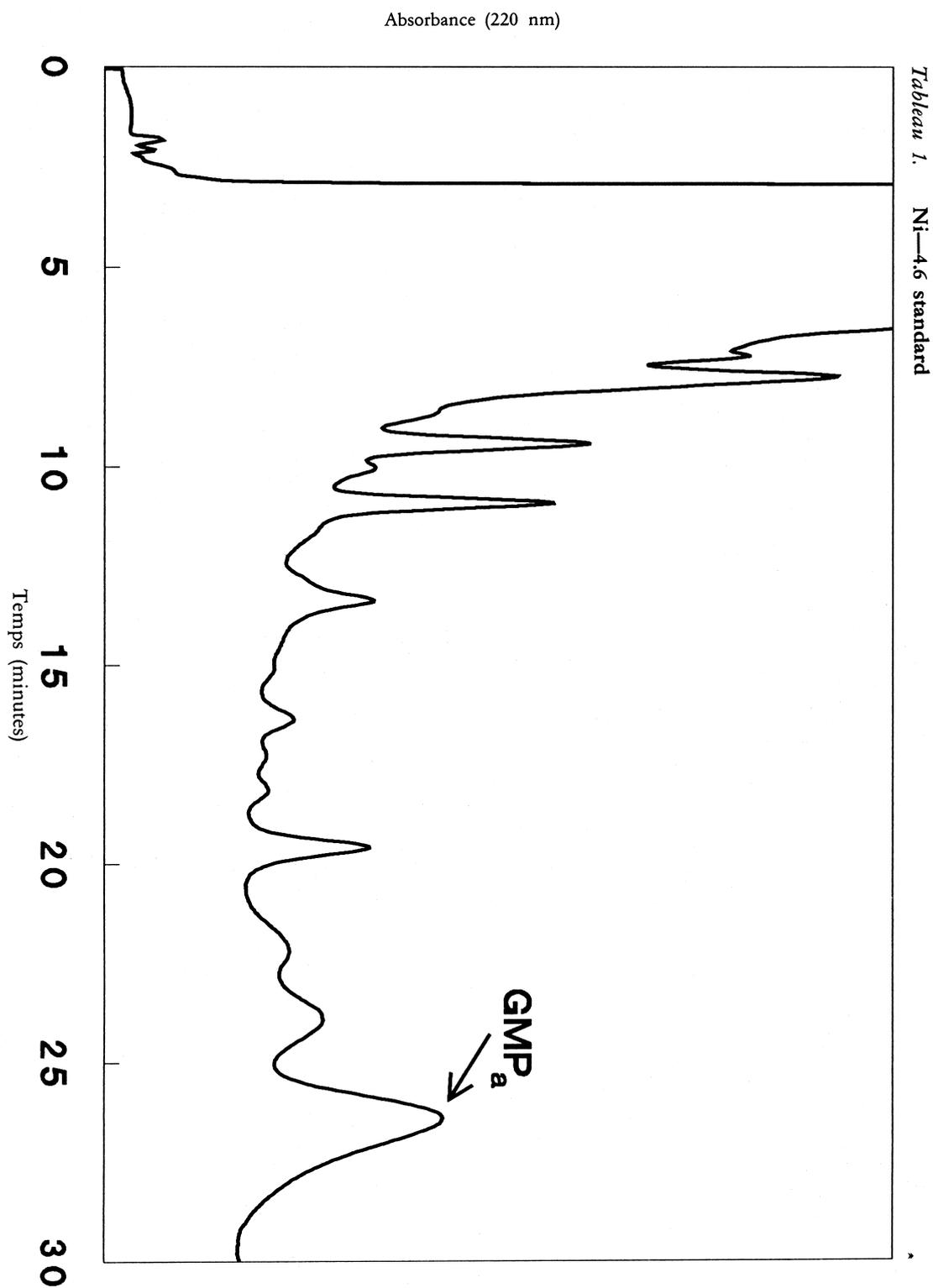
Pas encore déterminée.

9.3.3. Linéarité

Jusqu'à 16 % de lactosérum présure, on obtient une relation linéaire avec un coefficient de corrélation > 0,99.

9.4. *Interprétation*

- 9.4.1. Conclure à la présence de lactosérum si le résultat obtenu au point 9.2 est supérieur à 1 % m/m et si le temps de rétention du pic du GMP diffère de moins de 0,2 minute de celui de l'échantillon standard (5). La limite de 1 % est fixée conformément aux dispositions des points 9.2 et 9.4.1 de l'annexe V du règlement (CEE) 625/78.



ANNEXE V

DÉTERMINATION QUALITATIVE DE L'AMIDON DANS LE LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE, LE LAIT EN POUDRE DÉNATURÉ ET LES ALIMENTS COMPOSÉS**1. Domaine d'application**

La présente méthode s'applique à la détection de l'amidon utilisé comme traceur dans les poudres de lait dénaturées. Le seuil de détection de la méthode est de 0,05 g d'amidon environ par 100 g d'échantillon.

2. Principe

La réaction est basée sur celle qui est utilisée dans l'iodométrie:

- fixation par les colloïdes de l'iode libre dans une solution aqueuse,
- absorption par les micelles de l'amidon et formation de couleur.

3. Réactif**3.1. Solution iodée:**

- iode 1 g,
- iodure de potassium 2 g,
- eau distillée 100 ml.

4. Appareillage

- 4.1. Balance analytique
- 4.2. Bain-marie
- 4.3. Tubes à essais, 25 × 200 mm

5. Mode opératoire

Peser 1 g d'échantillon et transférer dans un tube à essais (point 4.3).
Ajouter 20 ml d'eau distillée et agiter pour disperser l'échantillon.
Placer dans le bain-marie bouillant (point 4.2) pendant 5 minutes.
Retirer du bain-marie et laisser refroidir à température ambiante.
Ajouter 0,5 ml de la solution iodée (point 3.1); agiter et observer la couleur obtenue.

6. Expression des résultats

Une coloration bleue indique la présence d'amidon natif dans l'échantillon.
Lorsque l'échantillon contient de l'amidon modifié, la couleur ne doit pas être bleue.

7. Remarques

La couleur, l'intensité de la couleur et l'aspect microscopique de l'amidon varie selon l'origine de l'amidon natif (par exemple: maïs ou pomme de terre) et selon le type d'amidon modifié présent dans l'échantillon.
En présence d'amidons modifiés, la couleur obtenue vire au violet, au rouge ou au brun, suivant le degré de modification de la structure cristalline de l'amidon natif.

ANNEXE VI

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN HUMIDITÉ DU BABEURRE ACIDE EN POWDRE**1. Objet**

Déterminer la teneur en humidité du babeurre à base de crème acide en poudre destiné à être utilisé dans les aliments pour animaux

2. Principe

La prise d'essai est soumise à la dessiccation sous vide. La perte de masse est déterminée par pesée

3. Appareillage

3.1. Balance analytique

3.2. Récipients secs en métal résistant à la corrosion ou en verre munis de couvercles à fermeture étanche; surface utile permettant d'obtenir une répartition de la prise d'essai de 0,3 g par cm²

3.3. Étuve à vide électrique réglable pourvue d'une pompe à huile et d'un mécanisme d'introduction d'air sec chaud ou d'un agent déshydratant (par exemple: oxyde de calcium)

3.4. Dessiccateur doté d'un déshydratant efficace

3.5. Étuve à dessiccation ventilée et contrôlée par thermostat, température réglée à 102 ± 2 °C

4. Procédure

Chauffer un récipient (point 3.2) et son couvercle dans l'étuve (point 3.5) pendant une heure au minimum. Placer le couvercle sur le récipient, transférer immédiatement le récipient dans un dessiccateur (point 3.4), l'y laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et peser à 0,5 mg près

Tarer, à 0,5 mg près, un récipient (point 3.2) muni de son couvercle. Peser, à 1 mg près, dans le récipient taré environ 5 g de l'échantillon et répartir uniformément la prise d'essai. Placer le récipient dans l'étuve à vide (point 3.3) préalablement chauffée à 83 °C, le couvercle étant enlevé. Pour éviter que la température de l'étuve ne descende trop, introduire le récipient en un temps minimal

Amener la pression à 100 torrs (13,3 kPa) et laisser sécher à cette pression durant quatre heures, soit sous un courant d'air sec et chaud, soit à l'aide d'un déshydratant (300 g environ pour vingt échantillons). Dans ce dernier cas, couper la connexion avec la pompe à vide lorsque la pression prescrite est atteinte. Compter la durée de séchage à partir du moment où l'étuve a atteint à nouveau la température de 83 °C. Ramener ensuite avec précaution l'étuve à la pression atmosphérique. Ouvrir l'étuve, couvrir immédiatement le récipient de son couvercle, retirer le récipient de l'étuve, laisser refroidir durant 30 à 45 minutes dans le dessiccateur (point 3.4) et peser à 1 mg près. Procéder à une dessiccation complémentaire de 30 minutes dans l'étuve à vide (point 3.3) à la température de 83 °C et peser à nouveau. L'écart entre les deux pesées ne doit pas excéder 0,1 % d'humidité

5. Calcul

$$(E - m) \cdot \frac{100}{E}$$

où

E = la masse initiale, en grammes de la prise d'essai;

m = la masse, en grammes, de la prise d'essai sèche

6. Précision

6.1. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées dans l'intervalle le plus court possible, par un seul opérateur utilisant le même appareillage, sur du matériel d'essai identique, ne doit pas dépasser 0,4 g d'eau pour 100 g du babeurre acide en poudre

6.2. *Reproductibilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées par des opérateurs dans des laboratoires différents utilisant des appareillages différents, sur du matériel d'essai identique, ne doit pas dépasser 0,6 g d'eau pour 100 g du babeurre acide en poudre

6.3. *Source de données de précision*

Les données de précision ont été déterminées à partir d'une expérience menée en 1995 dans huit laboratoires et concernant douze échantillons (six en double aveugle).
