

Journal officiel

des Communautés européennes

14^e année n° L 155

12 juillet 1971

Édition de langue française

Législation

Sommaire

I Actes dont la publication est une condition de leur applicabilité

.....

II Actes dont la publication n'est pas une condition de leur applicabilité

Commission

71/239/CEE :

Décision de la Commission, du 10 juin 1971, autorisant le royaume de Belgique, le grand-duché de Luxembourg et le royaume des Pays-Bas à exclure du traitement communautaire les pyjamas en coton pour femmes et enfants, de la position 60.04 ex A du tarif douanier commun, originaires de Tchécoslovaquie et mis en libre pratique dans les autres États membres 1

71/240/CEE :

Décision de la Commission, du 11 juin 1971, constatant que les conditions prévues pour la mobilisation de froment tendre destiné à une action nationale d'aide alimentaire sont remplies 2

71/241/CEE :

Avis de la Commission, du 11 juin 1971, adressé au gouvernement italien au sujet d'un projet de décret ministériel portant sur des dispositions nationales complémentaires visant à l'exécution du règlement (CEE) n° 1174/68 du Conseil du 30 juillet 1968 et du règlement (CEE) n° 358/69 de la Commission du 26 février 1969 3

71/242/CEE :

Avis de la Commission, du 11 juin 1971, adressé au gouvernement français au sujet du projet d'arrêté ministériel fixant les conditions et modalités de la publicité des prix et conditions de transport qui s'écartent des tarifs publiés en vue de l'application du règlement (CEE) n° 1174/68 du Conseil du 30 juillet 1968 et du règlement (CEE) n° 358/69 de la Commission du 26 février 1969 4

71/243/CEE :

Avis de la Commission, du 14 juin 1971, adressé au gouvernement des Pays-Bas au sujet du projet de loi portant modification de la « Rijttijdenwet 1936 » visant à l'exécution du règlement (CEE) n° 543/69 du Conseil, du 25 mars 1969, relatif à l'harmonisation de certaines dispositions en matière sociale dans le domaine des transports par route 6

(suite au verso)

Sommaire (suite)

71/244/CEE :

Décision de la Commission, du 14 juin 1971, relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, à la république fédérale d'Allemagne des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée au début décembre 1970 7

71/245/CEE :

Décision de la Commission, du 14 juin 1971, relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, à la République française des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée le 1^{er} décembre 1970 8

71/246/CEE :

Décision de la Commission, du 14 juin 1971, relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, à la République italienne des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée au début décembre 1970 9

71/247/CEE :

Décision de la Commission, du 14 juin 1971, relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, au grand-duché de Luxembourg des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée au début de décembre 1970 10

71/248/CEE :

Décision de la Commission, du 14 juin 1971, relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, au royaume de Belgique des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée le 1^{er} décembre 1970 11

71/249/CEE :

Décision de la Commission, du 14 juin 1971, relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, au royaume des Pays-Bas, des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée le 1^{er} décembre 1970 12

(suite en 3^e page couverture)

Sommaire (suite)

71/250/CEE :

Première directive de la Commission, du 15 juin 1971, portant fixation de méthodes d'analyse communautaire pour le contrôle officiel des aliments des animaux 13

71/251/CEE :

Décision de la Commission, du 15 juin 1971, autorisant la République française à exclure du traitement communautaire les jouets, de la position 97.03 ex B du tarif douanier commun, originaires de Hong-kong et mis en libre pratique dans les autres États membres 38

71/252/CEE :

Décision de la Commission, du 16 juin 1971, relative à la fixation du montant maximum de la restitution pour la trente-deuxième adjudication partielle de sucre blanc effectuée dans le cadre de l'adjudication permanente visée au règlement (CEE) n° 772/70 39

71/253/CEE :

Décision de la Commission, du 23 juin 1971, relative à la fixation du montant maximum de la restitution pour la trente-troisième adjudication partielle de sucre blanc effectuée dans le cadre de l'adjudication permanente visée au règlement (CEE) n° 772/70 40

71/254/CECA :

Décision de la Commission, du 25 juin 1971, portant dérogation à la recommandation n° 1-64 de la Haute Autorité relative à un relèvement de la protection frappant les produits sidérurgiques à la périphérie de la Communauté (quarante-cinquième dérogation) 41

II

(Actes dont la publication n'est pas une condition de leur applicabilité)

COMMISSION

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 10 juin 1971

autorisant le royaume de Belgique, le grand-duché de Luxembourg et le royaume des Pays-Bas à exclure du traitement communautaire les pyjamas en coton pour femmes et enfants, de la position 60.04 ex A du tarif douanier commun, originaires de Tchécoslovaquie et mis en libre pratique dans les autres États membres

(Les textes en langues française et néerlandaise sont les seuls faisant foi)

(71/239/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne, et notamment son article 115 premier alinéa,

vu le recours à l'article 115 premier alinéa que les gouvernements des États du Benelux ont introduit auprès de la Commission par télex de la représentation permanente des Pays-Bas auprès des Communautés européennes, le 4 juin 1971, en vue d'être autorisés à exclure du traitement communautaire les pyjamas en coton pour femmes et enfants, de la position 60.04 ex A du tarif douanier commun, originaires de Tchécoslovaquie et mis en libre pratique dans les autres États membres,

considérant que les disparités dans les mesures de politique commerciale appliquées pour ces produits à l'égard de la Tchécoslovaquie par les États du Benelux, d'une part, et les autres États membres, d'autre part, entraînent des détournements de trafic ;

considérant que ces détournements de trafic empêchent l'exécution des mesures de politique commerciale adoptées par les États du Benelux à l'égard de la Tchécoslovaquie ;

considérant qu'il n'est pas possible, à l'heure actuelle, de mettre en œuvre les méthodes par lesquelles les autres États membres apporteraient la coopération nécessaire ;

considérant qu'il y a lieu d'autoriser, pour une période limitée, l'application de mesures de protec-

tion, au titre de l'article 115 premier alinéa, dans les conditions qui sont définies par la décision de la Commission du 12 mai 1971, notamment en son article 1^{er} (1),

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Le royaume de Belgique, le grand-duché de Luxembourg et le royaume des Pays-Bas sont autorisés à exclure du traitement communautaire les importations de pyjamas en coton pour femmes et enfants, de la position 60.04 ex A du tarif douanier commun, originaires de Tchécoslovaquie et mis en libre pratique dans les autres États membres, pour lesquelles des demandes de titres d'importation ont été introduites à partir du 24 mai 1971.

Article 2

La présente décision est applicable jusqu'au 31 décembre 1971.

Article 3

Le royaume de Belgique, le grand-duché de Luxembourg et le royaume des Pays-Bas sont destinataires de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 10 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

(1) Décision 71/202/CEE, JO n° L 121 du 3. 6. 1971.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 11 juin 1971

constatant que les conditions prévues pour la mobilisation de froment tendre destiné à une action nationale d'aide alimentaire sont remplies

(Le texte en langue italienne est le seul faisant foi)

(71/240/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement n° 120/67/CEE du Conseil, du 13 juin 1967, portant organisation commune des marchés dans le secteur des céréales ⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 2434/70 ⁽²⁾,

vu le règlement (CEE) n° 290/69 du Conseil, du 17 février 1969, fixant les critères de mobilisation des céréales destinées à l'aide alimentaire ⁽³⁾, modifié par le règlement (CEE) n° 832/69 ⁽⁴⁾, reconduit par les règlements (CEE) n° 2338/69 ⁽⁵⁾ et (CEE) n° 2046/70 ⁽⁶⁾, et notamment son article 4 paragraphe 1,

vu la communication de la République italienne, du 14 mai 1971, informant la Commission de son intention de réaliser une opération d'aide alimentaire à destination de la République arabe unie, dans le cadre d'une action nationale, sous forme de farine, au titre du programme d'aide alimentaire en céréales pour l'année 1969/1970, et de mobiliser à cette fin 75 000 tonnes de froment tendre provenant des stocks de l'Azienda di Stato per gli Interventi nel Mercato Agricolo (AIMA),

considérant que l'organisme d'intervention italien détient des stocks importants de froment tendre provenant des campagnes précédentes ;

considérant que les mesures prévues à la présente décision sont conformes à l'avis du Comité de gestion des céréales,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Il est constaté que les conditions prévues à l'article 3 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 290/69 sont remplies pour l'action nationale d'aide alimentaire que la République italienne compte entreprendre au cours des mois de mai, juin et juillet 1971, avec embarquement aux ports de Ancône, Bari, Civitavecchia, Livourne, Naples, Savona, Trieste et Venise, cette action portant sur la fourniture de farine provenant de la transformation des 75 000 tonnes de froment tendre à mobiliser sur les stocks détenus par l'organisme d'intervention italien (AIMA).

Article 2

La République italienne est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 11 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° 117 du 19. 6. 1967, p. 2269/67.

⁽²⁾ JO n° L 262 du 3. 12. 1970, p. 1.

⁽³⁾ JO n° L 41 du 18. 2. 1969, p. 2.

⁽⁴⁾ JO n° L 107 du 6. 5. 1969, p. 3.

⁽⁵⁾ JO n° L 298 du 27. 11. 1969, p. 8.

⁽⁶⁾ JO n° L 228 du 15. 10. 1970, p. 1.

AVIS DE LA COMMISSION

du 11 juin 1971

adressé au gouvernement italien au sujet d'un projet de décret ministériel portant sur des dispositions nationales complémentaires visant à l'exécution du règlement (CEE) n° 1174/68 du Conseil du 30 juillet 1968 et du règlement (CEE) n° 358/69 de la Commission du 26 février 1969

(71/241/CEE)

La représentation permanente de la République d'Italie a communiqué à la Commission, par lettre du 22 avril 1971, un projet de décret ministériel portant sur des dispositions nationales complémentaires visant à l'exécution du règlement (CEE) n° 1174/68 du Conseil, du 30 juillet 1968, relatif à l'instauration d'un système de tarifs à fourchettes applicables aux transports de marchandises par route entre les États membres ⁽¹⁾ et du règlement (CEE) n° 358/69 de la Commission, du 26 février 1969, fixant les conditions et modalités de la publicité des prix et conditions de transport qui s'écartent des tarifs publiés ⁽²⁾.

Cette communication, qui a été effectuée au titre de l'article 12 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 1174/68 et de l'article 5 du règlement (CEE) n° 358/69, fait suite aux observations formulées par la Commission dans son avis du 22 avril 1970 ⁽³⁾ au sujet d'un premier projet de dispositions d'application desdits règlements, qui ont fait l'objet du décret n° 1228 du président de la République italienne.

La Commission n'estime pas nécessaire de prendre l'initiative d'une consultation avec les autres États membres au sens de l'article 12 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 1174/68.

Elle émet l'avis ci-après :

1. Les dispositions envisagées par le gouvernement italien ont pour objet de régler les points qui n'étaient pas repris par les premières dispositions

d'application arrêtées par le décret susvisé du président de la République.

Elles tendent pour l'essentiel :

— à désigner la « Direzione Generale della Motorizzazione Civile e dei Trasporti in concessione » comme autorité compétente et comme organisme d'exécution en ce qui concerne les enquêtes par sondages sur les prix pratiqués à l'intérieur des fourchettes tarifaires, qui sont prévues par l'article 10 du règlement (CEE) n° 1174/68 ;

— à arrêter les modalités de publication et de diffusion du bulletin mensuel des contrats particuliers, prévu par l'article 4 du règlement (CEE) n° 358/69.

2. La Commission constate que ces dispositions, qui tiennent compte de son avis formulé le 22 avril 1970, constituent, avec les dispositions arrêtées par le décret n° 1228 du président de la République, un ensemble de mesures d'application répondant aux exigences des règlements (CEE) n° 1174/68 et (CEE) n° 358/69.

Dans ces conditions, la Commission exprime un avis favorable sur ces dispositions.

Fait à Bruxelles, le 11 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° L 194 du 6. 8. 1968, p. 1.

⁽²⁾ JO n° L 53 du 4. 3. 1969, p. 1.

⁽³⁾ JO n° L 112 du 25. 5. 1970, p. 5.

AVIS DE LA COMMISSION

du 11 juin 1971

adressé au gouvernement français au sujet du projet d'arrêté ministériel fixant les conditions et modalités de la publicité des prix et conditions de transport qui s'écartent des tarifs publiés en vue de l'application du règlement (CEE) n° 1174/68 du Conseil du 30 juillet 1968 et du règlement (CEE) n° 358/69 de la Commission du 26 février 1969

(71/242/CEE)

La représentation permanente de la France a communiqué à la Commission, par lettre du 2 avril 1971, un projet d'arrêté ministériel fixant les conditions et modalités de la publicité des prix et conditions de transport qui s'écartent des tarifs publiés. Cette communication a été effectuée au titre de l'article 12 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 1174/68 ⁽¹⁾ et de l'article 5 du règlement (CEE) n° 358/69 ⁽²⁾.

La Commission n'estime pas nécessaire de prendre l'initiative d'une consultation avec les autres États membres, au sens de l'article 12 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 1174/68.

Elle émet sur le projet d'arrêté en question l'avis ci-après :

1. Bien que son intitulé ne comporte aucune indication sur sa portée, qui est limitée aux transports de marchandises par route entre les États membres, le projet d'arrêté a pour objet de fixer les mesures d'exécution de la publicité des contrats particuliers conformément aux dispositions des articles 5, 7 et 8 du règlement (CEE) n° 1174/68 et à celles du règlement (CEE) n° 358/69.

Plus particulièrement :

- l'article 1^{er} désigne les autorités compétentes auxquelles les transporteurs doivent communiquer les contrats particuliers et fixe les modalités de cette communication ;
- l'article 2 précise les éléments que doit comporter cette communication ;
- l'article 3 désigne les organismes chargés des deux formes de publicité des contrats particuliers prescrites par l'article 8 du règlement (CEE) n° 1174/68 et par les articles 3 et 4 du règlement (CEE) n° 358/69, ainsi que les circonscriptions territoriales de ces organismes ;
- l'article 4 fixe les règles de communication et de publicité à suivre en cas d'application de la procédure d'approbation préalable des contrats

particuliers conformément à l'article 5 paragraphes 5 et 6 du règlement (CEE) n° 1174/68.

Dans sa lettre susvisée, du 2 avril 1971, la représentation permanente de la France considère par ailleurs que les dispositions actuellement en vigueur en France en ce qui concerne certaines infractions à la coordination des transports ferroviaires et routiers répondent aux dispositions visées à l'article 12 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 1174/68.

2. La Commission regrette de devoir constater que la présentation de ce projet est manifestement tardive eu égard aux délais prescrits par le règlement (CEE) n° 1174/68 pour l'application effective du régime qu'il a instauré.

3. La Commission estime que, en ce qui concerne la publicité des contrats particuliers, le projet d'arrêté répond dans son ensemble aux dispositions correspondantes des règlements (CEE) n° 1174/68 et (CEE) n° 358/69.

Cependant, en ce qui concerne le délai de communication des contrats particuliers par les transporteurs aux autorités compétentes, les dispositions de l'article 1^{er} du projet d'arrêté, qui diffèrent d'ailleurs selon les cas, ne sont pas conformes aux dispositions de l'article 5 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 1174/68 qui prescrivent que cette communication doit être effectuée dans tous les cas « sans délai » après la conclusion des contrats.

De plus, si le projet d'arrêté désigne les autorités chargées de l'approbation préalable des contrats particuliers au sens des dispositions de l'article 5 paragraphes 5 et 6 dudit règlement, il ne désigne pas les autorités ayant pouvoir pour décider de l'application de la procédure d'approbation préalable dans les cas prévus par ces dispositions.

Par ailleurs, il appartient au gouvernement français de désigner également les autorités françaises auxquelles les autres États membres doivent communiquer les contrats conclus sur leur territoire pour des transports à destination de la France, en vue du

⁽¹⁾ JO n° L 194 du 6. 8. 1968, p. 1.

⁽²⁾ JO n° L 53 du 4. 3. 1969, p. 1.

contrôle de la justification des contrats conformément à l'article 5 paragraphes 3 et 4 du règlement (CEE) n° 1174/68.

Sous ces réserves, la Commission exprime un avis favorable sur le projet d'arrêté ministériel présenté par le gouvernement français.

4. La Commission constate que les dispositions nationales auxquelles la représentation permanente de la France renvoie en ce qui concerne les sanctions des infractions apparaissent effectivement de nature à répondre aux exigences du règlement communautaire.

5. La Commission relève, par contre, que le gouvernement français ne fait aucune référence aux mesures d'application concernant, d'une part, l'organisation, la procédure et les instruments du contrôle tarifaire et, d'autre part, la procédure de mise en vigueur et la publication des tarifs.

La Commission invite le gouvernement français à préciser, conformément aux dispositions de l'article 12 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 1174/68,

les mesures qu'il envisage pour l'exécution de ce règlement en la matière.

6. En outre, la Commission attire l'attention du gouvernement français sur le fait que l'exécution du règlement (CEE) n° 1174/68 implique encore la désignation des « autorités compétentes » au sens :

— de l'article 8 paragraphe 2 dernier alinéa du règlement concernant la communication par la Commission des relevés mensuels des contrats particuliers qu'elle reçoit des autres États membres,

— de l'article 10 paragraphe 1 concernant les enquêtes par sondages sur les prix appliqués à l'intérieur des fourchettes,

— de l'article 12 paragraphe 4 concernant l'information mutuelle entre les États membres en matière d'infractions et de sanctions.

Fait à Bruxelles, le 11 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

AVIS DE LA COMMISSION

du 14 juin 1971

adressé au gouvernement des Pays-Bas au sujet du projet de loi portant modification de la « Rijttijdenwet 1936 » visant à l'exécution du règlement (CEE) n° 543/69 du Conseil, du 25 mars 1969, relatif à l'harmonisation de certaines dispositions en matière sociale dans le domaine des transports par route

(71/243/CEE)

Conformément à l'article 18 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 543/69 du Conseil du 25 mars 1969 ⁽¹⁾, le gouvernement des Pays-Bas a communiqué à la Commission, par lettre du 11 février 1971, un projet de loi modifiant la « Rijttijdenwet 1936 ».

1. Le projet de loi tend notamment à élargir la compétence réglementaire actuellement déjà prévue dans la « Rijttijdenwet 1936 » de manière à pouvoir insérer dans le « Rijttijdenbesluit » certaines dispositions nécessaires à l'exécution du règlement communautaire. A cette fin, le projet envisage d'étendre à d'autres catégories de transport la possibilité prévue par la « Rijttijdenwet 1936 » d'arrêter des dispositions en matière d'âge et de composition des équipages et prévoit une possibilité semblable pour ce qui concerne l'aptitude professionnelle du conducteur.

En outre, le projet contient quelques modifications d'ordre technique visant notamment à adapter la terminologie de la « Rijttijdenwet » à celle du règlement communautaire.

Les dispositions du projet ont essentiellement pour but de créer la possibilité d'arrêter des dispositions en ce qui concerne :

- les temps de conduite, de travail et de repos de l'équipage,
- l'âge et la composition de l'équipage,
- l'aptitude professionnelle du conducteur,
- l'organisation du contrôle,
- la boîte de secours,

- l'appareil de contrôle à bord du véhicule,
- l'octroi d'autorisations, exceptions et dérogations.

Par ailleurs, le projet règle certaines autres questions, à savoir :

- le champ d'application,
- la terminologie,
- la responsabilité pénale directe de l'employeur en cas d'infraction commise par un salarié,
- la responsabilité concomitante de l'entreprise, comme personne morale et de ses administrateurs,
- l'obligation des membres de l'équipage de fournir tous les renseignements et documents demandés par les fonctionnaires chargés du contrôle,
- les droits d'accès des fonctionnaires chargés du contrôle à tous les endroits nécessaires à l'accomplissement de leur mission.

2. La Commission constate que le projet de loi, dans la mesure où il pourvoit à l'exécution du règlement (CEE) n° 543/69 du Conseil, du 25 mars 1969, satisfait à l'obligation portée dans l'article 18 paragraphe 1 de ce règlement. De ce fait, elle émet un avis favorable sur le projet de loi considéré.

Fait à Bruxelles, le 14 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

(1) JO n° L 77 du 29. 3. 1969, p. 49.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 14 juin 1971

relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, à la république fédérale d'Allemagne des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée au début décembre 1970

(Le texte en langue allemande est le seul faisant foi)

(71/244/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 350/68 du Conseil, du 27 mars 1968, relatif à la contribution financière de la Communauté aux frais entraînés par les enquêtes sur le cheptel porcin effectuées par les États membres ⁽¹⁾, et notamment son article 2 paragraphe 2,

considérant que la république fédérale d'Allemagne a présenté une demande de remboursement relative à l'enquête du début décembre 1970 ;

considérant que cette demande est conforme aux dispositions du règlement (CEE) n° 645/69 de la Commission, du 3 avril 1969, concernant les demandes de remboursement des États membres relatives aux enquêtes sur le cheptel porcin ⁽²⁾ ;

considérant que les résultats de l'enquête et des conversions ont été communiqués à la Commission, et qu'ils ont permis de constater que l'enquête a été effectuée en conformité avec les dispositions des articles 1^{er} à 5 de la directive du Conseil du 27 mars 1968 ⁽³⁾ ; que, en outre, les statistiques prévues par l'article 6 et les estimations prévues par l'article 7 de la directive ont été transmises à la Commission dans les conditions prévues ;

considérant que, dans ces conditions, il apparaît indiqué que le Fonds, section orientation, prenne en

charge les dépenses exposées pour cette enquête pour 104 240 unités de compte, représentant le tiers du montant forfaitaire disponible pour la troisième année d'enquête ;

considérant que le Comité du Fonds a été consulté sur les aspects financiers et notamment sur le montant des moyens financiers disponibles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Le concours du Fonds européen d'orientation et de garantie agricole, section orientation, aux frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée au début décembre 1970 par la république fédérale d'Allemagne est fixé à un montant de 104 240 unités de compte.

Article 2

La république fédérale d'Allemagne est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 14 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 4.

⁽²⁾ JO n° L 83 du 4. 4. 1969, p. 19.

⁽³⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 13.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 14 juin 1971

relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, à la République française des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée le 1^{er} décembre 1970

(Le texte en langue française est le seul faisant foi)

(71/245/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,vu le traité instituant la Communauté économique
européenne,vu le règlement (CEE) n° 350/68 du Conseil, du 27
mars 1968, relatif à la contribution financière de la
Communauté aux frais entraînés par les enquêtes
sur le cheptel porcin effectuées par les États
membres ⁽¹⁾, et notamment son article 2 para-
graphe 2,considérant que la République française a présenté
une demande de remboursement relative à l'enquête
du 1^{er} décembre 1970 ;considérant que cette demande est conforme aux
dispositions du règlement (CEE) n° 645/69 de la
Commission, du 3 avril 1969, concernant les
demandes de remboursement des États membres
relatives aux enquêtes sur le cheptel porcin ⁽²⁾ ;considérant que les résultats de l'enquête et des
conversions ont été communiqués à la Commission,
et qu'ils ont permis de constater que l'enquête a été
effectuée en conformité avec les dispositions des
articles 1^{er} à 5 de la directive du Conseil du 27
mars 1968 ⁽³⁾ ; que, en outre, les statistiques
prévues par l'article 6 et les estimations prévues par
l'article 7 de la directive ont été transmises à la
Commission dans les conditions prévues ;considérant que, dans ces conditions, il apparaît
indiqué que le Fonds, section orientation, prenne en
charge les dépenses exposées pour cette enquête pour
112 650 unités de compte, représentant le tiers du
montant forfaitaire disponible pour la troisième
année d'enquête ;considérant que le Comité du Fonds a été consulté
sur les aspects financiers et notamment sur le
montant des moyens financiers disponibles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

*Article premier*Le concours du Fonds européen d'orientation et de
garantie agricole, section orientation, aux frais
entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin
effectuée le 1^{er} décembre 1970 par la République
française est fixé à un montant de 112 650 unités de
compte.*Article 2*La République française est destinataire de la
présente décision.

Fait à Bruxelles, le 14 juin 1971.

*Par la Commission**Le président*

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 4.⁽²⁾ JO n° L 83 du 4. 4. 1969, p. 19.⁽³⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 13.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 14 juin 1971

relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, à la République italienne des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée au début décembre 1970

(Le texte en langue italienne est le seul faisant foi)

(71/246/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,vu le traité instituant la Communauté économique
européenne,vu le règlement (CEE) n° 350/68 du Conseil, du 27
mars 1968, relatif à la contribution financière de la
Communauté aux frais entraînés par les enquêtes
sur le cheptel porcin effectuées par les États
membres ⁽¹⁾, et notamment son article 2 paragraphe
2,considérant que la République italienne a présenté
une demande de remboursement relative à l'enquête
du début décembre 1970 ;considérant que cette demande est conforme aux
dispositions du règlement (CEE) n° 645/69 de la
Commission, du 3 avril 1969, concernant les
demandes de remboursement des États membres
relatives aux enquêtes sur le cheptel porcin ⁽²⁾ ;considérant que les résultats de l'enquête et des
conversions ont été communiqués à la Commission,
et qu'ils ont permis de constater que l'enquête a été
effectuée en conformité avec les dispositions des
articles 1^{er} à 5 de la directive du Conseil du 27
mars 1968 ⁽³⁾ ; que, en outre, les statistiques
prévues par l'article 6 et les estimations prévues par
l'article 7 de la directive ont été transmises à la
Commission dans les conditions prévues ;considérant que, dans ces conditions, il apparaît
indiqué que le Fonds, section orientation, prenne en
charge les dépenses exposées pour cette enquête pour
156 000 unités de compte, représentant le tiers du
montant forfaitaire disponible pour la troisième
année d'enquête ;considérant que le Comité du Fonds a été consulté
sur les aspects financiers et notamment sur le
montant des moyens financiers disponibles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

*Article premier*Le concours du Fonds européen d'orientation et de
garantie agricole, section orientation, aux frais
entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin
effectuée au début décembre 1970 par la République
italienne est fixé à un montant de 156 000 unités de
compte.*Article 2*La République italienne est destinataire de la
présente décision.

Fait à Bruxelles, le 14 juin 1971.

*Par la Commission**Le président*

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 4⁽²⁾ JO n° L 83 du 4. 4. 1969, p. 19.⁽³⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 13.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 14 juin 1971

relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, au grand-duché de Luxembourg des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée au début décembre 1970

(Le texte en langue française est le seul faisant foi)

(71/247/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 350/68 du Conseil, du 27 mars 1968, relatif à la contribution financière de la Communauté aux frais entraînés par les enquêtes sur le cheptel porcin effectuées par les États membres ⁽¹⁾, et notamment son article 2 paragraphe 2,

considérant que le grand-duché de Luxembourg a présenté une demande de remboursement relative à l'enquête au début décembre 1970 ;

considérant que cette demande est conforme aux dispositions du règlement (CEE) n° 645/69 de la Commission, du 3 avril 1969, concernant les demandes de remboursement des États membres relatives aux enquêtes sur le cheptel porcin ⁽²⁾ ;

considérant que les résultats de l'enquête et des conversions ont été communiqués à la Commission, et qu'ils ont permis de constater que l'enquête a été effectuée en conformité avec les dispositions des articles 1^{er} à 5 de la directive du Conseil du 27 mars 1968 ⁽³⁾ ; que, en outre, les statistiques prévues par l'article 6 et les estimations prévues par l'article 7 de la directive ont été transmises à la Commission dans les conditions prévues ;

considérant que, dans ces conditions, il apparaît indiqué que le Fonds, section orientation, prenne en charge les dépenses exposées pour cette enquête pour 2 250 unités de compte, représentant le tiers du montant forfaitaire disponible pour la troisième année d'enquête ;

considérant que le Comité du Fonds a été consulté sur les aspects financiers et notamment sur les moyens financiers disponibles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Le concours du Fonds européen d'orientation et de garantie agricole, section orientation, aux frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée au début du mois de décembre 1970 par le grand-duché de Luxembourg est fixé à un montant de 2 250 unités de compte.

Article 2

Le grand-duché de Luxembourg est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 14 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 4.

⁽²⁾ JO n° L 83 du 4. 4. 1969, p. 19.

⁽³⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 13.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 14 juin 1971

relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, au royaume de Belgique des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectué le 1^{er} décembre 1970

(Les textes en langues française et néerlandaise sont les seuls faisant foi)

(71/248/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,vu le traité instituant la Communauté économique
européenne,vu le règlement (CEE) n° 350/68 du Conseil, du 27
mars 1968, relatif à la contribution financière de la
Communauté aux frais entraînés par les enquêtes
sur le cheptel porcin effectuées par les États
membres⁽¹⁾, et notamment son article 2 para-
graphe 2,considérant que le royaume de Belgique a présenté
une demande de remboursement relative à l'enquête
du 1^{er} décembre 1970 ;considérant que cette demande est conforme aux
dispositions du règlement (CEE) n° 645/69 de la
Commission, du 3 avril 1969, concernant les
demandes de remboursement des États membres
relatives aux enquêtes sur le cheptel porcin⁽²⁾ ;considérant que les résultats de l'enquête et des
conversions ont été communiqués à la Commission,
et qu'ils ont permis de constater que l'enquête a été
effectuée en conformité avec les dispositions des
articles 1^{er} à 5 de la directive du Conseil du 27
mars 1968⁽³⁾ ; que, en outre, les statistiques
prévues par l'article 6 et les estimations prévues par
l'article 7 de la directive ont été transmises à la
Commission dans les conditions prévues ;considérant que, dans ces conditions, il apparaît
indiqué que le Fonds, section orientation, prenne en
charge les dépenses exposées pour cette enquête pour
12 430 unités de compte, représentant le tiers du
montant forfaitaire disponible pour la troisième
année d'enquête ;considérant que le Comité du Fonds a été consulté
sur les aspects financiers et notamment sur le
montant des moyens financiers disponibles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

*Article premier*Le concours du Fonds européen d'orientation et de
garantie agricole, section orientation, aux frais
entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin
effectuée le 1^{er} décembre 1970 par le royaume de
Belgique est fixé à un montant de 12 430 unités de
compte.*Article 2*Le royaume de Belgique est destinataire de la présente
décision.

Fait à Bruxelles, le 14 juin 1971.

*Par la Commission**Le président*

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 4.⁽²⁾ JO n° L 83 du 4. 4. 1969, p. 19.⁽³⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 13.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 14 juin 1971

relative au remboursement par le FEOGA, section orientation, au royaume des Pays-Bas des frais entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée le 1^{er} décembre 1970

(Le texte en langue néerlandaise est le seul faisant foi)

(71/249/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,vu le traité instituant la Communauté économique
européenne,vu le règlement (CEE) n° 350/68 du Conseil, du 27
mars 1968, relatif à la contribution financière de la
Communauté aux frais entraînés par les enquêtes
sur le cheptel porcin effectuées par les États
membres ⁽¹⁾, et notamment son article 2 para-
graphe 2,considérant que le royaume des Pays-Bas a présenté
une demande de remboursement relative à l'enquête
du 1^{er} décembre 1970 ;considérant que cette demande est conforme aux
dispositions du règlement (CEE) n° 645/69 de la
Commission, du 3 avril 1969, concernant les
demandes de remboursement des États membres
relatives aux enquêtes sur le cheptel porcin ⁽²⁾ ;considérant que les résultats de l'enquête et des
conversions ont été communiqués à la Commission,
et qu'ils ont permis de constater que l'enquête a été
effectuée en conformité avec les dispositions des
articles 1^{er} à 5 de la directive du Conseil du 27
mars 1968 ⁽³⁾ ; que, en outre, les statistiques
prévues par l'article 6 et les estimations prévues par
l'article 7 de la directive ont été transmises à la
Commission dans les conditions prévues ;considérant que, dans ces conditions, il apparaît
indiqué que le Fonds, section orientation, prenne en
charge les dépenses exposées pour cette enquête pour
12 430 unités de compte, représentant le tiers du
montant forfaitaire disponible pour la troisième
année d'enquête ;considérant que le Comité du Fonds a été consulté
sur les aspects financiers et notamment sur le
montant des moyens financiers disponibles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

*Article premier*Le concours du Fonds européen d'orientation et de
garantie agricole, section orientation, aux frais
entraînés par l'enquête sur le cheptel porcin effectuée
le 1^{er} décembre 1970 par le royaume des Pays-Bas
est fixé à un montant de 12 430 unités de compte.*Article 2*Le royaume des Pays-Bas est destinataire de la
présente décision.

Fait à Bruxelles, le 14 juin 1971.

*Par la Commission**Le président*

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 4.⁽²⁾ JO n° L 83 du 4. 4. 1969, p. 19.⁽³⁾ JO n° L 76 du 28. 3. 1968, p. 13.

PREMIÈRE DIRECTIVE DE LA COMMISSION**du 15 juin 1971****portant fixation de méthodes d'analyse communautaire pour le contrôle officiel des aliments des animaux**

(71/250/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu la directive du Conseil, du 20 juillet 1970, concernant l'introduction de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle officiel des aliments des animaux ⁽¹⁾, et notamment son article 2,

considérant que la directive susvisée prévoit que les contrôles officiels des aliments des animaux, pour constater si les conditions prescrites en vertu des dispositions législatives, réglementaires et administratives concernant la qualité et la composition des aliments des animaux, sont respectées et sont effectuées selon des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse communautaires ;

considérant qu'il convient d'établir le plus rapidement possible toutes les méthodes d'analyse nécessaires, et que la fixation des méthodes de dosage de l'acide cyanhydrique, du calcium, des carbonates, des cendres brutes, des cendres insolubles dans HCl, du chlore des chlorures, de l'essence de moutarde, du lactose, du potassium, du sodium, des sucres, de la théobromine et de l'urée, la détermination des alcaloïdes des lupins ainsi que l'activité uréasique des produits de soja constituent une première étape ;

considérant que les mesures prévues dans la présente directive sont conformes à l'avis du Comité permanent des aliments des animaux,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE :

Article premier

Les États membres prescrivent que les analyses pour les contrôles officiels des aliments des animaux en ce qui concerne leurs teneurs en acide cyanhydrique, calcium, carbonates, cendres brutes, cendres insolubles dans HCl, chlore des chlorures, essence de moutarde, lactose, potassium, sodium, sucres, théobromine et urée, la détermination des alcaloïdes des lupins ainsi que l'activité uréasique des produits de soja sont effectuées selon les méthodes décrites à l'annexe de la présente directive.

Article 2

Les États membres mettent en vigueur, le 1^{er} juillet 1972 au plus tard, les dispositions législatives, réglementaires ou administratives nécessaires pour se conformer aux dispositions de la présente directive. Ils en informent immédiatement la Commission.

Article 3

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 15 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO n° L 170 du 3. 8. 1970, p. 2.

ANNEXE

MÉTHODES D'ANALYSE DES COMPOSANTS DES ALIMENTS DES ANIMAUX

1. INTRODUCTION

Les méthodes d'analyse des composants des aliments des animaux sont applicables, en général, à tous les aliments simples et composés. Toutefois, certains aliments requièrent, en raison de particularités inhérentes à leur composition, des modalités analytiques qui leur sont propres. Ces cas sont prévus en « observations » dans la description des méthodes.

Lorsque deux ou plusieurs méthodes sont indiquées pour la détermination d'un même composant d'un aliment, le choix de la méthode à appliquer est, sauf indication contraire, laissé au laboratoire de contrôle; toutefois, la méthode utilisée doit être indiquée sur le bulletin d'analyse.

Préparation de l'échantillon à analyser

L'analyse chimique doit *nécessairement* se faire sur un *échantillon homogène*. Par contre, certaines déterminations macroscopiques ou microscopiques ainsi que la détermination de l'humidité doivent pouvoir être faites sur l'échantillon dans l'état où il parvient au laboratoire. Pour tenir compte de cette double exigence, *on partage l'échantillon en deux parties. L'une d'elles est taillée en l'état; l'autre est préparée comme suit en vue de l'analyse chimique.*

Diviser l'échantillon soit à l'aide d'un appareil mécanique, soit à la main, après en avoir mélangé soigneusement la totalité sur une surface propre et sèche. Dans ce dernier cas, il est indiqué d'appliquer la méthode des quartiers qui consiste à effectuer successivement des prélèvements dans deux secteurs opposés. Pour terminer, prélever en vue de l'analyse une portion de 100 g environ et broyer, si nécessaire, pour faire passer la totalité par un tamis à mailles rondes de 1 mm de diamètre. Introduire immédiatement cet échantillon dans un récipient sec muni d'une fermeture étanche à l'air et obturer.

Si l'échantillon est très humide, il est nécessaire de procéder à une prédessiccation, afin de ramener la teneur en humidité à une valeur comprise entre 8 et 12 pour cent. A cet effet, dessécher l'échantillon à une température appropriée durant un temps suffisant.

Réactifs et appareillage

Dans la description des méthodes d'analyse, seuls les instruments ou appareils spéciaux ou requérant des normes particulières sont indiqués. Il est apparu superflu de mentionner tous les appareils ou ustensiles faisant partie de l'instrumentation courante des laboratoires de contrôle. Par ailleurs, lorsqu'il est fait mention *d'eau* pour les dilutions ou les lavages, il s'agit toujours *d'eau distillée*. De même, lorsqu'il est fait mention d'une *solution*, sans autre indication, d'un réactif, il s'agit d'une *solution dans l'eau distillée*.

Expression des résultats

Le résultat mentionné sur le bulletin d'analyse est la valeur moyenne obtenue à partir de deux déterminations au moins. Sauf dispositions particulières, il est exprimé en pour cent de l'échantillon original, tel qu'il est parvenu au laboratoire. Le résultat ne doit pas comporter plus de chiffres significatifs que ne le permet la précision de la méthode d'analyse.

2. DOSAGE DE L'ACIDE CYANHYDRIQUE

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en acide cyanhydrique libre et combiné sous forme de glucosides des aliments des animaux et, notamment, des produits de graines de lin, de farine de manioc et de certaines espèces de haricots.

2. Principe

L'échantillon est mis en suspension dans l'eau. L'acide cyanhydrique est libéré sous l'action de ferments, entraîné par distillation à la vapeur d'eau et recueilli dans un volume déterminé de solution de nitrate d'argent acidifiée. Le cyanure d'argent est séparé par filtration et l'excès de nitrate d'argent est titré par une solution de thiocyanate d'ammonium.

3. Réactifs

- 3.1. Suspension d'amandes douces : broyer 20 amandes douces mondées dans 100 ml d'eau à 37 à 40 °C. Vérifier l'absence d'acide cyanhydrique sur 10 ml de la suspension, à l'aide d'un papier micro-sodé ou en effectuant un essai à blanc comme indiqué en 5 dernier paragraphe.
- 3.2. Solution à 10 pour cent (p/v) d'acétate de sodium, neutre à la phénolphthaléine.
- 3.3. Émulsion d'antimousse (silicone, par ex.).
- 3.4. Acide nitrique, d : 1,40.
- 3.5. Solution de nitrate d'argent : 0,02 N.
- 3.6. Solution de thiocyanate d'ammonium : 0,02 N.
- 3.7. Solution saturée de sulfate d'ammonium ferrique.
- 3.8. Ammoniaque, d : 0,958.

4. Appareillage

- 4.1. Étuve munie d'un thermostat réglé à 38 °C.
- 4.2. Appareil de distillation par entraînement à la vapeur d'eau muni d'un réfrigérant avec rallonge courbée.
- 4.3. Ballons à fond plat de 1 000 ml, à bouchon rodé.
- 4.4. Bain d'huile.
- 4.5. Burette graduée à 1/20 ml.

5. Mode opératoire

Peser, à 5 mg près, 20 g de l'échantillon, les introduire dans un ballon de 1 l à fond plat et ajouter 50 ml d'eau et 10 ml de suspension d'amandes douces (3.1). Boucher le ballon et le maintenir pendant seize heures dans l'étuve à 38 °C. Refroidir ensuite à la température ambiante et ajouter 80 ml d'eau, 10 ml de solution d'acétate de sodium (3.2) et une goutte d'émulsion antimousse (3.3).

Relier le ballon à l'appareil de distillation à la vapeur et le placer dans un bain d'huile préalablement portée à une température légèrement supérieure à 100 °C. Distiller 200 à 300 ml de liquide en faisant passer dans le ballon un puissant courant de vapeur et en chauffant doucement le bain d'huile. Recueillir le distillat dans un erlenmeyer placé à l'abri de la lumière et contenant 50 ml exactement de solution de nitrate d'argent 0,02 N (3.5) et 1 ml d'acide nitrique (3.4). Veiller à ce que la rallonge du réfrigérant plonge dans la solution de nitrate d'argent.

Transvaser le contenu de l'erlenmeyer dans un ballon jaugé de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau, agiter et filtrer. Prélever 250 ml du filtrat, ajouter 1 ml environ de solution de sulfate d'ammonium ferrique (3.7) et titrer en retour l'excès de nitrate d'argent par la solution de thiocyanate d'ammonium 0,02 N (3.6) débitée de la burette graduée à 1/20 ml.

Effectuer éventuellement un essai à blanc en appliquant le même mode opératoire à 10 ml de suspension d'amandes douces (3.1), en l'absence d'échantillon à analyser.

6. Calcul des résultats

Si l'essai à blanc indique une consommation de solution de nitrate d'argent 0,02 N, soustraire cette valeur du volume consommé par le distillat de l'échantillon.

1 ml de AgNO_3 0,02 N correspond à 0,54 mg de HCN. Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. Observation

Si l'échantillon contient une quantité importante de sulfures (haricots, par ex.), il se forme un précipité noir de sulfure d'argent qui est filtré avec le dépôt de cyanure d'argent. La formation de ce précipité entraîne une perte de solution de nitrate d'argent 0,02 N dont le volume doit être retranché du volume pris en considération pour le calcul de la teneur en HCN. A cet effet, procéder comme indiqué ci-après.

Traiter le dépôt retenu sur le filtre par 50 ml d'ammoniaque (3.8) pour dissoudre le cyanure d'argent. Laver le résidu par de l'ammoniaque diluée et procéder à la détermination de sa teneur en argent. Convertir la valeur obtenue en ml de solution de nitrate d'argent 0,02 N.

La teneur en HCN de l'échantillon peut également être déterminée par titration du filtrat ammoniacal acidifié par l'acide nitrique.

3. DOSAGE DU CALCIUM**1. Objet et domaine d'application**

La méthode permet de déterminer la teneur en calcium total des aliments des animaux.

2. Principe

L'échantillon est incinéré, les cendres sont traitées par l'acide chlorhydrique et le calcium est précipité sous forme d'oxalate de calcium. Après dissolution du précipité dans l'acide sulfurique, l'acide oxalique formé est titré par une solution de permanganate de potassium.

3. Réactifs

- 3.1. Acide chlorhydrique p.a., d : 1,14
- 3.2. Acide nitrique p.a., d : 1,40
- 3.3. Acide sulfurique p.a., d : 1,13
- 3.4. Ammoniaque p.a., d : 0,98
- 3.5. Solution saturée à froid d'oxalate d'ammonium p.a.
- 3.6. Solution à 30 pour cent (p/v) d'acide citrique p.a.
- 3.7. Solution à 5 pour cent (p/v) de chlorure d'ammonium p.a.
- 3.8. Solution à 0,04 pour cent (p/v) de vert de bromocrésol
- 3.9. Solution de permanganate de potassium 0,1 N

4. Appareillage

- 4.1. Four à moufle électrique, à circulation d'air et thermostat
- 4.2. Creusets à incinération en platine, quartz ou porcelaine
- 4.3. Creusets filtrants en verre, porosité G_4

5. Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, 5 g environ de l'échantillon (ou plus si nécessaire), les calciner à 550 °C et transvaser les cendres dans un bécher de 250 ml. Ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (3.1), 60 ml d'eau et quelques gouttes d'acide nitrique (3.2). Porter à ébullition et maintenir celle-ci pendant trente minutes. Refroidir, transvaser la solution dans un ballon jaugé de 250 ml. Rincer, compléter le volume jusqu'au trait de jauge avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

Prélever à la pipette, selon la teneur présumée en calcium, une quantité aliquote contenant de 10 à 40 mg de calcium et l'introduire dans un bécher de 250 ml. Ajouter 1 ml de solution d'acide citrique (3.6) et 5 ml de solution de chlorure d'ammonium (3.7). Compléter le volume à 100 ml environ avec de l'eau. Porter à ébullition, ajouter 8 à 10 gouttes de solution de vert de bromocrésol (3.8) et 30 ml de solution chaude d'oxalate d'ammonium (3.5). Si un précipité apparaît, dissoudre celui-ci par addition de quelques gouttes d'acide chlorhydrique (3.1).

Neutraliser ensuite très lentement par l'ammoniaque (3.4), en agitant constamment, jusqu'à obtention d'un pH de l'ordre de 4,4 à 4,6 (virage de l'indicateur). Placer le bécher dans un bain d'eau bouillante, maintenir durant trente minutes pour laisser déposer le précipité formé. Retirer le bécher du bain d'eau. Laisser reposer durant une heure et filtrer dans un creuset filtrant G₄.

Laver le bécher et le creuset à l'eau jusqu'à élimination de l'excès d'oxalate d'ammonium (l'absence de chlorure dans les eaux de lavage indique que le lavage a été suffisant).

Dissoudre le précipité sur le filtre par 50 ml d'acide sulfurique (3.3) chaud. Rincer le creuset à l'eau chaude et amener le filtrat à 100 ml environ. Amener la température à 70-80 °C et titrer goutte à goutte par la solution de permanganate de potassium (3.9) jusqu'à obtention d'une coloration rose persistant pendant 1 minute.

6. Calcul des résultats

1 ml de permanganate de potassium 0,1 N correspond à 2,004 mg de calcium. Exprimer le résultat obtenu en pour cent de l'échantillon.

7. Observations

7.1. Pour les très faibles teneurs en calcium, procéder comme indiqué ci-après. Filtrer le précipité d'oxalate de calcium sur un papier filtre sans cendres. Après lavage, sécher le filtre et le calciner à 550 °C dans un creuset en platine. Reprendre le résidu par quelques gouttes d'acide sulfurique (3.3), évaporer à sec, calciner à nouveau à 550 °C et peser. Si p représente le poids de sulfate de calcium obtenu, la teneur en calcium de la quantité aliquote prélevée = $p \times 0,2944$.

7.2. Si l'échantillon est constitué uniquement de matières minérales, procéder à la dissolution par l'acide chlorhydrique sans incinération préalable. Pour les produits tels que les phosphates aluminocalciques, difficiles à dissoudre dans les acides, procéder comme suit à une fusion alcaline avant la dissolution. Mélanger intimement dans un creuset de platine la prise d'essai avec environ 5 fois son poids d'un mélange, en parties égales, de carbonate de potassium et de carbonate de sodium. Chauffer avec précaution jusqu'à fusion complète du mélange. Après refroidissement, dissoudre par l'acide chlorhydrique.

7.3. Si la teneur en magnésium de l'échantillon est élevée, procéder à une seconde précipitation de l'oxalate de calcium.

4. DOSAGE DES CARBONATES

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet de doser les carbonates, conventionnellement exprimés en carbonate de calcium, dans la plupart des aliments des animaux. Dans certains cas cependant (carbonate de fer, par exemple), il faut utiliser une méthode particulière.

2. **Principe**

Les carbonates sont décomposés par l'acide chlorhydrique ; le gaz carbonique libéré est recueilli dans un tube gradué et son volume est comparé à celui dégagé, dans les mêmes conditions, par une quantité connue de carbonate de calcium p.a.

3. **Réactifs**

3.1. Acide chlorhydrique, d : 1,10.

3.2. Carbonate de calcium p.a.

3.3. Acide sulfurique 0,1 N environ, coloré par du rouge de méthyle.

4. **Appareillage**

Appareil selon Scheibler-Dietrich (v. schéma) ou appareil équivalent.

5. **Mode opératoire**

Selon la teneur en carbonates de l'échantillon, peser une prise d'essai comme indiqué ci-après :

0,5 g pour les produits contenant de 50 à 100 pour cent de carbonates, exprimés en carbonate de calcium ;

1 g pour les produits contenant de 10 à 50 pour cent de carbonates, exprimés en carbonate de calcium ;

2 g à 3 g pour les autres produits.

Introduire la prise d'essai dans le flacon spécial (4) de l'appareil, muni d'un petit tube en matière incassable contenant 10 ml d'acide chlorhydrique (3.1), et raccorder le flacon à l'appareil. Tourner le robinet à trois voies (5) de façon que le tube (1) communique avec l'extérieur. A l'aide du tube mobile (2), qui est rempli d'acide sulfurique coloré (3.3) et relié au tube gradué (1), amener le niveau du liquide à la graduation zéro. Tourner le robinet (5), de façon à faire communiquer les tubes (1) et (2), et vérifier le niveau zéro.

Laisser couler lentement l'acide chlorhydrique (3.1) sur la prise d'essai en inclinant le flacon (4). Égaliser la pression en abaissant le tube (2). Agiter le flacon (4) jusqu'à cessation complète du dégagement de gaz carbonique.

Rétablir la pression en ramenant le liquide au même niveau dans les tubes (1) et (2). Faire la lecture après *quelques minutes*, lorsque le volume gazeux est devenu constant.

Effectuer dans les mêmes conditions un essai de comparaison sur 0,5 g de carbonate de calcium (3.2).

6. **Calcul des résultats**

La teneur en g de carbonates, exprimés en carbonate de calcium, pour cent d'échantillon est donnée par le rapport :

$$\frac{V \times 100}{T \times 2 P}$$

dans lequel :

V = ml de CO₂ dégagés par la prise d'essai.

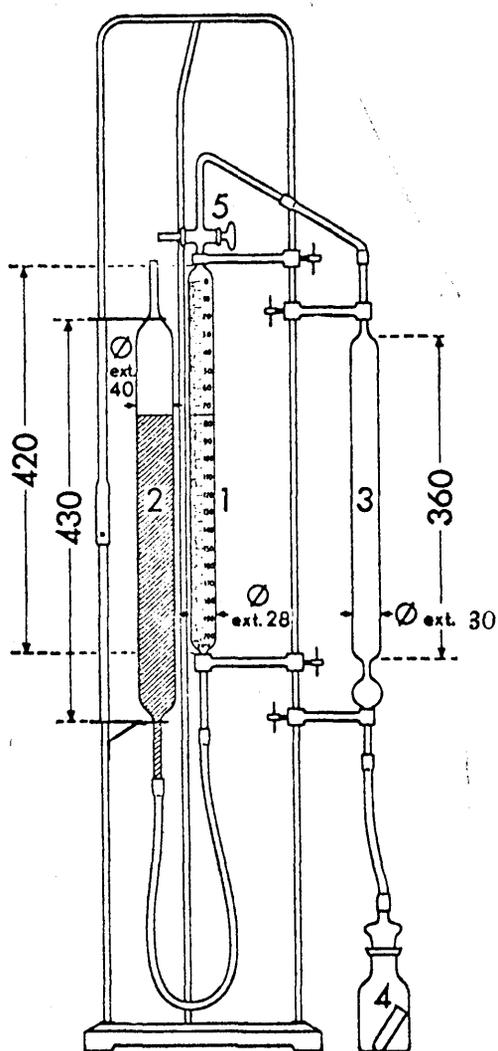
T = ml de CO₂ dégagés par 0,5 g de CaCO₃ p.a.

P = poids de la prise d'essai en g.

7. Observations

- 7.1. Lorsque la prise d'essai est supérieure à 2 g, introduire préalablement 15 ml d'eau distillée dans le flacon (4) et mélanger avant de commencer l'essai. Employer le même volume d'eau pour l'essai de comparaison.
- 7.2. Si l'on utilise un appareil d'un volume différent de celui de Scheibler-Dietrich, il faut y adapter la prise d'essai de l'échantillon et de la substance de comparaison ainsi que le calcul des résultats.

APPAREIL D'APRÈS SCHEIBLER-DIETRICH POUR DOSAGE DU CO₂



Échelle : 1/8

(Mesures en mm)

5. DOSAGE DES CENDRES BRUTES

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en cendres brutes des aliments des animaux.

2. Principe

L'échantillon est incinéré à 550 °C ; le résidu est pesé.

3. Réactifs

Solution à 20 pour cent (p/v) de nitrate d'ammonium.

4. Appareillage

4.1. Plaque chauffante.

4.2. Four à moufle électrique, avec thermostat.

4.3. Creusets à incinération en platine ou en alliage de platine et or (10 pour cent Pt, 90 pour cent Au), rectangulaires (60 × 40 × 25 mm) ou ronds (diamètre : 60 à 75 mm, hauteur : 20 à 25 mm).

5. Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, 5 g environ de l'échantillon (2,5 g pour les produits ayant tendance à gonfler) dans un creuset à incinération préalablement calciné et taré. Placer le creuset sur la plaque chauffante et chauffer progressivement jusqu'à carbonisation de la matière. Introduire le creuset dans le four à moufle réglé à 550 °C ± 5 °C. Maintenir à cette température jusqu'à obtention de cendres blanches, gris clair ou rougeâtres, apparemment dépourvues de particules charbonneuses. Placer le creuset dans un dessiccateur, laisser refroidir et peser immédiatement.

6. Calcul des résultats

Calculer le poids du résidu en déduisant la tare.

Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. Observations

7.1. Les cendres des *matières difficiles à incinérer* doivent être soumises à une première incinération de trois heures au moins, refroidies et additionnées de quelques gouttes d'une solution à 20 pour cent de nitrate d'ammonium (prudemment, pour éviter la dispersion ou le collage des cendres). Poursuivre la calcination après dessiccation à l'étuve.

Répéter éventuellement l'opération jusqu'à incinération complète.

7.2. Pour les matières qui résistent au traitement indiqué en 7.1, opérer comme suit. Après une incinération de trois heures, reprendre les cendres par de l'eau chaude et filtrer sur un petit filtre sans cendres. Incinérer le filtre et son contenu dans le creuset initial. Amener le filtrat dans le creuset refroidi, évaporer à sec, incinérer et peser.

7.3. Dans le cas des *huiles et des graisses*, peser avec exactitude une prise d'essai de l'ordre de 25 g dans un creuset de capacité appropriée. Carboniser en enflammant la matière au moyen d'une mèche de papier filtre sans cendres. Après combustion, humecter par le minimum nécessaire d'eau. Sécher et incinérer comme indiqué en 5.

6. DOSAGE DES CENDRES INSOLUBLES DANS L'ACIDE CHLORHYDRIQUE

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en matières minérales insolubles dans l'acide chlorhydrique des aliments des animaux. Deux procédés sont prévus en fonction de la nature de l'échantillon.

- 1.1. *Procédé A* : applicable aux aliments organiques simples et à la plupart des aliments composés ;
- 1.2. *Procédé B* : applicable aux composés et mélanges minéraux ainsi qu'aux aliments composés dont la teneur en insoluble chlorhydrique, déterminée selon le procédé A, est supérieure à 1 pour cent.

2. Principe

- 2.1. *Procédé A* : l'échantillon est incinéré, les cendres sont traitées à ébullition par l'acide chlorhydrique et le résidu insoluble est filtré et pesé.
- 2.2. *Procédé B* : l'échantillon est traité par l'acide chlorhydrique. La solution est filtrée, le résidu est incinéré et les cendres obtenues sont traitées comme dans le procédé A.

3. Réactifs

- 3.1. Acide chlorhydrique 3 N.
- 3.2. Solution à 20 pour cent (p/v) d'acide trichloracétique.
- 3.3. Solution à 1 pour cent (p/v) d'acide trichloracétique.

4. Appareillage

- 4.1. Plaque chauffante.
- 4.2. Four à moufle électrique, avec thermostat.
- 4.3. Creusets à incinération en platine ou en alliage de platine et or (10 pour cent Pt, 90 pour cent Au), rectangulaires (60 × 40 × 25 mm) ou ronds (diamètre : 60 à 75 mm, hauteur : 20 à 25 mm).

5. Mode opératoire

5.1. *Procédé A*

Incinérer la prise d'essai selon le mode opératoire décrit pour le dosage des cendres brutes. On peut également utiliser les cendres obtenues lors de ce dosage.

Introduire les cendres dans un bécher de 250 à 400 ml à l'aide de 75 ml d'acide chlorhydrique 3 N (3.1). Porter prudemment le liquide à ébullition douce et maintenir celle-ci pendant quinze minutes. Filtrer la solution chaude sur un papier filtre sans cendres et laver le résidu avec de l'eau chaude jusqu'à disparition de réaction acide. Sécher le filtre contenant le résidu et incinérer dans un creuset taré à une température de 550 °C au moins et de 700 °C au plus. Refroidir en dessiccateur et peser.

5.2. *Procédé B*

Peser, à 1 mg près, 5 g de l'échantillon et les introduire dans un bécher de 250 à 400 ml. Ajouter successivement 25 ml d'eau et 25 ml d'acide chlorhydrique 3 N (3.1), mélanger et attendre la fin de l'effervescence. Ajouter encore 50 ml d'acide chlorhydrique 3 N (3.1). Attendre la fin d'un éventuel dégagement gazeux, placer ensuite le bécher dans un bain d'eau bouillante et l'y maintenir pendant trente minutes ou plus, si nécessaire, afin d'hydrolyser complètement l'amidon éventuellement présent.

Filtrer à chaud sur filtre sans cendres et laver le filtre à l'aide de 50 ml d'eau chaude (v. observation 7). Placer le filtre contenant le résidu dans un creuset à incinération, sécher et incinérer à une température de 550 °C au moins et 700 °C au plus. Introduire ensuite les cendres dans un bécher de 250 à 400 ml à l'aide de 75 ml d'acide chlorhydrique 3 N (3.1) ; poursuivre comme indiqué en 5.1, deuxième alinéa.

6. Calcul des résultats

Calculer le poids du résidu en déduisant la tare. Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. Observation

Si la filtration s'avère difficile, recommencer le dosage en remplaçant les 50 ml d'acide chlorhydrique 3 N par 50 ml d'acide trichloracétique à 20 pour cent (3.2) et en lavant le filtre à l'aide d'une solution chaude d'acide trichloracétique à 1 pour cent (3.3).

7. DOSAGE DU CHLORE DES CHLORURES

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de doser le chlore des chlorures solubles dans l'eau, conventionnellement exprimé en chlorure de sodium. Elle est applicable à tous les aliments des animaux.

2. Principe

Les chlorures sont mis en solution dans l'eau. Si le produit contient des matières organiques, on procède à une défécation. La solution est légèrement acidifiée par l'acide nitrique et les chlorures sont précipités sous forme de chlorure d'argent à l'aide d'une solution de nitrate d'argent. L'excès de nitrate d'argent est titré par une solution de thiocyanate d'ammonium, selon la méthode de Volhard.

3. Réactifs

- 3.1. Solution de thiocyanate d'ammonium 0,1 N.
- 3.2. Solution de nitrate d'argent 0,1 N.
- 3.3. Solution saturée de sulfate d'ammonium ferrique.
- 3.4. Acide nitrique, d : 1,38
- 3.5. Éther diéthylique p.a.
- 3.6. Acétone p.a.
- 3.7. Solution de Carrez I : dissoudre dans l'eau 24 g d'acétate de zinc, $Zn (CH_3COO)_2 \cdot 2 H_2O$ et 3 g d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.8. Solution de Carrez II : dissoudre dans l'eau 10,6 g de ferrocyanure de potassium $K_4 [Fe (CN)_6] \cdot 3 H_2O$. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.9. Charbon actif p.a., exempt de chlorures et n'en adsorbant pas.

4. Appareillage

Mélangeur (culbuteur) : environ 35 à 40 retournements par minute.

5. Mode opératoire

5.1. Préparation de la solution

Selon la nature de l'échantillon, préparer une solution comme indiqué en 5.1.1, 5.1.2 ou 5.1.3.

Effectuer, en parallèle, un essai à blanc exempt d'échantillon à analyser.

5.1.1. Échantillons exempts de matière organique

Peser, à 1 mg près, une prise d'essai (pas plus de 10 g), ne contenant pas plus de 3 g de chlore sous forme de chlorures et l'introduire dans un flacon jaugé de 500 ml avec 400 ml d'eau à 20 °C environ. Mélanger durant trente minutes dans le culbuteur, compléter au volume, homogénéiser et filtrer.

5.1.2. Échantillons contenant des matières organiques, à l'exception des produits mentionnés en 5.1.3

Peser, à 1 mg près, 5 g environ de l'échantillon et les introduire avec 1 g de charbon actif dans un flacon jaugé de 500 ml. Ajouter 400 ml d'eau à 20 °C environ et 5 ml de solution de Carrez I (3.7), agiter et ajouter ensuite 5 ml de solution de Carrez II (3.8). Mélanger durant trente minutes dans le culbuteur, compléter au volume, homogénéiser et filtrer.

5.1.3. Aliments cuits, tourteaux et farine de lin, produits riches en farine de lin et aux autres produits riches en mucilages ou en substances colloïdales (par ex. amidon dextriné)

Préparer la solution comme indiqué en 5.1.2 mais ne pas filtrer. Décantier (si nécessaire, centrifuger), prélever 100 ml du liquide surnageant et les introduire dans un ballon jaugé de 200 ml. Mélanger avec de l'acétone (3.6) et compléter au volume avec ce solvant, homogénéiser et filtrer.

5.2. Titration

Introduire à la pipette dans un erlenmeyer 25 à 100 ml du filtrat (selon la teneur présumée en chlore) obtenu en 5.1.1, 5.1.2 ou 5.1.3. La portion aliquote ne doit pas contenir plus de 150 mg de chlore (Cl). Diluer, si nécessaire, à 50 ml au moins avec de l'eau, ajouter 5 ml d'acide nitrique (3.4), 20 ml de solution saturée de sulfate d'ammonium ferrique (3.3) et 2 gouttes de solution de thiocyanate d'ammonium (3.1) débitées à l'aide d'une burette remplie jusqu'au trait de jauge zéro. Débiter ensuite à l'aide d'une burette la solution de nitrate d'argent (3.2) de façon à obtenir un excès de 5 ml. Ajouter 5 ml d'éther diéthylique (3.5) et agiter fortement pour rassembler le précipité.

Titre l'excès de nitrate d'argent par la solution de thiocyanate d'ammonium (3.1) jusqu'à ce que le virage au rouge-brun persiste pendant une minute.

6. Calcul des résultats

La quantité de chlore (p) exprimée en chlorure de sodium, présente dans le volume de filtrat prélevé pour la titration, est donnée par la formule suivante :

$$p = 5,845 (V_1 - V_2) \text{ mg}$$

dans laquelle : V_1 = ml de solution de nitrate d'argent 0,1 N ajoutés

V_2 = ml de solution de thiocyanate d'ammonium 0,1 N utilisés lors de la titration.

Si l'essai à blanc indique une consommation de solution de nitrate d'argent 0,1 N, retrancher cette valeur du volume ($V_1 - V_2$).

Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. Observations

7.1. La titration peut également se faire par potentiométrie ;

7.2. Pour les produits très riches en matières grasses, procéder à un dégraissage préalable par l'éther diéthylique ou l'éther de pétrole ;

7.3. Pour les farines de poisson, la titration peut être effectuée par la méthode de Mohr.

8. DOSAGE DE L'ESSENCE DE MOUTARDE

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en essence de moutarde entraînable par la vapeur d'eau, exprimée en isothiocyanate d'allyle, des tourteaux des espèces *Brassica* et *Sinapis* et des aliments composés qui en contiennent.

2. Principe

L'échantillon est mis en suspension dans l'eau. Les essences de moutarde sont libérées sous l'action de ferments, entraînées par distillation en présence d'éthanol et recueillies dans l'ammoniaque diluée. La solution est traitée à chaud par un volume déterminé de solution de nitrate d'argent, refroidie et filtrée. L'excès de nitrate d'argent est titré par une solution de thiocyanate d'ammonium.

3. Réactifs

- 3.1. Moutarde blanche (*Sinapis alba*).
- 3.2. Éthanol, 95 à 96 pour cent (v/v).
- 3.3. Émulsion d'antimousse (silicone, par ex.).
- 3.4. Ammoniaque, d : 0,958.
- 3.5. Solution de nitrate d'argent 0,1 N.
- 3.6. Solution de thiocyanate d'ammonium 0,1 N.
- 3.7. Acide nitrique, d : 1,40.
- 3.8. Solution saturée de sulfate d'ammonium ferrique.

4. Appareillage

- 4.1. Ballons de 500 ml, à fond plat et bouchon rodé.
- 4.2. Appareil à distiller muni d'un réfrigérant et d'un dispositif permettant d'éviter l'entraînement de gouttelettes.

5. Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, 10 g de l'échantillon, les introduire dans un ballon de 500 ml à fond plat et ajouter 2 g de moutarde blanche finement broyée (source de ferment) (3.1) et 200 ml d'eau à 20 °C. Boucher le ballon et le maintenir pendant deux heures environ à 20 °C en agitant fréquemment. Ajouter ensuite 40 ml d'éthanol (3.2) et une goutte d'émulsion antimousse (3.3). Distiller 150 ml environ et recueillir le distillat dans un ballon jaugé de 250 ml contenant 20 ml d'ammoniaque (3.4), en veillant à ce que l'extrémité du réfrigérant plonge dans le liquide. Ajouter à la solution ammoniacale 50 ml de solution de nitrate d'argent 0,1 N (3.5) (ou plus si nécessaire), surmonter le ballon jaugé d'un petit entonnoir et chauffer le mélange pendant une heure sur un bain d'eau bouillante. Laisser refroidir, compléter au volume avec de l'eau, agiter et filtrer. Prélever 100 ml du filtrat limpide, ajouter 5 ml d'acide nitrique (3.7) et 5 ml environ de solution de sulfate d'ammonium ferrique (3.8). Titrer en retour l'excès de nitrate d'argent par la solution de thiocyanate d'ammonium 0,1 N (3.6).

Effectuer *un essai à blanc* en appliquant le même mode opératoire à 2 g de moutarde blanche finement broyée, en l'absence d'échantillon à analyser.

6. Calcul des résultats

Soustraire le volume de solution de nitrate d'argent 0,1 N consommé dans l'essai à blanc de celui consommé par la solution de l'échantillon. La valeur obtenue donne le nombre de ml de solution de nitrate d'argent 0,1 N consommés par l'essence de moutarde de la prise d'échantillon. 1 ml de AgNO_3 0,1 N correspond à 4,956 mg d'isothiocyanate d'allyle. Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

9. DOSAGE DU LACTOSE

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en lactose des aliments qui en contiennent plus de 0,5 pour cent.

2. Principe

Les sucres sont dissous dans l'eau. La solution est soumise à la fermentation par la levure *Saccharomyces cerevisiae* qui laisse le lactose intact. Après défécation et filtration, la teneur en lactose du filtrat est déterminée par la méthode Luff-Schoorl.

3. Réactifs

3.1. Suspension de *Saccharomyces cerevisiae* : Mettre en suspension 25 g de levure fraîche dans 100 ml d'eau. La suspension se conserve une semaine au maximum en réfrigérateur.

3.2. Solution de Carrez I :

Dissoudre dans l'eau 24 g d'acétate de zinc $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ et 3 g d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

3.3. Solution de Carrez II : Dissoudre dans l'eau 10,6 g de ferrocyanure de potassium $K_4[Fe(CN_6)] \cdot 3H_2O$. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

3.4. Réactif selon Luff-Schoorl :

Verser, tout en agitant prudemment, la solution d'acide citrique (3.4.2) dans la solution de carbonate de sodium (3.4.3). Ajouter ensuite la solution de sulfate de cuivre (3.4.1) et compléter à 1 l avec de l'eau. Laisser reposer une nuit et filtrer. Contrôler la normalité du réactif ainsi obtenu (Cu 0,1 N ; Na_2CO_3 2 N). Le pH de la solution doit être de 9,4 environ.

3.4.1. Solution de sulfate de cuivre : Dissoudre 25 g de sulfate de cuivre p.a. $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, exempt de fer, dans 100 ml d'eau.

3.4.2. Solution d'acide citrique :

Dissoudre 50 g d'acide citrique p.a. $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ dans 50 ml d'eau.

3.4.3. Solution de carbonate de sodium : Dissoudre 143,8 g de carbonate de sodium anhydre p.a. dans 300 ml environ d'eau chaude. Laisser refroidir.

3.5. Granulés de pierre ponce bouillis dans l'acide chlorhydrique, lavés à l'eau et séchés.

3.6. Solution à 30 pour cent (p/v) d'iodure de potassium.

3.7. Acide sulfurique 6 N.

3.8. Solution de thiosulfate de sodium 0,1 N.

3.9. Solution d'amidon : Ajouter un mélange de 5 g d'amidon soluble dans 30 ml d'eau à 1 l d'eau bouillante. Faire bouillir durant trois minutes, laisser refroidir, ajouter éventuellement 10 mg d'iodure mercurique comme agent conservateur.

4. Appareillage

Bain d'eau muni d'un thermostat, réglé de 38 à 40 °C.

5. Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, 1 g de l'échantillon et introduire cette prise d'essai dans un ballon jaugé de 100 ml. Ajouter 25 à 30 ml d'eau. Placer le ballon pendant trente minutes dans un bain d'eau bouillante et refroidir ensuite à 35 °C environ. Ajouter 5 ml de suspension de levure (3.1) et homogénéiser. Laisser reposer le ballon durant deux heures dans un bain d'eau, à la température de 38 à 40 °C. Refroidir ensuite jusqu'à 20 °C environ.

Ajouter 2,5 ml de solution de Carrez I (3.2) et agiter pendant trente secondes ; ajouter ensuite 2,5 ml de solution de Carrez II (3.3) et agiter à nouveau pendant trente secondes. Compléter à 100 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer. Prélever à la pipette une quantité de filtrat n'excédant pas 25 ml et contenant de préférence 40 à 80 mg de lactose et introduire celle-ci dans un erlenmeyer de 300 ml. Si nécessaire, compléter à 25 ml avec de l'eau.

Procéder de la même façon à *un essai à blanc* avec 5 ml de suspension de levure (3.1).

Déterminer comme suit la teneur en lactose selon Luff-Schoorl. Ajouter 25 ml exactement du réactif selon Luff-Schoorl (3.4) et deux granulés de pierre ponce (3.5). Chauffer, en agitant à la main, sur une flamme libre de hauteur moyenne et porter le liquide à ébullition en deux minutes environ. Placer immédiatement l'erlenmeyer sur une toile métallique pourvue d'un écran d'amiante muni d'un trou de 6 cm environ de diamètre, sous laquelle on a préalablement allumé une flamme. Celle-ci est réglée de façon que seul le fond de l'erlenmeyer soit chauffé. Adapter ensuite un réfrigérant à reflux sur l'erlenmeyer. A partir de ce moment, faire bouillir pendant dix minutes exactement. Refroidir immédiatement dans l'eau froide et après cinq minutes environ, titrer comme suit :

Ajouter 10 ml de solution d'iodure de potassium (3.6) et, immédiatement après et avec prudence (en raison du risque de formation d'une mousse abondante), 25 ml d'acide sulfurique 6 N (3.7). Titrer ensuite avec la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N (3.8) jusqu'à apparition d'une coloration jaune terne, ajouter l'indicateur à l'amidon (3.9) et achever la titration.

Effectuer la même titration sur un mélange exactement mesuré de 25 ml de réactif selon Luff-Schoorl (3.4) et 25 ml d'eau, après avoir ajouté 10 ml de solution d'iodure de potassium (3.6) et 25 ml d'acide sulfurique 6 N (3.7), sans porter à ébullition.

6. Calcul des résultats

Établir à l'aide de la table annexée la quantité de lactose en mg correspondant à la différence entre les résultats des deux titrations, exprimés en ml de thiosulfate de sodium, 0,1 N.

Exprimer le résultat en parts de lactose anhydre pour cent de l'échantillon.

7. Observation

Pour les produits contenant plus de 40 pour cent de sucres fermentescibles, utiliser plus de 5 ml de suspension de levure (3.1).

Table des valeurs pour 25 ml de réactif selon Luff-Schoorl

ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N, deux minutes de chauffage, dix minutes d'ébullition

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N	Glucose, fructose, sucres invertis $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$		Lactose $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$		Maltose $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$		$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
	ml	mg	différence	mg	différence	mg	
1	2,4	2,4	3,6	3,7	3,9	3,9	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	7,8	3,9	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	11,7	3,9	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	15,6	4,0	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	19,6	3,9	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	23,5	4,0	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	27,5	4,0	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	31,5	4,0	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	35,5	4,0	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	39,5	4,0	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	43,5	4,0	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	47,5	4,1	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	51,6	4,1	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	55,7	4,1	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	59,8	4,1	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	63,9	4,1	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	68,0	4,2	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	72,2	4,3	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	76,5	4,4	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	80,9	4,5	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	85,4	4,6	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	90,0	4,6	22
23	62,2	3,1	88,0		94,6		23

10. DOSAGE DU POTASSIUM

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet de déterminer la teneur en potassium des aliments des animaux.

2. **Principe**

L'échantillon est incinéré et les cendres sont mises en solution dans l'acide chlorhydrique. La teneur en potassium de la solution est déterminée par photométrie de flamme en présence de chlorure de césium et de nitrate d'aluminium. L'addition de ces substances élimine, dans une large mesure, l'interférence d'éléments perturbateurs.

3. **Réactifs**

- 3.1. Acide chlorhydrique p.a., d : 1,12.
- 3.2. Chlorure de césium, p.a.
- 3.3. Nitrate d'aluminium $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$, chimiquement pur.
- 3.4. Chlorure de potassium p.a., anhydre.
- 3.5. Solution tampon : dissoudre dans l'eau 50 g de chlorure de césium (3.2) et 250 g de nitrate d'aluminium (3.3), compléter à 1 l avec de l'eau et homogénéiser. Conserver en flacons de matière plastique.
- 3.6. Solution étalon de potassium : dissoudre dans l'eau 1,907 g de chlorure de potassium (3.4), en ajoutant 5 ml d'acide chlorhydrique (3.1), compléter à 1 l avec de l'eau et homogénéiser. Conserver en flacons de matière plastique. 1 ml de cette solution contient 1,00 mg de potassium.

4. **Appareillage**

- 4.1. Creusets à incinération en platine, quartz ou porcelaine, éventuellement munis de couvercles.
- 4.2. Four à moufle électrique, avec thermostat.
- 4.3. Photomètre de flamme.

5. **Mode opératoire**5.1. *Analyse de l'échantillon*

Peser, en règle générale, 10 g de l'échantillon, à 10 mg près, dans un creuset à incinération et incinérer la substance à 450 °C durant trois heures. Après refroidissement, transvaser quantitativement le résidu d'incinération à l'aide de 250 à 300 ml d'eau, puis de 50 ml d'acide chlorhydrique (3.1) dans un ballon jaugé de 500 ml. Après cessation du dégagement éventuel de gaz carbonique, chauffer la solution et la maintenir durant deux heures à une température voisine de 90 °C, en agitant de temps en temps. Laisser refroidir à la température ambiante, porter au trait de jauge avec de l'eau, agiter et filtrer. Introduire dans un ballon jaugé de 100 ml une partie aliquote du filtrat contenant au maximum 1,0 mg de potassium, ajouter 10,0 ml de solution tampon (3.5), porter au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. En présence de plus fortes teneurs en potassium, diluer la solution à analyser dans des proportions adéquates, avant l'addition de la solution tampon. Le tableau ci-après est donné à titre indicatif pour une prise d'essai de 10 g environ.

Teneur présumée de l'échantillon en potassium (% K)	Facteur de dilution	Partie aliquote en ml de la solution
jusqu'à 0,1	—	50
0,1 à 0,5	—	10
0,5 à 1,0	—	5
1,0 à 5,0	1 : 10	10
5,0 à 10,0	1 : 10	5
10,0 à 20,0	1 : 20	5

Effectuer la mesure par photométrie de flamme à la longueur d'onde de 768 nm.
Calculer le résultat à l'aide de la courbe d'étalonnage.

5.2. Courbe d'étalonnage

Introduire 10 ml exactement de la solution étalon (3.6) dans un ballon jaugé de 250 ml, porter au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Introduire dans des ballons jaugés de 100 ml exactement 5, 10, 15, 20 et 25 ml de cette solution, correspondant respectivement à des quantités de potassium de 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 et 1,0 mg. Compléter la série par un ballon témoin exempt de solution étalon. Ajouter dans chaque ballon 10,0 ml de solution tampon (3.5), porter au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Effectuer les mesures comme indiqué en 5.1. Le tracé de la courbe d'étalonnage est en général linéaire jusqu'à une concentration en potassium de 1 mg dans 100 ml de solution.

6. Calcul des résultats

Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. Observation

L'adjonction de solution tampon (3.5) pour éliminer l'interférence d'éléments perturbateurs n'est pas toujours nécessaire.

11. DOSAGE DU SODIUM

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en sodium des aliments des animaux.

2. Principe

L'échantillon est incinéré et les cendres sont mises en solution dans l'acide chlorhydrique. La teneur en sodium de la solution est déterminée par photométrie de flamme en présence de chlorure de césium et de nitrate d'aluminium. L'addition de ces substances élimine, dans une large mesure, l'interférence d'éléments perturbateurs.

3. Réactifs

- 3.1. Acide chlorhydrique p.a., d : 1,12
- 3.2. Chlorure de césium, p.a.
- 3.3. Nitrate d'aluminium $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$, chimiquement pur
- 3.4. Chlorure de sodium p.a., anhydre
- 3.5. Solution tampon : dissoudre dans l'eau 50 g de chlorure de césium (3.2) et 250 g de nitrate d'aluminium (3.3), compléter à 1 l avec de l'eau et homogénéiser. Conserver en flacons de matière plastique.
- 3.6. Solution étalon de sodium: dissoudre dans l'eau 2,542 g de chlorure de sodium (3.4) en ajoutant 5 ml d'acide chlorhydrique (3.1), compléter à 1 l avec de l'eau et homogénéiser. Conserver en flacons de matière plastique. 1 ml de cette solution contient 1,00 mg de sodium.

4. Appareillage

- 4.1. Creusets à incinération en platine, quartz ou porcelaine, éventuellement munis de couvercles.
- 4.2. Four à moufle électrique, avec thermostat.
- 4.3. Photomètre de flamme.

5. Mode opératoire

5.1. Analyse de l'échantillon

Peser, en règle générale, 10 g de l'échantillon à 10 mg près dans un creuset à incinération et incinérer la substance à 450 °C durant trois heures. Éviter la surchauffe (inflammation). Après refroidissement, transvaser quantitativement le résidu d'incinération à l'aide de 250 à 300 ml d'eau, puis de 50 ml d'acide

chlorhydrique (3.1) dans un ballon jaugé de 500 ml. Après cessation du dégagement éventuel de gaz carbonique, chauffer la solution et la maintenir durant deux heures à une température voisine de 90 °C, en agitant de temps en temps. Laisser refroidir à la température ambiante, porter au trait de jauge avec de l'eau, agiter et filtrer. Introduire dans un ballon jaugé de 100 ml une partie aliquote du filtrat contenant au maximum 1,0 mg de sodium, ajouter 10,0 ml de solution tampon (3.5), porter au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. En présence de plus fortes teneurs en sodium, diluer la solution à analyser dans des proportions adéquates, avant l'addition de la solution tampon. Le tableau ci-après est donné à titre indicatif pour une prise d'essai de 10 g environ.

Teneur présumée de l'échantillon en sodium (% Na)	Facteur de dilution	Partie aliquote en ml de la solution
jusqu'à 0,1	—	50
0,1 à 0,5	—	10
0,5 à 1,0	—	5
1,0 à 5,0	1 : 10	10
5,0 à 10,0	1 : 10	5
10,0 à 20,0	1 : 20	5

Effectuer la mesure par photométrie de flamme à la longueur d'onde de 589 nm.

Calculer le résultat à l'aide de la courbe d'étalonnage.

5.2. Courbe d'étalonnage

Introduire 10 ml exactement de la solution étalon (3.6) dans un ballon jaugé de 250 ml, porter au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Introduire dans des ballons jaugés de 100 ml exactement 5, 10, 15, 20 et 25 ml de cette solution, correspondant respectivement à des quantités de sodium de 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 et 1,0 mg. Compléter la série par un ballon témoin exempt de solution étalon. Ajouter dans chaque ballon 10,0 ml de solution tampon (3.5), porter au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Effectuer les mesures comme indiqué en 5.1. Le tracé de la courbe d'étalonnage est en général linéaire jusqu'à une concentration en sodium de 1 mg dans 100 ml de solution.

6. Calcul des résultats

Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. Observations

- 7.1. Pour les produits dont la teneur en sodium est supérieure à 4 pour cent, il est préférable d'incinérer la substance durant deux heures dans un creuset muni d'un couvercle. Après refroidissement, ajouter de l'eau, mettre le résidu en suspension à l'aide d'un fil de platine, sécher et incinérer à nouveau durant deux heures dans le creuset muni de son couvercle.
- 7.2. Si l'échantillon est constitué uniquement de matières minérales, procéder à la dissolution, sans incinération préalable.

12. DOSAGE DES SUCRES

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de doser les sucres réducteurs et les sucres totaux après inversion, exprimés en glucose ou, le cas échéant, en saccharose, par conversion à l'aide du facteur 0,95. Elle est applicable aux aliments composés. Des modalités particulières sont prévues pour d'autres aliments. Le cas échéant, il y a lieu de doser séparément le lactose et d'en tenir compte dans le calcul des résultats.

2. Principe

Les sucres sont dissous dans l'éthanol dilué ; la solution est déféquée au moyen des réactifs de Carrez I et II. Après élimination de l'éthanol, les dosages sont effectués avant et après inversion, selon la méthode de Luff-Schoorl.

3. Réactifs

- 3.1. Éthanol à 40 pour cent (v/v), d : 0,948 à 20 °C, amené au point de virage de la phénolphtaléine.
- 3.2. Solution de Carrez I :
Dissoudre dans l'eau 24 g d'acétate de zinc $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2 H_2O$ et 3 g d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
2 H_2O et 3 g d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.3. Solution de Carrez II : Dissoudre dans l'eau 10,6 g de ferrocyanure de potassium $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3 H_2O$. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.4. Solution à 0,1 pour cent (p/v) de méthylorange.
- 3.5. Acide chlorhydrique 4 N.
- 3.6. Acide chlorhydrique 0,1 N.
- 3.7. Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N.
- 3.8. Réactif selon Luff-Schoorl :
Verser, tout en agitant prudemment, la solution d'acide citrique (3.8.2) dans la solution de carbonate de sodium (3.8.3). Ajouter ensuite la solution de sulfate de cuivre (3.8.1) et compléter à 1 l avec de l'eau. Laisser reposer une nuit et filtrer. Contrôler la normalité du réactif ainsi obtenu (Cu 0,1 N ; Na_2CO_3 2 N). Le pH de la solution doit être de 9,4 environ.
 - 3.8.1. Solution de sulfate de cuivre : dissoudre 25 g de sulfate de cuivre p.a., $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$, exempt de fer, dans 100 ml d'eau.
 - 3.8.2. Solution d'acide citrique : dissoudre 50 g d'acide citrique p.a., $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$, dans 50 ml d'eau.
 - 3.8.3. Solution de carbonate de sodium : dissoudre 143,8 g de carbonate de sodium anhydre p.a. dans 300 ml environ d'eau chaude. Laisser refroidir.
- 3.9. Solution de thiosulfate de sodium 0,1 N.
- 3.10. Solution d'amidon : Ajouter un mélange de 5 g d'amidon soluble dans 30 ml d'eau à 1 l d'eau bouillante. Faire bouillir durant trois minutes, laisser refroidir, ajouter éventuellement 10 mg d'iodure mercurique comme agent conservateur.
- 3.11. Acide sulfurique 6 N.
- 3.12. Solution à 30 pour cent (p/v) d'iodure de potassium.
- 3.13. Granulés de pierre ponce bouillis dans l'acide chlorhydrique, lavés à l'eau et séchés.
- 3.14. Isopentanol.

4. Appareillage

Mélangeur (culbuteur) : environ 35 à 40 retournements par minute.

5. Mode opératoire

5.1. Mise en solution

Peser, à 1 mg près, 2,5 g de l'échantillon, et les introduire dans un ballon jaugé de 250 ml. Ajouter 200 ml d'éthanol (3.1) et mélanger pendant une heure dans le culbuteur. Ajouter 5 ml de solution de Carrez I (3.2) et agiter pendant une minute. Ajouter ensuite 5 ml de solution de Carrez II (3.3) et agiter à nouveau pendant une minute. Porter au volume avec de l'éthanol (3.1), homogénéiser et filtrer. Prélever 200 ml du filtrat et évaporer environ la moitié du volume, afin d'éliminer la majeure partie de l'éthanol. Transvaser quantitativement le résidu d'évaporation, à l'aide d'eau chaude, dans un ballon jaugé de 200 ml, refroidir, porter au volume avec de l'eau, homogénéiser et filtrer, si nécessaire. Cette solution sera utilisée pour le dosage des sucres réducteurs et, après inversion, pour le dosage des sucres totaux.

5.2. *Dosage des sucres réducteurs*

Prélever à la pipette une quantité de solution n'excédant pas 25 ml et contenant moins de 60 mg de sucres réducteurs, exprimés en glucose. Si nécessaire, compléter à 25 ml avec de l'eau distillée et déterminer la teneur en sucres réducteurs selon Luff-Schoorl. Le résultat est exprimé en glucose pour cent.

5.3. *Dosage des sucres totaux après inversion*

Prélever à la pipette 50 ml de solution et les porter dans un ballon jaugé de 100 ml. Ajouter quelques gouttes de solution de méthylorange (3.4) puis, prudemment et tout en agitant, de l'acide chlorhydrique 4 N (3.5) jusqu'à virage net au rouge. Ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique 0,1 N (3.6), plonger la ballon dans un bain d'eau à forte ébullition et l'y maintenir durant trente minutes. Refroidir rapidement à 20 °C environ et ajouter 15 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (3.7). Compléter à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser. Prélever une quantité n'excédant pas 25 ml et contenant moins de 60 mg de sucres réducteurs, exprimés en glucose. Si nécessaire, compléter à 25 ml avec de l'eau distillée et déterminer la teneur en sucres réducteurs selon Luff-Schoorl. Le résultat est exprimé en glucose pour cent ou, le cas échéant, en saccharose, en multipliant par le facteur 0,95.

5.4. *Titration selon Luff-Schoorl*

Prélever à la pipette 25 ml du réactif selon Luff-Schoorl (3.8) et les porter dans un erlenmeyer de 300 ml ; ajouter 25 ml, exactement mesurés, de la solution déféquée de sucres. Ajouter deux granulés de pierre ponce (3.13), chauffer, en agitant à la main, sur une flamme libre de hauteur moyenne et porter le liquide à ébullition en deux minutes environ. Placer immédiatement l'erlenmeyer sur une toile métallique pourvue d'un écran d'amiante muni d'un trou de 6 cm environ de diamètre, sous laquelle on a préalablement allumé une flamme. Celle-ci est réglée de façon que seul le fond de l'erlenmeyer soit chauffé. Adapter ensuite un réfrigérant à reflux sur l'erlenmeyer. A partir de ce moment, faire bouillir pendant dix minutes exactement. Refroidir immédiatement dans l'eau froide et après cinq minutes environ, titrer comme suit :

Ajouter 10 ml de solution d'iodure de potassium (3.12) et, immédiatement après et avec prudence (en raison du risque de formation d'une mousse abondante), 25 ml d'acide sulfurique 6 N (3.11). Titrer ensuite par la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N (3.9) jusqu'à apparition d'une coloration jaune terne, ajouter l'indicateur à l'amidon (3.10) et achever la titration.

Effectuer la même titration sur un mélange exactement mesuré de 25 ml de réactif selon Luff-Schoorl (3.8) et 25 ml d'eau, après avoir ajouté 10 ml de solution d'iodure de potassium (3.12) et 25 ml d'acide sulfurique 6 N (3.11), sans porter à ébullition.

6. **Calcul des résultats**

Établir à l'aide de la table la quantité de glucose en mg correspondant à la différence entre les valeurs des deux titrations, exprimées en ml de thiosulfate de sodium 0,1 N.

Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. **Modes opératoires particuliers**

7.1. Pour les aliments très riches en mélasse et d'autres aliments peu homogènes, peser 20 g et les introduire dans un ballon jaugé de 1 l avec 500 ml d'eau. Mélanger pendant une heure dans le culbuteur. Déféquer au moyen des réactifs de Carrez I (3.2) et II (3.3) comme décrit en 5.1 en utilisant, toutefois, une quantité 4 fois plus élevée de chaque réactif. Porter au volume avec de l'éthanol à 80 pour cent (v/v).

Homogénéiser et filtrer. Éliminer l'éthanol comme décrit en 5.1. En l'absence d'amidon dextrinisé, porter au volume avec de l'eau distillée.

7.2. Pour les mélasses et les aliments simples, riches en sucres et pratiquement exempts d'amidon (caroubes, cossettes séchées de betteraves, etc.) peser 5 g, les introduire dans un ballon jaugé de 250 ml, ajouter 200 ml d'eau distillée et mélanger pendant une heure ou plus, si nécessaire, dans le culbuteur. Déféquer ensuite au moyen des réactifs de Carrez I (3.2) et II (3.3), comme décrit en 5.1. Porter au volume avec de l'eau, homogénéiser et filtrer. Pour doser les sucres totaux, poursuivre comme décrit en 5.3.

8. Observations

- 8.1. Il est recommandé d'ajouter environ 1 ml d'isopentanol (3.14) (sans tenir compte du volume), avant l'ébullition avec le réactif de Luff-Schoorl, afin d'éviter la formation de mousse.
- 8.2. La différence entre la teneur en sucres totaux après inversion, exprimés en glucose, et la teneur en sucres réducteurs, exprimés en glucose, multipliée par 0,95, donne la teneur en saccharose pour cent.
- 8.3. Pour déterminer la teneur en sucres réducteurs, à l'exclusion du lactose, deux voies peuvent être adoptées :
- 8.3.1. Pour un calcul approximatif, on multiplie par 0,675 la teneur en lactose établie par un dosage séparé et on retranche le résultat obtenu de la teneur en sucres réducteurs.
- 8.3.2. Pour un calcul précis des sucres réducteurs, à l'exclusion du lactose, il est nécessaire de partir de la même prise d'essai pour les deux déterminations finales. L'une des analyses est effectuée sur une partie de la solution obtenue en 5.1, l'autre sur une partie de la solution obtenue lors du dosage du lactose selon la méthode prévue à cet effet (après fermentation des autres espèces de sucres et défécation).

Dans les deux cas, la quantité de sucre présente est déterminée selon la méthode de Luff-Schoorl et calculée en mg de glucose. Les deux valeurs sont retranchées l'une de l'autre et la différence est exprimée en pour cent de l'échantillon.

Exemple

Les deux volumes prélevés correspondent, pour chaque dosage, à une prise d'essai de 250 mg.

Dans le premier cas, on consomme 17 ml de solution de thiosulfate de sodium 0,1 N, ce qui correspond à 44,2 mg de glucose, dans le deuxième cas 11 ml, ce qui correspond à 27,6 mg de glucose.

La différence s'élève à 16,6 mg de glucose.

La teneur en sucres réducteurs (lactose excepté), calculée en glucose est donc de :

$$\frac{4 \times 16,6}{10} = 6,64 \text{ pour cent}$$

Table des valeurs pour 25 ml de réactif selon Luff-Schoorl

ml de Na₂S₂O₃ 0,1 N, deux minutes de chauffage, dix minutes d'ébullition

Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N	Glucose, fructose, sucres invertis C ₆ H ₁₂ O ₆		Lactose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Maltose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N
	ml	mg	différence	mg	différence	mg	
1	2,4	2,4	3,6	3,7	3,9	3,9	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	7,8	3,9	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	11,7	3,9	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	15,6	4,0	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	19,6	3,9	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	23,5	4,0	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	27,5	4,0	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	31,5	4,0	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	35,5	4,0	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	39,5	4,0	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	43,5	4,0	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	47,5	4,1	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	51,6	4,1	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	55,7	4,1	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	59,8	4,1	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	63,9	4,1	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	68,0	4,2	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	72,2	4,3	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	76,5	4,4	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	80,9	4,5	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	85,4	4,6	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	90,0	4,6	22
23	62,2		88,0		94,6		23

13. DOSAGE DE LA THÉOBROMINE

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en théobromine des sous-produits de transformation des fèves de cacao.

2. Principe

La théobromine est extraite par le chloroforme. L'extrait est évaporé à sec, mis en solution dans l'eau et traité par un volume déterminé de solution de nitrate d'argent.

L'acide nitrique libéré est titré par une solution d'hydroxyde de sodium.

3. Réactifs

3.1. Chloroforme p.a.

3.2. Ammoniaque, $d : 0,958$.

3.3. Sulfate de sodium p.a., anhydre.

3.4. Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N.

3.5. Solution de nitrate d'argent 0,1 N.

3.6. Solution éthanolique à 1 pour cent (p/v) de rouge de phénol.

3.7. Éther diéthylique.

4. Appareillage

Ballons de 500 ml à fond plat et bouchon rodé.

5. Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, une prise d'essai de 10 g au maximum, ne contenant pas plus de 80 mg de théobromine. Introduire la prise dans un ballon de 500 ml à fond plat et bouchon rodé, ajouter 270 ml de chloroforme (3.1) et 10 ml d'ammoniaque (3.2). Boucher le ballon et agiter énergiquement durant cinq minutes. Ajouter ensuite 12 g de sulfate de sodium anhydre (3.3), agiter à nouveau et laisser reposer jusqu'au lendemain. Filtrer dans un erlenmeyer de 500 ml et laver le résidu avec 100 ml de chloroforme (3.1). Distiller le solvant et en éliminer les dernières traces sur un bain d'eau bouillante. Reprendre l'extrait par 50 ml d'eau et porter à ébullition.

Refroidir, neutraliser exactement par la solution d'hydroxyde de sodium (3.4) en présence de 0,5 ml de solution de rouge de phénol (3.6). Ajouter ensuite 20 ml de solution de nitrate d'argent (3.5). Titrer l'acide nitrique libéré par la solution d'hydroxyde de sodium (3.4) jusqu'à virage de l'indicateur (pH 7,4).

6. Calcul des résultats

1 ml de NaOH 0,1 N correspond à 18 mg de théobromine.

Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. Observation

Les produits dont la teneur en matières grasses brutes dépasse 8 pour cent doivent être préalablement dégraissés par extraction durant six heures par l'éther de pétrole (Éb. 40 °C).

14. DOSAGE DE L'URÉE

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en urée des aliments des animaux.

2. Principe

L'échantillon est mis en suspension dans l'eau en présence d'un défécant. La suspension est filtrée. La teneur en urée du filtrat est déterminée, après addition de 4-diméthylaminobenzaldéhyde (4-DMAB), par mesure de la densité optique à la longueur d'onde de 420 nm.

3. Réactifs

- 3.1. Solution de 4-diméthylaminobenzaldéhyde : dissoudre 1,6 g de 4-DMAB p.a. dans 100 ml d'éthanol à 96 pour cent et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique p.a. (D : 1,19). Ce réactif se conserve au maximum deux semaines.
- 3.2. Solution de Carrez I : dissoudre dans l'eau 24 g d'acétate de zinc, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ et 3 g d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.3. Solution de Carrez II : dissoudre dans l'eau 10,6 g de ferrocyanure de potassium, $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.4. Charbon actif p.a., n'adsorbant pas l'urée (à contrôler).
- 3.5. Solution à 0,1 pour cent (p/v) d'urée p.a.

4. Appareillage

- 4.1. Mélangeur (culbuteur) : environ 35 à 40 retournements par minute.
- 4.2. Tubes à essai : 160 × 16 mm, à bouchons rodés.
- 4.3. Spectrophotomètre.

5. Mode opératoire

5.1. Analyse de l'échantillon

Peser, à 1 mg près, 2 g de l'échantillon et les introduire avec 1 g de charbon actif (3.4) dans un flacon jaugé de 500 ml. Ajouter 400 ml d'eau et 5 ml des solutions de Carrez I (3.2) et II (3.3). Mélanger durant trente minutes dans le culbuteur. Compléter au volume avec de l'eau, agiter et filtrer.

Prélever 5 ml des filtrats limpides et incolores, les introduire dans les tubes à essai à bouchon rodé, ajouter 5 ml de solution de 4-DMAB (3.1) et mélanger. Placer les tubes dans un bain d'eau à 20 °C. Après quinze minutes, mesurer la densité optique de la solution de l'échantillon au spectrophotomètre à 420 nm par comparaison avec la solution de l'essai à blanc des réactifs.

5.2. Courbe d'étalonnage

Prélever des volumes de 1, 2, 4, 5 et 10 ml de la solution d'urée (3.5), les introduire dans des ballons jaugés de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau. Prélever 5 ml de chaque solution, y ajouter respectivement 5 ml de solution de 4-DMAB (3.1), homogénéiser et mesurer la densité optique comme indiqué plus haut par comparaison avec une solution témoin contenant 5 ml de 4-DMAB et 5 ml d'eau, exempte d'urée. Tracer la courbe d'étalonnage.

6. Calcul des résultats

Déterminer la quantité d'urée de la prise d'essai en se référant à la courbe d'étalonnage.

Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

7. Observations

- 7.1. Pour les teneurs en urée supérieures à 3 pour cent, réduire la prise d'essai à 1 g ou diluer la solution initiale pour ne pas avoir plus de 50 mg d'urée dans 500 ml.
- 7.2. Pour les faibles teneurs en urée, augmenter la prise d'essai pour autant que le filtrat reste limpide et incolore.
- 7.3. Si l'échantillon contient des composés azotés simples, tels que les acides aminés, il est indiqué d'effectuer la mesure de la densité optique à 435 nm.

15. DOSAGE DES ALCALOÏDES DES LUPINS

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en alcaloïdes des graines de lupins.

2. Principe

Les alcaloïdes sont mis en solution dans un mélange d'éther diéthylique et de chloroforme et extraits par l'acide chlorhydrique. Les alcaloïdes sont précipités par l'acide silico-tungstique, le précipité est incinéré et le résidu est pesé.

3. Réactifs

- 3.1. Éther diéthylique.
- 3.2. Chloroforme.
- 3.3. Solution d'hydroxyde de sodium 4 N.
- 3.4. Acide chlorhydrique 0,3 N.
- 3.5. Chlorure de sodium p.a.
- 3.6. Solution à 10 pour cent (p/v) d'acide silico-tungstique $\text{Si O}_2 \cdot 12 \text{ WO}_3 \cdot 26 \text{ H}_2\text{O}$.

4. Appareillage

- 4.1. Agitateur mécanique.
- 4.2. Creusets à incinération en platine, quartz ou porcelaine.
- 4.3. Four à moufle électrique.

5. Mode opératoire

Peser, à 5 mg près, 15 g de l'échantillon et les introduire dans un récipient de 200 ml environ, muni d'un bouchon rodé (par ex. ampoule à décanter). Ajouter 100 ml d'éther diéthylique (3.1) et 50 ml de chloroforme (3.2) exactement mesurés et, ensuite, à l'aide d'une burette graduée, 10 ml de solution d'hydroxyde de sodium (3.3). Agiter vigoureusement pour éviter la formation d'agglomérats. Secouer encore à plusieurs reprises et laisser reposer jusqu'au lendemain. Si le liquide surnageant n'est pas tout à fait limpide, ajouter quelques gouttes d'eau. Filtrer la couche d'éther-chloroforme. Recueillir 50 ml de filtrat dans un ballon jaugé de 50 ml et les transvaser quantitativement à l'aide de 50 ml d'éther diéthylique (3.1) dans une ampoule à décanter de 150 ml. Extraire 3 fois successivement par 20 ml d'acide chlorhydrique (3.4), laisser décanter et recueillir l'extrait acide après chaque extraction. Rassembler les extraits acides dans un bécher de 250 ml et en éliminer les dernières traces d'éther et de chloroforme en chauffant légèrement. Ajouter 1 g environ de chlorure de sodium (3.5), laisser refroidir et précipiter les alcaloïdes par la solution d'acide silico-tungstique (3.6). Agiter mécaniquement durant trente minutes.

Laisser reposer durant une nuit, filtrer sur filtre sans cendres et laver le précipité successivement par 2 fois 10 ml et 2 fois 5 ml d'acide chlorhydrique (3.4).

Placer le filtre contenant le précipité dans un creuset à incinération et incinérer à 900 °C. Laisser refroidir et peser.

6. Calcul des résultats

La teneur en alcaloïdes de la prise d'essai s'obtient en multipliant le poids des cendres par le facteur 0,2.

Exprimer le résultat en pour cent de l'échantillon.

16. DÉTERMINATION DE L'ACTIVITÉ URÉASIQUE DE PRODUITS DÉRIVÉS DU SOJA

1. Objet et domaine d'application

L'épreuve permet de déterminer l'activité de l'uréase des produits dérivés du soja et de mettre en évidence une cuisson insuffisante de ces produits.

2. Principe

L'activité uréasique est déterminée par la quantité d'azote ammoniacal libérée par 1 g de produit en une minute, à 30 °C, à partir d'une solution d'urée.

3. Réactifs

3.1. Acide chlorhydrique 0,1 N.

3.2. Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N.

3.3. Solution tampon de phosphates 0,05 M contenant dans 1 000 ml, 4,45 g de phosphate disodique ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) et 3,40 g de phosphate monopotassique (KH_2PO_4).

3.4. Solution tamponnée d'urée, fraîchement préparée, contenant 30,0 g d'urée par 1 000 ml de solution tampon (3.3) ; pH 6,9 — 7,0.

4. Appareillage

4.1. Appareil à titration potentiométrique ou pH-mètre très sensible (0,02 pH), avec agitateur magnétique.

4.2. Bain d'eau muni d'un thermostat, réglé à 30 °C exactement.

4.3. Tubes à essai : 150 × 18 mm, à bouchons rodés.

5. Mode opératoire

Broyer (dans un moulin à café, par exemple) 10 g environ de l'échantillon de façon qu'il passe à travers un tamis à mailles de 0,2 mm. Dans un tube à essai à bouchon rodé, peser à 1 mg près, 0,2 g de l'échantillon broyé et ajouter 10 ml de solution tamponnée d'urée (3.4). Boucher immédiatement et agiter vigoureusement. Porter le tube dans le bain d'eau réglé à 30 °C exactement et l'y laisser trente minutes exactement. Immédiatement après, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique 0,1 N (3.1), refroidir rapidement à 20 °C et transvaser

quantitativement le contenu du tube dans un récipient à titration, en rinçant à deux reprises par 5 ml d'eau. Titrer immédiatement et rapidement au moyen de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (3.2) par électrométrie à l'aide d'une électrode de verre, jusqu'à pH 4,7.

Effectuer *un essai à blanc*, en opérant comme suit.

Introduire rapidement et successivement dans un tube à essai à bouchon rodé une prise d'essai de 0,2 g, pesée à 1 mg près, 10 ml d'acide chlorhydrique 0,1 N (3.1) et 10 ml de solution tamponnée d'urée (3.4). Refroidir immédiatement le tube dans de l'eau glacée et l'y laisser trente minutes. Transvaser ensuite, dans les conditions indiquées ci-dessus, le contenu du tube dans le récipient à titration au moyen de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (3.2) jusqu'à pH 4,7.

6. Calcul des résultats

L'activité uréasique est donnée par la formule :

$$\frac{\text{mg N}}{\text{g min.}} \text{ à } 30 \text{ }^\circ\text{C} = \frac{1,4 (b - a)}{30 \cdot E}$$

dans laquelle, a = ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N consommés par la prise d'essai

b = ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N consommés par l'essai à blanc

E = prise d'essai en g.

7. Observations

7.1. La méthode convient pour une activité uréasique pouvant atteindre 1 mg de N/g min. à 30 °C. Pour des produits plus actifs, la prise d'essai peut être réduite jusqu'à 50 mg.

7.2. Les produits dont la teneur en matières grasses brutes dépasse 10 pour cent doivent être préalablement dégraissés à froid.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 15 juin 1971

autorisant la République française à exclure du traitement communautaire les jouets, de la position 97.03 ex B du tarif douanier commun, originaires de Hong-kong et mis en libre pratique dans les autres États membres

(Le texte en langue française est le seul faisant foi)

(71/251/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPEENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne, et notamment son article 115 premier alinéa,

vu le recours à l'article 115 premier alinéa que le gouvernement français a introduit auprès de la Commission par télex de sa représentation permanente auprès des Communautés européennes, le 10 juin 1971, en vue d'être autorisé à exclure du traitement communautaire les jouets de la position 97.03 ex B du tarif douanier commun, originaires de Hong-kong et mis en libre pratique dans les autres États membres,

considérant que les disparités dans les mesures de politique commerciale appliquées pour ces produits à l'égard de Hong-kong par la France, d'une part, et les autres États membres, d'autre part, entraînent des détournements de trafic ;

considérant que ces détournements de trafic empêchent l'exécution des mesures de politique commerciale adoptées par la France à l'égard de Hong-kong ;

considérant qu'il n'est pas possible, à l'heure actuelle, de mettre en œuvre les méthodes par lesquelles les autres États membres apporteraient la coopération nécessaire ;

considérant qu'il y a lieu d'autoriser, pour une période limitée, l'application de mesures de protection, au titre de l'article 115 premier alinéa, dans les

conditions qui sont définies par la décision de la Commission du 12 mai 1971, notamment en son article 1^{er} (1),

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

La République française est autorisée à exclure du traitement communautaire les importations de jouets, de la position 97.03 ex B du tarif douanier commun, originaires de Hong-kong et mis en libre pratique dans les autres États membres, pour lesquelles la date de dépôt des demandes de titres d'importation est postérieure au 27 mai 1971.

Article 2

La présente décision est applicable jusqu'au 31 décembre 1971.

Article 3

La République française est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 15 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI

(1) Décision 71/202/CEE, JO n° L 121 du 3. 6. 1971.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 16 juin 1971

relative à la fixation du montant maximum de la restitution pour la trente-deuxième adjudication partielle de sucre blanc effectuée dans le cadre de l'adjudication permanente visée au règlement (CEE) n° 772/70

(Le texte en langue française est le seul faisant foi)

(71/252/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement n° 1009/67/CEE du Conseil, du 18 décembre 1967, portant organisation commune des marchés dans le secteur du sucre ⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1060/71 ⁽²⁾, et notamment son article 10 paragraphe 3,

considérant que, conformément au règlement (CEE) n° 772/70 de la Commission, du 28 avril 1970, concernant une adjudication permanente pour la vente de sucre blanc destiné à l'exportation et détenu par l'organisme d'intervention français ⁽³⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1097/71 ⁽⁴⁾, ledit organisme procède à des adjudications partielles pour la vente de sucre blanc qu'il détient et pour la détermination de la restitution à l'exportation de ce sucre ;

considérant que, selon les dispositions de l'article 7 du règlement (CEE) n° 1987/69 de la Commission, du 8 octobre 1969, établissant des modalités d'application en ce qui concerne la vente de sucre par adjudication par les organismes d'intervention ⁽⁵⁾, lorsque les conditions d'adjudication ne prévoient pas de montant maximum pour la restitution, celui-ci est fixé pour l'adjudication en cause, après examen des offres reçues, selon la procédure prévue à l'article 40 du règlement n° 1009/67/CEE et compte tenu notamment des conditions de marché et des possibilités d'écoulement ; que, d'après ces critères, il convient de fixer, pour la trente-deuxième adjudication

partielle, le montant maximum comme indiqué à l'article 1^{er} ;

considérant que les mesures prévues à la présente décision sont conformes à l'avis du Comité de gestion du sucre,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Pour la trente-deuxième adjudication partielle, effectuée en vertu du règlement (CEE) n° 772/70, et dont le délai pour la présentation des offres a expiré le 16 juin 1971, le montant maximum de la restitution à l'exportation pour l'attribution de l'adjudication est, par 100 kilogrammes de sucre blanc, fixé à :

- a) 10,889 unités de compte pour celui de la catégorie 1,
- b) 10,480 unités de compte pour celui de la catégorie 2.

Article 2

La République française est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 16 juin 1971.

Par la Commission

Le vice-président

S. L. MANSHOLT

⁽¹⁾ JO n° 308 du 18.12.1967, p. 1.

⁽²⁾ JO n° L 115 du 27.5.1971, p. 16.

⁽³⁾ JO n° L 95 du 29.4.1970, p. 18.

⁽⁴⁾ JO n° L 116 du 28.5.1971, p. 38.

⁽⁵⁾ JO n° L 253 du 9.10.1969, p. 7.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 23 juin 1971

relative à la fixation du montant maximum de la restitution pour la trente-troisième adjudication partielle de sucre blanc effectuée dans le cadre de l'adjudication permanente visée au règlement (CEE) n° 772/70

(Le texte en langue française est le seul faisant foi)

(71/253/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement n° 1009/67/CEE du Conseil, du 18 décembre 1967, portant organisation commune des marchés dans le secteur du sucre ⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1060/71 ⁽²⁾, et notamment son article 10 paragraphe 3,

considérant que, conformément au règlement (CEE) n° 772/70 de la Commission, du 28 avril 1970, concernant une adjudication permanente pour la vente de sucre blanc destiné à l'exportation et détenu par l'organisme d'intervention français ⁽³⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1097/71 ⁽⁴⁾, ledit organisme procède à des adjudications partielles pour la vente de sucre blanc qu'il détient et pour la détermination de la restitution à l'exportation de ce sucre ;

considérant que, selon les dispositions de l'article 7 du règlement (CEE) n° 1987/69 de la Commission, du 8 octobre 1969, établissant des modalités d'application en ce qui concerne la vente de sucre par adjudication par les organismes d'intervention ⁽⁵⁾, lorsque les conditions d'adjudication ne prévoient pas de montant maximum pour la restitution, celui-ci est fixé pour l'adjudication en cause, après examen des offres reçues, selon la procédure prévue à l'article 40 du règlement n° 1009/67/CEE et compte tenu notamment des conditions de marché et des possibilités d'écoulement ; que, d'après ces critères, il convient de fixer, pour la trente-troisième adjudica-

tion partielle, le montant maximum comme indiqué à l'article 1^{er} ;

considérant que les mesures prévues à la présente décision sont conformes à l'avis du Comité de gestion de sucre,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Pour la trente-troisième adjudication partielle, effectuée en vertu du règlement (CEE) n° 772/70, et dont le délai pour la présentation des offres a expiré le 23 juin 1971, le montant maximum de la restitution à l'exportation pour l'attribution de l'adjudication est, par 100 kilogrammes de sucre blanc, fixé à :

- b) 10,889 unités de compte pour celui de la catégorie 1.
- b) 10,480 unités de compte pour celui de la catégorie 2.

Article 2

La République française est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 23 juin 1971.

Par la Commission

Le vice-président

S. L. MANSHOLT

⁽¹⁾ JO n° 308 du 18.12.1967, p. 1.

⁽²⁾ JO n° L 115 du 27.5.1971, p. 16.

⁽³⁾ JO n° L 95 du 29.4.1970, p. 18.

⁽⁴⁾ JO n° L 116 du 28.5.1971, p. 38.

⁽⁵⁾ JO n° L 253 du 9.10.1969, p. 7.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 25 juin 1971

portant dérogation à la recommandation n° 1-64 de la Haute Autorité relative à un relèvement de la protection frappant les produits sidérurgiques à la périphérie de la Communauté
(quarante-cinquième dérogation)

(71/254/CECA)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne du charbon et de l'acier, et notamment ses articles 2 à 5, 8, 71 et 74,

vu la recommandation n° 1-64 de la Haute Autorité, du 15 janvier 1964 (*Journal officiel des Communautés européennes* n° 8 du 22 janvier 1964, p. 99/64), aux gouvernements des États membres relative à un relèvement de la protection frappant les produits sidérurgiques à la périphérie de la Communauté, et notamment son article 3,

vu l'accord des représentants des États membres réunis au sein du Conseil, le 7 juin 1971, sur les mesures tarifaires à prendre pour le second semestre de 1971,

considérant que, depuis des années, les représentants des gouvernements des États membres, réunis au sein du Conseil, conviennent à l'unanimité des dérogations semestrielles aux droits de douane harmonisés de la Communauté pour l'acier ; que ces mesures consistent, selon le cas, soit dans une réduction ou une suspension temporaire de certains droits de douane, soit dans l'octroi de contingents tarifaires à des taux réduits ou suspendus et que les dernières mesures tarifaires de ce genre ont été prises par les représentants des gouvernements des États membres le 7 juin 1971 pour le second semestre de 1971 ;

considérant que la raison de ces mesures réside dans le fait que les produits en cause ne sont pas fabriqués, ou le sont en quantités insuffisantes, dans la Communauté et que, par ailleurs, l'importation privilégiée de ces produits n'est pas de nature à porter préjudice aux entreprises sidérurgiques de la Communauté productrices des produits directement concurrents ;

considérant que ces raisons et circonstances, qui sont à la base des mesures tarifaires semestrielles prises par les États membres, permettent également,

compte tenu des conditions actuelles du marché commun de l'acier, leur application dans le cadre de la recommandation n° 1-64 du 15 janvier 1964 ; que ces suspensions de droits ou ces contingents tarifaires ne sont pas de nature à nuire à la réalisation des objectifs visés par la recommandation n° 1-64 relative à un relèvement de la protection périphérique de la Communauté et que, par ailleurs, ces mesures tarifaires exercent une influence favorable sur le maintien des courants d'échanges actuels entre les États membres et les pays tiers ;

considérant que, de ce fait, il s'agit de cas particuliers relevant de la politique commerciale qui justifient l'octroi des dérogations au titre de l'article 3 de la recommandation n° 1-64 ;

considérant qu'il y a lieu de garantir que les contingents accordés ne seront utilisés qu'à la couverture des besoins propres des industries du pays importateur et qu'une réexportation vers d'autres États de la Communauté des produits sidérurgiques importés, en l'état dans lequel ils se trouvaient au moment de l'importation, sera empêchée ;

considérant que les gouvernements des États membres ont été consultés au sujet des contingents tarifaires précisés ci-dessous,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Les gouvernements des États membres sont autorisés à déroger aux obligations résultant de l'article 1^{er} de la recommandation n° 1-64 de la Haute Autorité, du 15 janvier 1964, dans la mesure nécessaire pour appliquer, à l'importation en provenance des pays tiers des produits sidérurgiques désignés ci-après, des suspensions de droits ou des contingents tarifaires dans la limite des quantités et aux niveaux indiqués en regard de chacun de ces produits :

Position tarifaire	Désignation des produits	États membres	Contingent (en t)	Droit (en %)
ex 73.15 A IV b)	Fil machine spécial pour l'industrie des pneumatiques (fil machine en acier fin au carbone, simplement laminé à chaud, d'un diamètre compris entre 4,5 et 6 mm et d'une teneur en carbone comprise entre 0,62 et 0,74 %)	Allemagne (RF)	2 000	0
		Benelux	7 000	0
		France	3 000	0
		Italie	8 000	0
ex 73.15 A IV b)	Fil machine spécial pour l'industrie des pneumatiques (fil machine en acier fin au carbone, simplement laminé à chaud, d'un diamètre compris entre 4,5 et 6 mm et d'une teneur en carbone comprise entre 0,62 et 0,85 %)	Benelux	1 200	0
ex 73.15 A IV b)	Fil machine spécial pour la fabrication de ressorts et de fils dits « cordes à piano », comportant les caractéristiques suivantes : — en acier fin au carbone — simplement laminé à chaud — d'un diamètre de 4,5 à 13 mm — d'une teneur : — de 0,60 à 1,05 % en carbone — inférieure ou égale à 0,05 % en soufre ou phosphore pris ensemble — de 0,10 à 0,25 % en silicium — inférieure ou égale à 0,1 % pour tous les autres composants, pris ensemble, à l'exception du manganèse et du chrome (La république fédérale d'Allemagne est autorisée à importer — dans le cadre de son contingent — du fil machine spécial en aciers alliés, laminés uniquement à chaud, d'un diamètre allant de 4,5 à 13 mm, pour les ressorts de soupapes, présentant les caractéristiques d'analyse suivantes : a) Produits en chrome-vanadium : 0,40 — 0,65 % C ; 0,15 — 0,30 % Si ; 0,60 — 0,90 % Mn ; 0,15 — 1,10 % Cr ; 0,15 — 0,30 % Va ; inférieure ou égale à 0,30 % Mo teneur en P et en S inférieure à 0,035 % chacune b) Produits au chrome-silicium : 0,50 — 0,60 % C ; 1,35 — 1,60 % Si ; 0,60 — 0,80 % Mn ; 0,55 — 0,80 % Cr teneur en P et en S inférieure à 0,035 % chacune	Allemagne (RF)	8 500	0
		Benelux	500	0
		France	1 200	0
ex 73.13 A II	Tôles dites « magnétiques », de fer ou d'acier, laminées à chaud, autres	Allemagne (RF)	1 000	0
ex 73.15 B VI a) 2	Tôles dites « magnétiques », laminées à chaud, en aciers alliés, autres			

Position tarifaire	Désignation des produits	Etats membres	Contingent (en t)	Droit (en %)
ex 73.08 A	Ébauches en rouleaux pour tôles, en fer ou en acier, contreplaquées d'acier allié (ne dominant pas en poids), celui-ci contenant en poids moins de 0,6 % de carbone et plus de 10 % de chrome, abstraction faite d'autres éléments d'alliage (acier inoxydable), recuites et décapées, d'une largeur de 900 mm exclus à 1 300 mm inclus et d'une épaisseur allant jusqu'à 6 mm	Benelux	600	0
ex 73.16 A II b)	Rails usagés destinés au relaminage	France	38 500	0

Article 2

1. Les États membres qui ont obtenu des contingents en vertu de l'article 1^{er} de cette décision, sont tenus de veiller, en liaison avec la Commission, à une répartition non discriminatoire des contingents tarifaires entre les pays tiers.
2. Ils sont tenus de prendre toutes dispositions nécessaires pour exclure la possibilité de réexportation des produits sidérurgiques importés dans le cadre des contingents tarifaires, en l'état dans lequel ils se trouvaient au moment de l'importation, vers d'autres États membres.

Article 3

1. Cette décision sera notifiée aux gouvernements des États membres et publiée au *Journal officiel des Communautés européennes*. Elle entre en vigueur pour chaque gouvernement par l'effet de sa notification.
2. Elle est valable jusqu'au 31 décembre 1971.

Fait à Bruxelles, le 25 juin 1971.

Par la Commission

Le président

Franco M. MALFATTI
