

Journal officiel

des Communautés européennes

17^e année n° L 108

22 avril 1974

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

74/197/CEE :

Décision de la Commission, du 18 mars 1974, relative à la fixation du prix minimal de vente du beurre pour la quarantième adjudication particulière effectuée dans le cadre de l'adjudication permanente visée au règlement (CEE) n° 1259/72 1

74/198/CEE :

Décision de la Commission, du 18 mars 1974, de ne pas donner suite aux offres déposées dans le cadre de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 441/74 concernant le déstockage de quartiers arrière de bovins stockés par l'organisme d'intervention allemand 2

74/199/CEE :

Décision de la Commission, du 18 mars 1974, relative à la fixation du montant maximal pour les frais de livraison caf de lait écrémé en poudre à l'Éthiopie dans le cadre de la procédure d'adjudication visée au règlement (CEE) n° 349/74 3

74/200/CEE :

Décision de la Commission, du 19 mars 1974, relative à la fixation des montants maximaux pour les frais de livraison de lait écrémé en poudre dans le cadre de la procédure d'adjudication visée au règlement (CEE) n° 469/74 4

74/201/CEE :

Décision de la Commission, du 22 mars 1974, relative à la fixation, dans le secteur de la viande bovine, du prix minimal de vente du produit ayant fait l'objet de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 472/74 5

1

(suite au verso)

Les actes dont les titres sont imprimés en caractères maigres sont des actes de gestion courante pris dans le cadre de la politique agricole et ayant généralement une durée de validité limitée.

Les actes dont les titres sont imprimés en caractères gras et précédés d'un astérisque sont tous les autres actes.

Sommaire (suite)

74/202/CEE :	
Décision de la Commission, du 22 mars 1974, relative à la fixation des montants maximaux pour les frais de livraison de lait écrémé en poudre dans le cadre de la procédure d'adjudication visée au règlement (CEE) n° 469/74	6
74/203/CEE :	
★ Cinquième directive de la Commission, du 25 mars 1974, portant fixation de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle officiel des aliments des animaux	7
74/204/CEE :	
★ Directive de la Commission, du 27 mars 1974, modifiant la directive 73/95/CEE de la Commission, du 26 mars 1973, relative à l'application des articles 13 et 14 de la directive du Conseil, du 4 mars 1969, concernant l'harmonisation des dispositions législatives, réglementaires et administratives relatives au régime de perfectionnement actif	25
74/205/CEE :	
★ Avis de la Commission, du 27 mars 1974, adressé au gouvernement du Royaume-Uni au sujet du projet de règlement prévoyant les dispositions pour l'exécution du règlement (CEE) n° 2829/72 du Conseil, du 28 décembre 1972, relatif au contingent communautaire pour les transports de marchandises par route effectués entre États membres	26
74/206/CEE :	
Décision de la Commission, du 28 mars 1974, de ne pas donner suite aux offres déposées le 28 mars 1974 dans le cadre de l'adjudication du prélèvement à l'exportation de froment tendre visée au règlement (CEE) n° 603/74	27
74/207/CEE :	
Décision de la Commission, du 28 mars 1974, relative à la fixation du prélèvement minimal à l'exportation de froment tendre dans le cadre de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 604/74	28
74/208/CEE :	
Décision de la Commission, du 29 mars 1974, fixant les montants dont doivent être diminués, dans le secteur de la viande bovine, les montants compensatoires monétaires	29

II

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

COMMISSION

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 18 mars 1974

relative à la fixation du prix minimal de vente du beurre pour la quarantième adjudication particulière effectuée dans le cadre de l'adjudication permanente visée au règlement (CEE) n° 1259/72

(74/197/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 804/68 du Conseil, du 27 juin 1968, portant organisation commune des marchés dans le secteur du lait et des produits laitiers⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 419/74⁽²⁾, et notamment son article 6 paragraphe 7,

vu le règlement (CEE) n° 985/68 du Conseil, du 15 juillet 1968, établissant les règles générales régissant les mesures d'intervention sur le marché du beurre et de la crème de lait⁽³⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 2714/72⁽⁴⁾, et notamment son article 7bis,

considérant que, au titre du règlement (CEE) n° 1259/72 de la Commission, du 16 juin 1972, relatif à la mise à disposition de beurre à prix réduit à certaines entreprises de transformation de la Communauté⁽⁵⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 324/74⁽⁶⁾, les organismes d'intervention ont mis en adjudication permanente certaines quantités de beurre qu'ils détiennent;

considérant que l'article 9 de ce règlement prévoit que doit être fixé, compte tenu des offres reçues, un prix minimal de vente éventuellement différencié selon la teneur en matières grasses du beurre, ou qu'il peut être décidé de ne pas donner suite à l'offre; que le montant de la caution de transformation doit être déterminé compte tenu de la différence entre le prix minimal de vente et le prix de marché du beurre; considérant qu'il convient de fixer, en raison des offres faites lors de la quarantième adjudication parti-

culière, le prix minimal au niveau visé ci-dessous et de déterminer en conséquence la caution de transformation;

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

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Pour la quarantième adjudication particulière effectuée au titre du règlement (CEE) n° 1259/72 et dont le délai pour la présentation des offres a expiré le 12 mars 1974 :

- a) le prix minimal de vente à retenir pour l'attribution de l'adjudication est fixé à 75 UC/100 kg de beurre d'une teneur en matière grasse supérieure à 82 %;
- b) sans préjudice des dispositions de l'article 12 paragraphe 1 deuxième et troisième alinéas du règlement (CEE) n° 1259/72, la caution de transformation est fixée à 114 UC/100 kg de beurre.

Article 2

Les États membres sont destinataires de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 18 mars 1974.

Par la Commission

Le président

François-Xavier ORTOLI

(1) JO n° L 148 du 28. 6. 1968, p. 13.

(2) JO n° L 49 du 21. 2. 1974, p. 2.

(3) JO n° L 169 du 18. 7. 1968, p. 1.

(4) JO n° L 291 du 28. 12. 1972, p. 15.

(5) JO n° L 139 du 17. 6. 1972, p. 18.

(6) JO n° L 35 du 8. 2. 1974, p. 28.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 18 mars 1974

de ne pas donner suite aux offres déposées dans le cadre de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 441/74 concernant le déstockage de quartiers arrière de bovins stockés par l'organisme d'intervention allemand

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

(74/198/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 805/68 du Conseil, du 27 juin 1968, portant organisation commune des marchés dans le secteur de la viande bovine⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 187/73⁽²⁾, et notamment son article 7 paragraphe 3,

considérant que, en vertu de l'article 11 du règlement (CEE) n° 216/69 de la Commission, du 4 février 1969, relatif aux modalités d'application concernant l'écoulement de la viande bovine congelée achetée par les organismes d'intervention⁽³⁾, les prix minimaux de vente pour les produits mis en adjudication doivent être fixés compte tenu des offres reçues ;

considérant que, conformément à l'article 1^{er} du règlement (CEE) n° 441/74 de la Commission, du 20 février 1974, relatif à la mise en adjudication, aux fins de leur exportation, de quartiers arrière de bovins stockés par l'organisme d'intervention allemand⁽⁴⁾, des quartiers arrière congelés ont été mis en adjudication ; que les offres déposées ne permettent toutefois pas de fixer un prix minimal de vente ; qu'il y a lieu, par conséquent, de ne pas donner suite à cette adjudication ;

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

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Il n'est pas donné suite aux offres déposées dans le cadre de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 441/74 concernant les quartiers arrière de bovins stockés par l'organisme d'intervention allemand.

Article 2

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

Fait à Bruxelles, le 18 mars 1974.

Par la Commission

Le président

François-Xavier ORTOLI

(1) JO n° L 148 du 28. 6. 1968, p. 24.

(2) JO n° L 25 du 30. 1. 1973, p. 23.

(3) JO n° L 28 du 5. 2. 1969, p. 10.

(4) JO n° L 50 du 22. 2. 1974, p. 31.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 18 mars 1974

relative à la fixation du montant maximal pour les frais de livraison caf de lait écrémé en poudre à l'Éthiopie dans le cadre de la procédure d'adjudication visée au règlement (CEE) n° 349/74

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

(74/199/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 804/68 du Conseil, du 27 juin 1968, portant organisation commune des marchés dans le secteur du lait et des produits laitiers⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 419/74⁽²⁾, et notamment son article 7 paragraphe 5,

considérant que, conformément au règlement (CEE) n° 349/74 de la Commission, du 11 février 1974, relatif à l'adjudication des frais d'une livraison de lait écrémé en poudre au titre de l'aide alimentaire⁽³⁾, l'organisme d'intervention allemand a mis en adjudication les frais de livraison caf de 1 000 tonnes de lait écrémé en poudre à destination de l'Éthiopie ;

considérant que l'article 7 du règlement (CEE) n° 1885/73 de la Commission, du 12 juillet 1973, relatif à l'adjudication des frais de livraison au titre de l'aide alimentaire de lait écrémé en poudre détenu par les organismes d'intervention⁽⁴⁾, prévoit que, compte tenu des offres reçues, il est fixé un montant maximal ou décidé de ne pas donner suite à l'adjudication ;

considérant que, en raison des offres reçues, le montant maximal peut être fixé au niveau ci-dessous ;

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

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Le montant maximal à retenir pour l'attribution de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 349/74 est fixé à 83 176 unités de compte pour la livraison en cause.

Article 2

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

Fait à Bruxelles, le 18 mars 1974.

Par la Commission

Le président

François-Xavier ORTOLI

⁽¹⁾ JO n° L 148 du 28. 6. 1968, p. 13.

⁽²⁾ JO n° L 49 du 21. 2. 1974, p. 2.

⁽³⁾ JO n° L 41 du 13. 2. 1974, p. 7.

⁽⁴⁾ JO n° L 192 du 13. 7. 1973, p. 31.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 19 mars 1974

relative à la fixation des montants maximaux pour les frais de livraison de lait écrémé en poudre dans le cadre de la procédure d'adjudication visée au règlement (CEE) n° 469/74

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

(74/200/CEE)

**LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,**

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 804/68 du Conseil, du 27 juin 1968, portant organisation commune des marchés dans le secteur du lait et des produits laitiers⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 419/74⁽²⁾, et notamment son article 7 paragraphe 5,considérant que, conformément au règlement (CEE) n° 469/74 de la Commission, du 26 février 1974, relatif à l'adjudication des frais de livraison de lait écrémé en poudre au titre de l'aide alimentaire⁽³⁾, les organismes d'intervention belge, allemand et français ont mis en adjudication les frais de livraison de 5 770 tonnes de lait écrémé en poudre destinées aux pays du Sahel ;considérant que l'article 7 du règlement (CEE) n° 1885/73 de la Commission, du 12 juillet 1973, relatif à l'adjudication des frais de livraison au titre de l'aide alimentaire de lait écrémé en poudre détenu par les organismes d'intervention⁽⁴⁾, prévoit que, compte tenu des offres reçues, il est fixé un montant maximal ou décidé de ne pas donner suite à l'adjudication ;

considérant que, en raison des offres reçues, les montants maximaux pour les lots A et B d'une quantité totale de 3 400 tonnes peuvent être fixés aux

niveaux ci-dessous ; que, en ce qui concerne les lots C, D, E et F, les offres introduites doivent faire l'objet d'un examen approfondi et d'une décision ultérieure ;

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

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Les montants maximaux à retenir pour l'attribution de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 469/74, en ce qui concerne les lots A et B, sont fixés comme suit :

lot A : 111 462 unités de compte,
lot B : 117 470 unités de compte.*Article 2*

Le royaume de Belgique et la république fédérale d'Allemagne sont destinataires de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 19 mars 1974.

*Par la Commission**Le président*

François-Xavier ORTOLI

⁽¹⁾ JO n° L 148 du 28. 6. 1968, p. 13.⁽²⁾ JO n° L 49 du 21. 2. 1974, p. 2.⁽³⁾ JO n° L 56 du 27. 2. 1974, p. 16.⁽⁴⁾ JO n° L 192 du 13. 7. 1973, p. 31.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 22 mars 1974

relative à la fixation, dans le secteur de la viande bovine, du prix minimal de vente du produit ayant fait l'objet de l'adjudication visée au règlement (CEE)

n° 472/74

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

(74/201/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 805/68 du Conseil, du 27 juin 1968, portant organisation commune des marchés dans le secteur de la viande bovine⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 187/73⁽²⁾, et notamment son article 7 paragraphe 3,considérant que, en vertu de l'article 11 du règlement (CEE) n° 216/69 de la Commission, du 4 février 1969, relatif aux modalités d'application concernant l'écoulement de la viande bovine congelée achetée par les organismes d'intervention⁽³⁾, les prix minimaux de vente pour les produits mis en adjudication doivent être fixés compte tenu des offres reçues;considérant que, conformément à l'article 1^{er} du règlement (CEE) n° 472/74 de la Commission, du 26 février 1974, relatif à la mise en adjudication aux fins de leur exportation, de quartiers arrière de bovins stockés par l'organisme d'intervention irlandais⁽⁴⁾, des quartiers arrière congelés ont été mis en adjudication; que, en raison des offres faites lors de l'adjudication ainsi que de la situation des marchés, il convient de fixer le prix minimal au niveau visé ci-dessous;

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

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Le prix minimal de vente à retenir pour l'attribution de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 472/74 est fixé à 58 £ par 100 kg pour les quartiers arrière provenant des « Steers I and Steers II » au sens de la réglementation nationale.

Article 2

L'Irlande est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 22 mars 1974.

*Par la Commission**Le président*

François-Xavier ORTOLI

⁽¹⁾ JO n° L 148 du 28. 6. 1968, p. 24.⁽²⁾ JO n° L 25 du 30. 1. 1973, p. 23.⁽³⁾ JO n° L 28 du 5. 2. 1969, p. 10.⁽⁴⁾ JO n° L 56 du 27. 2. 1974, p. 20.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 22 mars 1974

relative à la fixation des montants maximaux pour les frais de livraison de lait écrémé en poudre dans le cadre de la procédure d'adjudication visée au règlement (CEE) n° 469/74

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

(74/202/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 804/68 du Conseil, du 27 juin 1968, portant organisation commune des marchés dans le secteur du lait et des produits laitiers⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 419/74⁽²⁾, et notamment son article 7 paragraphe 5,

considérant que, conformément au règlement (CEE) n° 469/74 de la Commission, du 26 février 1974, relatif à l'adjudication des frais de livraison de lait écrémé en poudre au titre de l'aide alimentaire⁽³⁾, les organismes d'intervention belge, allemand et français ont mis en adjudication les frais de livraison de 5 770 tonnes de lait écrémé en poudre destinées aux pays du Sahel ;

considérant que l'article 7 du règlement (CEE) n° 1885/73 de la Commission, du 12 juillet 1973, relatif à l'adjudication des frais de livraison au titre de l'aide alimentaire de lait écrémé en poudre détenu par les organismes d'intervention⁽⁴⁾, prévoit que, compte tenu des offres reçues, il est fixé un montant maximal ou décidé de ne pas donner suite à l'adjudication ;

considérant que, en raison des offres reçues, les montants maximaux pour les lots A et B d'une quantité totale de 3 400 tonnes ont été fixés par la décision de la Commission du 19 mars 1974 ; que, en ce qui concerne les lots C, D, E et F d'une quantité totale de

2 370 tonnes, les offres introduites ont fait l'objet d'un examen approfondi et les montants maximaux peuvent désormais être fixés aux niveaux ci-dessous ;

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

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

Article premier

Les montants maximaux à retenir pour l'attribution de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 469/74, en ce qui concerne les lots C, D, E et F sont fixés comme suit :

lot C : 101 328 unités de compte,
lot D : 126 716 unités de compte,
lot E : 66 076 unités de compte,
lot F : 142 155 unités de compte.

Article 2

La République française est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 22 mars 1974.

Par la Commission

Le président

François-Xavier ORTOLI

⁽¹⁾ JO n° L 148 du 28. 6. 1968, p. 13.

⁽²⁾ JO n° L 49 du 21. 2. 1974, p. 2.

⁽³⁾ JO n° L 56 du 27. 2. 1974, p. 16.

⁽⁴⁾ JO n° L 192 du 13. 7. 1973, p. 31.

CINQUIÈME DIRECTIVE DE LA COMMISSION

du 25 mars 1974

portant fixation des méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle officiel des aliments des animaux

(74/203/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⁾, modifiée en dernier lieu par l'acte ⁽²⁾, joint au traité relatif à l'adhésion de nouveaux États membres à la Communauté économique européenne et à la Communauté européenne de l'énergie atomique ⁽³⁾ signé à Bruxelles le 22 janvier 1972, 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 ou administratives concernant la qualité et la composition des aliments des animaux sont respectées, sont effectués selon des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse communautaires ;

considérant que les directives 71/250/CEE, 71/393/CEE, 72/199/CEE et 73/46/CEE de la Commission, respectivement des 15 juin 1971 ⁽⁴⁾, 18 novembre 1971 ⁽⁵⁾, 27 avril 1972 ⁽⁶⁾ et 5 décembre 1972 ⁽⁷⁾, ont déjà fixé un certain nombre de méthodes d'analyse communautaires ; que, compte tenu de l'état d'avancement des travaux effectués depuis lors, il convient d'arrêter une cinquième série de méthodes ;

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 la teneur en amidon et en produits de dégradation à haut poids moléculaire de l'amidon des aliments qui contiennent des cossettes, des pulpes, des feuilles ou des collets séchés de betteraves, des pulpes

de pomme de terre, des levures déshydratées, des produits riches en inuline ou des cretons, sont effectuées selon la méthode décrite à l'annexe I de la présente directive.

Les dispositions générales figurant à la partie 1 (introduction) de l'annexe de la première directive 71/250/CEE de la Commission du 15 juin 1971 sont applicables à la méthode décrite à l'annexe I de la présente directive.

Article 2

Les États membres prescrivent que les analyses pour les contrôles officiels des aliments des animaux, en ce qui concerne leurs teneurs en amprolium, éthopabate, dinitolmide (DOT), nicarbazine et ménadione (vitamine K₃), sont effectuées selon les méthodes décrites à l'annexe II de la présente directive.

Les dispositions générales figurant à la partie 1 (introduction) de l'annexe de la première directive 71/250/CEE de la Commission du 15 juin 1971, à l'exception de la partie concernant la préparation de l'échantillon à analyser, sont applicables aux méthodes décrites à l'annexe II de la présente directive.

Article 3

Les États membres mettent en vigueur, le 1^{er} novembre 1974 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 4

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 25 mars 1974.

*Par la Commission**Le président*

François-Xavier ORTOLI

⁽¹⁾ JO n° L 170 du 3. 8. 1970, p. 2.⁽²⁾ JO n° L 73 du 27. 3. 1972, p. 14.⁽³⁾ JO n° L 73 du 27. 3. 1972, p. 5.⁽⁴⁾ JO n° L 155 du 12. 7. 1971, p. 13.⁽⁵⁾ JO n° L 279 du 20. 12. 1971, p. 7.⁽⁶⁾ JO n° L 123 du 29. 5. 1972, p. 6.⁽⁷⁾ JO n° L 83 du 30. 3. 1973, p. 21.

ANNEXE I

DOSAGE DE L'AMIDON

— Méthode à la pancréatine —

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en amidon et en produits de dégradation à haut poids moléculaire de l'amidon des aliments qui contiennent des cossettes, des pulpes, des feuilles ou des collets séchés de betteraves, des pulpes de pomme de terre, des levures déshydratées, des produits riches en inuline (par exemple, cossettes et farine de topinambours) ou des cretons. Le dosage ne doit être effectué que lorsque l'examen microscopique montre la présence dans l'échantillon de quantités non négligeables d'amidon.

2. Principe

Les sucres présents dans l'échantillon sont éliminés par extraction à l'éthanol. L'amidon du résidu d'extraction est saccharifié par la pancréatine. Les sucres sont hydrolysés par l'acide chlorhydrique et le glucose formé est dosé par la méthode de Luff-Schoorl. La quantité de glucose ainsi obtenue, multipliée par un facteur constant, donne la teneur en amidon de l'échantillon.

3. Réactifs

- 3.1. Éthanol à 90 pour cent (v/v), neutre à la phénolphtaléine.
- 3.2. Alcool n-amylique p.a.
- 3.3. Toluène p.a.
- 3.4. Solution tampon : Dissoudre dans l'eau 9,078 g de phosphate monopotassique KH_2PO_4 et 11,876 g de phosphate disodique $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Compléter à 1 l par de l'eau.
- 3.5. Solution de chlorure de sodium 0,2 N.
- 3.6. Solution de Carrez I : Dissoudre dans l'eau 21,9 g d'acétate de zinc $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et 3 g d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml par de l'eau.
- 3.7. Solution de Carrez II : Dissoudre dans l'eau 10,6 g de ferrocyanure de potassium $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN}_6)] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Compléter à 100 ml par de l'eau.
- 3.8. Acide chlorhydrique N.
- 3.9. Acide chlorhydrique p.a., 8 N environ, d : 1,125.
- 3.10. Solution d'hydroxyde de sodium p.a., 10 N environ, d : 1,33.
- 3.11. Indicateur : solution à 0,1 pour cent (p/v) de méthylorange.
- 3.12. Pancréatine, pulvérulente, répondant aux prescriptions données sous le point 8 : conserver en flacons bouchés, à l'abri de la lumière et de l'humidité.
- 3.13. Réactif selon Luff-Schoorl : verser, en agitant prudemment, la solution d'acide citrique (3.13.2) dans la solution de carbonate de sodium (3.13.3). Ajouter ensuite la solution de sulfate de cuivre (3.13.1) et compléter à 1 l par 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.
 - 3.13.1. Solution de sulfate de cuivre : dissoudre 25 g de sulfate de cuivre p.a. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dans 100 ml d'eau.
 - 3.13.2. Solution d'acide citrique : dissoudre 50 g d'acide citrique p.a. $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dans 50 ml d'eau.
 - 3.13.3. 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.
- 3.14. Granulés de pierre ponce bouillis dans l'acide chlorhydrique, lavés à l'eau et séchés.
- 3.15. Solution à 30 pour cent (p/v) d'iodure de potassium p.a.

- 3.16. Acide sulfurique, 6 N environ, d : 1,18.
- 3.17. Solution de thiosulfate de sodium 0,1 N.
- 3.18. 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 3 minutes, puis laisser refroidir. Préparer fraîchement avant l'emploi.

4. Appareillage

- 4.1. Extracteur (voir schéma page 12), comportant :
 - 4.1.1. Un erlenmeyer de 500 ml, à col large,
 - 4.1.2. Un réfrigérant à reflux ajusté à l'erlenmeyer par un bouchon,
 - 4.1.3. Une tige coulissant dans la tubulure centrale du réfrigérant, munie d'un crochet à son extrémité inférieure, une pince pour fixer la tige,
 - 4.1.4. Un panier métallique, destiné à être suspendu au crochet de la tige (4.1.3) et à porter le creuset filtrant (4.1.5),
 - 4.1.5. Un creuset filtrant pour filtration rapide, dimension maximale des pores : 90 à 150 μm (par exemple G1), 30 ml environ,
 - 4.1.6. Des papiers-filtres, de format approprié au creuset filtrant (4.1.5).
- 4.2. Étuve à incubation, réglée à 38 °C.
- 4.3. Ballons jaugés de 200 ml, à rodage normalisé, avec réfrigérant à reflux.
- 4.4. Ballons jaugés de 100 ml, à rodage normalisé, avec réfrigérant à reflux.

5. Mode opératoire

5.1. Préparation de l'échantillon

Broyer l'échantillon de façon qu'il passe en totalité au travers d'un tamis à mailles de 0,5 mm.

5.2. Extraction

Peser, à 1 mg près, 2 g de l'échantillon et les introduire dans le creuset filtrant (4.1.5) dont le fond a été préalablement recouvert d'un papier filtre (4.1.6) mouillé par de l'éthanol (3.1). Introduire dans l'erlenmeyer (4.1.1) 55 ml d'éthanol (3.1) et quelques granulés de pierre ponce (3.14). Placer le creuset filtrant dans le panier métallique (4.1.4) et suspendre celui-ci au crochet de la tige (4.1.3). Placer le réfrigérant sur l'erlenmeyer et abaisser la tige de façon que le fond du creuset effleure la surface de l'éthanol. Fixer la tige à cette hauteur à l'aide de la pince. Porter l'éthanol à ébullition et maintenir celle-ci durant 3 heures. Laisser ensuite refroidir et relever la tige (4.1.3) de façon à remonter le creuset aussi haut que possible dans l'erlenmeyer. Déboucher prudemment l'erlenmeyer et laisser couler 45 ml d'eau le long des parois du flacon. Placer à nouveau le réfrigérant sur l'erlenmeyer et maintenir le creuset filtrant à 10 cm au-dessus du niveau du liquide. Porter le liquide à ébullition et maintenir celle-ci durant 3 heures. Laisser ensuite refroidir, déboucher l'erlenmeyer et retirer le creuset du panier.

5.3. Saccharification et hydrolyse

Placer le creuset sur une fiole à vide et sécher sous aspiration. Amener le résidu d'extraction dans un mortier et broyer finement. Transvaser quantitativement la poudre à l'aide de 60 ml d'eau environ dans un ballon jaugé de 200 ml à rodage normalisé et ajouter quelques gouttes d'alcool amylique (3.2). Ajuster au ballon un réfrigérant à reflux. Chauffer à ébullition et maintenir celle-ci durant 1 heure. Laisser ensuite refroidir et détacher le réfrigérant.

Ajouter 25 ml de solution tampon (3.4), 250 mg de pancréatine (3.12), 2,5 ml de solution de chlorure de sodium (3.5) et 10 gouttes de toluène (3.3). Agiter durant 2 minutes, placer le ballon dans l'étuve à incubation (4.2) et l'y maintenir durant 21 h, en agitant de temps en temps. Laisser ensuite refroidir jusqu'à la température ambiante.

Ajouter 5 ml de solution de Carrez I (3.6) et agiter pendant une minute. Ajouter ensuite 5 ml de solution de Carrez II (3.7) et agiter à nouveau pendant une minute. Compléter au volume par de l'eau, homogénéiser et filtrer. Prélever à la pipette 50 ml du filtrat et les porter dans un ballon jaugé de 100 ml (on peut également travailler sur 100 ml de filtrat dans un ballon jaugé de 200 ml). Ajouter quelques gouttes d'indicateur (3.11) et acidifier par l'acide chlorhydrique 8 N (3.9) jusqu'à virage au rouge. Ajouter ensuite un excès de 6,25 ml d'acide chlorhydrique 8 N (3.9) (12,50 ml si l'on travaille sur 100 ml de filtrat). Ajuster au ballon le réfrigérant à reflux, porter la solution à ébullition et maintenir celle-ci durant 1 h. Laisser refroidir, neutraliser par la solution d'hydroxyde de sodium 10 N (3.10) jusqu'à virage au jaune de l'indicateur. Acidifier ensuite légèrement en ajoutant un peu d'acide chlorhydrique N (3.8), compléter au volume par de l'eau et homogénéiser. Déterminer la teneur en glucose selon la méthode de Luff-Schoorl comme indiqué en 5.4.

5.4. Titration selon Luff-Schoorl

Prélever à la pipette 25 ml du réactif selon Luff-Schoorl (3.13) et les porter dans un erlenmeyer de 300 ml ; ajouter 25 ml, exactement mesurés, de la solution obtenue en 5.3 contenant au maximum 60 mg de glucose. Ajouter deux granules de pierre ponce (3.14), chauffer, en agitant à la main, sur une flamme libre de hauteur moyenne et porter le liquide à ébullition en 2 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. À partir de ce moment, faire bouillir pendant 10 minutes exactement. Refroidir immédiatement dans l'eau froide et après 5 minutes environ, titrer comme suit.

Ajouter 10 ml de solution d'iodure de potassium (3.15) et, immédiatement après et avec prudence (en raison du risque de formation de mousse abondante), 25 ml d'acide sulfurique 6 N (3.16). Titrer ensuite par la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N (3.17) jusqu'à apparition d'une coloration jaune terne, ajouter l'indicateur à l'amidon (3.18) et achever la titration.

Effectuer la même titration sur un mélange exactement mesuré de 25 ml de réactif selon Luff-Schoorl (3.13) et 25 ml d'eau, après avoir ajouté 10 ml de solution d'iodure de potassium (3.15) et 25 ml d'acide sulfurique 6 N (3.16), sans porter à ébullition.

5.5. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en appliquant le mode opératoire décrit en 5.3 et 5.4, en l'absence d'échantillon.

6. Calcul des résultats

Établir à l'aide de la table annexée la quantité de glucose en mg correspondant à la différence entre les résultats des deux titrations (exprimés en ml de thiosulfate de sodium 0,1 N) et se rapportant d'une part, à l'analyse de l'échantillon et, d'autre part, à l'essai à blanc.

La teneur en amidon pour cent d'échantillon est donné par la formule :

$$0,72 (a - b)$$

dans laquelle

a = mg de glucose se rapportant à l'échantillon,

b = mg de glucose se rapportant à l'essai à blanc (voir observation 7.2).

7. Observations

7.1. La présence simultanée dans l'échantillon d'amidon partiellement ou totalement dextrinisé et de lactose peut donner lieu à un résultat par excès de 0,5 à 3 % d'amidon. Dans ce cas, la teneur réelle en amidon est obtenue comme suit :

- déterminer la teneur en sucres réducteurs de l'extrait éthanolique obtenu en 5.2 et exprimer le résultat en pour cent de glucose ;
- déterminer la teneur de l'échantillon en sucres réducteurs solubles dans l'eau, et exprimer le résultat en pour cent de glucose ;
- déduire le résultat obtenu en a) de celui obtenu en b) et multiplier la différence par 0,9 ;
- déduire la valeur obtenue en c) de la teneur en amidon obtenue par l'application de la méthode et calculée comme indiqué en 6.

7.2. La quantité de glucose se rapportant à l'essai à blanc est normalement de 0,25 mg. Elle ne peut être supérieure à 0,50 mg.

8. Prescriptions concernant la pancréatine

Aspect physique : poudre blanc-jaunâtre, amorphe.

Teneur en glucose : la quantité de glucose de l'essai à blanc (voir 5.5) est normalement de 0,25 mg. Un résultat supérieur à 0,50 mg indique que la pancréatine n'est plus utilisable.

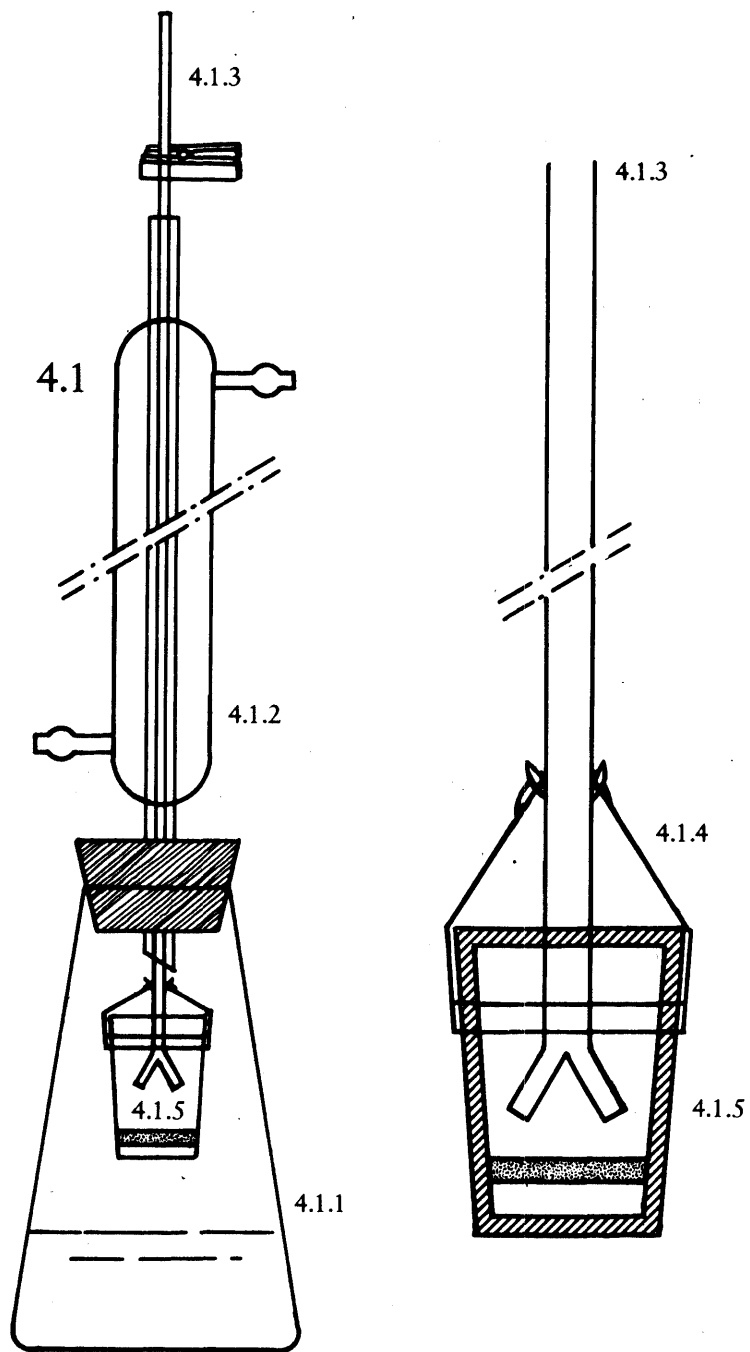
Contrôle de la consommation d'iode : mettre en suspension 62,5 mg de pancréatine dans 50 ml d'eau environ portés à 25 — 30 °C. Ajouter 1 ml de solution d'iode 0,1 N. Remuer durant 2 minutes. Titrer par une solution de thiosulfate de sodium 0,1 N en présence d'indicateur à l'amidon. La consommation de solution d'iode par la pancréatine ne doit pas dépasser 0,5 ml.

Contrôle de l'activité amylolytique : mélanger 100 ml de solution d'amidon (3.18), 5 ml de solution tampon (3.4), 0,5 ml de solution de chlorure de sodium (3.5) et 62,5 mg de pancréatine. Porter le mélange à 25 — 30 °C, remuer durant 2 minutes. Ajouter 1 ml de solution d'iode 0,1 N. La coloration bleue doit avoir disparu dans les 15 minutes qui suivent l'addition de la solution d'iode.

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, 2 minutes de chauffage, 10 minutes d'ébullition

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



ANNEXE II

1. DOSAGE DE L'AMPROLIUM

[Chlorhydrate de chlorure 1-(4-amino-2-propyl-5-pyrimidylméthyl)-2-picolinium]

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de doser l'amprolium dans les aliments, les concentrats et les prémélanges. La limite inférieure du dosage est de 40 ppm.

2. Principe

L'échantillon est soumis à l'extraction par du méthanol dilué. L'extrait est purifié sur colonne d'oxyde d'aluminium et traité par une solution méthanolique de 2,7-dihydroxynaphtalène, ferricyanure de potassium, cyanure de potassium et hydroxyde de sodium. Il se développe une coloration pourpre. L'amprolium est déterminé par spectrophotométrie à 530 nm.

3. Réactifs

- 3.1. Méthanol p.a.
- 3.2. Méthanol dilué : mélanger 2 volumes de méthanol (3.1) et 1 volume d'eau.
- 3.3. Solution à 0,2 pour cent (p/v) de ferricyanure de potassium $K_3 Fe(CN)_6$ p.a. Cette solution est stable durant deux semaines.
- 3.4. Solution à 1 pour cent (p/v) de cyanure de potassium p.a. Cette solution est stable durant deux semaines.
- 3.5. Solution à 1,125 pour cent (p/v) d'hydroxyde de sodium p.a.
- 3.6. Solution méthanolique d'hydroxyde de sodium : prélever 15 ml de la solution (3.5) et compléter à 200 ml par du méthanol (3.1).
- 3.7. Solution à 0,0025 pour cent (p/v) de 2,7-dihydroxynaphtalène : dissoudre 25 mg de 2,7-dihydroxynaphtalène p.a. dans le méthanol (3.1) et compléter à 1000 ml par le méthanol (3.1).
- 3.8. Réactif de coloration : introduire 90 ml de solution de 2,7-dihydroxynaphtalène (3.7) dans une fiole conique de 250 ml (4.1), ajouter 5 ml de solution de ferricyanure de potassium (3.3) et homogénéiser. Ajouter ensuite 5 ml de solution de cyanure de potassium (3.4), boucher la fiole et homogénéiser. Laisser reposer durant 30 à 35 minutes, ajouter 100 ml de solution méthanolique d'hydroxyde de sodium (3.6), homogénéiser et filtrer sur un creuset filtrant (4.3). Utiliser ce réactif dans les 75 minutes qui suivent la filtration.
- 3.9. Oxyde d'aluminium pour chromatographie sur colonne. Avant l'utilisation, agiter durant 30 minutes 100 g d'oxyde d'aluminium avec 500 ml d'eau, filtrer, laver trois fois le dépôt sur le filtre par 50 ml de méthanol (3.1) chaque fois, sécher par aspiration, laisser reposer une nuit et sécher durant 2 h à 100 °C dans une étuve à vide. Laisser refroidir en dessiccateur. Contrôler l'activité en soumettant à l'analyse, à partir du point 5.2, une quantité déterminée de solution étalon (3.11). Le taux de récupération de l'amprolium doit être de 100 pour cent \pm 4 pour cent.
- 3.10. Substance étalon : amprolium pur répondant aux caractéristiques ci-après.
Point de fusion (décomposition) : 248 °C.
Coefficient d'extinction moléculaire à 265 et à 235 nm dans l'eau distillée : $11,0 \times 10^3$.
- 3.11. Solution étalon : peser, à 0,1 mg près, 50 mg de substance étalon (3.10). Dissoudre par le méthanol dilué (3.2) dans un ballon jaugé de 500 ml, compléter au volume par le même solvant et homogénéiser. Prélever 10,0 ml, compléter à 50 ml par le méthanol dilué (3.2) dans un ballon jaugé et homogénéiser. 1 ml de cette solution contient 20 µg d'amprolium.

4. Appareillage

- 4.1. Fioles coniques de 50, 250 et 500 ml, à bouchon rodé.
- 4.2. Agitateur.
- 4.3. Creuset filtrant, porosité G 3, diamètre : 60 mm.
- 4.4. Tube pour chromatographie, en verre (diamètre intérieur : 9 mm, longueur : 400 à 500 mm).
- 4.5. Centrifugeuse, avec tubes de 25 ml à bouchon rodé.
- 4.6. Spectrophotomètre, avec cuvettes de 10 mm d'épaisseur.

5. Mode opératoire

5.1. *Extraction et purification*

5.1.1. *Aliments et prémélanges*

Peser, à 1 mg près, 10 g de l'échantillon finement divisé et homogénéisé. Pour les prémélanges, peser 3 à 6 g, à 1 mg près. Introduire la prise d'essai dans un erlenmeyer de 250 ml (4.1) et ajouter 100 ml exactement de méthanol dilué (3.2). Agiter durant 60 minutes et filtrer. Diluer, si nécessaire, par le méthanol dilué (3.2) pour obtenir une solution contenant 5 à 15 µg d'amprolium par ml.

Introduire dans un tube pour chromatographie (4.4), préalablement muni à son extrémité inférieure d'un tampon de coton, 5 g d'oxyde d'aluminium (3.9) et ensuite 25,0 ml de l'extrait. Laisser écouler le liquide, éliminer les 5 premiers ml et recueillir les 12 ml qui suivent dans une éprouvette graduée.

5.1.2. *Concentrats*

Peser, à 1 mg près, 0,5 g de l'échantillon finement divisé et homogénéisé, les introduire dans une fiole conique de 500 ml (4.1), ajouter 250 ml de méthanol dilué (3.2), agiter durant 60 minutes et filtrer. Prélever 5,0 ml du filtrat et compléter à 200 ml par du méthanol dilué (3.2) dans un ballon jaugé.

5.2. *Développement de la coloration et mesure de la densité optique*

Prélever 5,0 ml de la solution obtenue en 5.1.1. ou 5.1.2 et les introduire dans un tube à centrifugation A (4.5). Introduire 5,0 ml de méthanol dilué (3.2) dans un tube à centrifugation B (4.5). Ajouter dans chaque tube 10,0 ml du réactif de coloration (3.8), boucher les tubes, homogénéiser et laisser reposer durant 18 minutes. Centrifuger ensuite durant 3 minutes pour obtenir des solutions limpides et décanter les solutions A et B dans des fioles coniques de 50 ml (4.1).

Mesurer immédiatement au spectrophotomètre à 530 nm la densité optique de la solution A, en utilisant comme blanc la solution B. Déterminer la quantité d'amprolium en se référant à la courbe d'étalonnage (5.3).

5.3. *Courbe d'étalonnage*

Introduire dans les tubes à centrifugation (4.5) des volumes respectifs de 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 et 5,0 ml de solution étalon (3.11). Compléter le volume des quatre premiers tubes à 5,0 ml par du méthanol dilué (3.2). Ajouter dans les cinq tubes 10,0 ml du réactif de coloration (3.8), boucher les tubes, homogénéiser et laisser reposer durant 18 minutes. Centrifuger ensuite durant 3 minutes et décanter les solutions dans des fioles coniques de 50 ml (4.1).

Mesurer immédiatement au spectrophotomètre à 530 nm la densité optique des solutions, en utilisant comme blanc un mélange de 5 ml de méthanol dilué (3.2) et 10 ml du réactif de coloration (3.8). Tracer la courbe d'étalonnage en portant en ordonnée les valeurs de la densité optique et en abscisse les quantités correspondantes d'amprolium en mg.

6. Calcul des résultats

6.1. *Aliments et prémélanges*

La teneur en mg d'amprolium par kg d'échantillon est donnée par la formule

$$\frac{A}{P} \cdot F \cdot 20\,000$$

dans laquelle :

A = quantité en mg d'amprolium déterminée par la mesure photométrique,

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

F = coefficient de dilution (effectuée éventuellement en 5.1.1).

6.2. Concentrats

La teneur en amprolium pour cent d'échantillon est donnée par la formule

$$\frac{A}{P} \cdot 200$$

dans laquelle :

A = quantité en mg d'amprolium déterminée par la mesure photométrique,

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

7. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées sur le même échantillon ne doit pas dépasser :

- 10 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs en amprolium inférieures à 100 ppm ;
- 10 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs comprises entre 100 et 5 000 ppm ;
- 500 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs comprises entre 5 000 et 10 000 ppm ;
- 5 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs supérieures à 10 000 ppm.

2. DOSAGE DE L'ÉTHOPABATE

(méthyl-4-acétamido-2-éthoxybenzoate)

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de doser l'éthopabate dans les aliments, les concentrats et les prémélanges. La limite inférieure du dosage est de 2 ppm.

2. Principe

L'échantillon est soumis à l'extraction par du méthanol dilué. La solution est acidifiée et extraite par le chloroforme. L'extrait chloroformique est lavé d'abord par une solution alcaline et ensuite par de l'eau. L'extrait purifié est concentré, l'éthopabate est hydrolysé par l'acide chlorhydrique dilué. Le dérivé aminé ainsi formé est diazoté et couplé avec la N-(1-naphtyl) éthylènediamine. Le complexe coloré est extrait par le butanol et la densité optique de la solution est mesurée à 555 nm.

3. Réactifs

- 3.1. Méthanol p.a.
- 3.2. Méthanol à 50 pour cent (v/v) : mélanger des volumes égaux de méthanol (3.1) et d'eau.
- 3.3. Acide chlorhydrique p.a., d : 1,19.
- 3.4. Acide chlorhydrique dilué à 1/10 : prélever 10,0 ml d'acide chlorhydrique (3.3), compléter à 100 ml par de l'eau.
- 3.5. Acide chlorhydrique 0,3 N environ : prélever 25,0 ml d'acide chlorhydrique (3.3), compléter à 1 000 ml par de l'eau.
- 3.6. Chloroforme p.a.
- 3.7. Solution à 4 pour cent (p/v) de carbonate de sodium : dissoudre 40,0 g de carbonate de sodium anhydre p.a. dans l'eau et compléter à 1 000 ml par de l'eau.
- 3.8. Solution à 0,2 pour cent (p/v) de nitrite de sodium : dissoudre dans l'eau 100 mg de nitrite de sodium p.a. et compléter à 50 ml par de l'eau dans un ballon jaugé. Préparer immédiatement avant l'emploi.
- 3.9. Solution à 1,0 pour cent (p/v) de sulfamate d'ammonium : dissoudre dans l'eau 500 mg de sulfamate d'ammonium p.a. et compléter à 50 ml par de l'eau dans un ballon jaugé. Préparer immédiatement avant l'emploi.
- 3.10. Solution à 0,2 pour cent (p/v) de N-(1-naphtyl) éthylènediamine : dissoudre dans l'eau 100 mg de N-(1-naphtyl) éthylènediamine p.a. et compléter à 50 ml par de l'eau dans un ballon jaugé. Préparer immédiatement avant l'emploi.
- 3.11. Chlorure de sodium anhydre, p.a.
- 3.12. Butanol-n, p.a.
- 3.13. Substance étalon : éthopabate pur.
- 3.14. Solutions étalons :
 - 3.14.1. Solution à 0,040 mg d'éthopabate par ml : peser, à 0,1 mg près, 40 g de substance étalon (3.13). Dissoudre par le méthanol dilué (3.2) dans un ballon jaugé de 100 ml, compléter au volume par le même solvant et homogénéiser. Prélever 10,0 ml, compléter à 100 ml par le méthanol (3.2) dans un ballon jaugé et homogénéiser. Cette solution est stable durant un mois.
 - 3.14.2. Solution à 0,016 mg d'éthopabate par 20 ml : prélever 5,0 ml de la solution (3.14.1), compléter à 250 ml par le méthanol dilué (3.2) dans un ballon jaugé et homogénéiser. Préparer avant l'emploi.

4. Appareillage

- 4.1. Fioles coniques de 250 ml, à bouchon rodé.
- 4.2. Ampoules à décanter de 100 ml, à bouchon rodé.
- 4.3. Agitateur.

- 4.4. Appareil rotatif à évaporation sous vide, avec ballons de 250 ml.
- 4.5. Bain d'eau.
- 4.6. Centrifugeuse, avec tubes de 15 et 50 ml, à rodage normalisé.
- 4.7. Réfrigérant à air, à rodage normalisé.
- 4.8. Spectrophotomètre, avec cuvettes de 10 mm d'épaisseur.

5. Mode opératoire

5.1. Extraction

Peser, à 1 mg près, une quantité d'échantillon finement divisé et homogénéisé contenant 80 µg environ d'éthopabate. Introduire la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml (4.1) et ajouter 100,0 ml de méthanol dilué (3.2). Mélanger, boucher la fiole et agiter durant 1 heure à l'aide d'un agitateur (4.3). Laisser décanter, filtrer et éliminer les premiers ml du filtrat.

5.2. Purification

NB: Toutes les opérations décrites sous ce point doivent être effectuées rapidement.

Introduire 20,0 ml de l'extrait limpide dans une ampoule à décanter de 100 ml (4.2), ajouter 5,0 ml d'acide chlorhydrique dilué à 1/10 (3.4) et 20,0 ml de chloroforme (3.6). Agiter d'abord prudemment et, ensuite, vigoureusement durant 3 minutes. Laisser reposer jusqu'à séparation des phases et recueillir la phase chloroformique dans une deuxième ampoule à décanter de 100 ml (4.2).

Extraire la phase acide deux fois successivement par 20,0 ml de chloroforme (3.6) chaque fois. Réunir les extraits chloroformiques dans la deuxième ampoule à décanter et éliminer la phase acide. Ajouter à la solution chloroformique 10 ml de solution de carbonate de sodium (3.7), agiter durant 3 minutes et laisser reposer jusqu'à séparation des phases. Recueillir la phase chloroformique dans une troisième ampoule à décanter de 100 ml (4.2) et éliminer la phase aqueuse. Ajouter à la solution chloroformique 10 ml de solution de carbonate de sodium (3.7), agiter durant 3 minutes et laisser reposer jusqu'à séparation des phases.

Recueillir la phase chloroformique dans une quatrième ampoule à décanter de 100 ml (4.2), laver deux fois successivement par 25 ml d'eau chaque fois, séparer les phases aqueuses et recueillir quantitativement l'extrait chloroformique dans un ballon de 250 ml (4.4). Réunir les phases aqueuses, rincer les ampoules à décanter vidées par quelques ml de chloroforme (3.6), laver ensuite la phase aqueuse par ce chloroforme. Séparer la phase chloroformique et ajouter celle-ci à l'extrait recueilli dans un ballon.

5.3. Hydrolyse

Évaporer l'extrait chloroformique jusqu'à 2 ml environ sur bain d'eau à 50 °C à l'aide de l'appareil rotatif à évaporation sous vide (4.4). Dissoudre le résidu par 2 à 3 ml de méthanol (3.1), transvaser quantitativement la solution dans un tube à centrifugation de 50 ml (4.6) à l'aide de deux portions de 10 ml et une portion de 5 ml d'acide chlorhydrique 0,3 N environ (3.5). Ajouter quelques fragments de pierre poreuse, homogénéiser et munir le tube d'un réfrigérant à air (4.7). Plonger le tube dans un bain d'eau bouillante et l'y maintenir durant 45 minutes. Laisser ensuite refroidir sous un courant d'eau froide.

5.4. Développement de la coloration et mesure de la densité optique

Ajouter 1,0 ml de solution de nitrite de sodium (3.8), agiter et laisser reposer 2 minutes. Ajouter 1,0 ml de solution de sulfamate d'ammonium (3.9), agiter et laisser reposer 2 minutes. Ajouter 1,0 ml de solution de N-(1-naphtyl) éthylènediamine (3.10), agiter et laisser reposer 10 minutes. Ajouter 5,0 g de chlorure de sodium (3.11) et 10,0 ml de butanol-n (3.12), agiter vigoureusement jusqu'à dissolution complète du chlorure de sodium.

Préparer la solution butanolique surnageante à l'aide d'une pipette, l'introduire dans un tube à centrifugation de 15 ml (4.6) et centrifuger. Mesurer ensuite la densité optique E_A au spectrophotomètre à 555 nm par comparaison avec le butanol-n (3.12).

5.5. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en appliquant le même mode opératoire, à partir du point 5.2, à 20,0 ml de méthanol dilué (3.2). Mesurer la densité optique E_B à 555 nm par comparaison avec le butanol-n (3.12).

5.6. Essai étalon

Effectuer un essai étalon en appliquant le même mode opératoire, à partir du point 5.2, à 20,0 ml de solution étalon (3.14.2). Mesurer la densité optique E_C à 555 nm par comparaison avec le butanol-n (3.12).

6. Calcul des résultats

La teneur en mg d'éthopabate par kg d'échantillon est donnée par la formule

$$\frac{(E_A - E_B) \cdot 80}{(E_C - E_B) \cdot P}$$

dans laquelle :

E_A = densité optique de la solution provenant de l'échantillon,
 E_B = densité optique de la solution résultant de l'essai à blanc,
 E_C = densité optique de la solution résultant de l'essai étalon,
 P = poids en g de la prise d'essai.

7. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées sur le même échantillon ne doit pas dépasser :

20 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs en éthopabate inférieures à 7,5 ppm,
1,5 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs comprises entre 7,5 et 10 ppm,
15 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs supérieures à 10 ppm.

3. DOSAGE DU DINITOLMIDE (DOT)

(3,5-dinitro-o-toluamide)

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de doser le dinitolmide (DOT) dans les aliments, les concentrats et les prémélanges. Les dérivés du nitrofurane interfèrent. La limite inférieure du dosage est de 40 ppm.

2. Principe

L'échantillon est soumis à l'extraction par l'acétonitrile. L'extrait est purifié sur oxyde d'aluminium et filtré. Une partie aliquote du filtrat est évaporée à sec. Le résidu est repris par la diméthylformamide et traité par l'éthylènediamine. Il se développe une coloration pourpre. Le dinitolmide est déterminé par spectrophotométrie à 560 nm.

3. Réactifs

- 3.1. Acétonitrile à 85 pour cent (v/v): mélanger 850 ml d'acétonitrile pur et 150 ml d'eau; distiller le mélange avant l'emploi; recueillir la fraction distillant entre 75 et 77 °C.
- 3.2. Oxyde d'aluminium pour chromatographie sur colonne.
Calciner durant 2 h au moins à 750 °C, refroidir en dessiccateur et conserver en flacon de verre brun, à bouchon rodé. Avant l'utilisation, humidifier comme suit: introduire dans un flacon de verre brun 10 g d'oxyde d'aluminium et 0,7 ml d'eau, boucher hermétiquement, réchauffer durant 5 minutes dans un bain d'eau bouillante tout en agitant énergiquement. Laisser refroidir en agitant. Contrôler l'activité en soumettant à l'analyse, à partir du point 5.1, une quantité déterminée de solution étalon (3.6). Le taux de récupération du dinitolmide doit être de 100 pour cent \pm 2 pour cent.
- 3.3. N,N-diméthylformamide à 95 pour cent (v/v): mélanger 95,0 ml de N,N-diméthylformamide p.a. et 5,0 ml d'eau.
- 3.4. Éthylènediamine p.a., teneur maximum en eau: 2,0 pour cent.
- 3.5. Substance étalon: 3,5 dinitro-o-toluamide pur répondant aux caractéristiques ci-après.
Point de fusion: 177 °C.
Coefficient d'extinction moléculaire à 248 nm dans l'acétonitrile: $13,1 \times 10^3$.
Coefficient d'extinction moléculaire à 266 nm dans la N,N-diméthylformamide: $10,1 \times 10^3$.
- 3.6. Solution étalon: peser, à 0,1 mg près, 40 mg de substance étalon (3.5). Dissoudre par l'acétonitrile (3.1) dans un ballon jaugé de 200 ml, compléter au volume par le même solvant et homogénéiser. Prélever 20,0 ml, compléter à 100 ml par l'acétonitrile (3.1) dans un ballon jaugé et homogénéiser. 1 ml de cette solution contient 40 μ g de dinitolmide.

4. Appareillage

- 4.1. Fiole conique de 250 ml, à rodage normalisé.
- 4.2. Réfrigérant à reflux, à rodage normalisé.
- 4.3. Creuset filtrant, porosité G 3, diamètre 60 mm.
- 4.4. Appareil à filtrer sous vide (par exemple appareil de Witt).
- 4.5. Bain d'eau, réglé à 50 °C.
- 4.6. Spectrophotomètre, avec cuvettes de 10 mm d'épaisseur.

5. Mode opératoire

5.1. Extraction et purification

Peser, à 1 mg près, 10 g de l'échantillon finement divisé et homogénéisé. Pour les concentrats et les prémélanges, peser 1 g, à 1 mg près. Introduire la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml (4.1) et ajouter 65 ml d'acétonitrile (3.1). Mélanger, munir la fiole conique d'un réfrigérant à reflux (4.2) et chauffer sur le bain d'eau (4.5) durant 30 minutes en agitant continuellement. Laisser refroidir sous un courant d'eau froide. Ajouter 20 g d'oxyde d'aluminium (3.2), agiter durant 3 minutes et laisser décanter.

Placer un ballon jaugé de 100 ml dans l'appareil à filtrer (4.4), ajuster le creuset filtrant (4.3) et filtrer le liquide en aspirant. Transvaser ensuite le dépôt dans le creuset à l'aide de quelques ml d'acétonitrile (3.1) et aspirer. Couper le vide, remettre le dépôt en suspension dans quelques ml d'acétonitrile (3.1) et aspirer à nouveau. Répéter ces dernières opérations jusqu'à ce que le volume du filtrat atteigne 95 ml environ. Compléter le volume à 100 ml par de l'acétonitrile (3.1) et homogénéiser.

Si nécessaire, prélever une partie aliquote et diluer par de l'acétonitrile (3.1) pour obtenir une solution contenant 5 à 15 µg de dinitolmide par ml.

5.2. Développement de la coloration et mesure de la densité optique

Introduire respectivement dans trois béchers de 50 ml A, B et C, 4,0 ml de la solution obtenue en 5.1. Ajouter, en outre, dans le bécher C seulement, 1,0 ml de solution étalon (3.6). Porter les trois béchers sur le bain d'eau (4.5) placé sous une hotte bien ventilée et évaporer à sec, sous courant d'air. Laisser refroidir jusqu'à température ambiante.

Ajouter 10,0 ml de N,N-diméthylformamide (3.3) dans le bécher A et 2,0 ml respectivement dans les béchers B et C. Laisser en contact durant quelques minutes en agitant légèrement jusqu'à dissolution complète du résidu. Ajouter ensuite 8,0 ml d'éthylènediamine (3.4) dans les béchers B et C et homogénéiser. Mesurer, cinq minutes exactement après l'addition d'éthylènediamine, la densité optique des trois solutions au spectrophotomètre (4.6) à 560 nm, en utilisant comme blanc la N,N-diméthylformamide (3.3).

6. Calcul des résultats

La teneur en mg de dinitolmide par kg d'échantillon est donnée par la formule

$$\frac{(E_B - E_A)}{(E_C - E_B)} \cdot \frac{F}{P} \cdot 1\,000$$

dans laquelle :

- E_A = densité optique de la solution A (témoin),
- E_B = densité optique de la solution B (échantillon),
- E_C = densité optique de la solution C (étalon interne),
- P = poids en g de la prise d'essai,
- F = coefficient de dilution (effectuée éventuellement en 5.1).

7. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées sur le même échantillon ne doit pas dépasser :

- 10 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs en dinitolmide inférieures à 100 ppm,
- 10 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs comprises entre 100 et 5 000 ppm,
- 500 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs comprises entre 5 000 et 10 000 ppm,
- 5 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs supérieures à 10 000 ppm.

4. DOSAGE DE LA NICARBAZINE

(mélange équimoléculaire de 4,4'-dinitrocarbanilide et 2-hydroxy-4,6-diméthylpyrimidine)

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de doser la nicarbazine dans les aliments, les concentrats et les prémélanges qui ne contiennent pas plus de 5% de farines d'herbes. Les dérivés du nitrofurane, l'acétylenheptine et le carbadox interfèrent. La limite inférieure du dosage est de 20 ppm.

2. Principe

L'échantillon est soumis à l'extraction par la N,N-diméthylformamide. L'extrait est purifié par chromatographie sur colonne d'oxyde d'aluminium ; la nicarbazine est éluée par l'éthanol. L'éluat est traité par une solution éthanolique d'hydroxyde de sodium ; il se développe une coloration jaune. La nicarbazine est déterminée par spectrophotométrie à 430 nm.

3. Réactifs

- 3.1. N,N-diméthylformamide p.a.
- 3.2. Oxyde d'aluminium pour chromatographie sur colonne.
Calciner durant 2 h au moins à 750 °C, refroidir en dessiccateur et conserver en flacon de verre brun à bouchon rodé. Avant l'utilisation, contrôler l'activité en soumettant à l'analyse, à partir du point 5.2, une quantité déterminée de solution étalon (3.8.3). Le taux de récupération de la nicarbazine doit être de 100 pour cent \pm 2 pour cent.
- 3.3. Éthanol à 95 pour cent (v/v).
- 3.4. Éthanol à 80 pour cent (v/v).
- 3.5. Solution à 50 pour cent (p/v) d'hydroxyde de sodium p.a.
- 3.6. Solution éthanolique à 1 pour cent (p/v) d'hydroxyde de sodium :
porter 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (3.5) dans un ballon jaugé de 50 ml, compléter au volume par de l'éthanol à 80 pour cent (3.4). Préparer au moment de l'emploi.
- 3.7. Substance étalon : nicarbazine pure, coefficient d'extinction moléculaire à 362 nm dans la N,N-diméthylformamide : $37,8 \times 10^3$.
- 3.8. Solutions étalons :
 - 3.8.1. Solution à 1,25 mg de nicarbazine par ml : peser, à 0,1 mg près, 125 mg de substance étalon (3.7). Dissoudre par 75 ml de N,N-diméthylformamide (3.1) dans un ballon jaugé de 100 ml, en chauffant légèrement. Laisser refroidir, compléter au volume par le même solvant et homogénéiser. Conserver à l'abri de la lumière.
 - 3.8.2. Solution à 0,125 mg de nicarbazine par ml : prélever 10,0 ml de la solution (3.8.1), compléter à 100 ml par la N,N-diméthylformamide (3.1) dans un ballon jaugé et homogénéiser.
 - 3.8.3. Solution à 0,025 mg de nicarbazine par ml : prélever 20,0 ml de la solution (3.8.2), compléter à 100 ml par la N,N-diméthylformamide (3.1) dans un ballon jaugé et homogénéiser.

4. Appareillage

- 4.1. Fiole conique de 250 ml, à rodage normalisé.
- 4.2. Réfrigérant à reflux, à rodage normalisé.
- 4.3. Bain d'eau bouillante.
- 4.4. Centrifugeuse, avec tubes de 120 ml.
- 4.5. Tube pour chromatographie en verre (diamètre intérieur : 25 mm, longueur : 300 mm).
- 4.6. Spectrophotomètre, avec cuvettes de 10 mm d'épaisseur.
- 4.7. Burette graduée à 1/10 ml.

5. Mode opératoire

5.1. Extraction

Peser, à 1 mg près, 10 g de l'échantillon finement divisé et homogénéisé. Pour les concentrats et les prémélanges, peser 1 g, à 1 mg près. Introduire la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml (4.1) et ajouter 100 ml exactement de N,N-diméthyl-

formamide (3.1). Mélanger, munir la fiole d'un réfrigérant à reflux (4.2) et chauffer sur le bain d'eau (4.3) durant 15 minutes en agitant de temps en temps. Laisser refroidir sous un courant d'eau froide.

Transvaser ensuite le liquide surnageant dans un tube à centrifugation (4.4) et centrifuger durant 3 minutes environ.

Si nécessaire, prélever 25,0 ml du liquide surnageant et diluer par la N,N-diméthylformamide (3.1) pour obtenir une solution contenant 2,0 à 10,0 µg de nicarbazine par ml.

5.2. *Chromatographie*

Introduire dans un tube pour chromatographie (4.5) 30 g d'aluminium (3.2) en suspension dans la N,N-diméthylformamide (3.1). Laisser descendre le liquide jusqu'à 1 cm au-dessus de la colonne d'oxyde d'aluminium et introduire ensuite dans la colonne 25,0 ml de l'extrait obtenu en 5.1. Laisser écouler le liquide en évitant de mettre la colonne à sec et laver à trois reprises la colonne par 10 ml de N,N-diméthylformamide (3.1) chaque fois. Éluer ensuite par 70 ml d'éthanol à 95 pour cent (3.3). Éliminer les 10 premiers ml de l'éluat et recueillir le reste en fractionnant comme suit :

une fraction a) de 5 ml,
une fraction b) de 50 ml dans un ballon jaugé,
une fraction c) de 5 ml.

Contrôler que les fractions a) et c) ne donnent pas de coloration jaune par addition de solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (3.6). Poursuivre les opérations sur la fraction b) comme indiqué en 5.3.

5.3. *Développement de la coloration et mesure de la densité optique*

Introduire respectivement 20,0 ml de la fraction b) de l'éluat dans deux ballons jaugés A et B de 25 ml. Ajouter dans le ballon A 5,0 ml de solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (3.6) et dans le ballon B 5,0 ml d'éthanol à 95 pour cent (3.3). Homogénéiser.

Mesurer, dans les cinq minutes qui suivent, la densité optique des deux solutions à 430 nm, en utilisant comme blanc un mélange de 20,0 ml d'éthanol à 95 pour cent (3.3) et 5,0 ml de solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (3.6).

Retrancher la valeur de la densité optique de la solution B de celle de la solution A. Déterminer, à partir de cette valeur, la quantité de nicarbazine en se référant à la courbe d'étalonnage (5.4).

5.4. *Courbe d'étalonnage*

Soumettre 25,0 ml de la solution étalon (3.8.3) à la chromatographie comme indiqué en 5.2. Transvaser dans la burette graduée (4.7) la fraction b) de l'éluat et débiter dans des ballons jaugés de 25 ml des volumes respectifs de 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 et 10,0 ml (correspondant respectivement à 0,025, 0,050, 0,075, 0,100 et 0,125 mg de nicarbazine). Ajouter dans chaque ballon 5,0 ml de solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (3.6), compléter au volume par de l'éthanol à 95 pour cent (3.3) et homogénéiser.

Mesurer dans les 5 minutes qui suivent la densité optique des solutions à 430 nm, en utilisant comme blanc un mélange de 20,0 ml d'éthanol à 95 pour cent (3.3) et 5,0 ml de solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (3.6).

Tracer la courbe d'étalonnage en portant en ordonnée les valeurs de la densité optique et en abscisse les quantités correspondantes de nicarbazine en mg.

6. Calcul des résultats

La teneur en mg de nicarbazine par kg d'échantillon est donnée par la formule

$$\frac{A}{P} \cdot F \cdot 10\,000$$

dans laquelle :

A = quantité en mg de nicarbazine déterminée par la mesure photométrique,

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

F = coefficient de dilution (effectuée éventuellement en 5.1).

7. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées sur le même échantillon ne doit pas dépasser :

10 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs en nicarbazine inférieures à 100 ppm,
10 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs comprises entre 100 et 5 000 ppm,
500 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs comprises entre 5 000 et 10 000 ppm,
5 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs supérieures à 10 000 ppm.

5. DOSAGE DE LA MÉNADIONE (VITAMINE K₃)

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de doser la ménadione (vitamine K₃) dans les aliments, les concentrats et les prémélanges. La limite inférieure du dosage est de 1 ppm.

2. Principe

L'échantillon est soumis à l'extraction par de l'éthanol dilué. Le mélange est déféqué à l'aide d'une solution de tanin et centrifugé. L'extrait est traité par une solution de carbonate de sodium ; la ménadione libérée est extraite par le 1,2-dichloréthane. L'extrait dichloréthanique est traité, selon sa teneur en ménadione, soit directement, soit après évaporation, par la 2,4-dinitrophénylhydrazine en solution dans de l'éthanol acidifié par l'acide chlorhydrique. L'hydrazone obtenue, additionnée d'un excès d'ammoniaque, donne lieu à un complexe coloré en bleu-vert dont la densité optique est mesurée à 635 nm.

3. Réactifs

- 3.1. Éthanol à 96 pour cent (v/v).
- 3.2. Éthanol (3.1) dilué à 40 pour cent par de l'eau.
- 3.3. Solution à 10 pour cent (p/v) de tanin, à partir de tanin pur, en poudre.
- 3.4. 1,2-dichloréthane p.a.
- 3.5. Solution à 10 pour cent (p/v) de carbonate de sodium anhydre p.a.
- 3.6. Acide chlorhydrique à 37 pour cent (p/p), $d = 1,19$.
- 3.7. Éthanol absolu p.a.
- 3.8. Réactif à la 2,4-dinitrophénylhydrazine : dissoudre 40 mg de 2,4-dinitrophénylhydrazine p.a. dans 40 ml environ d'éthanol absolu (3.7) bouillant, laisser refroidir et transvaser dans un ballon jaugé de 50 ml. Ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (3.6) et compléter au volume par de l'éthanol absolu (3.7). Préparer immédiatement avant l'emploi.
- 3.9. Ammoniaque à 25 pour cent (p/p), $d = 0,91$.
- 3.10. Solution ammoniacale d'éthanol : mélanger un volume d'éthanol (3.7) et un volume d'ammoniaque (3.9).
- 3.11. Solutions étalon de ménadione : dissoudre 20 mg de ménadione (vitamine K₃) dans le 1,2-dichloréthane (3.4) et compléter à 200 ml. Diluer des parties aliquotes de cette solution par le 1,2-dichloréthane (3.4) pour obtenir une série de solutions dont les concentrations en ménadione sont comprises entre 2 et 10 µg par ml. Préparer fraîchement avant l'emploi.

4. Appareillage

- 4.1. Agitateur mécanique.
- 4.2. Centrifugeuse (3 000 à 5 000 t/minute).
- 4.3. Ampoules à décanter de 100 et 250 ml, à bouchon rodé.
- 4.4. Appareil rotatif à évaporation sous vide, avec ballons de 250 ml.
- 4.5. Bain d'eau.
- 4.6. Spectrophomètre, avec cuvettes de 10 mm d'épaisseur.

5. Mode opératoire

N.B. Toutes les manipulations doivent se faire à l'abri de la lumière directe, éventuellement dans un appareillage de verre brun.

5.1. Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de l'échantillon finement divisé, proportionnelle à la teneur présumée en ménadione, soit :

0,1 à 5,0 g pour les concentrats et prémélanges,
20 à 30 g pour les aliments.

Introduire immédiatement la prise d'essai dans le flacon de 250 ml à bouchon rodé.

5.2. *Extraction*

Ajouter 96 ml exactement d'éthanol dilué (3.2) et agiter mécaniquement durant 15 minutes à la température ambiante.

Ajouter ensuite 4,0 ml de solution de tanin (3.3), mélanger, transvaser l'extrait dans un tube à centrifuger, centrifuger (3 000 à 5 000 t/minute) et décantier.

Introduire 20 à 40 ml exactement mesurés de l'extrait dans une ampoule à décantier de 250 ml, ajouter à la pipette 50 ml de 1,2-dichloréthane (3.4), mélanger et ajouter à la pipette 20 ml de solution de carbonate de sodium (3.5). Agiter énergiquement durant 30 secondes et recueillir ensuite la phase dichloréthanique dans une ampoule à décantier de 100 ml. Ajouter 20 ml d'eau, agiter encore durant 15 secondes, recueillir la phase dichloréthanique et en éliminer les traces d'eau à l'aide de bandes de papier-filtre.

Pour les concentrats et prémélanges, prélever une partie aliquote de l'extrait et diluer par du 1,2-dichloréthane (3.4) pour obtenir une concentration en ménadione de 2 à 10 µg par ml. Pour les aliments, évaporer à sec une partie aliquote de l'extrait, sous pression réduite et en atmosphère d'azote, au bain d'eau à 40 °C. Reprendre rapidement le résidu par du 1,2-dichloréthane (3.4) pour obtenir une solution contenant 2 à 10 µg de ménadione par ml.

5.3. *Formation de l'hydrazone*

Porter 2,0 ml de l'extrait dichloréthanique obtenu en 5.2 dans un ballon jaugé de 10 ml et ajouter 3,0 ml du réactif à la 2,4-dinitrophénylhydrazine (3.8), boucher le ballon à l'aide d'un bouchon de liège ou de téflon de manière à éviter toute évaporation et chauffer durant 2 heures à 70 °C sur bain d'eau. Laisser refroidir, ajouter 3,0 ml de solution ammoniacale d'éthanol (3.10), mélanger, compléter au volume par de l'éthanol absolu (3.7) et mélanger à nouveau.

5.4. *Mesure de la densité optique*

Mesurer la densité optique du complexe coloré en bleu-vert au spectrophotomètre à 635 nm par comparaison avec un blanc de réactifs obtenu en traitant 2,0 ml de 1,2-dichloréthane (3.4) comme indiqué en 5.3. Déterminer la quantité de ménadione en se référant à une courbe d'étalonnage établie pour chaque série d'analyses.

5.5. *Courbe d'étalonnage*

Traiter 2,0 ml des solutions étalon de ménadione (3.11) comme indiqué en 5.3. Mesurer la densité optique comme indiquée en 5.4. Tracer la courbe d'étalonnage en portant en ordonnée les valeurs de la densité optique et en abscisse les quantités correspondantes de ménadione en µg.

6. *Calcul des résultats*

Calculer la teneur en ménadione de l'échantillon en tenant compte du poids de la prise d'essai et des dilutions effectuées au cours de l'analyse. Exprimer le résultat en mg de ménadione par kg.

7. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées sur le même échantillon ne doit pas dépasser :

- 20 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs en ménadione inférieures à 10 ppm,
- 2 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs comprises entre 10 et 14 ppm,
- 15 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs comprises entre 14 et 100 ppm,
- 15 ppm, en valeur absolue, pour les teneurs comprises entre 100 et 150 ppm,
- 10 pour cent, en valeur relative, pour les teneurs supérieures à 150 ppm.

DIRECTIVE DE LA COMMISSION

du 27 mars 1974

modifiant la directive 73/95/CEE de la Commission, du 26 mars 1973, relative à l'application des articles 13 et 14 de la directive du Conseil, du 4 mars 1969, concernant l'harmonisation des dispositions législatives, réglementaires et administratives relatives au régime de perfectionnement actif

(74/204/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu la directive du Conseil, du 4 mars 1969, concernant l'harmonisation des dispositions législatives, réglementaires et administratives relatives au régime du perfectionnement actif⁽¹⁾, modifiée en dernier lieu par l'acte⁽²⁾ joint au traité, relatif à l'adhésion des nouveaux États membres à la Communauté économique européenne et à la Communauté européenne de l'énergie atomique⁽³⁾, signé à Bruxelles le 22 janvier 1972, et notamment son article 28,

considérant qu'elle a adopté, le 26 mars 1973, la directive⁽⁴⁾ relative à l'application des articles 13 et 14 de la directive précitée du Conseil, du 4 mars 1969, en prévoyant à l'article 7 sa mise en vigueur, au plus tard, six mois après sa notification ;

considérant que la notification a eu lieu le 6 avril 1973 ;

considérant que le Conseil est saisi depuis un certain temps d'une proposition de la Commission modifiant la directive du 4 mars 1969, qui vise à assurer une situation douanière égale aux produits qui sont importés directement sous bénéfice des franchises tarifaires fondées sur la personne du destinataire ou sur la destination particulière de ces produits, d'une part, et aux produits obtenus dans la Communauté sous le régime du perfectionnement actif ayant le même destinataire ou la même destination, d'autre part ; que cette proposition est notamment d'intérêt pour certains secteurs industriels communautaires importants ;

considérant que la mise en vigueur de la directive d'application précitée à la date prévue à son article 7 entraînerait la mise en place d'une procédure de coopération douanière qui, en cas d'approbation de la proposition de directive portant modification de l'article 13 de la directive du 4 mars 1969, s'avérerait être sans objet pour ce qui concerne les livraisons, par le titulaire de l'autorisation octroyant le régime du perfectionnement actif, des produits de ces secteurs industriels sous les conditions visées ci-dessus ;

considérant que l'état des délibérations en matière de la proposition de directive de modification de l'article

13 ne permet pas de prévoir cette modification dans un bref avenir ;

considérant que le délai imparti aux États membres pour la mise en vigueur des mesures prévues par la directive d'application 73/95/CEE a été déjà prolongé par la directive 73/325/CEE de la Commission du 5 octobre 1973⁽⁵⁾, en le portant de six à douze mois ;

considérant que, pour les motifs susvisés, une prolongation de ce délai jusqu'au 30 septembre 1974 s'avère nécessaire ;

considérant que les dispositions de la présente directive sont conformes à l'avis du Comité du perfectionnement actif,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE :

Article premier

Le texte de l'article 7 de la directive de la Commission, du 26 mars 1973, relative à l'application des articles 13 et 14 de la directive du Conseil, du 4 mars 1969, concernant l'harmonisation des dispositions législatives, réglementaires et administratives relatives au régime du perfectionnement actif, est modifié comme suit :

* Article 7

Les États membres mettent en vigueur les mesures nécessaires pour se conformer à la présente directive à partir du 1^{er} octobre 1974. *

Article 2

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 27 mars 1974.

Par la Commission

Le président

François-Xavier ORTOLI

⁽¹⁾ JO n° L 58 du 8. 3. 1969, p. 1.

⁽²⁾ JO n° L 73 du 26. 3. 1972, p. 14.

⁽³⁾ JO n° L 73 du 26. 3. 1972, p. 5.

⁽⁴⁾ JO n° L 120 du 7. 5. 1973, p. 17.

⁽⁵⁾ JO n° L 297 du 25. 10. 1973, p. 30.

AVIS DE LA COMMISSION

du 27 mars 1974

adressé au gouvernement du Royaume-Uni au sujet du projet de règlement prévoyant les dispositions pour l'exécution du règlement (CEE) n° 2829/72 du Conseil, du 28 décembre 1972, relatif au contingent communautaire pour les transports de marchandises par route effectués entre États membres

(74/205/CEE)

1. La représentation permanente du Royaume-Uni auprès des Communautés européennes a communiqué à la Commission, par lettre du 31 janvier 1974, un projet de règlement prévoyant les dispositions pour l'exécution du règlement (CEE) n° 2829/72 du Conseil, du 28 décembre 1972, relatif au contingent communautaire pour les transports de marchandises par route effectués entre États membres (1).

Cette communication constitue une consultation au sens de l'article 7 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 2829/72 du Conseil qui stipule que les États membres arrêtent, après consultation de la Commission, les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires à l'exécution dudit règlement, et relatives notamment à l'organisation, la procédure et les instruments de contrôle ainsi qu'aux sanctions applicables aux infractions.

2. La Commission constate que les dispositions envisagées correspondent, dans leur esprit et leur contenu général, aux exigences du règlement (CEE) n° 2829/72 du Conseil. Elle relève, par ailleurs, que les dispositions concernant les sanctions en cas d'infractions s'inspirent de la recommandation de la Commission du 7 juin 1969 (2), qui a pour but d'arriver, dans la mesure du possible, à une harmonisation des dispositions à prendre par les États membres dans ce domaine.

Fait à Bruxelles, le 27 mars 1974.

Par la Commission

Le président

François-Xavier ORTOLI

(1) JO n° L 298 du 31. 12. 1972, p. 16.

(2) JO n° L 165 du 5. 7. 1969, p. 7.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 28 mars 1974

de ne pas donner suite aux offres déposées le 28 mars 1974 dans le cadre de l'adjudication du prélèvement à l'exportation de froment tendre visée au règlement (CEE) n° 603/74

(74/206/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° 1346/73 ⁽²⁾,

vu le règlement (CEE) n° 1968/73 du Conseil, du 19 juillet 1973, définissant les règles générales à appliquer dans le secteur des céréales en cas de perturbation ⁽³⁾, modifié par le règlement (CEE) n° 2632/73 ⁽⁴⁾, et notamment son article 4 paragraphe 2,

vu le règlement (CEE) n° 3130/73 de la Commission, du 16 novembre 1973, établissant les modalités d'application concernant la mise en adjudication du prélèvement à l'exportation dans le secteur des céréales ⁽⁵⁾, et notamment son article 5 paragraphe 1,

considérant que, par le règlement (CEE) n° 603/74 de la Commission du 15 mars 1974 ⁽⁶⁾, une adjudication du prélèvement à l'exportation pour le froment tendre a été ouverte ;

considérant que, conformément à l'article 5 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 3130/73, sur base des offres déposées, la Commission décide, selon la procédure prévue à l'article 26 du règlement n° 120/67/CEE soit de la fixation d'un prélèvement minimal à l'exportation, tenant compte notamment des critères prévus à l'article 3 paragraphe 1 sous b) et d) du règlement (CEE) n° 1968/73, soit de ne pas donner suite à l'adjudication ;

considérant qu'aucune des offres déposées ne permet, en égard à la situation actuelle des marchés de la céréale concernée, de procéder à la fixation d'un prélèvement minimal en conformité avec les critères prévus à l'article 3 paragraphe 1 sous b) et d) du règlement (CEE) n° 1968/73 ; que par conséquent il y a lieu de ne pas donner suite à l'adjudication ;

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 n'est pas donné suite aux offres déposées le 28 mars 1974 dans le cadre de l'adjudication du prélèvement à l'exportation de froment tendre visée au règlement (CEE) n° 603/74.

Article 2

Les États membres sont destinataires de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 28 mars 1974.

Par la Commission

P. J. LARDINOIS

Membre de la Commission

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

⁽²⁾ JO n° L 141 du 28. 5. 1973, p. 8.

⁽³⁾ JO n° L 201 du 21. 7. 1973, p. 40.

⁽⁴⁾ JO n° L 272 du 29. 9. 1973, p. 18.

⁽⁵⁾ JO n° L 319 du 20. 11. 1973, p. 10.

⁽⁶⁾ JO n° L 73 du 16. 3. 1974, p. 16.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 28 mars 1974

relative à la fixation du prélèvement minimal à l'exportation de froment tendre dans le cadre de l'adjudication visée au règlement (CEE) n° 604/74

(74/207/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° 1346/73 ⁽²⁾,vu le règlement (CEE) n° 1968/73 du Conseil, du 19 juillet 1973, définissant les règles générales à appliquer dans le secteur des céréales en cas de perturbation ⁽³⁾, modifié par le règlement (CEE) n° 2632/73 ⁽⁴⁾, et notamment son article 4 paragraphe 2,vu le règlement (CEE) n° 3130/73 de la Commission, du 16 novembre 1973, établissant les modalités d'application concernant la mise en adjudication du prélèvement à l'exportation dans le secteur des céréales ⁽⁵⁾, et notamment son article 5 paragraphe 1,considérant que par le règlement (CEE) n° 604/74 de la Commission, du 15 mars 1974 ⁽⁶⁾, une adjudication du prélèvement à l'exportation pour le froment tendre a été ouverte; que, selon l'avis d'adjudication ⁽⁷⁾ qui accompagne ce règlement, la quantité totale pouvant faire l'objet de fixation du prélèvement à l'exportation porte sur environ 200 000 tonnes;

considérant que, conformément à l'article 5 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 3130/73, la Commission peut, selon la procédure prévue à l'article 26 du règlement n° 120/67/CEE, décider de la fixation d'un prélèvement minimal à l'exportation; que, pour cette fixation, il doit être tenu compte notamment des critères prévus à l'article 3 paragraphe 1 sous b) et d) du règlement (CEE) n° 1968/73 à savoir:

— les objectifs de l'organisation commune des marchés dans le secteur des céréales qui sont d'assurer à ces marchés une situation équilibrée

sur le plan des approvisionnements et des échanges, et

— l'aspect économique des exportations;

que, en vertu de l'article 5 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 3130/73, l'adjudication est attribuée à celui ou ceux des soumissionnaires dont l'offre se situe au niveau du prélèvement minimal à l'exportation ou à un niveau supérieur;

considérant que l'application des critères visés ci-dessus à la situation actuelle des marchés de la céréale concernée conduit à fixer le prélèvement minimal à l'exportation au montant repris à l'article 1^{er}; que les quantités de froment tendre faisant l'objet de cette fixation s'élèvent à 25 000 tonnes;

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

Le prélèvement minimal à l'exportation de froment tendre est fixé sur base des offres déposées le 28 mars 1974 à 29 unités de compte par tonne.

Article 2

Les États membres sont destinataires de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 28 mars 1974.

Par la Commission

P. J. LARDINOIS

Membre de la Commission⁽¹⁾ JO n° 117 du 19. 6. 1967, p. 2269/67.⁽²⁾ JO n° L 141 du 28. 5. 1973, p. 8.⁽³⁾ JO n° L 201 du 21. 7. 1973, p. 40.⁽⁴⁾ JO n° L 272 du 29. 9. 1973, p. 18.⁽⁵⁾ JO n° L 319 du 20. 11. 1973, p. 10.⁽⁶⁾ JO n° L 73 du 16. 3. 1974, p. 19.⁽⁷⁾ JO n° C 28 du 16. 3. 1974, p. 15.

DÉCISION DE LA COMMISSION

du 29 mars 1974

fixant les montants dont doivent être diminués, dans le secteur de la viande bovine, les montants compensatoires monétaires

(74/208/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPEENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 974/71 du Conseil, du 12 mai 1971, relatif à certaines mesures de politique de conjoncture à prendre dans le secteur agricole à la suite de l'élargissement temporaire des marges de fluctuation des monnaies de certains États membres (1), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 3450/73 (2),

vu le règlement (CEE) n° 1463/73 de la Commission, du 30 mai 1973, portant modalités d'application des montants compensatoires monétaires (3), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 350/74 (4), et notamment son article 5 paragraphe 2,

vu l'avis du Comité monétaire,

considérant que le règlement (CEE) n° 218/74 de la Commission du 25 janvier 1974 (5), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 725/74 (6), a fixé les montants compensatoires monétaires applicables dès le 1^{er} avril 1974;

considérant que ces montants compensatoires sont fixés sans tenir compte de l'article 4bis paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 974/71 qui dispose que, dans les échanges intracommunautaires et avec les pays tiers, les montants compensatoires applicables en raison d'une dépréciation de la monnaie concernée ne peuvent être supérieurs à la charge à l'importation en provenance des pays tiers;

considérant que, afin de respecter cette règle, l'article 5 du règlement (CEE) n° 1463/73 a précisé que, pour l'application dans le secteur de la viande bovine de l'article 4bis paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 974/71, la Commission notifie les montants dont doivent être diminués les montants compensatoires monétaires; que les montants fixés selon cette règle sont modifiés périodiquement lorsque l'évolution de la charge à l'importation en provenance des pays tiers le rend nécessaire;

considérant que le règlement (CEE) n° 1695/73 du Conseil du 25 juin 1973 (7), modifié par le règlement (CEE) n° 1824/73 (8), a déterminé dans quelle mesure les montants compensatoires monétaires applicables dans le secteur de la viande bovine en raison d'une dépréciation d'une monnaie peuvent être supérieurs à la charge à l'importation en provenance des pays tiers;

considérant que, afin de permettre le fonctionnement normal du régime, il convient de retenir pour le calcul du prix du marché mondial:

- pour les monnaies qui sont maintenues entre elles à l'intérieur d'un écart instantané maximal au comptant de 2,25 %, un taux de conversion basé sur leur parité effective,
- pour les autres monnaies, un taux de conversion basé sur la moyenne arithmétique des cours de change au comptant de chacune de ces monnaies, constaté pendant une période déterminée, par rapport aux monnaies de la Communauté visées à l'alinéa précédent;

considérant que, conformément à l'article 5 paragraphe 2 deuxième alinéa du règlement (CEE) n° 1463/73, si pour certains produits le montant compensatoire monétaire doit être diminué d'un montant plus élevé au Royaume-Uni qu'en Irlande, le montant de diminution fixé pour le Royaume-Uni doit être d'application pour l'Irlande;

considérant que l'application desdits critères conduit à fixer les montants dont doivent être diminués les montants compensatoires monétaires au niveau figurant à l'annexe,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

*Article premier*A compter du 1^{er} avril 1974, les montants dont doivent être diminués, conformément à l'article 5 du règlement (CEE) n° 1463/73, les montants compensatoires monétaires figurant à l'annexe du règlement

(1) JO n° L 106 du 12. 5. 1971, p. 1.

(2) JO n° L 353 du 22. 12. 1973, p. 25.

(3) JO n° L 146 du 4. 6. 1973, p. 1.

(4) JO n° L 41 du 13. 2. 1974, p. 9.

(5) JO n° L 24 du 28. 1. 1974, p. 14.

(6) JO n° L 89 du 1. 4. 1974, p. 1.

(7) JO n° L 173 du 28. 6. 1973, p. 1.

(8) JO n° L 185 du 7. 7. 1973, p. 1.

(CEE) n° 218/74, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 725/74, sont fixés à l'annexe.

Fait à Bruxelles, le 29 mars 1974.

Article 2

Les États membres sont destinataires de la présente décision.

Par la Commission

P. J. LARDINOIS

Membre de la Commission

ANNEXE

Montants à déduire des montants compensatoires monétaires

N° du tarif douanier commun	Royaume-Uni (£/100 kg)	Irlande (£/100 kg)	Italie (Lit/100 kg)	France (FF/100 kg)
— Poids vif —				
ex 01.02 A II a) (1)	0	0	0	0
ex 01.02 A II a) (2)	1,968	1,968	0	0
ex 01.02 A II b) (3)	0	0	0	0
ex 01.02 A II b) (4)	1,900	1,900	0	0
— Poids net —				
02.01 A II a) 1 aa) 11	1,446	1,446	0	0
02.01 A II a) 1 aa) 22	1,028	1,028	0	0
02.01 A II a) 1 aa) 33	1,863	1,863	0	0
02.01 A II a) 1 bb) 11	1,865	1,865	0	0
02.01 A II a) 1 bb) 22	1,507	1,507	0	0
02.01 A II a) 1 bb) 33	2,230	2,230	0	0
02.01 A II a) 1 cc) 11	1,539	1,539	0	0
02.01 A II a) 1 cc) 22	0,400	0,400	0	0
02.01 A II a) 2 aa)	1,454	1,454	0	0
02.01 A II a) 2 bb)	1,090	1,090	0	0
02.01 A II a) 2 cc)	1,909	1,909	0	0
02.01 A II a) 2 dd) 11	1,454	1,454	0	0
02.01 A II a) 2 dd) 22 aaa)	0,038	0,038	0	0
02.01 A II a) 2 dd) 22 bbb) (5)	0,038	0,038	0	0
02.01 A II a) 2 dd) 22 ccc)	0,038	0,038	0	0
02.06 C I a) 1	0	0	0	0
02.06 C I a) 2	0	0	0	0

(1) Veaux destinés à l'engraissement d'un poids inférieur à 80 kg.

(2) Autres que ceux visés sous (1). L'admission dans cette sous-position est subordonnée aux conditions à déterminer par les autorités compétentes.

(3) Jeunes bovins mâles destinés à l'engraissement d'un poids égal ou supérieur à 220 kg et inférieur à 300 kg.

(4) Autres que ceux visés sous (3). L'admission dans cette sous-position est subordonnée aux conditions à déterminer par les autorités compétentes.

(5) L'admission dans cette sous-position est subordonnée à la présentation d'un certificat délivré dans les conditions prévues par les autorités compétentes des Communautés européennes.