

# Journal officiel des Communautés européennes

19<sup>e</sup> année n° L 102

15 avril 1976

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

76/371/CEE:

- ★ Première directive de la Commission, du 1<sup>er</sup> mars 1976, portant fixation de modes de prélèvement communautaires d'échantillons pour le contrôle officiel des aliments des animaux ..... 1

76/372/CEE:

- ★ Septième directive de la Commission, du 1<sup>er</sup> mars 1976, portant fixation de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle officiel des aliments des animaux ..... 8

76/373/CEE:

- ★ Décision de la Commission, du 3 mars 1976, concernant la mise en œuvre de la réforme des structures agricoles au Royaume-Uni, en conformité du titre II de la directive 75/268/CEE du 28 avril 1975 ..... 19

76/374/CEE:

- ★ Décision de la Commission, du 3 mars 1976, concernant la mise en œuvre de la réforme des structures agricoles dans la république fédérale d'Allemagne en conformité du titre II de la directive 75/268/CEE du 28 avril 1975 ..... 21

76/375/CEE:

- ★ Décision de la Commission, du 3 mars 1976, concernant la mise en œuvre de la réforme des structures agricoles en France en conformité du titre II de la directive 72/161/CEE du 17 avril 1972 ..... 23

76/376/CEE:

- ★ Décision de la Commission, du 16 mars 1976, concernant la mise en œuvre de la réforme des structures agricoles en Irlande en conformité de la directive 72/159/CEE du 17 avril 1972 ..... 25

1

---

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.

---

## II

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

## COMMISSION

## PREMIÈRE DIRECTIVE DE LA COMMISSION

du 1<sup>er</sup> mars 1976

portant fixation de modes de prélèvement communautaires d'échantillons pour le contrôle officiel des aliments des animaux

(76/371/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 <sup>(1)</sup>, modifiée en dernier lieu par l'acte d'adhésion <sup>(2)</sup>, 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, sont effectués selon des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse communautaires;

considérant qu'il convient de fixer dans une première étape des modes de prélèvement d'échantillons pour le contrôle des composants des aliments des animaux et de leurs additifs ainsi que pour le contrôle des substances et produits indésirables, à l'exception des résidus de pesticides et des micro-organismes, que ces aliments peuvent contenir ;

considérant que les mesures prévues à 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 prélèvements d'échantillons pour les contrôles officiels des aliments des animaux, en ce qui concerne la détermination des composants, des additifs et des substances et produits indésirables à l'exception des résidus de pesticides et des micro-organismes, sont effectués selon les modes décrits à l'annexe de la présente directive.

*Article 2*

Les États membres mettent en vigueur, le 1<sup>er</sup> janvier 1977 au plus tard, les dispositions législatives, réglementaires et 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 1<sup>er</sup> mars 1976.

*Par la Commission*

P. J. LARDINOIS

*Membre de la Commission*

<sup>(1)</sup> JO n° L 170 du 3. 8. 1970, p. 2.

<sup>(2)</sup> JO n° L 73 du 27. 3. 1972, p. 14.

## ANNEXE

## MODES DE PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

## 1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Les échantillons destinés aux contrôles officiels des aliments des animaux, en ce qui concerne leur qualité et leur composition, sont prélevés conformément aux modalités indiquées ci-après. Les échantillons ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots.

## 2. AGENTS HABILITÉS À L'ÉCHANTILLONNAGE

Les prélèvements sont effectués par des agents mandatés à effet par les États membres.

## 3. DÉFINITIONS

*Lot* : Quantité de produits constituant une unité et ayant des caractéristiques présumées uniformes.

*Prélèvement élémentaire* : Quantité prélevée en un point du lot.

*Échantillon global* : Ensemble de prélèvements élémentaires effectués sur le même lot.

*Échantillon réduit* : Partie représentative de l'échantillon global, obtenue par réduction de celui-ci.

*Échantillon final* : Partie de l'échantillon réduit ou de l'échantillon global homogénéisé.

## 4. APPAREILLAGE

4.1. Les appareils destinés aux prélèvements doivent être construits en matériaux qui ne contaminent pas les produits à prélever. Ces appareils peuvent être agréés par les États membres.

## 4.2. Appareils recommandés pour l'échantillonnage des aliments solides

4.2.1. *Échantillonnage manuel*

4.2.1.1. Pelle à fond plat et à bords verticaux.

4.2.1.2. Sonde à fente longue ou compartimentée. Les dimensions de la sonde doivent être adaptées aux caractéristiques du lot (profondeur du récipient, dimensions du sac, etc.) et à la taille des particules composant l'aliment.

4.2.2. *Échantillonnage mécanique*

Des appareils mécaniques agréés peuvent être utilisés pour échantillonner les aliments en mouvement.

4.2.3. *Diviseur*

Des appareils destinés à diviser l'échantillon en parts approximativement égales peuvent être utilisés pour les prélèvements élémentaires ainsi que pour la préparation des échantillons réduits et des échantillons finals.

## 5. EXIGENCES QUANTITATIVES

5.A. **concernant les contrôles des substances ou produits répartis uniformément dans les aliments**

5.A.1.	<i>Lot</i>	
		La dimension du lot doit être telle que toutes les parties qui le composent puissent être échantillonnées.
5.A.2.	<i>Prélèvements élémentaires</i>	
5.A.2.1.	Aliments en vrac	Nombre minimal de prélèvements élémentaires
5.A.2.1.1.	Lots n'excédant pas 2,5 tonnes	7
5.A.2.1.2.	Lots de plus de 2,5 tonnes	$\sqrt{20 \text{ fois le nombre de tonnes constituant le lot (a), limité à un maximum de 40 prélèvements élémentaires}}$
5.A.2.2.	Aliments emballés	Nombre minimal d'emballages à échantillonner (b)
5.A.2.2.1.	Emballages d'un contenu supérieur à un kilogramme	
5.A.2.2.1.1.	Lots composés de 1 à 4 emballages	Tous les emballages
5.A.2.2.1.2.	Lots composés de 5 à 16 emballages	4
5.A.2.2.1.3.	Lots composés de plus de 16 emballages	$\sqrt{\text{du nombre d'emballages composant le lot (a), limité à un maximum de 20 emballages}}$
5.A.2.2.2.	Emballages d'un contenu n'excédant pas un kilogramme	4
5.A.2.3.	Aliments liquides ou semi-liquides	Nombre minimal de récipients à échantillonner (b)
5.A.2.3.1.	Récipients d'un contenu supérieur à un litre	
5.A.2.3.1.1.	Lots composés de 1 à 4 récipients	Tous les récipients
5.A.2.3.1.2.	Lots composés de 5 à 16 récipients	4
5.A.2.3.1.3.	Lots composés de plus de 16 récipients	$\sqrt{\text{du nombre de récipients composant le lot (a), limité à un maximum de 20 récipients}}$
5.A.2.3.2.	Récipients d'un contenu n'excédant pas un litre	4
5.A.2.4.	Aliments minéraux en briques et pierres à lécher	Nombre minimal de briques ou de pierres à échantillonner (b): Une brique ou pierre par lot de 25 unités, limité à un maximum de 4 briques ou pierres.
5.A.3.	<i>Échantillon global</i>	
		Un seul échantillon global par lot est requis. La totalité de la masse ou du volume des prélèvements élémentaires destinés à constituer l'échantillon global ne peut être inférieure aux quantités ci-après :
5.A.3.1.	Aliments en vrac	4 kilogrammes
5.A.3.2.	Aliments emballés	

(a) Lorsque le chiffre obtenu est un nombre fractionnaire, il doit être arrondi au nombre entier immédiatement supérieur.

(b) Pour les emballages ou les récipients dont le contenu n'excède pas un kilogramme ou un litre ainsi que pour les briques ou pierres à lécher dont le poids unitaire n'excède pas un kilogramme, le contenu d'un emballage ou d'un récipient d'origine, une brique ou une pierre constitue un prélèvement élémentaire.

5.A.3.2.1.	Emballages d'un contenu supérieur à un kilogramme	4 kilogrammes
5.A.3.2.2.	Emballages d'un contenu n'excédant pas un kilogramme	poids du contenu de 4 emballages d'origine
5.A.3.3.	Aliments liquides ou semi-liquides	
5.A.3.3.1.	Réipients d'un contenu supérieur à un litre	4 litres
5.A.3.3.2.	Réipients d'un contenu n'excédant pas un litre	volume du contenu de 4 réipients d'origine
5.A.3.4.	Aliments minéraux en briques et en pierres à lécher	
5.A.3.4.1.	dont le poids unitaire est supérieur à un kilogramme	4 kilogrammes
5.A.3.4.2.	dont le poids unitaire n'excède pas un kilogramme	poids de 4 briques ou pierres d'origine
5.A.4.	<i>Échantillons finals</i>	
	L'échantillon global donnera lieu, après réduction si nécessaire, à l'obtention d'échantillons finals. L'analyse d'au moins un échantillon final est requise. La masse ou le volume de l'échantillon final destiné à l'analyse ne peut être inférieure aux quantités ci-après :	
	Aliments solides	500 grammes
	Aliments liquides ou semi-liquides	500 millilitres
5.B.	<b>concernant les contrôles des substances ou produit indésirables susceptibles d'être répartis non uniformément dans les aliments, tels que les aflatoxines, l'ergot de seigle, le ricin, le crotalaria dans les aliments simples (c)</b>	
5.B.1.	<i>Lot</i> : voir 5.A.1	
5.B.2.	<i>Prélèvements élémentaires</i>	
5.B.2.1.	Aliments en vrac : voir 5.A.2.1.	
5.B.2.2.	Aliments emballés	Nombre minimal d'emballages à échantillonner
5.B.2.2.1.	Lots composés de 1 à 4 emballages	Tous les emballages
5.B.2.2.2.	Lots composés de 5 à 16 emballages	4
5.B.2.2.3.	Lots composés de plus de 16 emballages	$\sqrt{\frac{\text{du nombre d'emballages composant le lot (a), limité à un maximum de 40 emballages}}{}}$
5.B.3.	<i>Échantillons globaux</i>	
	Le nombre d'échantillons globaux variera en fonction de la taille du lot. Le nombre minimal d'échantillons globaux par lot est donné ci-après. La masse des prélèvements élémentaires destinés à constituer chaque échantillon global ne peut être inférieure à 4 kilogrammes.	

(a) Lorsque le chiffre obtenu est un nombre fractionnaire, il doit être arrondi au nombre entier immédiatement supérieur.

(c) Les modalités prévues sous le point 5.A sont d'application pour le contrôle des aflatoxines, de l'ergot de seigle, du ricin, du crotalaria dans les aliments complets et complémentaires.

5.B.3.1.	Aliments en vrac Taille du lot en tonnes	Nombre minimal d'échantillons globaux par lot
	jusqu'à 1	1
	plus de 1 et jusqu'à 10	2
	plus de 10 et jusqu'à 40	3
	plus de 40	4
5.B.3.2.	Aliments emballés Nombre d'emballages composant le lot	Nombre minimal d'échantillons globaux par lot
	de 1 à 16	1
	de 17 à 200	2
	de 201 à 800	3
	plus de 800	4

5.B.4. *Échantillons finals*

Chaque échantillon global donnera lieu, après réduction, à l'obtention d'échantillons finals. L'analyse d'au moins un échantillon final *par échantillon global* est requise. La masse de l'échantillon final destiné à l'analyse ne peut être inférieure à 500 grammes.

6. INSTRUCTIONS CONCERNANT LES PRÉLÈVEMENTS, LA PRÉPARATION ET LE CONDITIONNEMENT DES ÉCHANTILLONS

6.1. **Généralités**

Prélever et préparer les échantillons aussi rapidement que possible en tenant compte des précautions requises pour éviter que le produit ne soit altéré ou contaminé. Les instruments ainsi que les surfaces et les récipients destinés à recevoir les échantillons doivent être propres et secs.

6.2. **Prélèvements élémentaires**

6.2.A. *destinés aux contrôles des substances ou produits répartis uniformément dans les aliments*

Les prélèvements élémentaires doivent être effectués *au hasard dans l'ensemble du lot*. Leurs masses ou volumes doivent être approximativement égaux.

6.2.A.1. Aliments en vrac

Diviser symboliquement le lot en parties approximativement égales. Choisir au hasard un nombre de parties correspondant au nombre de prélèvements élémentaires prévus en 5.A.2 et prélever au moins un échantillon dans chacune de ces parties.

Éventuellement, échantillonner lors de la mise en mouvement du lot (chargement ou déchargement).

6.2.A.2. Le nombre requis d'emballages à échantillonner étant délimité comme indiqué en 5.A.2, prélever une partie du contenu de chaque emballage à l'aide d'une sonde ou d'une pelle. Éventuellement, prélever les échantillons après avoir vidé séparément les emballages.

6.2.A.3. Aliments liquides ou semi-liquides homogènes ou homogénéisables

Le nombre requis de récipients à échantillonner étant délimité comme indiqué en 5.A.2, effectuer un prélèvement au moins dans chaque récipient après en avoir homogénéisé le contenu, si nécessaire.

Les prélèvements élémentaires peuvent éventuellement être effectués lors du soutirage du produit.

6.2.A.4. Aliments liquides ou semi-liquides non homogénéisables

Le nombre requis de récipients à échantillonner étant délimité comme indiqué en 5.A.2, prélever les échantillons à différents niveaux.

Les prélèvements peuvent également être effectués lors du soutirage du produit, après avoir éliminé les premières fractions. Dans les deux cas, le volume total des prélèvements ne doit pas être inférieur à 10 litres.

6.2.A.5. Aliments minéraux en briques et pierres à lécher

Le nombre requis de briques ou de pierres à échantillonner étant délimité comme indiqué en 5.A.2, prélever une partie de chaque brique ou pierre.

6.2.B. *destinés aux contrôles des substances ou produits indésirables susceptibles d'être répartis non uniformément dans les aliments, tels que les aflatoxines, l'ergot de seigle, le ricin, le crotonaria dans les aliments simples*

Diviser symboliquement le lot en un nombre de parties approximativement égales, correspondant à celui des échantillons globaux prévus en 5.B.3. Lorsque ce nombre est supérieur à un, répartir le nombre total des prélèvements élémentaires prévus en 5.B.2 de façon approximativement égale dans les différentes parties. Effectuer ensuite des prélèvements de masses approximativement égales (d) et de façon que la masse totale des échantillons concernant chaque partie ne soit pas inférieure à la quantité minimale de 4 kilogrammes, requise pour chaque échantillon global. Ne pas assembler les prélèvements élémentaires provenant de parties différentes.

6.3. Préparation des échantillons globaux

6.3.A. *destinés aux contrôles des substances ou produits répartis uniformément dans les aliments*

Réunir les prélèvements élémentaires pour constituer un seul échantillon global.

6.3.B. *destinés aux contrôles des substances ou produits indésirables susceptibles d'être répartis non uniformément dans les aliments, tels que les aflatoxines, l'ergot de seigle, le ricin, le crotonaria dans les aliments simples*

Réunir les prélèvements élémentaires relatifs à chaque partie du lot et constituer le nombre d'échantillons globaux prévu en 5.B.3, en ayant soin de relever la provenance de chaque échantillon global.

6.4. Préparation des échantillons finals

Mélanger soigneusement chaque échantillon global pour obtenir un échantillon homogène (e). Si nécessaire, réduire à cet effet l'échantillon global jusqu'à 2 kilogrammes ou 2 litres au moins (échantillon réduit), soit à l'aide d'un diviseur mécanique, soit par la méthode des quartiers.

Préparer ensuite au moins trois échantillons finals ayant approximativement la même masse ou le même volume et répondant aux exigences quantitatives requises en 5.A.4 ou 5.B.4. Introduire chaque échantillon dans un récipient approprié. Prendre toutes les précautions nécessaires pour éviter toute modification de la composition de l'échantillon ou toute contamination ou altération pouvant survenir au cours du transport ou du stockage.

(d) Dans le cas des aliments emballés, en prélevant une partie du contenu des emballages à échantillonner à l'aide d'une sonde ou d'une pelle, éventuellement après avoir vidé séparément les emballages.

(e) Si nécessaire, écraser les agrégats (en les séparant éventuellement de la masse et en réunissant ensuite le tout) séparément pour chaque échantillon global.

6.5. **Conditionnement des échantillons finals**

Sceller et étiqueter les récipients ou les emballages (l'étiquette doit être incorporée dans le scellé) de façon qu'il soit impossible de les ouvrir sans détériorer le scellé.

7. **PROCÈS-VERBAL D'ÉCHANTILLONNAGE**

Pour chaque prélèvement d'échantillons, établir un procès-verbal d'échantillonnage permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné.

8. **DESTINATION DES ÉCHANTILLONS**

Pour chaque échantillon global, transmettre au moins un échantillon final le plus rapidement possible au laboratoire mandaté aux fins d'analyse, avec les indications nécessaires à l'analyse.

---

## SEPTIÈME DIRECTIVE DE LA COMMISSION

du 1<sup>er</sup> mars 1976

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

(76/372/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 <sup>(1)</sup>, modifiée en dernier lieu par l'acte d'adhésion <sup>(2)</sup> et notamment son article 2,

considérant que la directive susvisée prévoit que les contrôles officiels des aliments des animaux visant à constater que 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, 73/46/CEE, 74/203/CEE et 75/84/CEE de la Commission, des 15 juin 1971 <sup>(3)</sup>, 18 novembre 1971 <sup>(4)</sup>, 27 avril 1972 <sup>(5)</sup>, 5 décembre 1972 <sup>(6)</sup>, 25 mars 1974 <sup>(7)</sup> et 20 décembre 1974 <sup>(8)</sup> 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 septième série de méthodes;

considérant que les mesures prévues à 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 leur teneur en aflatoxine B<sub>1</sub> sont effectuées selon les méthodes décrites à l'annexe 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 de la présente directive.

*Article 2*

Les États membres mettent en vigueur, le 1<sup>er</sup> octobre 1976 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 1<sup>er</sup> mars 1976.*Par la Commission*

P. J. LARDINOIS

*Membre de la Commission*

(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 155 du 12. 7. 1971, p. 13.

(4) JO n° L 279 du 20. 12. 1971, p. 7.

(5) JO n° L 123 du 29. 5. 1972, p. 6.

(6) JO n° L 83 du 30. 3. 1973, p. 21.

(7) JO n° L 108 du 22. 4. 1974, p. 7.

(8) JO n° L 32 du 5. 2. 1975, p. 26.

## ANNEXE

DOSAGE DE L'AFLATOXINE B<sub>1</sub>A. MÉTHODE PAR CHROMATOGRAPHIE MONODIMENSIONNELLE  
SUR COUCHE MINCE1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet de déterminer la teneur en aflatoxine B<sub>1</sub> des aliments suivants: tourteaux d'arachides, de copra, de lin, de soja, de sésame, de babassu et de germes de maïs, céréales et produits céréaliers, farine de pois, pulpe et fécule de pommes de terre. La limite inférieure du dosage est de 0,01 mg/kg (10 ppb).

En présence de substances interférentes qui entravent les déterminations, il y a lieu de recommencer l'analyse selon la méthode B (par chromatographie bidimensionnelle sur couche mince).

2. **Principe**

L'échantillon est soumis à l'extraction par du chloroforme. L'extrait est filtré, une partie aliquote en est prélevée et purifiée par chromatographie sur colonne de gel de silice. L'éluat est évaporé et le résidu est repris par un volume déterminé de chloroforme ou d'un mélange de benzène et d'acétonitrile. Une partie aliquote de cette solution est soumise à la chromatographie sur couche mince. La quantité d'aflatoxine B<sub>1</sub> est déterminée sous irradiation UV du chromatogramme soit visuellement, soit par fluorodensitométrie, par comparaison avec des quantités connues d'aflatoxine B<sub>1</sub>-étalon. L'identité de l'aflatoxine B<sub>1</sub> extraite de l'aliment doit être confirmée par les procédés indiqués.

3. **Réactifs**

*NB:* Tous les réactifs doivent être de qualité « pour analyse » dans la mesure où aucune autre indication n'est donnée.

- 3.1. Acéton
- 3.2. Chloroforme, stabilisé par 0,5 à 1,0 pour cent d'éthanol à 96 pour cent (v/v).
- 3.3. n-Hexane
- 3.4. Méthanol
- 3.5. Éther diéthylique anhydre, exempt de peroxydes.
- 3.6. Mélange de benzène et d'acétonitrile: 98/2 (v/v).
- 3.7. Mélange de chloroforme (3.2) et de méthanol (3.4): 97/3 (v/v).
- 3.8. Gel de silice, pour chromatographie sur colonne, granulométrie: 0,05 à 0,20 mm.
- 3.9. Coton hydrophile, préalablement dégraissé par le chloroforme, ou laine de verre.
- 3.10. Sulfate de sodium, anhydre, granulé.
- 3.11. Gaz inerte, par exemple azote.
- 3.12. Acide chlorhydrique 1 N.
- 3.13. Acide sulfurique à 50 pour cent (v/v).
- 3.14. Terre de diatomées (Hyflosupercel), lavée à l'acide.
- 3.15. Gel de silice G-HR ou équivalent, pour chromatographie sur couche mince.
- 3.16. Solution étalon à 0,1 µg environ d'aflatoxine B<sub>1</sub> par millilitre dans le chloroforme (3.2) ou dans le mélange benzène/acétonitrile (3.6), préparée et contrôlée comme indiqué sous le point 7.

- 3.17. Solution étalon qualitative à 0,1 µg environ d'aflatoxines B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> par ml dans le chloroforme (3.2) ou dans le mélange benzène/acétonitrile (3.6). Ces concentrations sont données à titre indicatif. Elles doivent être ajustées de manière à obtenir la même intensité de fluorescence pour les deux aflatoxines.
- 3.18. Solvants de développement:
- 3.18.1. Chloroforme (3.2)/acétone (3.1): 9/1 (v/v), cuve non saturée;
- 3.18.2. Éther diéthylique (3.5)/méthanol (3.4)/eau: 96/3/1 (v/v/v), cuve non saturée;
- 3.18.3. Éther diéthylique (3.5)/méthanol (3.4)/eau: 94/4,5/1,5 (v/v/v), cuve saturée;
- 3.18.4. Chloroforme (3.2)/méthanol (3.4): 94/6 (v/v), cuve saturée;
- 3.18.5. Chloroforme (3.2)/méthanol (3.4): 97/3 (v/v), cuve saturée.

#### 4. Appareillage

- 4.1. Broyeur-mélangeur.
- 4.2. Appareil à secouer ou agitateur magnétique.
- 4.3. Filtres plissés, Schleicher et Schüll n° 588 ou équivalent, diamètre: 24 cm.
- 4.4. Tubes pour chromatographie, en verre (diamètre intérieur: 22 mm, longueur: 300 mm), avec robinet de téflon et réservoir de 250 ml.
- 4.5. Appareil rotatif à évaporation sous vide, avec ballon à fond rond de 500 ml.
- 4.6. Fioles coniques de 500 ml, à bouchon rodé.
- 4.7. Appareillage pour chromatographie sur couche mince.
- 4.8. Plaques de verre pour chromatographie sur couche mince, 200 × 200 mm, préparées comme suit (les quantités indiquées conviennent pour recouvrir cinq plaques): introduire 30 g de gel de silice G-HR (3.15) dans une fiole conique, ajouter 60 ml d'eau, boucher et agiter une minute. Étendre la suspension sur les plaques de manière à obtenir une couche uniforme de 0,25 mm d'épaisseur. Laisser sécher à l'air et conserver ensuite dans un dessiccateur muni de gel de silice. Au moment de l'emploi, activer les plaques en les maintenant durant 1 heure dans l'étuve à 110 °C.
- Les plaques prêtes à l'emploi conviennent dans la mesure où elles donnent des résultats semblables à ceux des plaques préparées comme indiqué ci-dessus.
- 4.9. Lampe UV à ondes longues (360 nm). L'intensité d'irradiation doit permettre de distinguer encore nettement une tache de 1,0 ng d'aflatoxine B<sub>1</sub> sur une plaque pour chromatographie sur couche mince, à une distance de 10 cm de la lampe.
- 4.10. Tubes de 10 ml, gradués, avec bouchons de polyéthylène.
- 4.11. Spectrophotomètre UV.
- 4.12. Fluorodensitomètre (éventuellement).

#### 5. Mode opératoire

- 5.1. *Préparation de l'échantillon* (voir observations, partie C, point 1)
- Broyer l'échantillon de façon qu'il passe en totalité au travers d'un tamis à mailles de 1 mm (conforme à la recommandation ISO R 565).
- 5.2. *Extraction*
- Introduire 50,0 g de l'échantillon moulu et homogénéisé dans une fiole conique de 500 ml (4.6). Ajouter 25 g de terre de diatomées (3.14), 25 ml d'eau et 250 ml de chloroforme (3.2). Boucher le flacon, secouer ou agiter durant 30 minutes à l'aide de l'appareil (4.2) et filtrer sur filtre plissé (4.3). Éliminer les 10 premiers ml de filtrat et recueillir ensuite 50 ml.

### 5.3. *Purification sur colonne*

Munir l'extrémité inférieure d'un tube pour chromatographie (4.4) d'un tampon de coton ou de laine de verre (3.9), remplir les deux tiers du tube de chloroforme (3.2) et ajouter 5 g de sulfate de sodium (3.10).

Vérifier que la surface supérieure de la couche de sulfate de sodium est plane puis ajouter par petites fractions 10 g de gel de silice (3.8). Remuer avec précaution après chaque addition pour éliminer les bulles d'air. Laisser déposer durant 15 minutes et ajouter ensuite avec précaution 15 g de sulfate de sodium (3.10). Laisser descendre le liquide jusqu'à proximité immédiate de la surface supérieure de la couche de sulfate de sodium.

Mélanger les 50 ml d'extrait recueillis en 5.2 à 100 ml de n-hexane (3.3) et transvaser quantitativement le mélange dans la colonne. Laisser descendre le liquide jusqu'à la surface supérieure de la couche de sulfate de sodium. Éliminer le liquide écoulé. Ajouter ensuite 100 ml d'éther diéthylique (3.5) et laisser à nouveau descendre le liquide jusqu'à la surface supérieure de la couche de sulfate de sodium. Au cours de ces opérations, veiller que le débit d'écoulement soit de 8 à 12 ml par minute et que la colonne ne soit pas mise à sec. Éliminer les liquides écoulés. Éluer ensuite par 150 ml du mélange chloroforme/méthanol (3.7) et recueillir la totalité de l'éluat.

Évaporer celui-ci presque à sec, sous un courant de gaz inerte (3.11) et à une température ne dépassant pas 50 °C, au moyen de l'appareil rotatif à évaporation sous vide (4.5). Amener quantitativement le résidu à l'aide de chloroforme (3.2) ou du mélange benzène/acétonitrile (3.6) dans un tube de 10 ml (4.10). Concentrer la solution sous un courant de gaz inerte (3.11) et amener ensuite le volume à 2,0 ml à l'aide de chloroforme (3.2) ou du mélange benzène/acétonitrile (3.6).

### 5.4. *Chromatographie sur couche mince*

Déposer ponctuellement sur une plaque pour chromatographie sur couche mince (4.8), à 2 cm du bord inférieur et à des intervalles de 2 cm, les volumes indiqués ci-après de la solution étalon et de l'extrait:

- 10, 15, 20, 30 et 40  $\mu$ l de la solution étalon d'aflatoxine B<sub>1</sub> (3.16);
- 10  $\mu$ l de l'extrait obtenu en 5.3 et, *en superposition sur le même point*, 20  $\mu$ l de la solution étalon (3.16);
- 10 et 20  $\mu$ l de l'extrait obtenu en 5.3.

Développer le chromatogramme à l'abri de la lumière, à l'aide de l'un des solvants de développement (3.18). Le choix du solvant doit être établi au préalable en déposant sur la plaque 25  $\mu$ l de la solution étalon qualitative (3.17) et en s'assurant que, lors du développement, les aflatoxines B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> sont complètement séparées.

Laisser évaporer les solvants à l'abri de la lumière et irradier ensuite par la lumière UV en plaçant la plaque à 10 cm de la lampe (4.9). Les taches d'aflatoxine B<sub>1</sub> donnent une fluorescence bleue.

### 5.5. *Déterminations quantitatives*

Procéder aux déterminations soit visuellement, soit par fluorodensitométrie comme indiqué ci-après:

#### 5.5.1. *Mesures visuelles*

Déterminer la quantité d'aflatoxine B<sub>1</sub> de l'extrait en comparant l'intensité de fluorescence des taches de l'extrait à celle des taches de la solution étalon. Interpoler si nécessaire. La fluorescence obtenue par superposition de l'extrait à l'étalon doit être plus forte que celle des 10  $\mu$ l d'extrait et elle ne doit donner lieu qu'à la perception d'une seule tache. Si l'intensité de fluorescence donnée par les 10  $\mu$ l d'extrait est plus forte que celle des 40  $\mu$ l de solution étalon, diluer l'extrait 10 ou 100 fois par du chloroforme (3.2) ou par le mélange benzène/acétonitrile (3.6) avant de le soumettre à une nouvelle chromatographie sur couche mince.

#### 5.5.2. *Mesures par fluorodensitométrie*

Mesurer l'intensité de fluorescence des taches d'aflatoxine B<sub>1</sub> au fluorodensitomètre (4.12) en utilisant une longueur d'onde d'excitation de 365 nm et une longueur d'onde d'émission de 443 nm. Déterminer la quantité d'aflatoxine B<sub>1</sub> des dépôts de l'extrait en comparant les intensités de fluorescence des taches de l'extrait et de la solution étalon.

### 5.6. *Confirmation de l'identité de l'aflatoxine B<sub>1</sub>*

Confirmer l'identité de l'aflatoxine B<sub>1</sub> de l'extrait par les procédés ci-après:

- 5.6.1. **Traitement par l'acide sulfurique**  
Pulvériser de l'acide sulfurique (3.13) sur le chromatogramme obtenu en 5.4. La fluorescence des taches d'aflatoxine B<sub>1</sub> doit virer du bleu au jaune sous irradiation UV.
- 5.6.2. **Chromatographie bidimensionnelle impliquant la formation d'aflatoxine B<sub>1</sub> — hémiacétal (aflatoxine B<sub>2a</sub>)**  
NB: Les opérations décrites ci-après doivent être effectuées en suivant le schéma présenté dans la figure 3.
- 5.6.2.1. **Application des solutions**  
Tracer sur une plaque (4.8) deux droites parallèles à deux côtés contigus (à des distances de 6 cm de ces côtés), destinées à délimiter la migration des fronts de solvants. Déposer sur une plaque à l'aide de pipettes capillaires ou de microseringues les solutions indiquées ci-après:  
— *au point A*: un volume d'extrait purifié de l'échantillon obtenu en 5.3, contenant 2,5 nanogrammes environ d'aflatoxine B<sub>1</sub>;  
— *aux points B et C*: 25 µl de la solution étalon (3.16).
- 5.6.2.2. **Développement**  
Développer le chromatogramme dans la direction I à l'aide du solvant de développement (3.18.1) [couche de 1 cm dans une cuve non saturée], à l'abri de la lumière, jusqu'à ce que le front de solvant atteigne la ligne de délimitation. Retirer la plaque de la cuve et laisser sécher durant cinq minutes à l'abri de la lumière et à la température ambiante. Pulvériser ensuite de l'acide chlorhydrique (3.12) sur une bande de 2,5 cm de hauteur couvrant les points A et B (indiquée en traits hachurés dans la fig. 3), jusqu'à assombrissement, en protégeant le reste de la plaque par une feuille de verre. Laisser réagir durant dix minutes à l'obscurité et sécher à l'aide d'un courant d'air à la température ambiante.  
Développer ensuite le chromatogramme dans la direction II à l'aide du solvant de développement (3.18.1) [couche de 1 cm dans une cuve non saturée], à l'abri de la lumière, jusqu'à ce que le front de solvant atteigne la ligne de délimitation. Retirer la plaque de la cuve et laisser sécher à la température ambiante.
- 5.6.2.3. **Interprétation du chromatogramme**  
Examiner le chromatogramme sous lumière UV (4.9) et vérifier les observations indiquées ci-après:  
a) Apparition d'une tache fluorescente bleue d'aflatoxine B<sub>1</sub> provenant de la solution étalon déposée en C (migration dans la direction I).  
b) Apparition d'une tache fluorescente bleue d'aflatoxine B<sub>1</sub> (n'ayant pas réagi avec l'acide chlorhydrique) et d'une tache fluorescente bleue plus intense d'aflatoxine B<sub>1</sub>-hémiacétal, provenant de la solution étalon déposée en B (migration dans la direction II).  
c) Apparition de taches similaires à celles indiquées sous b), provenant de l'extrait de l'échantillon déposé en A. L'emplacement de ces taches est défini par la distance de migration de l'aflatoxine B<sub>1</sub> à partir du point A dans la direction I (même distance que celle parcourue par l'étalon déposé en C) suivie des distances de migration parcourues dans la direction II par l'aflatoxine B<sub>1</sub> (n'ayant pas réagi avec l'acide chlorhydrique) et par l'aflatoxine B<sub>1</sub>-hémiacétal (mêmes distances que celles parcourues par l'étalon déposé en B). Les intensités de fluorescence des taches d'hémiacétal provenant de l'extrait et de l'étalon déposé en B devraient correspondre.

## 6. Calcul des résultats

### 6.1. À partir de mesures visuelles

La teneur en microgrammes d'aflatoxine B<sub>1</sub> par kilogramme d'échantillon (ppb) est donnée par la formule

$$\frac{S \cdot Y \cdot V}{W \cdot X}$$

dans laquelle:

Y et X sont respectivement les volumes en microlitres de solution étalon d'aflatoxine B<sub>1</sub> (3.16) et de l'extrait, ayant une intensité de fluorescence semblable;

S = concentration en microgrammes d'aflatoxine B<sub>1</sub> par ml de la solution étalon (3.16);

V = volume final de l'extrait en microlitres, compte tenu des dilutions éventuelles;  
 W = poids en grammes de la prise d'essai correspondant au volume d'extrait soumis à la purification sur colonne.

6.2. *À partir des mesures fluorodensitométriques*

La teneur en microgrammes d'aflatoxine B<sub>1</sub> par kilogramme d'échantillon (ppb) est donnée par la formule

$$\frac{S \cdot V}{W \cdot Y}$$

dans laquelle:

Y = volume en microlitres de l'extrait déposé sur la plaque (10 ou 20 µl);  
 S = quantité en nanogrammes d'aflatoxine B<sub>1</sub> du dépôt de l'extrait (compte tenu du volume Y), déduite des déterminations;  
 V = volume final de l'extrait en microlitres, compte tenu des dilutions éventuelles;  
 W = poids en grammes de la prise d'essai, correspondant au volume d'extrait soumis à la purification sur colonne.

7. **Préparation et contrôle de la solution étalon (3.16)**

7.1. *Détermination de la concentration en aflatoxine B<sub>1</sub>*

Préparer une solution d'aflatoxine B<sub>1</sub> étalon dans le chloroforme (3.2) ou dans le mélange benzène/acétonitrile (3.6) dont la concentration est de 8 à 10 µg par millilitre. Déterminer le spectre d'absorption entre 330 et 370 nm à l'aide du spectrophotomètre (4.11).

Relever la densité optique (A) à 363 nm dans le cas de la solution chloroformique; à 348 nm dans le cas de la solution dans le mélange benzène/acétonitrile.

Calculer la concentration en microgrammes d'aflatoxine B<sub>1</sub> par millilitre de solution à partir des formules ci-après:

$$\frac{312 \cdot A \cdot 1000}{20600} \text{ pour la solution chloroformique;}$$

$$\frac{312 \cdot A \cdot 1000}{19800} \text{ pour la solution dans le mélange benzène/acétonitrile.}$$

Effectuer à l'abri de la lumière les dilutions convenables pour obtenir une solution étalon de travail dont la concentration en aflatoxine B<sub>1</sub> est de 0,1 µg environ par millilitres. Conservée en réfrigérateur à 4 °C, cette solution est stable durant deux semaines.

7.2. *Contrôle de la pureté chromatographique*

Déposer sur une plaque (4.8) 5 µl de la solution étalon à 8 — 10 µg d'aflatoxine B<sub>1</sub> par millilitre (voir 7.1). Développer le chromatogramme comme indiqué en 5.4. Sous lumière UV, la fluorescence ne doit donner lieu qu'à la perception d'une seule tache et aucune fluorescence ne doit être perçue dans la zone du dépôt d'origine.

8. **Répétabilité**

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

- 25 pour cent du résultat le plus élevé pour les teneurs en aflatoxine B<sub>1</sub> de 10 à 20 µg/kg,
- 5 µg, en valeur absolue, pour les teneurs de 20 à 50 µg/kg,
- 10 pour cent du résultat le plus élevé pour les teneurs supérieures à 50 µg/kg.

9. **Reproductibilité**

Voir observations, partie C, point 2,

**B. MÉTHODE PAR CHROMATOGRAPHIE BIDIMENSIONNELLE  
SUR COUCHE MINCE****1. Objet et domaine d'application**

La méthode permet de déterminer la teneur en aflatoxine B<sub>1</sub> des aliments des animaux qui ne tombent pas dans le domaine d'application de la méthode A. La limite inférieure du dosage est de 0,01 mg/kg (10 ppb). La méthode ne s'applique pas aux aliments contenant des pulpes d'agrumes.

**2. Principe**

L'échantillon est soumis à l'extraction par du chloroforme. L'extrait est filtré, une partie aliquote en est prélevée et purifiée par chromatographie sur colonne de gel de silice. L'éluat est évaporé et le résidu est repris par un volume déterminé de chloroforme ou d'un mélange de benzène et d'acétonitrile. Une partie aliquote de cette solution est soumise à la chromatographie bidimensionnelle sur couche mince. La quantité d'aflatoxine B<sub>1</sub> est déterminée sous irradiation UV du chromatogramme soit visuellement, soit par fluorodensitométrie, par comparaison avec des quantités connues d'aflatoxine B<sub>1</sub>-étalon. L'identité de l'aflatoxine B<sub>1</sub> extraite de l'aliment doit être confirmée par le procédé indiqué.

**3. Réactifs**

*NB:* Tous les réactifs doivent être de qualité « pour analyse » dans la mesure où aucune autre indication n'est donnée.

- 3.1. Acétone.
- 3.2. Chloroforme, stabilisé par 0,5 à 1,0 pour cent d'éthanol à 96 pour cent (v/v).
- 3.3. n-Hexane.
- 3.4. Méthanol.
- 3.5. Éther diéthylique anhydre, exempt de peroxydes.
- 3.6. Mélange de benzène et d'acétonitrile : 98/2 (v/v).
- 3.7. Mélange de chloroforme (3.2) et de méthanol (3.4) : 97/3 (v/v).
- 3.8. Gel de silice, pour chromatographie sur colonne, granulométrie : 0,05 à 0,20 mm.
- 3.9. Coton hydrophile, préalablement extrait par le chloroforme, ou laine de verre.
- 3.10. Sulfate de sodium, anhydre, granulé.
- 3.11. Gaz inerte, par exemple : azote.
- 3.12. Acide chlorhydrique 1 N.
- 3.13. Terre de diatomées (Hyflosupercel), lavée à l'acide.
- 3.14. Gel de silice G-HR ou équivalent, pour chromatographie sur couche mince.
- 3.15. Solvants de développement.
- 3.15.1. Éther diéthylique (3.5)/méthanol (3.4)/eau : 94/4,5/1,5 (v/v/v), cuve saturée.
- 3.15.2. Chloroforme (3.2)/acétone (3.1) : 9/1 (v/v), cuve non saturée.
- 3.16. Solution étalon à 0,1 µg environ d'aflatoxine B<sub>1</sub> par millilitre dans le chloroforme (3.2) ou dans le mélange benzène/acétonitrile (3.6), préparée et contrôlée comme indiqué sous le point 7 de la méthode A.

**4. Appareillage**

Voir point 4 de la méthode A.

## 5. Mode opératoire

- 5.1. Préparation de l'échantillon  
5.2. Extraction  
5.3. Purification sur colonne
- } voir points 5.1, 5.2 et 5.3 de la méthode A.

### 5.4. Chromatographie bidimensionnelle sur couche mince

#### 5.4.1. Application des solutions (suivre le schéma présenté dans la figure 1)

Tracer sur une plaque (4.8) deux droites parallèles à deux côtés contigus (à des distances respectives de 5 et 6 cm de ces côtés), destinées à délimiter la migration des fronts de solvants. Déposer sur la plaque à l'aide de pipettes capillaires ou de microseringues les solutions indiquées ci-après:

- au point A, 20  $\mu$ l de l'extrait purifié de l'échantillon, obtenu en 5.3,
- au point B, 20  $\mu$ l de la solution étalon (3.16),
- au point C, 10  $\mu$ l de la solution étalon (3.16),
- au point D, 20  $\mu$ l de la solution étalon (3.16),
- au point E, 40  $\mu$ l de la solution étalon (3.16).

Sécher à l'aide d'un léger courant d'air ou de gaz inerte (3.11). Les taches obtenues doivent avoir un diamètre de 5 mm environ.

#### 5.4.2. Développement (suivre le schéma présenté dans la figure 1)

Développer le chromatogramme dans la direction I à l'aide du solvant de développement (3.15.1) [couche de 1 cm dans une cuve saturée], à l'abri de la lumière, jusqu'à ce que le front de solvant atteigne la ligne de délimitation. Retirer la plaque de la cuve et laisser sécher durant quinze minutes au moins à l'abri de la lumière et à la température ambiante.

Développer ensuite le chromatogramme dans la direction II à l'aide du solvant de développement (3.15.2) [couche de 1 cm dans une cuve non saturée], à l'abri de la lumière, jusqu'à ce que le front de solvant atteigne la ligne de délimitation. Retirer la plaque de la cuve et laisser sécher à l'abri de la lumière et à la température ambiante.

#### 5.4.3. Interprétation du chromatogramme (suivre le schéma présenté dans la figure 2)

Irradier le chromatogramme par la lumière UV en plaçant la plaque à 10 cm de la lampe (4.9). Localiser l'emplacement des taches de fluorescence bleue B, C, D et E d'aflatoxine B<sub>1</sub> provenant de la solution étalon et tracer deux droites imaginaires passant par ces taches et perpendiculaires aux directions de développement. Le point d'intersection P de ces droites est l'emplacement où l'on devrait s'attendre à trouver la tache d'aflatoxine B<sub>1</sub> provenant de l'extrait de l'échantillon déposé en A (figure 1). Toutefois, l'emplacement réel de cette tache peut se trouver en un point Q situé à l'intersection de deux droites imaginaires formant entre elles un angle de 100 degrés environ et passant respectivement par les taches B et C. Déterminer la quantité d'aflatoxine B<sub>1</sub> de l'extrait de l'échantillon comme indiqué en 5.5.

#### 5.4.4. Chromatographie complémentaire

Tracer sur une nouvelle plaque (4.8) deux droites parallèles à deux côtés contigus, comme indiqué dans le schéma de la figure 1, et déposer au point A (voir figure 1) 20  $\mu$ l de l'extrait purifié de l'échantillon obtenu en 5.3 et, *en superposition*, 20  $\mu$ l de la solution étalon (3.16). Développer comme indiqué en 5.4.2. Irradier le chromatogramme par la lumière UV (4.9) et vérifier que:

- les taches d'aflatoxine B<sub>1</sub> de l'extrait et de la solution étalon se superposent,
- la fluorescence de cette tache est plus intense que celle de la tache d'aflatoxine B<sub>1</sub> développée au point Q de la première plaque.

### 5.5. Déterminations quantitatives

Procéder aux déterminations soit visuellement, soit par fluorodensitométrie comme indiqué ci-après:

#### 5.5.1. Mesures visuelles

Déterminer la quantité d'aflatoxine B<sub>1</sub> de l'extrait en comparant l'intensité de fluorescence de la tache de l'extrait à celle des taches C, D et E de la solution étalon. Interpoler si nécessaire. Si l'intensité de fluorescence donnée par les 20  $\mu$ l d'extrait

est plus forte que celle des 40  $\mu$ l de solution étalon, diluer l'extrait 10 ou 100 fois par du chloroforme (3.2) ou par le mélange benzène/acétonitrile (3.6) avant de le soumettre à une nouvelle chromatographie sur couche mince.

5.5.2. Mesures par fluorodensitométrie

Mesurer l'intensité de fluorescence des taches d'aflatoxine B<sub>1</sub> au fluorodensitomètre (4.12) en utilisant une longueur d'onde d'excitation de 365 nm et une longueur d'onde d'émission de 443 nm.

Déterminer la quantité d'aflatoxine B<sub>1</sub> du dépôt de l'extrait en comparant l'intensité de fluorescence de la tache de l'extrait à celle des taches C, D et E de la solution étalon.

5.6. *Confirmation de l'identité de l'aflatoxine B<sub>1</sub>*

Voir point 5.6 de la méthode A.

6. Calcul des résultats

Voir point 6 de la méthode A.

7. Répétabilité

Voir point 8 de la méthode A.

8. Reproductibilité

Voir observations, partie C, point 2.

C. OBSERVATIONS CONCERNANT LES MÉTHODES A ET B

1. Dégraissage

Les échantillons contenant plus de 5 pour cent de matières grasses doivent être dégraissés par de l'éther de pétrole (éb. 40 — 60 °C) après la préparation indiquée en 5.1. Dans ces cas, les résultats d'analyse doivent être rapportés au poids de l'échantillon non dégraissé.

2. Reproductibilité des résultats

La reproductibilité des résultats, c'est-à-dire la variation entre les résultats obtenus par deux ou plusieurs laboratoires sur le même échantillon, a été évaluée à:

± 50 pour cent de la valeur moyenne des résultats pour les valeurs moyennes en aflatoxine B<sub>1</sub> de 10 à 20  $\mu$ g/kg;

± 10  $\mu$ g/kg à partir de la valeur moyenne pour les valeurs moyennes de 20 à 50  $\mu$ g/kg;

± 20 pour cent de la valeur moyenne pour les valeurs moyennes supérieures à 50  $\mu$ g/kg.

ANNEXE

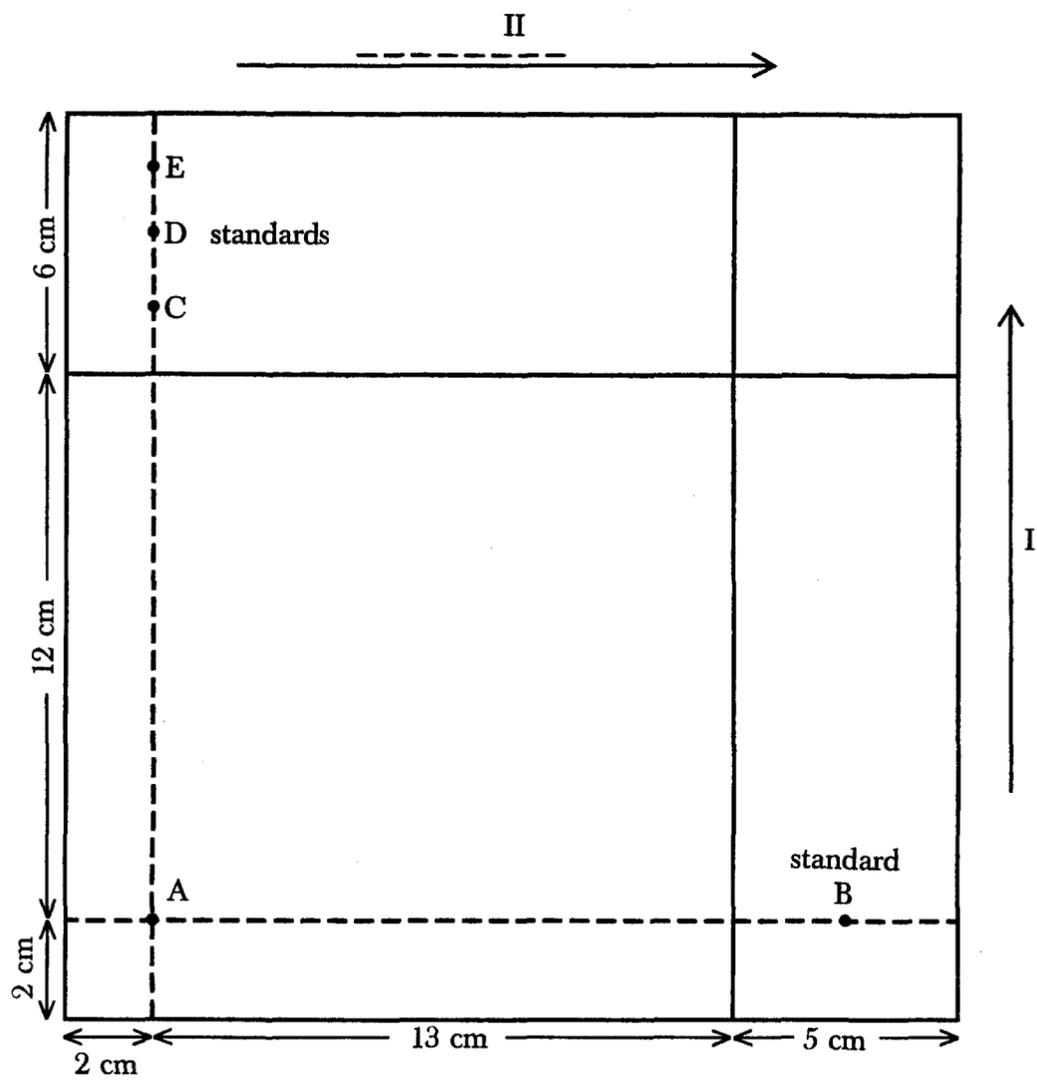


Figure 1

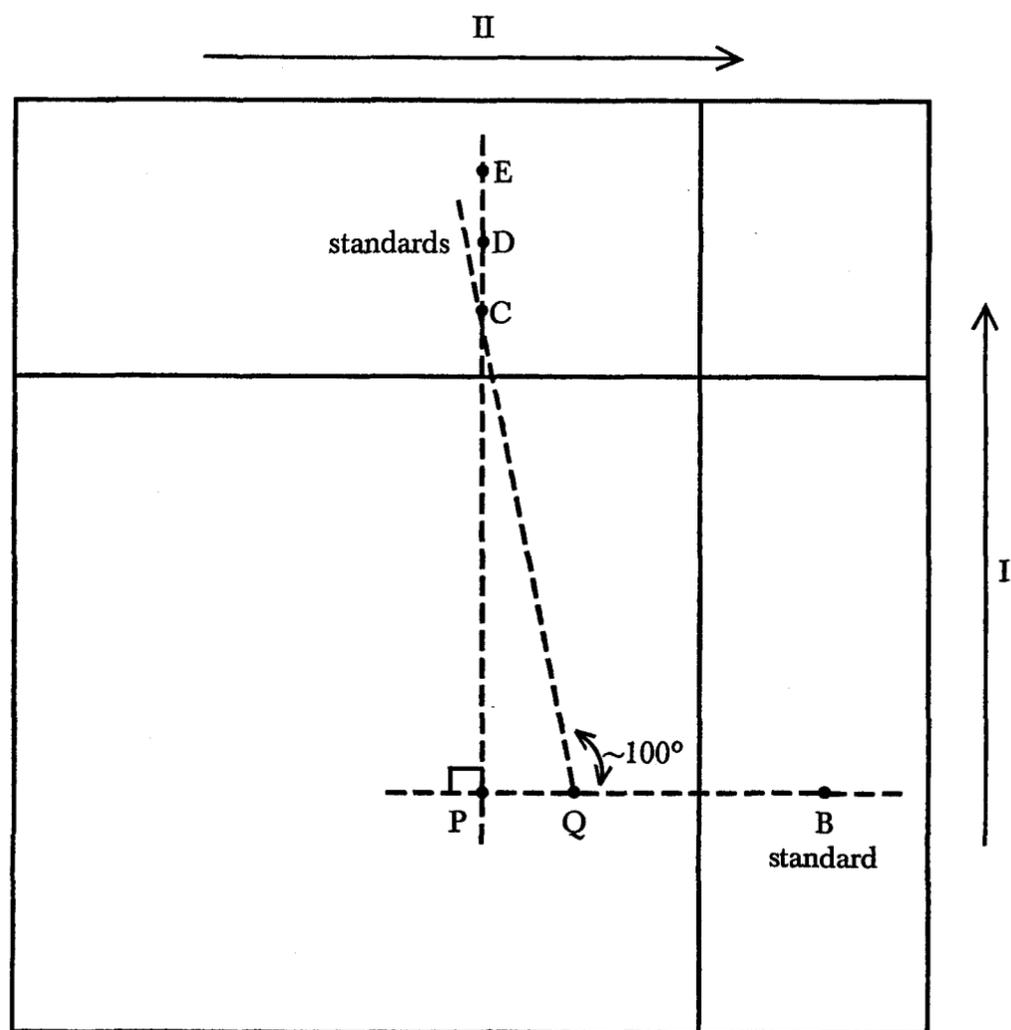


Figure 2

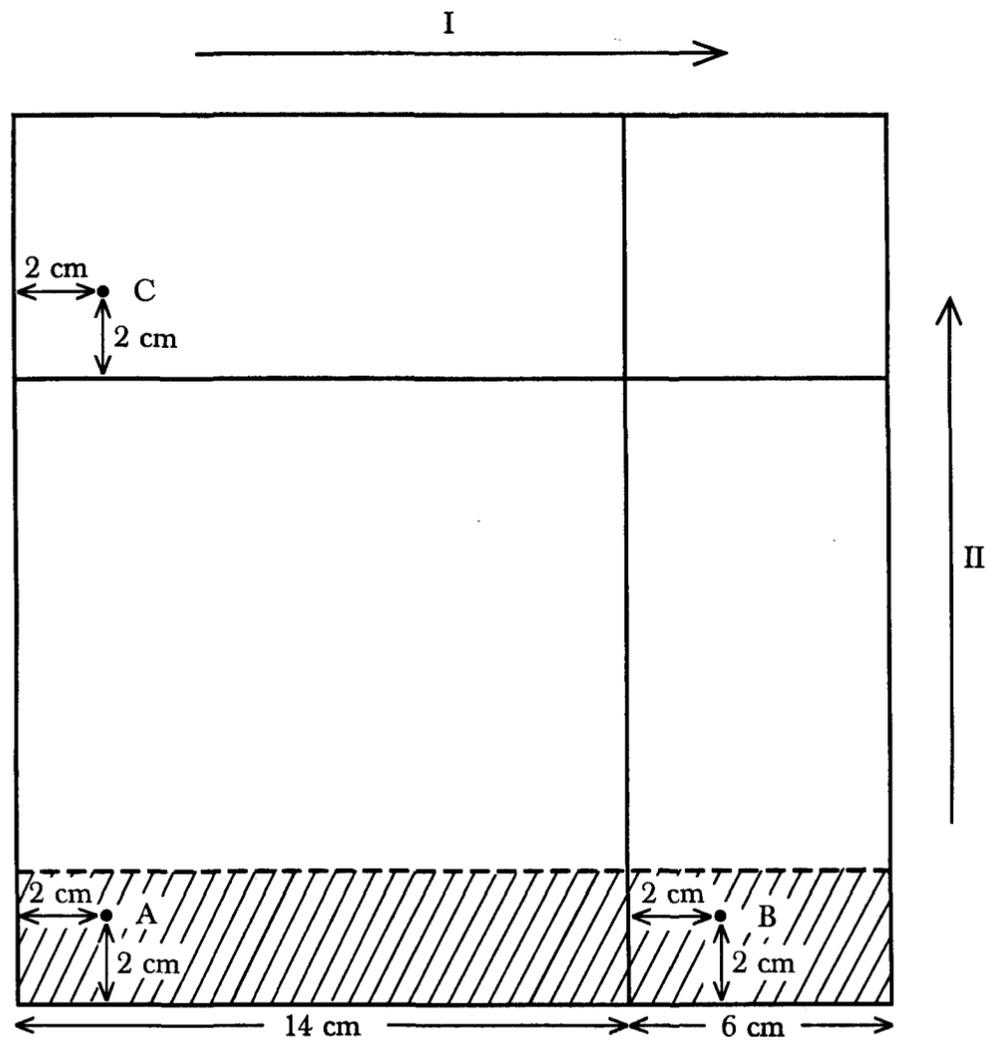


Figure 3

## DÉCISION DE LA COMMISSION

du 3 mars 1976

concernant la mise en œuvre de la réforme des structures agricoles au Royaume-Uni, en conformité du titre II de la directive 75/268/CEE du 28 avril 1975

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

(76/373/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu la directive 75/268/CEE du Conseil, du 28 avril 1975, sur l'agriculture de montagne et de certaines régions défavorisées <sup>(1)</sup>, et notamment son article 13,

vu la directive 72/159/CEE du Conseil, du 17 avril 1972, concernant la modernisation des exploitations agricoles <sup>(2)</sup>, et notamment son article 18 paragraphe 3,

considérant que le gouvernement du Royaume-Uni a communiqué le 22 octobre 1975, conformément à l'article 13 de la directive 75/268/CEE et de l'article 17 premier alinéa deuxième tiret de la directive 72/159/CEE, les textes législatifs suivants du ministre de l'agriculture, de la pêche et des forêts :

pour l'Angleterre et le pays de Galles :

1972 n° 1616, 1972 n° 1617, 1974 n° 1794, 1975 n° 1140, 1973 n° 828, 1973 n° 829, 1974 n° 1997 ;

pour l'Écosse :

1972 n° 1659, 1972 n° 1660, 1974 n° 1863, 1975 n° 1418, 1973 n° 866, 1973 n° 867, 1974 n° 1906 ;

pour l'Irlande du Nord :

1972 n° 1618, 1972 n° 1619, 1974 n° 1795, 1975 n° 1141, 1973 n° 830, 1973 n° 831, 1974 n° 1996 ;

considérant que ces règlements qui sont devenus applicables avant l'entrée en vigueur de la directive 75/268/CEE, prévoient l'octroi de primes à l'élevage de vaches reproductrices et de brebis dans des régions défavorisées énumérées dans la directive 75/276/CEE ;

considérant que le gouvernement du Royaume-Uni a ensuite communiqué, le 6 novembre 1975, un projet de règlement relatif à l'élevage dans les régions de montagne en 1975 (indemnités compensatoires) et devant remplacer à partir du 1<sup>er</sup> janvier 1976 les textes législatifs précités ; que, conformément à l'article 17 paragraphe 3 de la directive 72/159/CEE, elle a constaté, dans son avis du 30 janvier 1976, que ce projet remplit les conditions d'une participation financière de la Communauté ;

considérant que, conformément à l'article 18 paragraphe 3 de la directive 72/159/CEE et de l'article 13 de la directive 75/268/CEE, elle doit décider si les conditions d'une participation financière de la Communauté sont remplies également pour les mesures réalisées en 1975 du point de vue de la compatibilité des dispositions législatives, réglementaires et administratives communiquées avec la directive 75/268/CEE et compte tenu des objectifs de cette directive ainsi que de la cohésion nécessaire entre les différentes mesures ;

considérant qu'un objectif important de la directive 75/268/CEE est d'assurer, dans les régions de montagne et dans les zones défavorisées désignées par le Conseil, la poursuite de l'activité agricole et, ainsi, le maintien d'un minimum de peuplement et l'entretien de l'espace naturel ;

considérant que la directive 75/268/CEE autorise à cet effet les États membres à créer pour ces régions un régime d'aide en faveur des activités agricoles et en vue d'améliorer le revenu agricole ;

considérant que ce régime d'aide peut consister dans l'octroi, pour compenser les handicaps naturels permanents, d'une indemnité aux exploitants agricoles qui s'engagent à poursuivre l'activité agricole, conformément aux objectifs de la directive, pendant au moins cinq ans ; que, dans le cas de la production bovine, ovine ou caprine, cette indemnité est calculée en fonction de l'importance du cheptel détenu et qu'elle ne peut excéder 50 unités de compte par UGB ni 50 unités de compte par hectare de superficie fourragère, sans pouvoir être inférieure à 15

<sup>(1)</sup> JO n° L 128 du 19. 5. 1975, p. 1.

<sup>(2)</sup> JO n° L 96 du 23. 4. 1972, p. 1.

unités de compte par UGB ; que les États membres peuvent fixer, pour l'octroi de cette indemnité compensatoire, des conditions ou des restrictions s'ajoutant aux conditions fixées aux articles 6 et 7 de la directive ;

considérant que les règlements précités correspondent dans l'ensemble à l'objectif et aux conditions de la directive 75/268/CEE ;

considérant que, contrairement à l'article 6 paragraphe 1 de la directive 75/268/CEE, ils n'obligent pas les exploitants agricoles bénéficiant de l'indemnité compensatoire à poursuivre l'activité agricole pendant au moins cinq ans ; qu'ils pourraient également conduire, en ce qui concerne l'Angleterre, le pays de Galles et l'Irlande du Nord, à une indemnité compensatoire supérieure, dans quelques rares cas, à 50 unités de compte par hectare de superficie fourragère ;

considérant que, conformément à l'article 5 paragraphe 2 et à l'article 17 de la directive 75/268/CEE, les règlements précités doivent être adaptés, en ce qui concerne ces deux points, dans un délai d'un an à compter de l'entrée en vigueur de la directive ; que le projet de règlement déjà cité relatif à l'élevage dans les régions de montagne en 1975 (indemnités compensatoires) prévoit déjà les adaptations nécessaires ;

considérant qu'il est possible, en ce qui concerne l'obligation résultant de l'article 6 paragraphe 1 de la directive 75/268/CEE, de limiter la participation financière de la Communauté aux cas dans lesquels les bénéficiaires acceptent cette obligation en vue de l'octroi de l'indemnité compensatoire au titre de l'année 1976 ;

considérant que, en ce qui concerne l'éventualité d'un léger dépassement, en ce qui concerne l'Angleterre, le pays de Galles et l'Irlande du Nord, du montant maximal de 50 unités de compte prévu par l'article 7 paragraphe 1 de la directive 75/268/CEE, ce dépassement du montant de l'indemnité compensatoire ne revêt qu'une importance négligeable, si bien que, sous réserve d'une adaptation appropriée en 1976, on peut estimer que, en dépit de ce dépassement incompatible avec la directive, et compte tenu du délai d'adaptation prévu à l'article 17 de la directive, une participation financière de la Communauté aux dépenses résultant pour l'année 1975 des règlements précités est justifiée ;

considérant que le comité du Fonds européen d'orientation et de garantie agricole (FEOGA) a été consulté sur les aspects financiers ;

considérant que les mesures prévues à la présente décision sont conformes, à l'avis du comité permanent des structures agricoles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

#### *Article premier*

Les règlements communiqués par le Royaume-Uni le 22 octobre 1975, et énumérés dans les considérants, remplissent les conditions d'une participation financière de la Communauté en 1975 aux mesures communes visées à l'article 13 de la directive 75/268/CEE et à l'article 15 de la directive 72/159/CEE.

#### *Article 2*

Le FEOGA, section « orientation », participe aux dépenses relatives aux primes,

- qui ont été accordées en 1975 aux exploitants agricoles ayant accepté, en vue de l'octroi d'une indemnité compensatoire en 1976, l'obligation prévue à l'article 6 paragraphe 1 de la directive 75/268/CEE,
- qui ne dépassent pas, en ce qui concerne l'Angleterre, le pays de Galles et l'Irlande du Nord, le montant maximal de 50 unités de compte par UGB et par hectare de superficie fourragère, montant prévu à l'article 7 paragraphe 1 de la directive 75/268/CEE.

#### *Article 3*

La présente décision entre en vigueur le même jour que la décision de la Commission concernant les mesures prises au Royaume-Uni en 1976 en application du titre II de la directive 75/268/CEE.

#### *Article 4*

Le Royaume-Uni est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 3 mars 1976.

*Par la Commission*

P. J. LARDINOIS

*Membre de la Commission*

## DÉCISION DE LA COMMISSION

du 3 mars 1976

concernant la mise en œuvre de la réforme des structures agricoles dans la république fédérale d'Allemagne en conformité du titre II de la directive 75/268/CEE du 28 avril 1975

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

(76/374/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu la directive du Conseil 75/268/CEE, du 28 avril 1975, sur l'agriculture de montagne et de certaines zones défavorisées <sup>(1)</sup>, et notamment son article 13,

vu la directive du Conseil 72/159/CEE, du 17 avril 1972, concernant la modernisation des exploitations agricoles <sup>(2)</sup>, et notamment son article 18 paragraphe 3,

considérant que le gouvernement de la république fédérale d'Allemagne a communiqué, le 26 juin 1975, conformément à l'article 13 de la directive 75/268/CEE, les principes régissant l'encouragement des exploitations agricoles dans les zones de montagne et dans les zones défavorisées, du 11 avril 1975 ;

considérant que le gouvernement de la république fédérale d'Allemagne a en outre communiqué, le 11 novembre 1975 et le 18 décembre 1975, conformément à l'article 13 de la directive 75/268/CEE, les dispositions législatives, réglementaires et administratives suivantes des *Länder* :

*Bavière*

directives concernant le Bayerisches Grünland- und Mittelgebirgsprogramm (programme bavarois en faveur des herbages et des terres de montagnes moyennes) du 14 juin 1975, chiffre 2 : prime pour l'élevage de bétail nécessitant peu de main-d'œuvre ;

*Bade-Wurtemberg*

arrêté relatif à l'encouragement de mesures agricoles visant à la préservation du paysage (subventions aux exploitations d'élevage ovin) du 8 juillet 1971 dans la version de l'arrêté du 2 août 1973 ;

*Hesse*

directives relatives à l'encouragement de mesures prises par des exploitations agricoles en vue de la préservation des sites dans la version du 11 mars 1975, chiffre 3.3 : encouragement de l'élevage de vaches portières, chiffre 3.4 : encouragement de l'élevage de bétail en pension, chiffre 3.5 : encouragement de l'élevage ovin ;

*Rhénanie-du-Nord-Westphalie*

arrêté du 27 avril 1973 dans la version de 1975, chiffre 3.1.1 : prime à l'élevage de vaches portières ;

considérant que, conformément à l'article 18 paragraphe 3 de la directive 72/159/CEE et à l'article 13 de la directive 75/268/CEE, la Commission doit décider si, eu égard à la compatibilité des dispositions législatives, réglementaires et administratives communiquées avec la directive 75/268/CEE et compte tenu des objectifs de ladite directive ainsi que du rapport existant nécessairement entre les différentes mesures, les conditions d'une participation financière de la Communauté sont remplies ;

considérant qu'un objectif important de la directive 75/268/CEE est d'assurer la poursuite de l'activité agricole et, ainsi, le maintien d'un minimum de peuplement et l'entretien de l'espace naturel dans les zones de montagne et dans certaines zones défavorisées arrêtées par le Conseil ;

considérant que la directive 75/268/CEE autorise les États membres à instaurer dans ces zones un régime particulier d'aides destiné à favoriser les activités agricoles et à améliorer le revenu des agriculteurs ;

considérant que ce régime d'aides peut consister en une indemnité destinée à compenser les handicaps naturels permanents, qui est octroyée aux exploitants qui s'engagent à poursuivre une activité agricole conforme aux objectifs de la directive pendant au moins cinq ans : elle se calcule, dans le cas de la production bovine, ovine ou caprine, en fonction de l'importance du cheptel détenu et ne peut dépasser 50 unités de compte par unité de

<sup>(1)</sup> JO n° L 128 du 19. 5. 1975, p. 1.

<sup>(2)</sup> JO n° L 96 du 23. 4. 1972, p. 1.

gros bétail (UGB) et 50 unités de compte par hectare de superficie fourragère totale de l'exploitation, ni être inférieure à 15 unités de compte par UGB ; que, complémentaiement aux conditions énumérées aux articles 6 et 7 de la directive, les États membres peuvent prévoir des conditions complémentaires ou limitatives pour l'octroi de l'indemnité compensatoire ;

considérant que les mesures prévues dans les principes du 11 avril 1975 régissant l'encouragement des exploitations agricoles dans les zones de montagne et dans certaines zones défavorisées, ainsi que celles prévues au chiffre 2 de la directive du *Land* de Bavière, correspondent à l'objectif et aux conditions de la directive 75/268/CEE ;

considérant que les mesures mentionnées des *Länder* de Bade-Wurtemberg, de Hesse et de Rhénanie-du-Nord-Westphalie instaurées avant l'entrée en vigueur de la directive 75/268/CEE ne répondent pas aux conditions de la directive et doivent être abrogées ou adoptées dans le délai d'un an à compter de la notification de la directive conformément à l'article 5 paragraphe 2 et de l'article 17 de la directive ;

considérant que ces mesures, qui complètent l'indemnité compensatoire prévue dans les principes du 11 avril 1975, régissant l'encouragement des exploitations agricoles dans les zones de montagne et dans certaines zones défavorisées et qui ne sont appliquées d'une façon générale que dans les zones défavorisées dans lesquelles l'indemnité compensatoire n'est pas accordée, n'ont cependant dans l'ensemble qu'une importance réduite, de sorte qu'il est possible de constater que, en dépit de l'incompatibilité de ces mesures avec la directive, une participation financière de la Communauté aux principes du 11 avril 1975 régissant l'encouragement des exploitations agricoles dans les zones de montagne et dans certaines zones défavorisées ainsi qu'aux directives communiquées du *Land* de Bavière est justifiée pendant la période transitoire conformément à l'article 17 ;

considérant que le comité du FEOGA a été consulté sur les aspects financiers ;

considérant que les mesures prévues à la présente décision sont conformes à l'avis du comité permanent des structures agricoles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

*Article premier*

Les principes du 11 avril 1975 régissant l'encouragement des exploitations agricoles dans les zones de montagne et dans certaines zones défavorisées communiqués par le gouvernement de la république fédérale d'Allemagne, ainsi que les mesures prévues au chiffre 2 des directives communiquées du *Land* de Bavière concernant le Bayerisches Grünland- und Mittelgebirgsprogramm du 14 juin 1975, remplissent les conditions pour une participation financière de la Communauté à la mesure mentionnée à l'article 13 de la directive 75/268/CEE et à l'article 15 de la directive 72/159/CEE.

*Article 2*

La présente décision cessera d'être applicable le 28 avril 1976 si, à cette date, les mesures des *Länder* de Bade-Wurtemberg, de Hesse et de Rhénanie-du-Nord-Westphalie mentionnées dans les considérants n'ont pas été adaptées aux conditions de la directive 75/268/CEE ou abrogées.

*Article 3*

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

Fait à Bruxelles, le 3 mars 1976.

*Par la Commission*

P. J. LARDINOIS

*Membre de la Commission*

## DÉCISION DE LA COMMISSION

du 3 mars 1976

concernant la mise en œuvre de la réforme des structures agricoles en France en conformité du titre II de la directive 72/161/CEE du 17 avril 1972

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

(76/375/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,vu le traité instituant la Communauté économique  
européenne,vu la directive du Conseil 72/161/CEE, du 17 avril  
1972, concernant l'information socio-économique et  
la qualification professionnelle des personnes travail-  
lant dans l'agriculture <sup>(1)</sup>, et notamment son article 11  
paragraphe 3,considérant que le gouvernement français a com-  
munié, le 14 novembre 1975, conformément à  
l'article 10 paragraphe 3 de la directive 72/161/CEE,  
la liste suivante des stages créés en France en vue de  
la formation et du perfectionnement des personnes  
travaillant dans l'agriculture :

- a) stages de 120 heures à 4-5 mois destinés au perfectionnement de personnes qui ont déjà suivi un stage de longue durée ou qui avaient acquis au préalable, par la voie scolaire, une formation agricole attestée par un diplôme ou un certificat ;
- b) stages de 200 heures au minimum pour les personnes qui, pour pouvoir bénéficier de certaines dispositions d'aide, doivent apporter la preuve d'une certaine aptitude professionnelle ;
- c) stages de 800 à 1 200 heures qui débouchent sur un brevet professionnel et qui visent à donner une formation de base agricole aux personnes qui travaillent dans l'agriculture sans avoir reçu une formation de base suffisante ;
- d) stages courts de 20 à 120 heures financés par le canal du Fonds d'assurance formation ;

considérant que le gouvernement français a en outre  
communié les dispositions législatives, réglemen-  
taires et administratives suivantes qui ont permis la  
création des stages précités :

- loi n° 71-575, du 16 juillet 1971, portant organi-  
sation de la formation professionnelle continue  
dans le cadre de l'éducation permanente,
- décret 71-978, du 10 décembre 1971, relatif au  
Fonds d'assurance formation,
- décrets 71-980 et 71-981, du 10 décembre 1971,  
relatifs aux aides financières accordées aux per-  
sonnes suivant une formation professionnelle,
- décret 67-996, du 15 novembre 1967, relatif aux  
types de conventions régissant la formation pro-  
fessionnelle,
- arrêté du 27 avril 1973 relatif à l'octroi d'une  
prime d'installation en faveur de jeunes agricul-  
teurs dans certaines régions, ainsi que circulaires  
des 22 mai et 30 août 1973 ;

considérant que, conformément à l'article 11 para-  
graphe 3 de la directive 72/161/CEE, la Commission  
doit décider si, eu égard à la compatibilité des  
dispositions communiquées avec la directive précitée  
et compte tenu des objectifs de ladite directive ainsi  
que du rapport existant nécessairement entre les  
différentes mesures, les conditions d'une participation  
financière de la Communauté sont remplies ;considérant qu'un objectif important du titre II de la  
directive 72/161/CEE est de permettre aux personnes  
travaillant dans l'agriculture et ayant dépassé l'âge  
de dix-huit ans d'acquérir une nouvelle qualification  
à l'intérieur de la profession agricole, ou d'améliorer  
celle qu'elles possèdent, de façon qu'elles puissent  
s'intégrer dans une agriculture moderne ;considérant que, en vue de la réalisation de cet  
objectif, les États membres sont tenus, conformément  
à l'article 5 paragraphe 1 et à l'article 6 paragraphe 1  
de la directive 72/161/CEE, de prévoir, en plus des  
cycles normaux d'études agricoles existant chez eux,  
des mesures permettant d'assurer aux exploitants,  
aux salariés et aux aides familiaux une formation  
complémentaire d'ordre général, technique et éco-  
nomique ;<sup>(1)</sup> JO n° L 96 du 23. 4. 1972, p. 15.

considérant que, en vertu de l'article 12 paragraphe 2 troisième tiret de la directive 72/161/CEE, le Fonds européen d'orientation et de garantie agricole (FEOGA), section « orientation », rembourse aux États membres 25 % des dépenses effectuées dans le cadre des dispositions susmentionnées à concurrence d'un montant maximal de 1 500 unités de compte par agriculteur ayant suivi un cycle complet de cours pouvant permettre la promotion et la formation professionnelle de l'intéressé ;

considérant que les cours de formation mentionnés sous a) à c) répondent à l'objectif décrit au titre II de la directive susmentionnée et qu'ils satisfont aux exigences posées à l'égard des cours complets visant à une amélioration globale des connaissances professionnelles ou à l'acquisition de nouvelles connaissances par les personnes travaillant dans l'agriculture ;

considérant que les cours d'une durée réduite de 20-120 heures mentionnés sous d) peuvent être considérés en principe comme des cours de perfectionnement au sens de l'article 5 paragraphe 1 et de l'article 12 paragraphe 2 troisième tiret ; que les participations isolées à de tels cours de durée réduite ne peuvent toutefois être considérées, étant donné leur brièveté, comme des participations à un cours complet visant au perfectionnement professionnel au sens de l'article 12 paragraphe 2 troisième tiret de la directive ;

considérant que le comité du FEOGA a été consulté sur les aspects financiers ;

considérant que les mesures prévues à la présente décision sont conformes à l'avis du comité permanent des structures agricoles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

*Article premier*

Les cours de formation et de perfectionnement réservés aux personnes travaillant dans l'agriculture qui ont été créés sur la base des dispositions législatives, réglementaires et administratives communiquées par le gouvernement français le 14 novembre 1975 et qui sont énumérés dans les considérants remplissent les conditions d'une participation financière de la Communauté à l'action commune définie à l'article 8 de la directive 72/161/CEE.

Conformément à l'article 12 paragraphe 2 troisième tiret, le FEOGA, section « orientation », ne rembourse toutefois les coûts de la participation aux cours de durée réduite mentionnés dans la communication du gouvernement français du 14 novembre 1975 que pour les agriculteurs qui ont participé à plus d'un de ces cours de durée réduite.

*Article 2*

La République française est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 3 mars 1976.

*Par la Commission*

P. J. LARDINOIS

*Membre de la Commission*

## DÉCISION DE LA COMMISSION

du 16 mars 1976

concernant la mise en œuvre de la réforme des structures agricoles en Irlande en conformité de la directive 72/159/CEE du 17 avril 1972

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

(76/376/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,vu le traité instituant la Communauté économique  
européenne,vu la directive 72/159/CEE du Conseil, du 17 avril  
1972, concernant la modernisation des exploitations  
agricoles <sup>(1)</sup>, et notamment son article 18 para-  
graphe 3,considérant que, le 2 décembre 1975, le gouverne-  
ment de l'Irlande a communiqué des dispositions  
concernant la nouvelle fixation du revenu du travail  
comparable et du taux d'adaptation pour 1975 ;considérant que, en vertu de l'article 18 paragraphe 3  
de la directive 72/159/CEE, la Commission est tenue  
de décider si, compte tenu de la communication  
précitée, les dispositions d'application de la directive  
72/159/CEE en vigueur en Irlande, qui font l'objet  
de la décision 75/100/CEE de la Commission, du  
20 janvier 1975, concernant la mise en œuvre de la  
réforme des structures agricoles en Irlande, conformé-  
ment aux directives 72/159/CEE et 72/160/  
CEE <sup>(2)</sup>, remplissent les conditions d'une participa-  
tion financière de la Communauté à l'action com-  
mune visée à l'article 15 de la directive 72/159/CEE ;considérant que le revenu comparable et le taux  
d'adaptation pour 1975 fixés dans les dispositions  
précitées correspondent à l'objectif de l'article 4 de  
la directive 72/159/CEE ;considérant que les mesures prévues à la présente  
décision sont conformes à l'avis du comité perma-  
nent des structures agricoles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DÉCISION :

*Article premier*Les dispositions d'application de la directive 72/159/  
CEE, communiquées par le gouvernement de l'Ir-  
lande le 19 septembre 1974, remplissent les conditions  
pour une participation financière de la Communauté  
à l'action commune visée à l'article 15 de la direc-  
tive 72/159/CEE, compte tenu des dispositions rela-  
tives à la fixation du revenu comparable et du taux  
d'adaptation pour 1975 communiquées le 2 dé-  
cembre 1975.*Article 2*

L'Irlande est destinataire de la présente décision.

Fait à Bruxelles, le 16 mars 1976.

*Par la Commission*

P. J. LARDINOIS

*Membre de la Commission*

---

<sup>(1)</sup> JO n° L 96 du 23. 4. 1972, p. 1.<sup>(2)</sup> JO n° L 40 du 14. 2. 1975, p. 6.