

# Journal officiel

## des Communautés européennes

20<sup>e</sup> année n° L 128

24 mai 1977

Édition de langue française

## Législation

### Sommaire

#### I Actes dont la publication est une condition de leur applicabilité

- ★ Règlement (CEE) n° 1055/77 du Conseil, du 17 mai 1977, relatif au stockage et aux mouvements des produits achetés par un organisme d'intervention . . . . . 1
- ★ Règlement (CEE) n° 1056/77 du Conseil, du 17 mai 1977, portant dérogation et quatrième modification du règlement (CEE) n° 1163/76 relatif à l'octroi d'une prime de reconversion dans le domaine de la viticulture . . . . . 3
- ★ Règlement (CEE) n° 1057/77 du Conseil, du 17 mai 1977, modifiant le règlement (CEE) n° 350/77 définissant certaines mesures intérimaires de conservation et de gestion des ressources de pêche . . . . . 5
- ★ Règlement (CEE) n° 1058/77 de la Commission, du 18 mai 1977, relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et de certains produits contenant de l'huile d'olive et modifiant la nomenclature du tarif douanier commun en ce qui concerne l'huile d'olive . . . . . 6
- ★ Règlement (CEE) n° 1059/77 de la Commission, du 18 mai 1977, portant rétablissement de la perception des droits de douane applicables aux autres peaux préparées d'autres animaux, non dénommées, de la sous-position tarifaire 41.05 B II, originaires de la Yougoslavie bénéficiaire des préférences tarifaires prévues par le règlement (CEE) n° 3021/76 du Conseil . . . . . 26
- ★ Règlement (CEE) n° 1060/77 de la Commission, du 18 mai 1977, portant rétablissement de la perception des droits de douane applicables aux matières à tresser tissées à plat ou parallélisées, etc., de la position tarifaire 46.02, originaires de la Corée du Sud bénéficiaire des préférences tarifaires prévues par le règlement (CEE) n° 3021/76 du Conseil . . . . . 28
- ★ Règlement (CEE) n° 1061/77 de la Commission, du 18 mai 1977, portant rétablissement de la perception des droits de douane applicables aux tissus de coton bouclés du genre éponge, de la position tarifaire 55.08, originaires de la Yougoslavie bénéficiaire des préférences tarifaires prévues par le règlement (CEE) n° 3022/76 du Conseil . . . . . 30
- Règlement (CEE) n° 1062/77 de la Commission, du 23 mai 1977, fixant les prélèvements à l'importation applicables aux céréales, aux farines et aux gruaux et semoules de froment ou de seigle . . . . . 31

**Sommaire (suite)**

Règlement (CEE) n° 1063/77 de la Commission, du 23 mai 1977, fixant les primes s'ajoutant aux prélèvements à l'importation pour les céréales, la farine et le malt 33

Règlement (CEE) n° 1064/77 de la Commission, du 23 mai 1977, fixant les prélèvements à l'importation pour le sucre blanc et le sucre brut . . . . . 35

---

**Rectificatifs**

Rectificatif au règlement (CEE) n° 1008/77 de la Commission, du 13 mai 1977, fixant les prélèvements à l'importation dans le secteur du lait et des produits laitiers (JO n° L 121 du 14.5.1977) . . . . . 36

## I

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

## RÈGLEMENT (CEE) N° 1055/77 DU CONSEIL

du 17 mai 1977

relatif au stockage et aux mouvements des produits achetés par un organisme d'intervention

LE CONSEIL DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne, et notamment son article 43,

vu la proposition de la Commission,

vu l'avis de l'Assemblée (<sup>1</sup>),

considérant qu'il s'avère indispensable, dans certains cas, qu'un organisme d'intervention stocke les produits qu'il a achetés, conformément aux dispositions communautaires, en dehors du territoire de l'État membre dont il relève ;

considérant toutefois que, eu égard aux frais supplémentaires qui peuvent en résulter ainsi qu'aux problèmes relatifs à l'écoulement de ces produits, il est indiqué de n'admettre un tel stockage qu'après une autorisation communautaire ;

considérant que, dans un but de simplification administrative, d'une part, et compte tenu de la nécessité d'éviter des perturbations dans les échanges, d'autre part, il convient d'instaurer les mécanismes appropriés permettant un déroulement simple et conforme aux données du marché des opérations de transport et d'écoulement relatives aux produits en question ; que, par ailleurs, en ce qui concerne les transports, les mêmes règles peuvent être appliquées lorsqu'il s'agit de produits transférés d'un organisme d'intervention à un autre ;

considérant que la mise en œuvre d'un tel régime exige la dérogation aux régimes des montants perçus ou octroyés dans les échanges des produits agricoles ainsi qu'à celui des prix, dans la mesure où l'organisme d'intervention détenteur du produit aura à appliquer des prix qui ne sont pas valables sur le territoire de l'État membre dont il relève,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

*Article premier*

1. Les organismes d'intervention ne peuvent stocker les produits qu'ils ont achetés conformément aux dispositions communautaires, en dehors du territoire de l'État membre dont ils relèvent, qu'après y avoir été autorisés selon la procédure prévue à l'article 4.
2. L'autorisation est accordée si un tel stockage est indispensable et compte tenu notamment :
  - a) des possibilités et des besoins de stockage de l'État membre dont relève l'organisme d'intervention et des autres États membres ;
  - b) des frais supplémentaires éventuels occasionnés par le stockage dans l'État membre dont relève l'organisme d'intervention, d'une part, et par le transport, d'autre part.
3. L'autorisation pour le stockage dans un pays tiers n'est accordée que si, compte tenu des critères visés au paragraphe 2, le stockage dans un autre État membre présente des difficultés sensibles.
4. Les données visées au paragraphe 2 sous a) sont établies après consultation de tous les États membres.

*Article 2*

Les droits de douane et autres montants à octroyer ou à percevoir, institués dans le cadre de la politique agricole commune, ne sont pas applicables pour les produits :

- transportés à la suite d'une autorisation accordée en vertu de l'article 1<sup>er</sup> ou
- transférés d'un organisme d'intervention à un autre.

(<sup>1</sup>) JO n° C 259 du 4. 11. 1976, p. 47.

*Article 3*

1. L'organisme d'intervention faisant usage d'une autorisation accordée en vertu de l'article 1<sup>er</sup> reste responsable des produits stockés en dehors du territoire de l'État membre dont il relève.

2. Si des produits détenus par un organisme d'intervention, en dehors du territoire de l'État membre dont il relève, ne sont pas ramenés dans cet État membre, leur écoulement s'effectue aux prix et aux conditions arrêtées ou à arrêter pour le lieu de stockage.

*Article 4*

Les modalités d'application du présent règlement et notamment les conditions d'écoulement sont arrêtées selon la procédure prévue à l'article 26 du règlement (CEE) n° 2727/75 du Conseil, du 29 octobre 1975, portant organisation commune des marchés dans le secteur des céréales (1), ou, selon le cas, à l'article correspondant des autres règlements agricoles instituant une procédure analogue, le cas échéant par déro-

gation aux règles prévues en matière d'échanges, dans la mesure strictement nécessaire pour tenir compte du présent règlement.

*Article 5*

Pour l'application du présent règlement, l'Union économique belgo-luxembourgeoise est considérée comme un seul État membre.

*Article 6*

Selon la procédure prévue à l'article 4, des mesures transitoires peuvent être arrêtées afin de faciliter le passage au régime du présent règlement.

*Article 7*

Le présent règlement entre en vigueur le troisième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

Il est applicable à partir du premier jour du troisième mois suivant son entrée en vigueur.

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

Fait à Bruxelles, le 17 mai 1977.

*Par le Conseil*

*Le président*

J. SILKIN

---

(1) JO n° L 281 du 1. 11. 1975, p. 1.

## RÈGLEMENT (CEE) N° 1056/77 DU CONSEIL

du 17 mai 1977

portant dérogation et quatrième modification du règlement (CEE) n° 1163/76  
relatif à l'octroi d'une prime de reconversion dans le domaine de la viticulture

LE CONSEIL DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

vu le traité instituant la Communauté économique européenne, et notamment son article 43,

vu le règlement (CEE) n° 1163/76 du Conseil, du 17 mai 1976, relatif à l'octroi d'une prime de reconversion dans le domaine de la viticulture <sup>(1)</sup>, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 530/77 <sup>(2)</sup>, et notamment son article 4 paragraphe 5,

vu la proposition de la Commission,

vu l'avis de l'Assemblée <sup>(3)</sup>,

considérant que le règlement (CEE) n° 1163/76 prévoit l'octroi d'une prime de reconversion dans le domaine de la viticulture ; que, aux termes de l'article 3 paragraphe 2 point b) premier tiret de ce règlement, le demandeur doit s'engager à procéder ou à faire procéder avant le 1<sup>er</sup> mai 1977, en ce qui concerne la campagne 1976/1977, à l'arrachage des vignes sur les surfaces pour lesquelles la prime a été demandée ; que diverses opérations prévues par ledit règlement ont été retardées par des conditions climatiques défavorables ;

considérant qu'il y a lieu dès lors de permettre de procéder aux arrachages jusqu'au 15 juin 1977 ; qu'il apparaît indiqué de prévoir le cas où une telle dérogation serait également nécessaire au cours des campagnes ultérieures ;

considérant que, d'après le règlement (CEE) n° 1163/76, les montants de la prime fixés pour la campagne 1976/1977 sont réduits de 100 unités de compte par hectare pour la campagne 1977/1978 et de 200 unités de compte par hectare pour la campagne 1978/1979 ; qu'il est à prévoir que les montants ainsi réduits apparaîtront aux producteurs comme étant insuffisants ; que l'action de reconversion risque dans ces conditions de subir un ralentissement, ce qui ne permettrait pas d'atteindre les objectifs visés ; que, de ce fait, il est opportun de maintenir les montants de la prime pour les campagnes 1977/1978 et 1978/1979 au même niveau que pour la campagne actuelle,

*Article premier*

Par dérogation au règlement (CEE) n° 1163/76 et avec effet au 1<sup>er</sup> mai 1977, pour la campagne 1976/1977, l'arrachage des vignes doit avoir lieu, aux fins de l'octroi de la prime de reconversion, avant le 16 juin 1977.

*Article 2*

L'article 4 du règlement (CEE) n° 1163/76 est remplacé par le texte suivant :

*« Article 4*

1. Le montant de la prime est fixé :

- a) à 1 500 unités de compte par hectare pour les surfaces de vignes ayant une productivité moyenne, qui sont normalement entretenues et qui ne présentent pas encore de signes de déclin à cause de leur âge ;
- b) à 1 000 unités de compte par hectare pour les surfaces de vignes ayant une faible productivité ou les surfaces de vignes dont l'âge est inférieur à deux ans ;
- c) à 2 000 unités de compte par hectare pour les surfaces de vignes qui sont cultivées en culture spécialisée selon un mode de conduite haute permettant une grande expansion végétative sur un plan horizontal.

2. Pour l'octroi de la prime, les surfaces en culture mixte sont exprimées en surfaces en culture spécialisée en utilisant le coefficient de conversion habituel pour l'aire de production en cause.

3. Lorsque la surface à reconvertir pour laquelle la prime est demandée comporte en mélange plusieurs variétés de vigne dont certaines n'ouvrent pas droit à la prime, celle-ci est accordée :

- pour la totalité de la surface, à condition que les variétés visées à l'article 2 paragraphe 1 sous a) couvrent plus de 70 % de la surface en cause,
- pour la partie de la surface correspondant à la surface réellement couverte par les variétés visées à l'article 2 paragraphe 1 sous a) si ces variétés couvrent 70 % ou moins de la surface en cause.

<sup>(1)</sup> JO n° L 135 du 24. 5. 1976, p. 34.

<sup>(2)</sup> JO n° L 69 du 16. 3. 1977, p. 3.

<sup>(3)</sup> Avis rendu le 13. 5. 1977 (non encore paru au Journal officiel).

4. Le montant de la prime est payé en un seul versement, au plus tard six mois après que le demandeur a apporté la preuve qu'il a effectivement procédé à l'arrachage.

5. Le Conseil, statuant sur proposition de la Commission à la majorité qualifiée, peut décider de modifier :

- le montant de la prime,
- les dates figurant à l'article 3 paragraphe 1,
- la date limite pour l'arrachage.

6. Les modalités d'application du présent article sont arrêtées selon la procédure prévue à l'article 7 du règlement n° 24. »

*Article 3*

À l'article 8 du règlement (CEE) n° 1163/76, le montant de 78 millions d'unités de compte est remplacé par celui de 84 millions d'unités de compte.

*Article 4*

Le présent règlement entre en vigueur le jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

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

Fait à Bruxelles, le 17 mai 1977.

*Par le Conseil*

*Le président*

J. SILKIN

## RÈGLEMENT (CEE) N° 1057/77 DU CONSEIL

du 17 mai 1977

modifiant le règlement (CEE) n° 350/77 définissant certaines mesures  
intérimaires de conservation et de gestion des ressources de pêche

LE CONSEIL DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,  
vu le traité instituant la Communauté économique  
européenne, et notamment son article 103,  
vu l'acte d'adhésion, et notamment son article 102,  
vu la proposition de la Commission,

considérant que l'ensemble des évaluations scientifi-  
ques les plus récentes concernant le stock de harengs  
de la mer du Nord pour l'année 1977 ne sont pas  
encore disponibles ; qu'il y a lieu, en conséquence, de  
proroger l'interdiction de la pêche aux harengs dans la  
mer du Nord jusqu'au 30 juin 1977, étant entendu  
que le Conseil devra arrêter, avant le 1<sup>er</sup> juillet 1977,  
les mesures à appliquer pour la période restante de  
l'année 1977 ;

considérant, toutefois, qu'il importe de prévoir une  
exception à cette interdiction en faveur des Pays-Bas  
en raison de leur situation particulière ;

considérant que l'interdiction de la pêche aux harengs  
dans la mer du Nord comporte le risque de voir  
l'effort de pêche se reporter sur d'autres zones ; qu'il  
importe, en conséquence, de réglementer la pêche aux  
harengs dans la zone Ouest de l'Écosse,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

*Article premier*

À l'article 1<sup>er</sup> du règlement (CEE) n° 350/77 du  
Conseil, du 18 février 1977, définissant certaines  
mesures intérimaires de conservation et de gestion des  
ressources de pêche<sup>(1)</sup>, modifié par le règlement

(CEE) n° 879/77<sup>(2)</sup>, le texte des paragraphes 1 et 2 est  
remplacé par le texte suivant :

« 1. La pêche du hareng de la mer du Nord est  
interdite à partir du 28 février 1977 jusqu'au 30  
juin 1977 dans la sous-zone IV et la division VII-  
d) définies par le Conseil international pour  
l'exploration de la mer.

Toutefois, le royaume des Pays-Bas est autorisé à  
capturer, au titre de la pêche directe, le hareng de  
la mer du Nord pendant le mois de juin, dans une  
limite de 1 500 tonnes.

2. Le Conseil, statuant sur proposition de la  
Commission à la majorité qualifiée, arrête, avant le  
1<sup>er</sup> juillet 1977, les mesures à appliquer pour la  
période restante de l'année 1977.

Ces mesures sont élaborées en tenant compte du  
résultat des évaluations scientifiques les plus  
récentes disponibles concernant le stock de  
harengs de la mer du Nord pour l'année 1977. »

*Article 2*

Le règlement (CEE) n° 350/77 est complété par  
l'article 2 *bis* suivant :

« Article 2 bis

La pêche au hareng est interdite dans la division  
VI-a) définie par le Conseil international pour  
l'exploration de la mer (Ouest de l'Écosse,  
Donegal Bay comprise) jusqu'au 30 juin 1977. »

*Article 3*

Le présent règlement entre en vigueur le 1<sup>er</sup> juin 1977.

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

Fait à Bruxelles, le 17 mai 1977.

*Par le Conseil*

*Le président*

J. SILKIN

(1) JO n° L 48 du 19. 2. 1977, p. 28.

(2) JO n° L 106 du 29. 4. 1977, p. 30.

**RÈGLEMENT (CEE) N° 1058/77 DE LA COMMISSION****du 18 mai 1977****relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et de certains produits contenant de l'huile d'olive et modifiant la nomenclature du tarif douanier commun en ce qui concerne l'huile d'olive**

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement n° 136/66/CEE du Conseil, du 22 septembre 1966, portant établissement d'une organisation commune des marchés dans le secteur des matières grasses<sup>(1)</sup>, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1707/73<sup>(2)</sup>, et notamment ses articles 13 paragraphe 4 et 18 paragraphe 3,

vu le règlement n° 162/66/CEE du Conseil, du 27 octobre 1966, relatif aux échanges des matières grasses entre la Communauté et la Grèce<sup>(3)</sup>, et notamment ses articles 3 paragraphe 4 et 9,

vu le règlement (CEE) n° 443/72 du Conseil, du 29 février 1972, relatif aux prélèvements applicables à l'huile d'olive ayant subi un processus de raffinage, ainsi qu'à certains produits contenant de l'huile d'olive<sup>(4)</sup>, et notamment son article 8,

considérant que, à l'heure actuelle, toutes les huiles d'olive vierges sont incluses dans la sous-position 15.07 A II a) du tarif douanier commun; que, de ce fait, un seul prélèvement est fixé pour ces produits; que, afin de permettre au prélèvement à l'importation d'atteindre son objectif, il convient de le fixer suivant les divers types d'huile vierge et, à cette fin, de distinguer les huiles d'olive suivant leurs caractéristiques physicochimiques; qu'il y a lieu, en conséquence, d'adapter la nomenclature du tarif douanier commun;

considérant que la nomenclature tarifaire résultant de l'application du règlement n° 136/66/CEE est reprise dans le tarif douanier commun annexé au règlement (CEE) n° 950/68<sup>(5)</sup>, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 874/77<sup>(6)</sup>;

considérant que, pour assurer le fonctionnement correct du système de prélèvements applicables à l'importation des grignons d'olive, il convient de prévoir une méthode unique pour la détermination de la teneur en huile de ces produits;

considérant que le règlement (CEE) n° 618/72 de la Commission, du 29 mars 1972, relatif aux caractéristiques des huiles d'olive ainsi que de certains produits

contenant de l'huile d'olive<sup>(7)</sup>, a été modifié à plusieurs reprises, notamment par le règlement (CEE) n° 3366/75<sup>(8)</sup>; que, compte tenu des nouvelles modifications à y apporter il a été jugé opportun de l'abroger et de reprendre dans un nouveau règlement l'ensemble des dispositions;

considérant que les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du comité de gestion des matières grasses,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

*Article premier*

1. Est seule considérée comme huile d'olive, au sens de la sous-position 15.07 A du tarif douanier commun, l'huile provenant uniquement du traitement des olives, à l'exclusion de l'huile d'olive réestérifiée et de tout mélange d'huile d'olive avec des huiles d'autre nature.

La mise en évidence de la présence d'huile d'olive réestérifiée ou d'huiles d'autre nature est effectuée au moyen des méthodes reprises respectivement aux annexes VII et VIII.

2. Relèvent des sous-positions 15.07 A I a), 15.07 A I b) et 15.07 A I c) du tarif douanier commun les huiles qui ont les caractéristiques indiquées à l'annexe I points 1, 2 et 3. Pour la détermination des caractéristiques visées ci-dessus, sont utilisées les méthodes décrites aux annexes IV, V et VI.

3. Relèvent de la sous-position 15.07 A II a) du tarif douanier commun les huiles qui ont les caractéristiques reprises à l'annexe I point 4.

4. Ne relèvent pas de la sous-position 15.17 A du tarif douanier commun les produits de la position 15.17 ayant les caractéristiques indiquées à l'annexe II.

*Article 2*

1. La teneur en huile d'olive des grignons et des autres résidus de l'extraction de l'huile d'olive relevant de la sous-position 23.04 A est déterminée conformément à la méthode figurant à l'annexe IX.

<sup>(7)</sup> JO n° L 78 du 31. 3. 1972, p. 5.

<sup>(8)</sup> JO n° L 333 du 30. 12. 1975, p. 13.

<sup>(1)</sup> JO n° 172 du 30. 9. 1966, p. 3025/66.

<sup>(2)</sup> JO n° L 175 du 29. 6. 1973, p. 5.

<sup>(3)</sup> JO n° 197 du 29. 10. 1966, p. 3393/66.

<sup>(4)</sup> JO n° L 54 du 3. 3. 1972, p. 3.

<sup>(5)</sup> JO n° L 172 du 22. 7. 1968, p. 1.

<sup>(6)</sup> JO n° L 106 du 29. 4. 1977, p. 20.

2. La teneur en huile d'olive visée au paragraphe 1 est exprimée en pourcentage de son poids rapporté à celui de la matière sèche.

### Article 3

Le tarif douanier commun annexé au règlement (CEE) n° 950/68 est modifié comme suit :

1. À la note complémentaire 1 du chapitre 15, les termes « du n° 15.07 » sont remplacés par « de la sous-position 15.07 D ».
2. Les notes complémentaires 2, 3 et 4 du chapitre 15 sont remplacées par les notes complémentaires 2, 3 et 4 figurant à l'annexe III du présent règlement.
3. La sous-position 15.07 A est remplacée par le texte suivant :

Numéro tarif	Description	Taux des droits	
		autonomes % ou prélèvement (P)	conventionnels %
1	2	3	4
15.07	A. Huile d'olive :		
	I. non traitée :		
	a) Huile d'olive vierge	20 (P)	—
	b) Huile d'olive vierge lampante	20 (P)	—
	c) autre	20 (P)	—
	II. autre :		
	a) obtenue par traitement des huiles des sous-positions 15.07 A I a) ou 15.07 A I b), même coupée d'huile d'olive vierge	20 (P)	—
	b) non dénommée	20 (P)	—

### Article 4

Dans tous les actes communautaires où il est fait référence aux sous-positions 15.07 A II ou 15.07 A I a) et b) du tarif douanier commun, ces références sont à considérer comme se rapportant, selon les caractéristiques du produit concerné, respectivement aux sous-positions 15.07 A I a), b) et c) et 15.07 A II a) et b) du tarif douanier commun.

### Article 5

Le règlement (CEE) n° 618/72 de la Commission est abrogé.

### Article 6

Le présent règlement entre en vigueur le quarante-troisième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

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

Fait à Bruxelles, le 18 mai 1977.

*Par la Commission*

Finn GUNDELACH

*Vice-président*

## ANNEXES

## Sommaire

	Pages
ANNEXE I : Caractéristiques des huiles d'olive . . . . .	9
ANNEXE II : Produits de la sous-position 15.17 A . . . . .	10
ANNEXE III : Notes complémentaires 2, 3 et 4 du chapitre 15 du tarif douanier commun . . . . .	10
ANNEXE IV : I. Traitement de l'échantillon par l'alumine activée . . . . .	12
II. Neutralisation et décoloration de l'huile d'olive en laboratoire . . . . .	12
ANNEXE V : Recherche de la présence d'huile de grignons d'olive dans les huiles d'olive . . . . .	14
A. Méthode dite « de Bellier » . . . . .	14
B. Méthode dite « de Vizern modifiée » . . . . .	14
ANNEXE VI : Recherche des savons par la mise en évidence de l'alcalinité . . . . .	16
ANNEXE VII : Recherche de la présence des huiles réestérifiées . . . . .	16
ANNEXE VIII : Recherche de la présence d'autres huiles dans l'huile d'olive : analyse de la fraction stérolique des corps gras . . . . .	20
ANNEXE IX : Teneur en huile des grignons d'olive . . . . .	24

## ANNEXE I

## CARACTÉRISTIQUES DES HUILES D'OLIVE

1. Est considérée comme huile d'olive vierge, au sens de la sous-position 15.07 A I a) du tarif douanier commun, l'huile d'olive naturelle obtenue uniquement par des procédés mécaniques, y compris la pression, à l'exclusion de tout mélange avec de l'huile d'olive obtenue de façon différente, présentant les caractéristiques suivantes :

- a) une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, non supérieure à 3 % ;
- b) un coefficient d'extinction  $K_{270}$  [absorbance sous une épaisseur de 1 cm d'une solution à 1 g d'huile pour 100 ml dans l'isooctane (2,2,4 triméthylpentane) pour la longueur d'onde de 270 nm] non supérieur à 0,25 et, après traitement de l'échantillon d'huile sur alumine activée, non supérieur à 0,11 ;
- c) une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm non supérieure à 0,01.

Cette variation est définie par :

$$\Delta K = K_m - 0,5 (K_{m-4} + K_{m+4})$$

$K_m$  désigne le coefficient d'extinction à la longueur d'onde du maximum de la courbe d'absorption au voisinage de 270 nm,

$K_{m-4}$  et  $K_{m+4}$  désignent les coefficients d'extinction aux longueurs d'onde inférieure et supérieure de 4 nm à celle de  $K_m$  ;

- d) réactions de Bellier et de Vizern modifiée négatives, effectuées conformément aux méthodes reprises à l'annexe V sous A et B ;
- e) une recherche des savons négative, effectuée conformément à la méthode décrite à l'annexe VI.

2. Est considérée comme huile d'olive vierge lampante, au sens de la sous-position 15.07 A I b) du tarif douanier commun, quelle que soit son acidité, l'huile d'olive présentant les caractéristiques suivantes :

- a) un coefficient d'extinction  $K_{270}$  supérieur à 0,25 et, après traitement de l'échantillon sur alumine activée, non supérieur à 0,11.

Des huiles ayant une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, supérieure à 3 % peuvent avoir, après passage sur alumine activée, un coefficient d'extinction  $K_{270}$  supérieur à 0,11. Dans ce cas, après neutralisation et décoloration effectuées en laboratoire, conformément à la méthode reprise à l'annexe IV, elles doivent avoir les caractéristiques suivantes :

- un coefficient d'extinction  $K_{270}$  non supérieur à 1,10,
- une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm supérieure à 0,01 et non supérieure à 0,16 ;

- b) réactions de Bellier et de Vizern modifiée négatives, effectuées conformément aux méthodes reprises à l'annexe V sous A et B ;
- c) une recherche des savons négative, effectuée conformément à la méthode décrite à l'annexe VI.

3. Sont considérées comme relevant de la sous-position 15.07 A I c) du tarif douanier commun les huiles, notamment les huiles de « grignons d'olive », présentant les caractéristiques suivantes :

- a) une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, supérieure à 3 % ;
- b) réactions de Bellier et de Vizern modifiée positives, effectuées conformément aux méthodes reprises à l'annexe V sous A et B ;
- c) une recherche des savons négative, effectuée conformément à la méthode reprise à l'annexe VI.

4. Est considérée comme relevant de la sous-position 15.07 A II a) du tarif douanier commun l'huile d'olive obtenue par traitement des huiles des sous-positions 15.07 A I a) et 15.07 A I b), même coupée d'huile d'olive vierge, présentant les caractéristiques suivantes :

- a) une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, de 3 % au maximum ;
- b) une recherche des savons positive, effectuée conformément à la méthode décrite à l'annexe VI,

ou :

— un coefficient d'extinction  $K_{270}$  supérieur à 0,25 et non supérieur à 1,10 et, après traitement de l'échantillon d'huile sur alumine activée, supérieur à 0,11,  
et

— une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm supérieure à 0,01 et non supérieure à 0,16.

Cette variation est définie par :

$$\Delta K = K_m - 0,5 (K_{m-4} + K_{m+4})$$

$K_m$  désigne le coefficient d'extinction à la longueur d'onde du maximum de la courbe d'absorption au voisinage de 270 nm,

$K_{m-4}$  et  $K_{m+4}$  désignent les coefficients d'extinction aux longueurs d'onde inférieure et supérieure de 4 nm à celle de  $K_m$ ;

c) réactions de Bellier et de Vizern modifiée négatives, effectuées conformément aux méthodes reprises à l'annexe V sous A et B.

## ANNEXE II

### PRODUITS DE LA SOUS-POSITION 15.17 A

Sont exclus de la sous-position 15.17 A :

- a) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode, déterminé selon la méthode de Wijs sans catalyseur, est inférieur à 70 ou supérieur à 100 ;
- b) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode est compris entre 70 et 100 mais dont la surface du pic ayant le volume de rétention du bêta-sitostérol, déterminée conformément aux dispositions de l'annexe VIII, représente moins de 93 % de la surface totale des pics des stérols.

## ANNEXE III

### NOTES COMPLÉMENTAIRES 2, 3 ET 4 DU CHAPITRE 15 DU TARIF DOUANIER COMMUN

2. A. Est seule considérée comme huile d'olive, au sens de la sous-position 15.07 A, l'huile provenant exclusivement du traitement des olives, à l'exclusion de l'huile d'olive réestérifiée et de tout mélange d'huile d'olive avec des huiles d'une autre nature.

B. Sont considérées comme huiles d'olive non traitées les huiles définies aux points I, II et III ci-après.

I. Est seule considérée comme huile d'olive vierge, au sens de la sous-position 15.07 A I a), l'huile d'olive naturelle obtenue uniquement par des procédés mécaniques, y compris la pression, à l'exclusion de tout mélange avec de l'huile d'olive obtenue de façon différente, présentant les caractéristiques suivantes :

- a) une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, de 3 % au maximum ;
- b) un coefficient d'extinction  $K_{270}$  [absorbance sous une épaisseur d'un centimètre d'une solution d'un gramme d'huile pour 100 millilitres dans l'isooctane (2,2,4 triméthylpentane) pour la longueur d'onde de 270 nanomètres] non supérieur à 0,25 et, après traitement de l'échantillon d'huile sur alumine activée, non supérieur à 0,11 ;

- c) une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nanomètres non supérieure à 0,01.

Cette variation est définie par :

$$\Delta K = K_m - 0,5 (K_{m-4} + K_{m+4})$$

$K_m$  désigne le coefficient d'extinction à la longueur d'onde du maximum de la courbe d'absorption au voisinage de 270 nanomètres ;

$K_{m-4}$  et  $K_{m+4}$  désignent les coefficients d'extinction aux longueurs d'onde inférieure et supérieure de 4 nanomètres à celle de  $K_m$  ;

- d) réactions de Bellier et de Vizern modifiée négatives ;  
e) une recherche des savons négative.

- II. Est considérée comme huile d'olive vierge lampante, au sens de la sous-position 15.07 A I b), quelle que soit son acidité, l'huile d'olive présentant les caractéristiques suivantes :

- a) un coefficient d'extinction  $K_{270}$  supérieur à 0,25 et, après traitement de l'échantillon sur alumine activée, non supérieur à 0,11. Des huiles ayant une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, supérieure à 3 % peuvent avoir, après passage sur alumine activée, un coefficient d'extinction  $K_{270}$  supérieur à 0,11. Dans ce cas, après neutralisation et décoloration effectuées en laboratoire, elles doivent avoir les caractéristiques suivantes :

- un coefficient d'extinction  $K_{270}$  non supérieur à 1,10,
- une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nanomètres supérieure à 0,01 et non supérieure à 0,16 ;

- b) réactions de Bellier et de Vizern modifiée négatives ;  
c) une recherche des savons négative.

- III. Sont considérées comme produits relevant de la sous-position 15.07 A I c) les huiles, notamment les huiles de « grignons d'olive », présentant les caractéristiques suivantes :

- a) une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, supérieure à 3 % ;  
b) réactions de Bellier et/ou de Vizern modifiée positives ;  
c) une recherche des savons négative.

- C. Relève de la sous-position 15.07 A II a) l'huile d'olive obtenue par le traitement des huiles des sous-positions 15.07 A I a) et/ou 15.07 A I b), même coupées d'huile d'olive vierge, présentant les caractéristiques suivantes :

- a) une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, de 3 % au maximum ;  
b) une recherche des savons positive

ou :

- un coefficient d'extinction  $K_{270}$  supérieur à 0,25 et non supérieur à 1,10 et, après traitement de l'échantillon sur alumine activée, supérieur à 0,11,

et

- une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nanomètres supérieure à 0,01 et non supérieure à 0,16.

Cette variation est définie par :

$$\Delta K = K_m - 0,5 (K_{m-4} + K_{m+4})$$

$K_m$  désigne le coefficient d'extinction à la longueur d'onde du maximum de la courbe d'absorption au voisinage de 270 nanomètres,

$K_{m-4}$  et  $K_{m+4}$  désignent les coefficients d'extinction aux longueurs d'onde inférieure et supérieure de 4 nanomètres à celle de  $K_m$  ;

- c) réactions de Bellier et de Vizern modifiée négatives.

3. Sont exclus de la sous-position 15.17 A :
  - a) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode, déterminé selon la méthode de Wijs sans catalyseur, est inférieur à 70 ou supérieur à 100 ;
  - b) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode est compris entre 70 et 100 mais dont la surface du pic ayant le volume de rétention du bêta-sitostérol, déterminée conformément aux dispositions reprises à l'annexe VIII du règlement visé à la note complémentaire 4 ci-dessous, représente moins de 93 % de la surface totale des pics des stérols.
4. Les méthodes d'analyse pour la détermination des caractéristiques des produits visés ci-dessus sont celles prévues respectivement aux annexes du règlement (CEE) n° 1058/77.

#### ANNEXE IV

### I. TRAITEMENT DE L'ÉCHANTILLON PAR L'ALUMINE ACTIVÉE

1. Introduire 30 g d'alumine basique, obtenue selon le procédé décrit au paragraphe 2, dans une colonne à chromatographie de 35 mm environ de diamètre et de 450 mm de longueur, munie d'un tube d'écoulement de 10 mm environ de diamètre.

Tasser mécaniquement l'alumine, en laissant tomber doucement la colonne maintenue verticale, de façon répétée, sur une surface de bois. Introduire, dans la colonne ainsi préparée, 100 ml d'une solution à 10 % d'huile dans l'hexane.

Recueillir l'éluat et évaporer le solvant sous vide à une température inférieure à 25 °C.

Sur l'huile ainsi obtenue, la détermination du coefficient d'extinction à 270 nm doit être faite immédiatement.

2. On obtient l'alumine basique d'activité Brockmann I (0 % d'eau) en chauffant pendant trois heures à 380-400 °C de l'alumine basique (pour chromatographie) de granulométrie comprise entre 30 µm et 130 µm (80 µm de moyenne). À 100 g de ce produit, ajouter 5 ml d'eau distillée pour obtenir de l'alumine basique d'une activité Brockmann comprise entre II et III. Agiter fréquemment et laisser reposer une nuit dans un récipient hermétiquement fermé.

#### Vérification de l'activité de l'alumine

Introduire 30 g d'alumine basique (obtenue de la manière indiquée ci-dessus) dans une colonne pour chromatographie de 35 mm environ de diamètre et de 450 mm de longueur, faire passer à travers cette colonne, dans les conditions spécifiées par la méthode, un mélange de 95 % d'huile d'olive vierge ayant un coefficient d'extinction  $K_{270}$  inférieur à 0,18 et de 5 % d'une huile d'arachide traitée lors de son raffinage par les terres décolorantes et ayant un coefficient d'extinction  $K_{270}$  non inférieur à 4. Si le mélange présente un coefficient d'extinction supérieur à 0,11, l'alumine est acceptable. Si l'éluat des triènes conjugués sur cette alumine ne s'est pas produite, il faut utiliser une alumine plus hydratée, après avoir vérifié si elle satisfait aux exigences du test précédent.

### II. NEUTRALISATION ET DÉCOLORATION DE L'HUILE D'OLIVE EN LABORATOIRE

#### A. NEUTRALISATION DE L'HUILE

##### 1. Appareillage

- becher de 300 ml de forme haute,
- centrifugeuse de laboratoire avec tubes de 100 ml,
- becher de 250 ml,
- ballons de 100 ml,
- ampoule à décanter d'un litre.

## 2. Réactifs

- solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à 12 %,
- solution éthanolique à 1 % de phénolphtaléine,
- hexane pur pour analyse,
- alcool isopropylique pur pour analyse.

## 3. Mode opératoire

### a) Huiles d'acidité exprimée en acide oléique inférieure à 30 %

Introduire, dans un becher de 300 ml de forme haute, 50 g d'huile brute et chauffer à 65 °C au bain-marie. En agitant lentement, ajouter une quantité de solution d'hydroxyde de sodium à 12 % correspondant à l'acidité libre de l'huile, avec un excès de 5 %. Continuer à agiter pendant cinq minutes, en maintenant la température à 65 °C.

Transférer le tout dans des tubes à centrifuger de 100 ml, séparer la pâte savonneuse par centrifugation. Verser l'huile décantée dans un becher de 250 ml et laver avec 50-60 ml d'eau distillée bouillante tout en éliminant la couche aqueuse à l'aide d'un siphon. Répéter les lavages jusqu'à élimination complète des traces de savon résiduel (disparition de la coloration rose à la phénolphtaléine).

Centrifuger l'huile pour éliminer les petites quantités d'eau résiduelle.

### b) Huiles d'acidité exprimée en acide oléique supérieure à 30 %

Dans une ampoule à décanter d'un litre, introduire 50 g d'huile brute, 200 ml d'hexane, 100 ml d'alcool isopropylique et une quantité de solution d'hydroxyde de sodium à 12 % correspondant à l'acidité libre de l'huile, avec un excès de 0,3 %. Agiter énergiquement pendant une minute. Ajouter 100 ml d'eau distillée, agiter de nouveau et laisser reposer.

Après séparation des couches, laisser s'écouler la couche inférieure contenant les savons. Entre les deux couches (huileuse au-dessus et aqueuse au-dessous) se forme souvent une couche intermédiaire constituée de mucilages et de substances insolubles qui doit également être éliminée.

Procéder ensuite au lavage de la solution hexanique d'huile neutre avec des portions de 50-60 ml d'une solution d'alcool isopropylique/eau distillée 1/1 (v/v) jusqu'à disparition de la coloration rose à la phénolphtaléine. Procéder ensuite à l'élimination complète de l'hexane par distillation sous vide (par exemple, à l'évaporateur rotatif).

## B. DÉCOLORATION DE L'HUILE NEUTRALISÉE

### 1. Appareillage

- ballon de 250 ml à 3 cols rodés permettant d'insérer :
  - a) un thermomètre gradué en degrés et permettant de faire des lectures jusqu'à 90 °C ;
  - b) un agitateur mécanique tournant à 250-300 tours par minute équipé pour le fonctionnement sous vide ;
  - c) un raccord vers la pompe à vide,
- pompe à vide, munie d'un manomètre, capable de donner des pressions résiduelles de 15-30 millibars.

### 2. Mode opératoire

Peser dans le ballon à 3 cols 100 g environ de l'huile neutralisée. Insérer le thermomètre et l'agitateur, relier à la pompe à vide et chauffer jusqu'à 90 °C en agitant.

Maintenir cette température, toujours sous agitation, jusqu'à ce que l'huile à analyser soit totalement débarrassée de son humidité (trente minutes environ).

Interrompre alors le vide et ajouter 2 à 3 g de terre activée. Rétablir le vide jusqu'à obtention d'une pression résiduelle de 15-30 millibars et, toujours à la température de 90 °C, agiter pendant trente minutes à 250 tours par minute environ.

Filtrer ensuite à chaud dans une étuve thermostatique (50-60 °C)

## ANNEXE V

## RECHERCHE DE LA PRÉSENCE D'HUILE DE GRIGNONS D'OLIVE DANS LES HUILES D'OLIVE

## A. MÉTHODE DITE DE BELLIER

## 1. Matériel

- ballon de 100 ml, muni d'un réfrigérant à reflux,
- pipette de 5 ml graduée en dixièmes,
- système chauffant permettant d'atteindre la température de 80 °C environ,
- thermomètre de 15 à 60 °C.

## 2. Réactifs

- solution hydro-alcoolique de potasse (42,5 g de KOH dissous dans 72 ml d'eau distillée, le volume étant complété à 500 ml avec de l'alcool éthylique à 95°),
- solution d'alcool éthylique, titrant 70°,
- solution aqueuse d'acide acétique 1 + 2 (en volume), ajustée de façon que 1,5 ml neutralisent exactement 5 ml de la solution hydro-alcoolique d'hydroxyde de potassium en présence de phénolphthaléine.

## 3. Préparation de l'échantillon

L'huile est privée d'eau par décantation et filtration sur papier effectuées à une température légèrement supérieure au point de fusion de certains constituants concrets qui auraient pu se séparer de la matière grasse fluide.

## 4. Mode opératoire

Introduire dans le ballon 1 ml environ d'huile préparée comme indiqué au paragraphe 3. Ajouter 5 ml de solution hydro-alcoolique de potasse. Adapter le réfrigérant à reflux et porter à ébullition pendant dix minutes en agitant de temps en temps. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Ajouter 1,5 ml de solution aqueuse d'acide acétique et 50 ml de solution d'alcool éthylique préalablement amenée à la température de 50 °C. Mélanger par agitation, introduire le thermomètre et laisser refroidir, en observant l'aspect de la solution dès qu'elle atteint la température de 45 °C. Si un précipité floconneux se forme à une température supérieure à 40 °C, la réaction est positive. En l'absence d'un précipité floconneux caractérisé, maintenir le liquide à température ambiante, qui doit être comprise entre 20 et 22 °C pendant au moins vingt-quatre heures, et si nécessaire pendant quarante-huit heures. Observer à nouveau la solution: la formation d'un précipité floconneux en suspension au milieu du liquide indique également que la réaction est positive.

*Expression des résultats*

Recherche de l'huile de grignons (méthode de Bellier) positive ou négative.

## B. MÉTHODE DITE DE VIZERN MODIFIÉE

L'insaponifiable de l'huile à analyser est isolé et son comportement en solution dans l'alcool à 85° est étudié dans certaines conditions.

## 1. Matériel

- ballons de 300 ml en verre résistant aux alcalins et muni d'un réfrigérant à reflux,
- ampoules à décantation de 500 ml ou de 1 000 ml,
- bechers de 300 ml et de 250 ml,
- éprouvette en verre.

## 2. Réactifs

- solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 2N,
- éther de pétrole,
- alcool éthylique à 50 %,
- alcool éthylique à 96° mesuré à l'alcoomètre,
- eau oxygénée à 10 volumes,
- alcool éthylique à 85° mesuré à l'alcoomètre.

## 3. Mode opératoire

Peser environ 5 g de l'échantillon à analyser dans un ballon de 300 ml. Ajouter 50 ml de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 2N. Monter le réfrigérant à reflux et porter à légère ébullition. Agiter après une heure de chauffage, refroidir à 30-35 °C et transvaser dans une ampoule à décantation en utilisant 50 ml d'eau distillée.

Laver soigneusement le ballon avec 50 ml d'éther de pétrole, répéter l'opération à plusieurs reprises. Transvaser l'éther de pétrole dans une ampoule à décantation. Agiter énergiquement le contenu un peu plus d'une minute. Après décantation, éliminer la phase aqueuse en la transvasant dans une deuxième ampoule à décantation. Ajouter encore 50 ml d'éther de pétrole, agiter énergiquement le contenu un peu plus d'une minute et laisser décanter. La phase aqueuse est transvasée dans une troisième ampoule à décantation à laquelle on ajoute encore 50 ml d'éther de pétrole. Agiter énergiquement ensuite et laisser décanter.

Recueillir dans une ampoule à décantation les extraits étherés provenant des différentes extractions de l'insaponifiable et laver au moins trois fois avec de l'alcool à 50 % (50 ml à chaque fois) jusqu'à ce que le liquide de lavage ne donne plus de réaction alcaline à la phénolphaléine.

Filtrer la solution de l'insaponifiable dans un becher de 300 ml, laver le filtre avec de l'éther de pétrole et éliminer le solvant par distillation. Ajouter 10 ml d'alcool à 96° et après chauffage modéré (environ 40 °C), filtrer dans un becher de 100 ml. Laver le becher de 300 ml avec 10 ml d'alcool à 96° et filtrer ensuite dans le deuxième becher.

Dans le becher de 100 ml contenant les extraits alcooliques de l'insaponifiable, ajouter 5 ml d'eau oxygénée à 10 volumes, chauffer au bain-marie jusqu'à évaporation complète. Ajouter encore 20 ml d'alcool à 96° et 5 ml d'eau oxygénée; laisser de nouveau évaporer complètement.

Retirer le becher du bain-marie et ajouter 20 ml d'alcool à 85°. Chauffer prudemment au bain-marie en faisant très attention de ne pas provoquer des pertes d'alcool pour ne pas diminuer la concentration. Il s'agit d'un élément très important qu'il ne faut pas négliger.

Filtrer sur papier, refroidir et examiner le comportement de la solution au bout d'une heure, puis de quatre heures. Si, après une heure, la solution est absolument transparente, l'analyse est négative, c'est-à-dire qu'il n'y a pas d'huile de grignons.

Si, après une heure, la solution est trouble, répéter l'observation quatre heures après.

Si, au bout de quatre heures, la solution est encore trouble, mais ne présente pas de flocons, l'analyse est encore négative. En revanche, si on observe la formation de flocons, l'analyse est positive et l'on se trouve en présence d'huile de grignons.

### *Expression des résultats*

Recherche de l'huile de grignons (méthode de Vizern modifiée): positive ou négative.

### *Observations*

Les huiles d'olive donnent une solution transparente ou au maximum légèrement opaline pendant tout l'essai. Les huiles de grignons pures ou mélangées présentent des flocons caractéristiques qui restent en suspension comme des petits nuages et qui finissent par se déposer au bout de plusieurs heures de repos.

## ANNEXE VI

## RECHERCHE DES SAVONS PAR LA MISE EN ÉVIDENCE DE L'ALCALINITÉ

**Principe de la méthode**

Mise en évidence des savons alcalins par action sur le bleu de bromophénol.

**Réactifs**

- solution à 0,1 % de bleu de bromophénol dans l'éthanol à 96 % (v/v),
- acétone fraîchement distillée, additonnée de 2 % d'eau (v/v).

L'acétone à 2 % d'eau doit présenter une teinte jaune ou jaune verdâtre en présence de quelques gouttes de la solution de bleu de bromophénol.

**Matériel**

Tube à essai de 150 mm × 15 mm.

**Mode opératoire**

Introduire dans le tube à essai 10 ml d'acétone et 1 goutte de solution de bromophénol. La solution devrait virer au jaune. Sinon, rincer le tube et le bouchon avec de l'acétone jusqu'à disparition de la coloration bleue. Introduire 10 g d'huile dans le tube, l'obturer à l'aide d'un bouchon propre, agiter et laisser reposer. Un virage au bleu dans la couche supérieure d'acétone indique la présence de savon.

**Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés comme positifs ou négatifs.

## ANNEXE VII

## RECHERCHE DE LA PRÉSENCE DES HUILES RÉESTÉRIFIÉES

La méthode a pour but de déterminer, dans les huiles et graisses, la composition de la fraction des acides gras qui sont estérifiés sur la position 2 (position  $\beta$ , ou position interne) du glycérol, les huiles d'olive réestérifiées contenant plus d'acide palmitique en position  $\beta$  que les huiles d'olive non réestérifiées.

**Principe**

Cette méthode repose sur l'hydrolyse partielle et spécifique des triglycérides par la lipase pancréatique avec formation préférentielle de mono-2 glycérides. Cette hydrolyse conduit à un mélange renfermant, à côté des triglycérides non hydrolysés, des diglycérides, des mono-2 glycérides et des acides gras libres. Ce mélange est fractionné par chromatographie en couche mince et les monoglycérides isolés. Ces monoglycérides sont méthanolysés, et les esters méthyliques obtenus sont analysés par chromatographie en phase gazeuse.

Le produit analysé doit être considéré comme ayant été additionné d'huile réestérifiée lorsque le pourcentage d'acide palmitique constaté dans la position 2 des triglycérides est supérieur à 2 %.

**1. Matériel**

- ampoule à décanter de 500 ml,
- colonne en verre pour chromatographie de 13 mm de diamètre intérieur et de 400 mm de longueur, équipée d'une plaque en verre fritté et d'un robinet,
- ballon de 250 ml à col large,
- ballon de 100 ml,
- tube de centrifugeuse de 10 ml, avec bouchon rodé,
- seringue hypodermique de 1 ml, équipée d'une aiguille mince,
- ballon de 25 ml, avec réfrigérant à air d'environ 1 m de longueur avec raccord rodé,

- becher de 50 ml,
- burette de 5 ml, graduée en 1/20 ml,
- étaleur pour chromatographie en couche mince, avec plaques de verre de 20 × 20 cm,
- microseringue délivrant des gouttes de 3-4 µl,
- cuve de développement pour chromatographie en couche mince,
- évaporateur rotatif,
- étuve réglable à 103 °C ± 2 °C,
- thermostat réglable entre 30 °C et 45 °C à ± 0,5 °C,
- agitateur électrique vibrant permettant une agitation énergique du tube de centrifugeuse,
- pulvérisateur pour chromatographie en couche mince,
- lampe ultraviolette pour l'examen des plaques chromatographiques,
- agitateur de laboratoire, d'un type convenable pour la dispersion et le mélange de matériaux hétérogènes,
- pH-mètre,
- agitateur à hélice,
- chronomètre.

## 2. Réactifs

- solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à 12 % (m/v),
- solution à 1 % (m/v) de phénolphtaléine dans l'éthanol à 95 % (v/v),
- oxyde diéthylique, exempt de peroxydes,
- alcool isopropylique, ou alcool éthylique à 95 % (v/v), pour analyses,
- alumine activée pour chromatographie, neutre, de degré d'activité Brockmann I, récemment activée pendant deux heures à 260 °C et conservée dans un dessiccateur,
- hexane, ou à défaut éther de pétrole (Eb = 30-50 °C), pour chromatographie,
- acide formique à 98 % (m/m) au minimum,
- lipase pancréatique d'activité convenable (note 1, note 2),
- solution tampon : solution aqueuse 1 M de tris- hydroxyméthyl-aminométhane amenée jusqu'à pH 8 par de l'acide chlorhydrique 6 N (contrôle potentiométrique),
- solution aqueuse à 0,1 % (m/v) de cholate de sodium (qualité enzymatique),
- solution d'acide chlorhydrique 6 N,
- solvant de développement : hexane (ou, à défaut, éther de pétrole)/oxyde diéthylique/acide formique 70/30/1 (v/v/v),
- solution aqueuse de gomme arabique à 10 % (m/v),
- solution aqueuse de chlorure de calcium (CaCl<sub>2</sub>) à 22 % (m/v),
- solution alcoolique à 0,2 % (m/v) de dichloro-2'-7' fluorescéine, légèrement alcalinisée par addition d'une goutte d'hydroxyde de sodium 1N par 100 ml,
- silice en poudre, avec liant, de qualité pour chromatographie en couche mince,
- solution aqueuse de cholate de sodium à 20 % (m/v),
- solution aqueuse d'hydroxyde de sodium 0,1 N,
- huile végétale neutralisée.

## 3. Préparation de l'échantillon

Échantillon d'acidité inférieure à 3 % : neutralisation directe sur alumine selon 3.2.

Échantillon d'activité supérieure à 3 % : neutralisation par les alcalis en présence de solvant selon 3.1, puis passage sur alumine selon 3.2.

### 3.1. Neutralisation par les alcalis en présence de solvant

Verser, dans une ampoule à décanter de 500 ml, 10 g environ d'huile brute, 100 ml d'hexane, ou, à défaut, d'éther de pétrole, 50 ml d'alcool isopropylique ou d'alcool éthylique à 95° quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine et une quantité de la solution d'hydroxyde de sodium à 12 % correspondant à l'acidité libre de l'huile, plus un excès de 0,3 %. Agiter énergiquement pendant une minute ; ajouter 50 ml d'eau distillée, agiter à nouveau et laisser reposer.

Après décantation, éliminer la couche inférieure contenant les savons. Éliminer les éventuelles couches intermédiaires (mucilages et substances insolubles), laver la solution hexanique de l'huile neutralisée avec des portions successives 25 ou 30 ml d'une solution d'alcool isopropylique, ou éthylique, et d'eau distillée 1-1 (v/v) jusqu'à disparition de la coloration rosée de la phénolphtaléine.

Éliminer la plus grande partie de l'hexane par distillation sous vide, et sécher l'huile à 30-40 °C sous vide à l'aide d'un courant d'azote pur jusqu'à élimination totale du solvant.

### 3.2. *Passage sur alumine*

Préparer une suspension de 15 g d'alumine activée dans 50 ml d'hexane ou, à défaut, d'éther de pétrole, et verser, en agitant, dans une colonne en verre pour chromatographie. Régulariser la répartition de l'alumine et laisser s'écouler le solvant jusqu'à 1-2 mm au-dessus du niveau supérieur de l'absorbant. Verser soigneusement dans la colonne une solution préparée environ quinze minutes avant par dissolution de 5 g d'huile dans 25 ml d'hexane ou, à défaut, d'éther de pétrole, et recueillir la totalité du liquide sortant de la colonne dans un ballon de 100 ml.

Éliminer la plus grande partie du solvant par distillation sous vide, puis sécher l'huile à 30-40 °C sous vide à l'aide d'un courant d'azote pur jusqu'à élimination totale du solvant.

### 4. **Préparation des chromatoplaques**

Placer, dans un ballon de 250 ml à col large, 30 g de silice en poudre avec liant et 60 ml d'eau distillée, et agiter jusqu'à obtention d'une bouillie bien homogène. Dégazer en maintenant sous le vide de la trompe à eau pendant une minute.

Étaler dans les conditions usuelles la bouillie sur les plaques au moyen de l'étaleur en réglant l'épaisseur de la couche à 0,25 mm.

La quantité de bouillie ci-dessus est suffisante pour la préparation de 5 plaques 20 × 20 cm.

Laisser sécher les plaques à l'air pendant environ quinze minutes et, ensuite, les sécher dans une étuve à 103 °C ± 2 °C pendant deux heures.

Conserver les plaques ainsi préparées dans un dessiccateur.

### 5. **Mode opératoire**

#### 5.1. *Hydrolyse par la lipase pancréatique*

Peser dans le tube de centrifugeuse de 10 ml environ 0,1 g de l'échantillon préparé.

Ajouter 20 mg de lipase et 2 ml de solution tampon. Agiter soigneusement et avec précaution, puis ajouter 0,5 ml de la solution de cholate de sodium à 0,1 % et 0,2 ml de la solution de chlorure de calcium. Fermer le tube par le bouchon rodé, secouer avec précaution (en évitant de mouiller le bouchon) et mettre immédiatement le tube dans le thermostat, réglé à 40 °C ± 0,5 °C, en agitant exactement pendant une minute.

Retirer le tube du thermostat et agiter énergiquement pendant deux minutes exactement.

Refroidir aussitôt sous un courant d'eau; ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique 6 N et 1 ml d'oxyde diéthylique. Boucher et agiter énergiquement. Laisser reposer et prélever la phase organique supérieure à l'aide de la seringue.

#### 5.2. *Séparation des monoglycérides par chromatographie en couche mince*

Déposer l'extrait sur la plaque chromatographique à environ 1,5 cm du bord inférieur en ligne continue et uniforme afin d'obtenir une ligne de départ la plus fine possible.

Introduire la plaque dans la cuve de développement bien saturée et développer avec le solvant de développement jusqu'à 1 cm environ du bord supérieur. Le développement de la plaque doit se faire à la température d'environ 20 °C.

Sécher la plaque à l'air à la température de la cuve et pulvériser la solution de dichloro-2'-7' fluorescéine. Délimiter la bande des monoglycérides ( $R_f = 0,035$  environ) sous lumière ultraviolette, les récupérer à l'aide d'une spatule métallique (en évitant d'enlever les composants restés sur la ligne de départ) et recueillir la silice dans le ballon de méthylation de 25 ml.

Transformer les monoglycérides en esters méthyliques en traitant directement dans les conditions de la méthode générale de préparation des méthyls esters des acides gras indiqués au point 7.3 la silice précédemment recueillie, puis procéder à la chromatographie en phase gazeuse des esters selon la méthode indiquée au point 7.4.

Déterminer sur le même échantillon la composition des acides gras totaux, dont la comparaison avec celle des acides gras en position 2 est utile pour l'interprétation des résultats obtenus.

### 6. **Expression des résultats**

Calculer la composition des acides gras en position 2 en % avec un chiffre décimal (note 3).

## 7. Notes

7.1. *Contrôle de l'activité lipasique*

Préparer une émulsion d'huile en agitant, dans un mélangeur adéquat pendant environ 10 minutes, un mélange constitué par 165 ml de la solution de gomme arabique à 10 %, 15 g de glace pilée et 20 ml d'une huile préalablement neutralisée.

Dans un becher de 50 ml, mettre successivement 10 ml de l'émulsion ci-dessus, 0,3 ml de solution de cholate de sodium à 20 % et 20 ml d'eau distillée.

Placer le becher dans un thermostat réglé à  $37^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$  et introduire dans le becher les électrodes d'un pH-mètre et un agitateur à hélice.

À l'aide d'une burette de 5 ml, ajouter goutte à goutte une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N jusqu'à obtention d'un pH de 8,5.

Ajouter un volume adéquat d'une suspension de poudre de lipase dans l'eau (voir ci-dessous). Dès que le pH-mètre indique un pH de 8,3, mettre en marche le chronomètre et ajouter la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N au rythme nécessaire pour maintenir le pH à la valeur de 8,3. Noter chaque minute le volume de solution alcaline consommé.

Reporter les données obtenues dans un système d'axes de coordonnées, en portant en abscisses les temps et en ordonnées les ml de solution alcaline consommée pour maintenir le pH constant. Un graphique linéaire doit être obtenu.

La suspension de lipase mentionnée au paragraphe précédent est une suspension à 1 % en poids dans l'eau. Prendre pour chaque essai la quantité nécessaire de cette suspension pour que, en quatre ou cinq minutes environ, 1 ml de solution alcaline soit consommé. Normalement, ce résultat est obtenu avec 1 à 5 mg de poudre.

L'unité lipase est définie comme la quantité d'enzyme qui libère 10 micro-équivalents d'acide par minute.

Activité A de la poudre utilisée, mesurée en unités lipase par mg :

$$A = \frac{V \times 10}{m}$$

V = nombre de ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N par minute, calculé à partir du graphique,

m = masse de la prise d'essai de poudre, en mg.

La lipase utilisée doit avoir une activité comprise entre 0,8 et 2 unités lipase par mg.

7.2. *Préparation de la lipase*

Il existe dans le commerce des lipases ayant une activité lipasique satisfaisante. Il est également possible de la préparer au laboratoire de la façon suivante :

Refroidir à  $0^{\circ}\text{C}$  5 kg de pancréas frais de porc, débarrassés de la graisse solide et du tissu conjonctif qui les entourent, et les triturer dans un moulin à lames pour obtenir une pâte fluide. Agiter cette pâte à froid pendant quatre à six heures avec 2,5 l d'acétone anhydre, puis centrifuger. Extraire le résidu trois autres fois avec le même volume d'acétone, deux fois avec un mélange acétone-oxyde diéthylique 1/1 (v/v), et deux fois avec de l'oxyde diéthylique.

Sécher le résidu pendant quarante-huit heures sous vide pour obtenir une poudre stable qui doit être conservée au réfrigérateur.

7.3. *Préparation des esters méthyliques d'acides gras*

Selon la méthode décrite au point II de l'annexe VI du règlement (CEE) n° 72/77 de la Commission, du 13 janvier 1977, modifiant le règlement (CEE) n° 1470/68 relatif à la prise et à la réduction des échantillons ainsi qu'à la détermination de la teneur en huile, en impuretés et en humidité des graines oléagineuses<sup>(1)</sup>.

7.4. *Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras*

Selon la méthode décrite au point III de l'annexe VI du règlement (CEE) n° 72/77.

<sup>(1)</sup> JO n° L 12 du 15. 1. 1977, p. 11.

## ANNEXE VIII

RECHERCHE DE LA PRÉSENCE D'AUTRES HUILES DANS L'HUILE D'OLIVE :  
ANALYSE DE LA FRACTION STÉROLIQUE DES CORPS GRAS**Principe**

Analyse par chromatographie en phase gazeuse des stérols préparés par chromatographie sur couches minces à partir de l'insaponifiable séché avec précaution.

**Appareillage**

1. appareillage pour la chromatographie sur couche mince, comprenant en particulier quatre plaques de verre de  $20 \times 20 \times 0,4$  cm, deux de  $20 \times 5 \times 0,4$  cm et une microsiringue de 0,1 ml,
2. becher de 50 ml,
3. filtres poreux, porosité 3, diamètre 15 mm,
4. ballon de 100 ml,
5. éprouvette de centrifugeuse à fond conique de 10 ml, munie d'un bouchon rodé,
6. pipettes graduées de 1 ml,
7. appareil de chromatographie en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme avec un injecteur en argent ou en verre ou système d'injection directe sur la colonne et relié à un enregistreur,
8. colonne de chromatographie en phase gazeuse, en verre ou en acier inoxydable en U ou spirale, de 1 à 2 m de long et de 3 à 4 mm de diamètre intérieur, phase stationnaire de gomme de silicone [type méthyl (!)] stable jusqu'à au moins 300 °C, imprégnant au taux de 2 à 4 % une terre de diatomée calcinée, lavée aux acides et silanisée, de granulométrie 80/100 ou 100/120 mesh,  
Remarque : Certains types d'acier inoxydable pouvant provoquer des résultats erronés par détérioration des stérols, le verre est recommandé,
9. microsiringue pouvant fournir des doses atteignant 5 ou 10 µl.

**Réactifs**

1. chloroforme pour chromatographie,
2. benzène pour chromatographie,
3. heptane,
4. gel de silice (par exemple Kieselgel G),
5. solution de référence pour la chromatographie sur plaque constituée de cholestérol à 5 % dans le chloroforme,
6. acétone pour chromatographie,
7. solution à 0,1 % dans l'acool éthylique absolu de sel sodique de 2'7' dichlorofluorescéine,
8. pyridine,
9. hexaméthylsilazane,
10. triméthyl chlorosilane,
11. solution pour le test de sensibilité : 1 mg de cholestérol par ml de n-pentane,
12. solution pour le test de la résolution des pics : 0,9 mg de phytostérols d'huile de colza et 0,1 mg de cholestérol par ml de n-pentane. Les stérols doivent être fraîchement préparés selon le procédé décrit sous B du mode opératoire,
13. solution pour le test de référence : 1 mg de phytostérols d'huile de tournesol par ml de n-pentane, fraîchement préparés comme cela est décrit sous B du mode opératoire.

**Préparation des plaques pour chromatographie**

Placer dans l'ordre, sur l'étaleur, une plaque  $20 \times 5 \times 0,4$  cm, quatre plaques  $20 \times 20 \times 0,4$  cm et une plaque  $20 \times 5 \times 0,4$  cm.

(!) Par exemple SE 30.

Dans un ballon de 500 ml à col large, placer 40 g de gel de silice et environ 80 ml d'eau. Agiter avec une baguette en verre, éventuellement avec un agitateur mécanique en verre jusqu'à obtention d'une suspension homogène. Éliminer les gaz éventuels en faisant le vide à l'aide d'une trompe à eau pendant une minute au moins. Porter ensuite la suspension sur l'étaleur tout en réglant l'épaisseur à 0,5 mm et recouvrir uniformément les plaques. Laisser sécher les plaques à l'air pendant quinze minutes environ et sécher ensuite dans une étuve à 105 °C pendant deux heures. Conserver les plaques ainsi préparées dans un dessiccateur sous vide.

## MODE OPÉRATOIRE

### A. Préparation de l'insaponifiable

#### *Introduction*

On désigne sous le nom d'insaponifiable les substances solubles dans la matière grasse, lesquelles, après saponification, sont insolubles dans l'eau et solubles dans le solvant utilisé pour le dosage. Il comprend les constituants naturels des matières grasses (stérols, alcools, hydrocarbures), ainsi que les substances organiques non volatiles à 100 °C (huiles minérales) étrangères aux matières grasses qu'elles peuvent éventuellement contenir. Comme solvant, on utilise l'éther de pétrole ou bien l'oxyde d'éthyle. Il faut tenir compte que les résultats avec les deux solvants sont, dans la plupart des cas, différents et qu'on trouve des teneurs en % plus élevées avec l'oxyde d'éthyle. Pour l'huile d'olive, compte tenu des conditions climatiques où se trouvent la majorité des laboratoires d'analyses, l'éther de pétrole a été reconnu comme le solvant à employer.

#### **Méthode à l'éther de pétrole**

##### *Matériel*

- ballon d'environ 150 ml pouvant être adapté à un réfrigérant à reflux,
- ampoules à décantation d'environ 500 ml,
- étuve réglée à 103 °C ± 2 °C.

##### *Réactifs*

- solution éthanolique de KOH environ 2 N dans l'éthanol à 95 % (v/v). Le réactif ne devra pas être plus foncé que la couleur jaune paille,
- éther de pétrole distillant entre 40 et 60 °C, possédant un indice de brome inférieur à 1, exempt de résidu.

##### *Mode opératoire*

Peser exactement à 0,01 g près environ 5 g de matière grasse dans le ballon. Ajouter 50 ml de la solution éthanolique de KOH environ 2 N. Adapter au réfrigérant à reflux. Chauffer une heure à légère ébullition. Arrêter le chauffage. Ajouter par le haut du réfrigérant environ 50 ml d'eau distillée et agiter.

Transvaser après refroidissement dans une ampoule à décantation et rincer le ballon à plusieurs reprises, avec au total environ 50 ml d'éther de pétrole.

Agiter énergiquement pendant une minute.

Laisser reposer jusqu'à séparation complète des deux phases et recueillir la solution savonneuse dans une seconde ampoule à décantation. S'il se forme, par exception, une émulsion, la détruire par addition de petites quantités d'éthanol ou de solution concentrée d'hydroxyde de potassium.

Retirer l'extraction de la solution savonneuse encore deux fois avec chaque fois environ 50 ml d'éther de pétrole.

Réunir les 3 fractions étherées dans une même ampoule, les laver à trois reprises avec environ 50 ml d'éthanol à 50 % (v/v).

Par le haut de l'ampoule, transvaser, en plusieurs fois si nécessaire, quantitativement la solution d'éther de pétrole dans un ballon de 250 ml taré (en effectuant des petits rinçages de l'ampoule avec de l'éther de pétrole).

Le solvant est éliminé en le chauffant prudemment sous vide, les résidus sont séchés à une température inférieure à 50 °C sous vide, en vue d'éviter des oxydations indésirables.

## B. Séparation de la fraction stérolique par chromatographie sur couche mince

Introduire dans la cuve de développement le mélange heptane n/ acétone 85/15 ou benzol/acétone 95/5 (v/v) jusqu'à hauteur d'1 cm environ ; fermer à l'aide du couvercle et laisser reposer pendant trois heures au moins de façon que l'équilibre liquide/vapeur s'établisse. Il est également conseillé de fixer sur les surfaces intérieures de la chambre des bandes de papier filtre qui plongent dans l'éluant. Cette précaution offre l'avantage de réduire d'un tiers environ la durée de migration du front du liquide et de faire éluer les composants de façon plus uniforme.

Préparer entre-temps une solution à 5 % d'insaponifiable extrait à l'éther de pétrole dans le chloroforme. Prélever 0,3 ml environ de cette solution et la déposer à l'aide de la microsiringue de 0,1 ml sur la plaque chromatographique à 1,5 cm environ du bord inférieur, en bande continue et uniforme de façon à obtenir une ligne de départ la plus mince possible. Selon la technique habituelle, déposer à une extrémité de la plaque quelques ml de la solution de référence contenant du cholestérol afin d'identifier le Rf de la fraction stérolique.

Placer la plaque dans la cuve de développement préparée comme indiqué ci-dessus. La température ambiante doit être de 20 °C environ. Fermer avec le couvercle et développer jusqu'à ce que le front du solvant soit arrivé à 1 cm environ du bord supérieur de la plaque. Retirer la plaque de la chambre de développement et laisser évaporer le solvant dans un courant d'azote chaud.

Révéler en vaporisant uniformément et avec précaution la solution alcoolique de sel sodique de la 2'7' dichlorofluorescéine sur la plaque. En examinant la plaque à l'ultraviolet, on détermine la position des stérols grâce à l'alignement avec la tache de cholestérol provenant de la solution de référence. Récupérer en grattant à l'aide d'une spatule métallique la bande des stérols. Introduire le gel de silice séparé dans un becher de 50 ml avec 15 ml de chloroforme chaud, agiter et transférer la totalité de gel de silice sur le filtre poreux et filtrer.

Laver trois fois le filtre chaque fois avec une portion de 15 ml de chloroforme chaud, tout en recueillant le filtrat dans un ballon de 100 ml.

Évaporer la solution chloroformique jusqu'à 4 à 5 ml et la verser dans l'éprouvette pour centrifugeuse munie d'un bouchon rodé, taré au préalable. Porter à sec en évaporant le solvant par un léger réchauffement dans un courant d'azote et peser la fraction stérolique ainsi obtenue.

## C. Analyse chromatographique en phase gazeuse des stérols

### 1. Préparation des triméthylsiléthers (TMSE)

Pour chaque mg de stérol, ajouter dans l'éprouvette 0,02 ml de réactif pour la silanisation, composé d'un mélange de pyridine-hexaméthyllazane-triméthylchlorosilane 9/3/1 (v/v/v) en ayant soin d'éviter toute trace d'humidité. Placer l'éprouvette dans un dessiccateur pendant trente minutes environ, puis fermer, centrifuger pendant quelques minutes. Prélever, pour l'analyse à pratiquer ensuite, la solution restante.

### 2. Conditions de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse

Température de la colonne : 220 à 250 °C.

Température du système d'injection s'il est chauffé séparément : 20 à 40 °C au-dessus de la température de la colonne. Débit de l'azote : 30 à 60 ml par minute. Déconnecter le détecteur et équilibrer les nouvelles colonnes dans ces conditions pendant seize à vingt-quatre heures. Connecter le détecteur, allumer la flamme et régler les débits d'hydrogène, d'oxygène ou d'air de façon à obtenir une hauteur de flamme et une sensibilité convenables. Mettre en marche l'enregistreur et laisser se dérouler le papier à une vitesse appropriée ; ajouter le zéro et l'atténuateur. Si la ligne de base est stable, l'appareil est prêt à être utilisé.

### 3. Test de sensibilité

Prélever 5 ml de la solution du test de sensibilité, évaporer le solvant, traiter comme indiqué en 1 ; injecter 0,1 à 0,2 µl de la solution ainsi préparée (TMSE). Un pic de cholestérol doit seul apparaître sur le chromatogramme.

Régler l'atténuateur de façon à utiliser approximativement toute l'échelle de l'enregistreur.

#### 4. Test de résolution des pics

Prélever 5 ml de la solution préparée pour le test de résolution.

Évaporer le solvant, traiter comme indiqué en 1.

Injecter 0,1 à 0,2 µl de la solution ainsi préparée (TMSE).

Les pics de cholestérol, de brassicastérol, de campestérol et de β-sitostérol doivent apparaître sur le chromatogramme. Mesurer les distances de rétention (distance du point d'injection au point de hauteur maximal du pic) des pics,  $d_{CH}$  pour le cholestérol,  $d_B$  pour le brassicastérol,  $d_C$  pour le campestérol et  $d_S$  pour le β-sitostérol et les largeurs à la base des pics (longueur de rétention entre les intersections avec la ligne de base des tangentes aux points d'inflexion situés sur les côtés avant et arrière du pic)  $\omega_{CH}$  pour le cholestérol et  $\omega_B$  pour le brassicastérol. La résolution des pics, exprimée par la formule :

$$PR = 2 \frac{(d_B - d_{CH})}{\omega_B + \omega_{CH}}$$

doit être égale au moins à 1.

Calculer les temps de rétention relatifs (cholestérol = 1,00) pour le brassicastérol, le campestérol et le β-sitostérol.

#### 5. Test de référence

Prélever 5 ml de la solution du test de référence, évaporer le solvant, traiter comme indiqué en 1, injecter 0,1 à 0,2 µl de la solution ainsi préparée (TMSE). Les pics de campestérol, de stigmastérol, de β-sitostérol et Δ 7 stigmastérol doivent apparaître sur le chromatogramme.

Mesurer les distances de rétention des pics,  $d_C$  pour le campestérol,  $d_{ST}$  pour le stigmastérol,  $d_S$  pour le β-sitostérol et  $d_{ST} - 7$  pour le Δ 7 stigmastérol.

Calculer les temps de rétention relatifs qui sont approximativement :

cholestérol :	1,0,
brassicastérol :	1,1,
campestérol :	1,3,
stigmastérol :	1,4,
β-sitostérol :	1,6 (1)
Δ 7 stigmastérol :	1,8 (1).

#### 6. Analyse

Injecter 0,1 à 0,2 µl de la solution TMSE des stérols à analyser et enregistrer le chromatogramme.

### D. Expression des résultats

Pour l'interprétation de la composition de la fraction stérolique analysée, il ne faut pas relever des pics ayant des temps de rétention différents de ceux déterminés expérimentalement pour les 6 stérols susmentionnés.

La teneur en % en β-sitostérol est donnée par la formule :

$$\frac{\text{Aire du pic du } \beta\text{-sitostérol}}{\text{Somme des aires des six pics de stérols}} \times 100$$

Le contenu en β-sitostérol ne devra pas être inférieur à 93 % par rapport à la composition en % des stérols totaux.

(1) Si d'autres stérols ont, comme le Δ 5 avenastérol, dans ces conditions, le même volume de rétention que le β-sitostérol, ils sont comptés comme du β-sitostérol.

(2) Si d'autres stérols ont, dans ces conditions, le même volume de rétention que le Δ 7 stigmastérol, ils sont comptés comme du Δ 7 stigmastérol.

## ANNEXE IX

## TENEUR EN HUILE DES GRIGNONS D'OLIVE

**Matériel**

- appareil d'extraction approprié muni d'un ballon de 200 à 250 ml,
- bain à chauffage électrique (bain de sable, bain d'eau, etc.) ou plaque chauffante,
- balance analytique,
- étuve réglée à 80 °C au maximum,
- étuve à chauffage électrique muni d'un dispositif de thermorégulation réglé à  $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  et permettant de réaliser une insufflation d'air ou une pression réduite,
- broyeur mécanique facile à nettoyer et permettant le broyage sans échauffement et sans diminution sensible de leur teneur en eau et en huile,
- cartouche d'extraction et coton hydrophile ou papier filtre, exempts de produits extractibles à l'hexane,
- dessiccateur,
- tamis à trous de 1 mm de diamètre,
- pierre ponce en petits grains, préalablement séchée.

**Réactif**

n-hexane technique dont le résidu à l'évaporation complète doit être inférieur à 0,002 g pour 100 ml.

## MODE OPÉRATOIRE

**Préparation de l'échantillon pour essai**

Broyer l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire, dans le broyeur mécanique préalablement bien nettoyé afin de le réduire en particules pouvant traverser complètement le tamis.

Utiliser un vingtième environ de l'échantillon pour parfaire le nettoyage du broyeur, rejeter cette mouture, broyer le reste, le recueillir, le mélanger avec soin et l'analyser sans délai.

**Prise d'essai**

Peser, à 0,01 g près, dès la fin du broyage, environ 10 g de l'échantillon pour essai.

**Préparation de la cartouche d'extraction**

Placer la prise d'essai dans la cartouche et boucher celle-ci avec le tampon de coton hydrophile. Dans le cas où on a utilisé un papier filtre, emballer la mouture dans ce papier.

**Préséchage**

Si le grignon est très humide (teneur en eau et en matières volatiles supérieure à 10 %), effectuer un préséchage en plaçant pendant un temps convenable la cartouche remplie (ou le papier filtre) dans l'étuve chauffée à 8 °C au maximum, pour ramener la teneur en eau et en matières volatiles au-dessous de 10 %.

**Préparation du ballon**

Peser, à 1 mg près, le ballon contenant 1 à 2 grains de pierre ponce, préalablement séché à l'étuve à  $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  puis refroidi pendant au moins une heure dans un dessiccateur.

**Première extraction**

Placer dans l'appareil d'extraction la cartouche (ou le papier filtre) contenant la prise d'essai. Verser dans le ballon la quantité nécessaire d'hexane. Adapter le ballon à l'appareil d'extraction et placer le tout sur le bain à chauffage électrique. Conduire le chauffage dans des conditions telles que le débit du reflux soit au moins de trois gouttes à la seconde (ébullition modérée, non tumultueuse).

Après quatre heures d'extraction, laisser refroidir. Enlever la cartouche de l'appareil d'extraction et la placer dans un courant d'air afin d'éliminer la majeure partie du solvant qui l'imprègne.

**Deuxième extraction**

Vider la cartouche dans le microbroyeur et broyer aussi finement que possible. Replacer quantitativement le mélange dans la cartouche et celle-ci dans l'appareil d'extraction.

Recommencer l'extraction pendant encore deux heures en utilisant le même ballon contenant la première extraction.

La solution obtenue dans le ballon d'extraction doit être limpide. À défaut, la filtrer sur un papier filtre en lavant plusieurs fois le premier ballon et le papier filtre avec de l'hexane. Recueillir le filtrat et le solvant de lavage dans un deuxième ballon préalablement séché et taré à 1 mg près.

**Élimination du solvant et pesée de l'extrait**

Chasser par distillation sur bain à chauffage électrique la majeure partie du solvant. Éliminer les dernières traces de solvant en chauffant le ballon à l'étuve à  $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 20 minutes. Faciliter cette élimination, soit en insufflant de l'air de temps à autre ou de préférence un gaz inerte, soit en opérant sous pression réduite.

Laisser refroidir le ballon dans un dessiccateur pendant au moins une heure, et le peser à 1 mg près.

Chauffer à nouveau 10 minutes dans les mêmes conditions, refroidir, au dessiccateur et peser.

La différence entre les résultats de ces deux pesées doit être inférieure ou égale à 10 mg. Sinon, chauffer à nouveau pendant des périodes de dix minutes suivies du refroidissement et de la pesée, jusqu'à ce que la différence de masse soit au plus égale à 10 mg. Retenir la dernière pesée du ballon.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

**EXPRESSION DES RÉSULTATS****Mode de calcul et formule**

a) L'extrait exprimé en pourcentage en masse du produit tel quel, est égal à :

$$S = m_1 \times \frac{100}{m_0}$$

où : S est le pourcentage en masse d'extrait du produit tel quel,

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai,

$m_1$  est la masse, en grammes, de l'extrait après séchage.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité sont remplies.

Exprimer le résultat avec une seule décimale.

b) L'extrait est rapporté à la matière sèche en utilisant la formule suivante :

$$S \times \frac{100}{100 - U} = \text{extrait en \% gras/sec}$$

où :

S est le pourcentage en masse d'extrait du produit tel quel [voir sous a)],

U est sa teneur en eau et en matières volatiles.

**Répétabilité**

La différence entre les résultats des deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas être supérieure à 0,2 g d'extrait à l'hexane pour 100 g d'échantillon.

Dans le cas contraire, répéter l'analyse sur deux autres prises d'essai. Si cette fois encore la différence dépasse 0,2 g, prendre comme résultat la moyenne arithmétique des quatre déterminations effectuées.

## RÈGLEMENT (CEE) N° 1059/77 DE LA COMMISSION

du 18 mai 1977

portant rétablissement de la perception des droits de douane applicables aux autres peaux préparées d'autres animaux, non dénommées, de la sous-position tarifaire 41.05 B II, originaires de la Yougoslavie, bénéficiaire des préférences tarifaires prévues par le règlement (CEE) n° 3021/76 du Conseil

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 3021/76 du Conseil, du 13 décembre 1976, portant ouverture des préférences tarifaires pour certains produits originaires de pays en voie de développement <sup>(1)</sup>, et notamment son article 4 paragraphe 2,

considérant que, en vertu de l'article 1<sup>er</sup> paragraphes 3 et 4 dudit règlement, la suspension des droits de douane est accordée, pour chaque catégorie de produits, dans la limite d'un plafond communautaire exprimé en unités de compte, égal — à l'exception de certains produits pour lesquels le plafond est fixé aux valeurs indiquées à l'annexe A du règlement en question — au montant résultant de l'addition, d'une part, de la valeur des importations caf des produits en cause dans la Communauté en 1974, en provenance des pays et territoires bénéficiaires de ce système, non compris ceux bénéficiant déjà de régimes tarifaires préférentiels divers accordés par la Communauté, et, d'autre part, de 5 % de la valeur des importations caf en 1974 en provenance des autres pays ainsi que des pays et territoires bénéficiant déjà de tels régimes ; que, en aucun cas, le plafond résultant du montant de cette addition ne peut excéder 172,5 % de celui résultant de la substitution à l'année 1974, d'une part, de l'année 1971 et, d'autre part, de l'année 1972 respectivement dans le premier et le second terme de ladite addition ; que, dans le cadre de ce plafond, les imputations des produits originaires de l'un ou l'autre des pays et territoires mentionnés à l'annexe B dudit règlement doivent être contenues dans un montant maximal communautaire représentant 50 % dudit plafond, à l'exception de certains produits pour lesquels le montant maximal est ramené aux pourcentages indiqués à l'annexe A dudit règlement ; que, pour les produits considérés, le pourcentage ainsi réduit se situe à 20 % ; que, aux termes de l'article 2 paragraphe 2 dudit règlement, la perception des droits de douane peut être rétablie à tout moment à l'importation des produits en cause originaires de l'un ou l'autre desdits pays et territoires — à l'exception de

ceux figurant à l'annexe C du même règlement — dès que le montant maximal en question est atteint au niveau de la Communauté ;

considérant que, pour les autres peaux préparées d'autres animaux, non dénommées, de la sous-position tarifaire 41.05 B II, et selon les calculs effectués sur la base susrappelée, le plafond s'établit à 9 540 000 unités de compte et que, dès lors, le montant maximal se situe à 1 908 000 unités de compte ; que, à la date du 11 mai 1977, les importations dans la Communauté d'autres peaux préparées d'autres animaux, non dénommées, de la sous-position tarifaire 41.05 B II, originaires de la Yougoslavie, bénéficiaire des préférences tarifaires, ont atteint par imputation le montant maximal en question ; qu'il y a lieu, dès lors, compte tenu du but poursuivi par les dispositions dudit règlement (CEE) n° 3021/76 prévoyant le respect d'un montant maximal, de rétablir les droits de douane pour les produits en cause, à l'égard de la Yougoslavie,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

*Article premier*

À partir du 27 mai 1977, la perception des droits de douane, suspendue en vertu du règlement (CEE) n° 3021/76 du Conseil, est rétablie à l'importation dans la Communauté des produits suivants, originaires de la Yougoslavie :

Numéro du tarif douanier commun	Désignation des marchandises
41.05	Peaux préparées d'autres animaux, à l'exclusion de celles des nos 41.06 à 41.08 inclus : B. autres peaux : II. non dénommées

*Article 2*

Le présent règlement entre en vigueur le troisième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

<sup>(1)</sup> JO n° L 349 du 20. 12. 1976, p. 23.

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

Fait à Bruxelles, le 18 mai 1977.

*Par la Commission*

Étienne DAVIGNON

*Membre de la Commission*

---

## RÈGLEMENT (CEE) N° 1060/77 DE LA COMMISSION

du 18 mai 1977

portant rétablissement de la perception des droits de douane applicables aux matières à tresser tissées à plat ou parallélisées, etc., de la position tarifaire 46.02, originaires de la Corée du Sud, bénéficiaire des préférences tarifaires prévues par le règlement (CEE) n° 3021/76 du Conseil

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 3021/76 du Conseil, du 13 décembre 1976, portant ouverture des préférences tarifaires pour certains produits originaires de pays en voie de développement (1), et notamment son article 4 paragraphe 2,

considérant que, en vertu de l'article 1<sup>er</sup> paragraphes 3 et 4 dudit règlement, la suspension des droits de douane est accordée, pour chaque catégorie de produits, dans la limite d'un plafond communautaire exprimé en unités de compte, égal — à l'exception de certains produits pour lesquels le plafond est fixé aux valeurs indiquées à l'annexe A du règlement en question — au montant résultant de l'addition, d'une part, de la valeur des importations caf des produits en cause dans la Communauté en 1974, en provenance des pays et territoires bénéficiaires de ce système, non compris ceux bénéficiant déjà de régimes tarifaires préférentiels divers accordés par la Communauté, et, d'autre part, de 5 % de la valeur des importations caf en 1974 en provenance des autres pays ainsi que des pays et territoires bénéficiant déjà de tels régimes; que, en aucun cas, le plafond résultant du montant de cette addition ne peut excéder 172,5 % de celui résultant de la substitution à l'année 1974, d'une part, de l'année 1971 et, d'autre part, de l'année 1972 respectivement dans le premier et le second terme de ladite addition; que, dans le cadre de ce plafond, les imputations des produits originaires de l'un ou l'autre des pays et territoires mentionnés à l'annexe B dudit règlement doivent être contenues dans un montant maximal communautaire représentant 50 % dudit plafond, à l'exception de certains produits pour lesquels le montant maximal est ramené aux pourcentages indiqués à l'annexe A dudit règlement; que, pour les produits considérés, le pourcentage ainsi réduit se situe à 30 %; que, aux termes de l'article 2 paragraphe 2 dudit règlement, la perception des droits de douane peut être rétablie à tout moment à l'importation des produits en cause originaires de l'un ou l'autre desdits pays et territoires — à l'exception de

ceux figurant à l'annexe C du même règlement — dès que le montant maximal en question est atteint au niveau de la Communauté;

considérant que, pour les matières à tresser tissées à plat ou parallélisées, de la position tarifaire 46.02, et selon les calculs effectués sur la base susrappelée, le plafond s'établit à 4 823 000 unités de compte et que, dès lors, le montant maximal se situe à 1 446 900 unités de compte; que, à la date du 11 mai 1977, les importations dans la Communauté de matières à tresser tissées à plat ou parallélisées, etc., de la position tarifaire 46.02, originaires de la Corée du Sud, bénéficiaire des préférences tarifaires, ont atteint par imputation le montant maximal en question; qu'il y a lieu, dès lors, compte tenu du but poursuivi par les dispositions dudit règlement (CEE) n° 3021/76 prévoyant le respect d'un montant maximal, de rétablir les droits de douane pour les produits en cause, à l'égard de la Corée du Sud,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

*Article premier*

À partir du 27 mai 1977, la perception des droits de douane, suspendue en vertu du règlement (CEE) n° 3021/76 du Conseil, est rétablie à l'importation dans la Communauté des produits suivants, originaires de la Corée du Sud

Numéro du tarif douanier commun	Désignation des marchandises
46.02	Matières à tresser tissées à plat ou parallélisées, y compris les nattes de Chine, les paillassons grossiers et les claies; paillassons pour bouteilles

*Article 2*

Le présent règlement entre en vigueur le troisième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

(1) JO n° L 349 du 20. 12. 1976, p. 23.

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

Fait à Bruxelles, le 18 mai 1977.

*Par la Commission*

Étienne DAVIGNON

*Membre de la Commission*

---

**RÈGLEMENT (CEE) N° 1061/77 DE LA COMMISSION**  
du 18 mai 1977

**portant rétablissement de la perception des droits de douane applicables aux tissus de coton bouclés du genre éponge, de la position tarifaire 55.08, originaires de la Yougoslavie, bénéficiaire des préférences tarifaires prévues par le règlement (CEE) n° 3022/76 du Conseil**

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 3022/76 du Conseil, du 13 décembre 1976, portant ouverture, répartition et mode de gestion de préférences tarifaires communautaires pour les produits textiles, originaires de pays et territoires en voie de développement <sup>(1)</sup>, et notamment son article 4,

considérant que, en vertu de l'article 2 paragraphes 1 à 3 dudit règlement, la suspension des droits de douane est accordée, pour chaque catégorie de produits, dans la limite d'un plafond communautaire, fixé, pour les produits visés dans son annexe B, en regard de chacun d'eux, dans la colonne 5 sous a); que sur ce plafond ne peuvent être imputés que les produits originaires des pays et territoires mentionnés à l'annexe D dudit règlement, autres que ceux spécialement désignés dans la colonne 4 sous b) de l'annexe B, en regard des produits correspondants; que, dans le cadre de ce plafond, les imputations des produits originaires de l'un ou l'autre des pays et territoires mentionnés à l'annexe D doivent être contenues dans un montant maximal communautaire représentant 50 % dudit plafond; que, aux termes de l'article 3 paragraphe 2 dudit règlement, la perception des droits de douane peut être rétablie à tout moment à l'importation des produits en cause originaires de l'un ou l'autre desdits pays ou territoires, à l'exception de ceux figurant à son annexe E, dès que le montant maximal en question est atteint au niveau de la Communauté;

considérant que, pour les tissus de coton bouclés du genre éponge, et selon les calculs effectués sur la base

susappelée, le plafond s'établit à 83 tonnes et que, dès lors, le montant maximal se situe à 42 tonnes; que, à la date du 16 mai 1977, les importations, dans la Communauté, de tissus de coton bouclés du genre éponge, originaires de la Yougoslavie, bénéficiaire des préférences tarifaires, ont atteint par imputation le montant maximal en question; qu'il y a lieu, dès lors, compte tenu du but poursuivi par les dispositions dudit règlement (CEE) n° 3022/76, prévoyant le respect d'un montant maximal, de rétablir les droits de douane pour les produits en cause, à l'égard de la Yougoslavie,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

*Article premier*

À partir du 27 mai 1977, la perception des droits de douane, suspendue en vertu du règlement (CEE) n° 3022/76 du Conseil, est rétablie à l'importation dans la Communauté des produits suivants, originaires de la Yougoslavie :

Numéro du tarif douanier commun	Désignation des marchandises
55.08	Tissus de coton bouclés du genre éponge

*Article 2*

Le présent règlement entre en vigueur le troisième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

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

Fait à Bruxelles, le 18 mai 1977.

*Par la Commission*

Étienne DAVIGNON

*Membre de la Commission*

<sup>(1)</sup> JO n° L 349 du 20. 12. 1976, p. 69.

**RÈGLEMENT (CEE) N° 1062/77 DE LA COMMISSION**

du 23 mai 1977

**fixant les prélèvements à l'importation applicables aux céréales, aux farines et aux gruaux et semoules de froment ou de seigle**LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 2727/75 du Conseil, du 29 octobre 1975, portant organisation commune des marchés dans le secteur des céréales<sup>(1)</sup>, modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 3138/76<sup>(2)</sup>, et notamment son article 13 paragraphe 5,considérant que les prélèvements applicables à l'importation des céréales, des farines de blé et de seigle et des gruaux et semoules de blé ont été fixés par le règlement (CEE) n° 1882/76<sup>(3)</sup> et tous les règlements ultérieurs qui l'ont modifié ;

considérant que l'application des modalités rappelées dans le règlement (CEE) n° 1882/76 aux prix d'offre et

aux cours de ce jour dont la Commission a eu connaissance conduit à modifier les prélèvements actuellement en vigueur comme il est indiqué à l'annexe du présent règlement,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

*Article premier*Les prélèvements à percevoir à l'importation des produits visés à l'article 1<sup>er</sup> sous a), b) et c) du règlement (CEE) n° 2727/75 sont fixés au tableau en annexe.*Article 2*

Le présent règlement entre en vigueur le 24 mai 1977.

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

Fait à Bruxelles, le 23 mai 1977.

*Par la Commission*

Finn GUNDELACH

*Vice-président*

---

<sup>(1)</sup> JO n° L 281 du 1. 11. 1975, p. 1.<sup>(2)</sup> JO n° L 354 du 24. 12. 1976, p. 1.<sup>(3)</sup> JO n° L 206 du 31. 7. 1976, p. 62.

## ANNEXE

du règlement de la Commission, du 23 mai 1977, fixant les prélèvements à l'importation applicables aux céréales, aux farines et aux gruaux et semoules de froment ou de seigle

(en UC/t)

Numéro du tarif douanier commun	Désignation des marchandises	Prélèvements
10.01 A	Froment (blé) tendre et méteil	94,36
10.01 B	Froment (blé) dur	140,83 <sup>(1)</sup> <sup>(5)</sup>
10.02	Seigle	73,24 <sup>(6)</sup>
10.03	Orge	56,19
10.04	Avoine	56,42
10.05 B	Maïs, autre que maïs hybride destiné à l'ensemencement	67,33 <sup>(2)</sup> <sup>(3)</sup>
10.07 A	Sarrasin	0
10.07 B	Millet	74,25 <sup>(4)</sup>
10.07 C	Sorgho	75,36 <sup>(4)</sup>
10.07 D	Autres céréales	0 <sup>(5)</sup>
11.01 A	Farines de froment (blé) ou de méteil	144,13
11.01 B	Farines de seigle	114,54
11.02 A I a)	Gruaux et semoules de froment (blé) dur	228,81
11.02 A I b)	Gruaux et semoules de froment (blé) tendre	154,13

<sup>(1)</sup> Pour le froment (blé) dur, originaire du Maroc et transporté directement de ce pays dans la Communauté, le prélèvement est diminué de 0,50 unité de compte par tonne.

<sup>(2)</sup> Pour le maïs, originaire des ACP ou des PTOM, importé dans les départements d'outre-mer de la République française, le prélèvement est, conformément au règlement (CEE) n° 706/76, diminué de 6 unités de compte par tonne.

<sup>(3)</sup> Pour le maïs originaire des ACP ou des PTOM, le prélèvement à l'importation dans la Communauté est diminué de 1,50 unité de compte par tonne.

<sup>(4)</sup> Pour le millet et le sorgho originaires des ACP ou des PTOM, le prélèvement à l'importation dans la Communauté est diminué de 50 %.

<sup>(5)</sup> Pour le froment (blé) dur et l'alpiste produits en Turquie et directement transportés de ce pays dans la Communauté, le prélèvement est diminué de 0,50 unité de compte par tonne.

<sup>(6)</sup> Le prélèvement perçu à l'importation de seigle produit en Turquie et directement transporté de ce pays dans la Communauté est défini par les règlements (CEE) n° 2754/75 du Conseil et (CEE) n° 2622/71 de la Commission.

**RÈGLEMENT (CEE) N° 1063/77 DE LA COMMISSION****du 23 mai 1977****fixant les primes s'ajoutant aux prélèvements à l'importation pour les céréales,  
la farine et le malt**

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique  
européenne,

vu le règlement (CEE) n° 2727/75 du Conseil, du 29  
octobre 1975, portant organisation commune des  
marchés dans le secteur des céréales<sup>(1)</sup>, modifié en  
dernier lieu par le règlement (CEE) n° 3138/76<sup>(2)</sup>, et  
notamment son article 15 paragraphe 6,

considérant que les primes s'ajoutant aux prélève-  
ments pour les céréales et le malt ont été fixées par le  
règlement (CEE) n° 1883/76<sup>(3)</sup> et tous les règlements  
ultérieurs qui l'ont modifié;

considérant que, en fonction des prix caf et des prix  
caf d'achat à terme de ce jour, les primes s'ajoutant

aux prélèvements actuellement en vigueur doivent  
être modifiées conformément aux tableaux annexés au  
présent règlement,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

*Article premier*

Le barème des primes s'ajoutant aux prélèvements  
fixés à l'avance pour les importations de céréales et de  
malt visé à l'article 15 du règlement (CEE) n° 2727/75  
est fixé comme indiqué aux tableaux annexés au  
présent règlement.

*Article 2*

Le présent règlement entre en vigueur le 24 mai 1977.

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

Fait à Bruxelles, le 23 mai 1977.

*Par la Commission*

Finn GUNDELACH

*Vice-président*

<sup>(1)</sup> JO n° L 281 du 1. 11. 1975, p. 1.

<sup>(2)</sup> JO n° L 354 du 24. 12. 1976, p. 1.

<sup>(3)</sup> JO n° L 206 du 31. 7. 1976, p. 64.

## ANNEXE

du règlement de la Commission, du 23 mai 1977, fixant les primes s'ajoutant aux prélèvements à l'importation pour les céréales, la farine et le malt

## A. Céréales et farines

(en UC/t)

Numéro du tarif douanier commun	Désignation des marchandises	Courant 5	1 <sup>er</sup> term. 6	2 <sup>e</sup> term. 7	3 <sup>e</sup> term. 8
10.01 A	Froment (blé) tendre, et méteil	0	1,00	1,00	1,00
10.01 B	Froment (blé) dur	0	0	0	0
10.02	Seigle	0	0	0	0
10.03	Orge	0	0	0	0,74
10.04	Avoine	0	0,74	0,74	0,74
10.05 B	Maïs, autre que maïs hybride destiné à l'ensemencement	0	0	0	0,37
10.07 A	Sarrasin	0	0	0	0
10.07 B	Millet	0	0	0	0
10.07 C	Sorgho	0	0	0	1,11
10.07 D	Autres céréales	0	0	0	0
11.01 A	Farines de froment (blé) ou de méteil	0	1,40	1,40	1,40

## B. Malt

(en UC/t)

Numéro du tarif douanier commun	Désignation des marchandises	Courant 5	1 <sup>er</sup> term. 6	2 <sup>e</sup> term. 7	3 <sup>e</sup> term. 8	4 <sup>e</sup> term. 9
11.07 A I (a)	Malt de froment (blé), non torréfié, présenté sous forme de farine	0	1,78	1,78	1,78	1,78
11.07 A I (b)	Malt de froment (blé), non torréfié, présenté autrement que sous forme de farine	0	1,33	1,33	1,33	1,33
11.07 A II (a)	Malt autre que de froment (blé), non torréfié, présenté sous forme de farine	0	0	0	1,32	1,32
11.07 A II (b)	Malt autre que de froment (blé), non torréfié, présenté autrement que sous forme de farine	0	0	0	0,98	0,98
11.07 B	Malt torréfié	0	0	0	1,15	1,15

**RÈGLEMENT (CEE) N° 1064/77 DE LA COMMISSION****du 23 mai 1977****fixant les prélèvements à l'importation pour le sucre blanc et le sucre brut**

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS  
EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique  
européenne,

vu le règlement (CEE) n° 3330/74 du Conseil, du 19  
décembre 1974, portant organisation commune des  
marchés dans le secteur du sucre<sup>(1)</sup>, modifié en  
dernier lieu par le règlement (CEE) n° 3138/76<sup>(2)</sup> et  
notamment son article 15 paragraphe 7,

considérant que les prélèvements applicables à l'impor-  
tation de sucre blanc et de sucre brut ont été fixés par  
le règlement (CEE) n° 1564/76<sup>(3)</sup>, modifié en dernier  
lieu par le règlement (CEE) n° 1052/77<sup>(4)</sup>;

considérant que l'application des règles et modalités  
rappelées dans le règlement (CEE) n° 1564/76 aux

données dont la Commission dispose actuellement  
conduit à modifier les prélèvements actuellement en  
vigueur comme il est indiqué à l'annexe du présent  
règlement,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

*Article premier*

Les prélèvements visés à l'article 15 paragraphe 1 du  
règlement (CEE) n° 3330/74 sont, pour le sucre brut  
de la qualité type et le sucre blanc, fixés comme  
indiqué à l'annexe du présent règlement.

*Article 2*

Le présent règlement entre en vigueur le 24 mai 1977.

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

Fait à Bruxelles, le 23 mai 1977.

*Par la Commission*

Finn GUNDELACH

*Vice-président*

<sup>(1)</sup> JO n° L 359 du 31. 12. 1974, p. 1.

<sup>(2)</sup> JO n° L 354 du 24. 12. 1976, p. 1.

<sup>(3)</sup> JO n° L 172 du 1. 7. 1976, p. 31.

<sup>(4)</sup> JO n° L 125 du 19. 5. 1977, p. 35.

*ANNEXE*

**du règlement de la Commission, du 23 mai 1977, fixant les prélèvements à l'importation  
pour le sucre blanc et le sucre brut**

(en UC/100 kg)

Numéro du tarif douanier commun	Designation des marchandises	Montant du prélèvement
17.01	Sucres de betterave et de canne, à l'état solide :	
	A. Sucres blancs	20,53
	B. Sucres bruts	17,23 <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Le présent montant est applicable au sucre brut d'un rendement de 92 %. Si le rendement du sucre brut importé s'écarte de 92 %, le montant du prélèvement applicable est calculé conformément aux dispositions de l'article 2 du règlement (CEE) n° 837/68.

**RECTIFICATIFS**

**Rectificatif au règlement (CEE) n° 1008/77 de la Commission, du 13 mai 1977, fixant les prélèvements à l'importation dans le secteur du lait et des produits laitiers**

*(« Journal officiel des Communautés européennes » n° L 121 du 14 mai 1977.)*

Page 7, à l'annexe, notes de bas de page 9 sous c) et 10 sous b) :

*au lieu de :* « 10,21 »,

*lire :* « 9,92 ».

Page 7, à l'annexe, la note de bas de page (a) est à supprimer.

---