RÈGLEMENT (CEE) N° 2159/84 DE LA COMMISSION

du 26 juillet 1984

modifiant le règlement (CEE) n° 1908/84 fixant les méthodes de référence pour la détermination de la qualité des céréales

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 (1), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1018/84 (2), et notamment son article 3 paragraphe 2,

vu le règlement (CEE) n° 2731/75 du Conseil, du 29 octobre 1975, fixant les qualités types du froment tendre, du seigle, de l'orge, du maïs, du sorgho et du froment dur (3), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1028/84 (4), et notamment son article 6,

considérant que le règlement (CEE) n° 1569/77 de la Commission, du 11 juillet 1977, fixant les procédures et conditions de prise en charge des céréales par les organismes d'intervention (5), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 2096/84 (6), définit la qualité minimale des céréales en vue de leur prise en charge à l'intervention ; qu'il prévoit, pour le sorgho, une teneur maximale en tanins comme critère de qualité ; qu'il y a lieu, dès lors, de modifier le règlement (CEE) n° 1908/84 de la Commission (7) en y intégrant la méthode de référence pour le dosage des tanins du sorgho ;

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

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

Article premier

Le règlement (CEE) n° 1908/84 est modifié comme suit :

1. À l'article 1er est ajouté le troisième tiret suivant :

   « — La méthode de référence pour le dosage des tanins du sorgho est celle mentionnée à l'annexe III. »

2. L'annexe du présent règlement est ajoutée comme annexe III.

Article 2

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 1er août 1984.

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

Fait à Bruxelles, le 26 juillet 1984.

Par la Commission

Poul DALSAGER

Membre de la Commission

(1) JO n° L 281 du 1. 11. 1975, p. 1.
(2) JO n° L 107 du 19. 4. 1984, p. 1.
(3) JO n° L 281 du 1. 11. 1975, p. 22.
(4) JO n° L 107 du 19. 4. 1984, p. 17.
(5) JO n° L 174 du 14. 7. 1977, p. 15.
(6) JO n° L 193 du 21. 7. 1984, p. 20.
(7) JO n° L 178 du 5. 7. 1984, p. 22.

ANNEXE

« ANNEXE III

MÉTHODE DE RÉFÉRENCE POUR LE DOSAGE DES TANINS DU SORGHO

1. PRINCIPE

Extraction des tanins par le diméthylformamide avec agitation. Après centrifugation, addition de citrate d'ammonium de fer (III) et d'ammoniaque à une partie aliquote du surnageant et mesure spectrométrique de l'absorbance de la solution ainsi obtenue, à 525 nm.

Détermination de la teneur en tanins en utilisant une courbe d'étalonnage préparée à partir d'acide tannique.

2. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode globale de dosage des tanins s'applique aux graines de sorgho.

3. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

3.1. Broyeur mécanique, permettant d'obtenir des particules passant intégralement au travers du tamis (3.2).

3.2. Tamis, de 1 mm d'ouverture de maille.

3.3. Centrifugeuse, permettant d'obtenir une accélération centrifuge de 3 000 g (3 000 × 9,81 $m.s^{-2}$).

3.4. Tubes à centrifuger, d'environ 50 ml de capacité, bouchés hermétiquement.

3.5. Agitateur mécanique à mouvement de va-et-vient ou agitateur magnétique.

3.6. Agitateur produisant un vortex.

3.7. Spectromètre, équipé de cuves de 10 mm d'épaisseur, permettant d'effectuer les mesures à 525 nm.

3.8. Pipettes, de 1, 5 et 20 ml, classe A.

3.9. Pipettes graduées, de 5 ml et 10 ml, classe A.

3.10. Tubes à essais, 140 × 14 mm.

3.11. Fioles jaugées, de 100 ml.

3.12. Balance analytique.

4. RÉACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de pureté au moins équivalente.

4.1. Acide tannique, solution à 2 g/l.

L'origine de l'acide tannique ayant une influence certaine sur la courbe d'étalonnage, il est, en conséquence, recommandé d'utiliser l'acide tannique Merck référence 773, pour permettre une comparaison des résultats entre laboratoires.

Cette solution se conserve une semaine.

4.2. Ammoniaque, solution à 8,0 g/l de NH_3.

4.3. Diméthylformamide, solution à 75 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 75 ml de diméthylformamide. Diluer avec de l'eau, laisser refroidir et compléter au trait repère.

4.4. Citrate d'ammonium et de fer (III) à 28 % de fer, solution à 3,5 g/l, préparée vingt-quatre heures avant emploi.

5. MODE OPÉRATOIRE

5.1. Préparation de l'échantillon pour essai

Éliminer de l'échantillon pour laboratoire les matières étrangères au sorgho, puis broyer l'échantillon dans le broyeur mécanique (3.1) afin de le réduire en particules passant intégralement au travers d'un tamis de 1 mm d'ouverture de maille (3.2). Bien homogénéiser.

5.2. Teneur en eau de l'échantillon pour essai

Déterminer la teneur en eau de l'échantillon pour essai.

5.3. Prise d'essai

Introduire dans un tube à centrifuger (3.4) environ 1 g d'échantillon pour essai (5.1) pesé à 1 mg près.

5.4. Détermination

5.4.1. Verser dans le tube à centrifuger, à la pipette (3.8), 20 ml de la solution de diméthylformamide (4.3). Boucher le tube hermétiquement et l'agiter durant 60 ± 1 min à l'aide de l'agitateur (3.5). Centrifuger ensuite durant 10 min avec une accélération de 3 000 g.

5.4.2. Prélever, à l'aide d'une pipette (3.8), 1 ml du liquide surnageant (5.4.1) et l'introduire dans un tube à essais (3.10). Ajouter successivement à la pipette : 6 ml d'eau et 1 ml de la solution d'ammoniaque (4.2), puis agiter pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur (3.6).

5.4.3. Prélever, à l'aide d'une pipette (3.8), 1 ml du liquide surnageant (5.4.1) et l'introduire dans un tube à essais (3.10). Ajouter successivement à la pipette : 5 ml d'eau, 1 ml de la solution de citrate d'ammonium de fer (III) (4.4), agiter pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur (3.6), puis ajouter à la pipette 1 ml de la solution d'ammoniaque (4.2) et agiter à nouveau pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur (3.6).

5.4.4. Transvaser les solutions obtenues en 5.4.2 et 5.4.3 dans des cuves de mesure et mesurer les absorbances au spectromètre (3.7), à 525 nm, par rapport à l'eau 10 ± 1 min après la fin des opérations de 5.4.2 et 5.4.3. Prendre comme résultat la différence des absorbances.

5.5. Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

5.6. Établissement de la courbe d'étalonnage

Avertissement : la gamme d'étalonnage doit être refaite tous les jours.

5.6.1. Préparer 6 fioles jaugées de 20 ml (3.11) et introduire à l'aide de la pipette (3.9) respectivement 0, 1, 2, 3, 4 et 5 ml de la solution d'acide tannique (4.1). Compléter au trait repère avec la solution de diméthylformamide (4.3). La gamme d'étalonnage ainsi obtenue est de 0, 0,1, 0,2, 0,3 0,4 et 0,5 mg/ml.

5.6.2. Introduire, à la pipette, dans des tubes à essais (3.10) 1 ml de chacune de ces solutions et y ajouter, à la pipette (3.8), successivement : 5 ml d'eau 1 ml de solution de citrate d'ammonium de fer (III) (4.4), agiter pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur (3.6) puis ajouter 1 ml de solution d'ammoniaque (4.2) et agiter à nouveau pendant quelques secondes avec l'agitateur (3.6).

Transvaser les solutions ainsi obtenues dans des cuves de mesure et mesurer après 10 ± 1 min les absorbances au spectromètre, à 525 nm, par rapport à l'eau.

5.6.3. Tracer la courbe d'étalonnage en portant, en ordonnées, les valeurs de l'absorbance et, en abscisses, les concentrations correspondantes d'acide tannique de la gamme d'étalonnage (5.6.1), en milligrammes par millilitre.

Note : Cette droite ne passe pas par l'origine et aucune correction du zéro ne doit être effectuée.

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en tanins, exprimée en pourcentage en masse d'acide tannique par rapport à la matière sèche, est égale à :

$$\frac{2 \cdot C}{m} \cdot \frac{100}{100 - H}$$

où :

C est la concentration en acide tannique, en milligrammes par millilitre, de la solution d'essai, lue sur la courbe d'étalonnage (5.6.3),

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.3),

H est la teneur, en eau de l'échantillon pour essai, en pourcentage en masse (5.2).»