I

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

RÈGLEMENT (CE) N° 454/95 DE LA COMMISSION

du 28 février 1995

portant modalités d'application des interventions sur le marché du beurre et de la crème de lait

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement (CEE) n° 804/68 du Conseil, du 27 juin 1968, portant organisation commune des marchés dans le secteur du lait et des produits laitiers (1), modifié en dernier lieu par l'acte d'adhésion de l'Autriche, de la Finlande et de la Suède, et notamment son article 6 paragraphe 6 et ses articles 28 et 30,

considérant que le règlement (CEE) n° 985/68 du Conseil, du 15 juillet 1968, établissant les règles générales régissant les mesures d'intervention sur le marché du beurre et de la crème de lait (2), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 2045/91 (3) sera abrogé avec effet au 1er mars 1995 par le règlement (CE) n° 2807/94 du Conseil (4) ; qu'il y a lieu, par conséquent, d'inclure les règles qui n'ont pas été incorporées au règlement (CEE) n° 804/68 dans les modalités d'application des interventions sur le marché du beurre et de la crème de lait prévues par le règlement (CEE) n° 685/69 de la Commission (5), modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 393/94 (6) ; que l'importance des adaptations à apporter au règlement (CEE) n° 685/69 ainsi que le nombre élevé de modifications dont ce règlement a déjà fait l'objet rendent appropriée la refonte de celui-ci pour des raisons de clarté et de transparence ; qu'il y a lieu en conséquence d'abroger le règlement (CEE) n° 685/69 ;

considérant que ne peut être acheté par les organismes d'intervention que le beurre répondant à la définition et aux conditions de qualité et de présentation requises ; que, compte tenu des spécifications techniques relatives à la détermination de la qualité du beurre, il y a lieu de fixer les exigences qualitatives auxquelles le beurre doit répondre ainsi que les méthodes d'analyse et les modalités concernant le contrôle de qualité ; que, toutefois, la possibilité pour les États membres d'établir un système d'autocontrôle sous certaines conditions devrait être prévue ;

considérant que les classes nationales de qualité du beurre restent valables en tant que condition d'éligibilité à l'aide au stockage privé et peuvent être indiquées également sur l'emballage du beurre acheté à l'intervention ; qu'il est nécessaire de déterminer les classes nationales y afférentes ;

considérant que le beurre peut être acheté à l'intervention par un organisme d'intervention relevant d'un État membre autre que celui sur le territoire duquel le beurre était fabriqué ; qu'il y a lieu par conséquent de prévoir, dans ces circonstances, les moyens permettant à l'organisme d'intervention acheteur de s'assurer que les conditions de qualité et de présentation sont respectées, ainsi que de préciser que la distance entre l'entrepôt du vendeur et la frontière de l'État membre de l'organisme d'intervention acheteur n'est pas pris en compte pour le calcul de la distance maximale relative au paiement des frais supplémentaires de transport ;

considérant que, afin d'assurer le bon fonctionnement du régime d'intervention, il y a lieu de préciser les conditions relatives à l'agrément des entreprises de production et le contrôle de leur respect, et les obligations des États membres en vue de la bonne conservation des quantités stockées, en prévoyant notamment l'accès aux stocks et l'identification des lots ainsi que l'assurance pour couvrir les risques des produits stockés ; qu'il y a lieu également, afin d'assurer une fréquence et un niveau de contrôle uniforme, de préciser et la nature et le nombre d'inspections à effectuer auprès des stockeurs par les autorités nationales ;

considérant que, afin d'assurer qu'aucun paiement du beurre acheté n'est effectué indûment, il convient de réduire la période probatoire du beurre et de préciser que le respect de toutes les conditions requises soit vérifié avant le paiement ; que la faculté donnée au vendeur de remplacer les quantités défectueuses de beurre peut être supprimée sans conséquences préjudicielles pour les opérateurs ;

considérant que, pour faciliter le contrôle de la présence des produits en entrepôt sous contrats de stockage privé, il

(1) JO n° L 148 du 28. 6. 1968, p. 13.
(2) JO n° L 169 du 18. 7. 1968, p. 1.
(3) JO n° L 187 du 13. 7. 1991, p. 1.
(4) JO n° L 298 du 19. 11. 1994, p. 1.
(5) JO n° L 90 du 15. 4. 1969, p. 12.
(6) JO n° L 53 du 24. 2. 1994, p. 11.

convient de prévoir un déstockage par lot sauf si l'État membre autorise une quantité moindre ;

considérant que, compte tenu de la situation actuelle du marché du beurre et de la crème, il y a lieu de retarder la date du début des opérations d'entrée en stockage privé et de réduire la durée maximale de stockage ; que, afin d'assurer une gestion du régime de stockage privé plus claire, il convient de prévoir la fixation annuelle du montant de l'aide ;

considérant que, pour le reste, les dispositions relatives aux mesures d'intervention, y compris celles concernant l'écoulement du beurre détenu par les organismes d'intervention, ont fait leurs preuves et, avec certaines adaptations d'ordre technique, peuvent être maintenues ;

considérant que les faits générateurs du taux de conversion agricole applicable aux régimes de stockage public et stockage privé sont déterminés au règlement (CEE) n° 1756/93 de la Commission (1), modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 267/95 (2) ;

considérant que le comité de gestion du lait et des produits laitiers n'a pas émis d'avis dans le délai imparti par son président,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

Article premier

Le présent règlement établit les modalités d'application relatives aux mesures d'intervention prévues dans le secteur du lait et des produits laitiers à l'article 6 du règlement (CEE) n° 804/68.

TITRE PREMIER

Achats et écoulement d'intervention publique du beurre

Article 2

Les organismes d'intervention n'achètent que du beurre qui répond à la définition prévue à l'article 6 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 804/68 et aux exigences de qualité visées à l'annexe I et pour lesquelles les conditions suivantes sont satisfaites :

a) le contrôle de qualité a été effectué selon les méthodes d'analyse visées aux annexes I, III et IV et sur la base des échantillons prélevés selon les modalités visées à l'annexe V. Toutefois, en ce qui concerne le contrôle de la qualité, les États membres peuvent, après accord de la Commission établir, sous leur surveillance, un système d'autocontrôle pour certaines exigences de qualité et pour certaines entreprises agréées ;

b) le beurre ne dépasse pas les niveaux maximaux admissibles de radioactivité rendus applicables par la réglementation communautaire.

Les niveaux applicables aux produits d'origine communautaires sont ceux fixés à l'article 3 du règlement (CEE) n° 737/90 du Conseil (3). Le contrôle du niveau de contamination radioactive du produit n'est effectué que si la situation l'exige et pendant la période nécessaire. En cas de besoin, la durée et la portée des mesures de contrôle sont déterminées selon la procédure prévue à l'article 30 du règlement (CEE) n° 804/68 ;

c) le beurre a été fabriqué au cours d'une période de quatorze jours précédant le jour de la réception de l'offre de vente du beurre par l'organisme d'intervention ;

d) la quantité minimale, le conditionnement et l'emballage visés à l'article 4 du présent règlement sont respectés.

Article 3

1. L'entreprise visée à l'article 6 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 804/68 n'est agréée que si elle :

a) est agréée selon l'article 10 de la directive 92/46/CEE du Conseil (4) et dispose des installations techniques appropriées ;

b) s'engage à tenir en permanence les registres, déterminés par l'organisme compétent de chaque État membre, consignant l'origine des matières premières, les quantités de beurre obtenues, le conditionnement, l'identification et la date de sortie de chaque lot de production pour l'intervention publique ;

c) accepte de soumettre à un contrôle officiel spécifique sa fabrication de beurre susceptible d'être offert à l'intervention et, le cas échéant, de satisfaire aux exigences de la classe nationale de qualité visée à l'annexe II ;

d) s'engage à informer l'organisme compétent chargé du contrôle, au moins deux jours ouvrables à l'avance, de son intention de fabriquer du beurre pour l'intervention publique. Toutefois, l'État membre peut fixer un délai plus bref.

2. Afin d'assurer le respect des dispositions du présent règlement, les organismes compétents assurent des contrôles inopinés sur place, en fonction du programme de production de beurre d'intervention des entreprises concernées.

Ces contrôles doivent assurer au moins :

— un contrôle par période de vingt-huit jours de production pour l'intervention et au moins une fois par semestre, afin d'examiner les éléments visés au paragraphe 1 point b),

(1) JO n° L 161 du 2. 7. 1993, p. 48.
(2) JO n° L 31 du 10. 2. 1995, p. 6.
(3) JO n° L 82 du 29. 3. 1990, p. 1.
(4) JO n° L 268 du 14. 9. 1992, p. 1.

— un contrôle par semestre, afin de vérifier le respect des conditions d'agrément visées au paragraphe 1.

3. L'agrément est retiré si les conditions préalables prévues au paragraphe 1 ne sont plus satisfaites. À la demande de l'entreprise concernée, l'agrément peut être rétabli après une période de six mois à l'issue d'un contrôle approfondi.

Dans le cas où il est constaté qu'une entreprise n'a pas respecté l'un de ses engagements visés au paragraphe 1 points b), c) et d), sauf en cas de force majeure, l'agrément est suspendu pour une période allant d'un à douze mois en tenant compte de la gravité de l'irrégularité.

L'État membre peut décider de ne pas imposer ladite suspension lorsqu'il est établi que l'irrégularité n'a pas été commise délibérément ou par négligence grave et qu'elle est d'une importance minime au regard de l'efficacité des contrôles prévus au paragraphe 2.

4. Les contrôles effectués en vertu des paragraphes 2 et 3 doivent faire l'objet d'un rapport précisant :

— la date du contrôle,

— sa durée,

— les opérations effectuées.

Le rapport de contrôle doit être signé par l'agent responsable.

5. Les États membres communiquent à la Commission les mesures prises concernant les contrôles prévus aux paragraphes 2 et 3 dans le délai d'un mois à compter de leur adoption.

6. Dans le cas où le beurre est offert à l'intervention dans un État membre autre que l'État membre de production, l'achat est subordonné à la présentation d'un certificat fourni par l'organisme compétent de l'État membre de production comportant les indications visées à l'article 4 paragraphe 4 points a), b) et d).

Dans le cas où l'État membre de production a effectué les contrôles visés à l'article 2 point a), le certificat comporte également les résultats de ces contrôles. Dans ce cas, l'emballage visé à l'article 4 paragraphe 3 doit être scellé par une étiquette numérotée de l'organisme de l'État membre de production. Ce numéro doit figurer dans le certificat susvisé.

Article 4

1. La quantité minimale de l'offre est de dix tonnes. Les États membres peuvent prévoir que le beurre soit offert par tonne entière.

2. Le beurre est conditionné en blocs de vingt-cinq kilogrammes nets au moins.

3. Les emballages sont neufs, en matériaux résistants et conçus de façon à assurer la protection du beurre tout au long des opérations de transport, de stockage et d'écoulement.

4. L'emballage porte au moins les indications suivantes, le cas échéant, transcrites en code :

a) le numéro d'agrément identifiant l'usine et l'État membre de production ;

b) la date de production ;

c) la date d'entrée en stock ;

d) le numéro de la livraison et du colis ;

e) la mention « beurre de crème douce » lorsque le pH (potentiel d'hydrogène) de la phase acqueuse du beurre y correspond ;

f) la classe nationale de qualité visée à l'annexe II dans le cas où l'État membre de production l'exige.

Les États membres peuvent prévoir que l'obligation de l'inscription de la date d'entrée en stock sur les emballages ne s'applique pas si le responsable de l'entrepôt de stockage s'engage à tenir un registre sur lequel les indications figurant à l'alinéa précédent sont inscrites le jour de l'entrée en stock.

5. L'organisme d'intervention enregistre le jour de la réception de l'offre de vente ainsi que les quantités et les dates de fabrication correspondantes, de même que le lieu où le beurre offert est entreposé. Après vérification des éléments de l'offre, l'organisme d'intervention délivre sans délai un bon de livraison daté et numéroté indiquant :

a) la quantité à livrer ;

b) le calendrier de livraison du beurre ;

c) les entrepôts frigorifiques où doit se faire la livraison.

Article 5

1. Au sens du présent titre, le jour de la prise en charge est le jour de l'entrée du beurre dans l'entrepôt frigorifique désigné par l'organisme d'intervention mais au plus tôt le jour suivant le jour de l'émission du bon de livraison. Le paiement du beurre est effectué entre le quarante-cinquième et le soixante-cinquième jour après la prise en charge du beurre, pour autant que le respect des exigences visées à l'article 2 soit vérifié.

2. Le beurre est soumis à une période probatoire de stockage. Celle-ci est fixée à trente jours débutant le jour de la prise en charge.

3. Par son offre, le vendeur s'engage, dans le cas où il résulterait du contrôle à l'entrée dans l'entrepôt désigné par l'organisme d'intervention que le beurre n'est pas conforme aux exigences fixées à l'article 2, ou dans le cas où à la fin de la période probatoire de stockage, la qualité organoleptique minimale du beurre se révèlerait inférieure à celle fixée à l'annexe I :

— à reprendre le beurre en cause,

— à payer les frais de stockage du beurre concerné à partir du jour de la prise en charge jusqu'à la date de sortie.

Ces frais de stockage sont fixés forfaitairement par tonne de la façon suivante :

a) 28,00 écus pour les frais fixes ;

b) 0,45 écu par jour de stockage pour les frais d'entreposage frigorifique.

Les montants sont portés en crédit au compte du Fonds européen d'orientation et de garantie agricole (FEOGA), section « garantie ».

Article 6

1. Les États membres établissent des normes techniques en prévoyant notamment une température de stockage égale ou inférieure à − 15 °C, pour les entrepôts frigorifiques visés à l'article 6 paragraphe 1 troisième alinéa du règlement (CEE) n° 804/68, et prennent toute autre mesure en vue de garantir la bonne conservation du beurre. Les risques y afférents sont couverts par une assurance prenant la forme soit d'une obligation contractuelle des stockeurs, soit d'une assurance globale de l'organisme d'intervention ; l'État membre peut aussi être son propre assureur.

2. Les organismes d'intervention exigent que la mise en stock et le stockage du beurre soient effectués sur palettes et de manière à constituer des lots facilement identifiables et aisément accessibles.

3. L'organisme compétent chargé du contrôle procède au contrôle inopiné de la présence des produits en entrepôt tel que prévu à l'article 4 du règlement (CEE) n° 618/90 de la Commission (1).

Article 7

1. L'organisme d'intervention choisit l'entrepôt frigorifique disponible le plus proche du lieu où le beurre est entreposé.

Toutefois, et pour autant que le choix d'un autre entrepôt n'entraîne pas de frais supplémentaires de stockage, l'organisme peut :

a) choisir un autre entrepôt à l'intérieur de la distance visée au paragraphe 2 ;

b) au-delà de cette distance, choisir un autre entrepôt lorsque ce choix conduit à une moindre dépense, en tenant compte des frais de stockage et de transport concernés. Dans ce cas, l'organisme d'intervention communique son choix sans délai à la Commission.

2. La distance maximale visée à l'article 6 paragraphe 1 quatrième alinéa du règlement (CEE) n° 804/68 est fixée à 350 kilomètres. Au-delà de cette distance, les frais supplémentaires de transport supportés par l'organisme d'intervention sont fixés à 0,065 écu par tonne et par kilomètre.

Toutefois, dans le cas où l'organisme d'intervention acheteur relève d'un autre État membre que celui sur le territoire duquel le beurre offert est entreposé, il n'est pas tenu compte, pour le calcul de la distance maximale visée au premier alinéa de la distance entre l'entrepôt de stockage du vendeur et la frontière de l'État membre de l'organisme d'intervention acheteur.

3. Les frais supplémentaires visés au paragraphe 2 ne sont supportés par l'organisme d'intervention que si la température du beurre n'est pas supérieure à 6 °C à l'arrivée à l'entrepôt.

Article 8

1. Lors du déstockage du beurre, l'organisme d'intervention, en cas de livraison départ entrepôt frigorifique, met à la disposition le beurre au quai de l'entrepôt sur palette et, le cas échéant, chargé sur moyen de transport, s'il s'agit d'un camion ou d'un wagon de chemin de fer. Les frais y afférents sont à la charge de l'organisme d'intervention et les frais d'arrimage et dépalettissage éventuels sont à la charge de l'acheteur du beurre.

2. Dans le cadre des fournitures au titre de l'aide alimentaire, les dispositions du paragraphe 1 sont d'application.

3. Les autres dispositions relatives à l'écoulement du beurre détenu par l'organisme d'intervention sont déterminées cas par cas.

TITRE II

Aides au stockage privé du beurre ou de la crème

Article 9

Les contrats relatifs au stockage privé de la crème et du beurre visés à l'article 6 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 804/68 sont conclus entre les organismes d'intervention des États membres et des personnes physiques ou morales, ci-après dénommées « contractants ».

Article 10

1. Ne peut faire l'objet d'un contrat de stockage privé que la crème et le beurre visés à l'article 6 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 804/68 produits dans une entreprise agréée conformément aux dispositions de l'article 3 paragraphe 1 au cours de la période de vingt-huit jours précédant le jour du début du stockage contractuel. Le beurre doit correspondre à la classe nationale de qualité de l'État membre de production visée à l'annexe II, et ne doit pas dépasser les niveaux maximaux admissibles de radioactivité visée à l'article 2 point b).

(1) JO n° L 67 du 15. 3. 1990, p. 21.

Aucun contrat de stockage ne peut être conclu pour du beurre ou de la crème :

a) pour lesquels a été demandé l'octroi d'une aide à la consommation directe prévue par d'autres dispositions communautaires ;

b) qui ont été placés sous le régime visé à l'article 5 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 565/80 du Conseil (1) ; le placement ultérieur sous ce régime est considéré comme sortie de stock au sens du paragraphe 7.

2. Au sens du présent titre, on entend par lot une quantité de beurre ou de crème d'au moins une tonne et de composition et de qualité homogènes provenant de la même entreprise agréée, entrée en stock le même jour dans le même entrepôt.

3. Lorsque le stockage du beurre est effectué dans un État membre autre que l'État membre de production, la conclusion du contrat de stockage est subordonnée à la présentation d'un certificat fourni par l'organisme compétent de l'État membre de production comportant les indications visées au paragraphe 6 point a), b) et d) et la confirmation que le beurre correspond à la classe nationale de qualité de l'État membre de production, visée à l'annexe II.

4. Le contrat de stockage est établi par écrit pour un ou plusieurs lots et comporte notamment des dispositions relatives :

a) à la quantité de beurre ou de crème à laquelle le contrat s'applique ;

b) au montant de l'aide, sans préjudice de l'article 16 ;

c) aux dates afférentes à l'exécution du contrat, compte tenu des dispositions de l'article 6 paragraphe 2 quatrième alinéa deuxième phrase du règlement (CEE) n° 804/68 ;

d) à l'identification des entrepôts frigorifiques.

5. Les mesures de contrôle et notamment celles visées à l'article 11 ainsi que les indications visées au paragraphe 6 font l'objet d'un cahier des charges établi par l'organisme d'intervention de l'État membre de stockage. Le contrat de stockage fait référence à ce cahier des charges.

6. Le cahier des charges prévoit pour chaque lot que l'emballage porte au moins les indications suivantes, le cas échéant, transcrites en code :

a) le numéro d'agrément identifiant l'usine et l'État membre de production ;

b) la date de production ;

c) la date d'entrée en stock ;

d) le numéro du lot ;

e) la mention « salé » lorsqu'il s'agit du beurre visé à l'article 6 paragraphe 2 premier alinéa troisième tiret du règlement (CEE) n° 804/68 ;

f) la classe nationale de qualité visée à l'annexe II ;

g) le poids net.

Les États membres peuvent prévoir que l'obligation de l'inscription de la date d'entrée en stock sur les emballages ne s'applique pas si le responsable de l'entrepôt de stockage s'engage à tenir un registre sur lequel les indications figurant à l'alinéa précédent sont inscrites le jour de l'entrée en stock.

7. Le jour du début du stockage contractuel est le jour suivant celui de l'entrée en stock. Le dernier jour de stockage contractuel est celui qui précède le jour de sortie de stock.

La demande d'aide du contractant ne peut concerner que des lots de beurre ou de crème pour lesquels les opérations d'entrée en stock sont terminées.

Cette demande doit parvenir à l'organisme d'intervention dans un délai maximal de trente jours à compter de la date de l'entrée en stock. L'organisme d'intervention enregistre le jour de la réception de la demande. Toutefois, dans le cas où la demande parvient à l'organisme d'intervention dans un délai de cinq jours ouvrables suivant le délai maximal susvisé, le contrat de stockage peut être conclu mais le montant de l'aide sera réduit de 30 %.

Le contrat de stockage est conclu dans un délai maximal de trente jours à compter de la date de l'enregistrement de la demande.

Dans le cas visé au paragraphe 3, le contrat de stockage est conclu dans un délai maximal de soixante jours à compter de la date de l'enregistrement de la demande.

Article 11

1. L'État membre s'assure que toutes les conditions donnant droit au paiement de l'aide soient respectées.

2. Le contractant tient à la disposition de l'organisme compétent chargé du contrôle de la mesure toute documentation permettant notamment de s'assurer, en ce qui concerne les produits placés sous stockage privé, des éléments suivants :

a) le numéro d'agrément identifiant l'usine et l'État membre de production ;

b) la date de production ;

c) la date d'entrée en stock ;

d) le numéro du lot :

e) la présence en entrepôt ;

f) la date du déstockage.

3. Le contractant ou, le cas échéant, à sa place, l'exploitant de l'entrepôt, tient pour chaque contrat une comptabilité matière, disponible à l'entrepôt, comportant :

(1) JO n° L 62 du 7. 3. 1980, p. 5.

a) l'identification, par numéro de lot, des produits placés sous stockage privé ;

b) les dates de l'entrée en stock et du déstockage ;

c) la quantité du beurre ou de la crème, indiquée par lot ;

d) la localisation des produits dans l'entrepôt.

4. Les produits stockés doivent être facilement identifiables, aisément accessibles et être individualisés par contrat.

5. L'organisme compétent effectue des contrôles en vue d'assurer que les produits stockés sont éligibles à l'aide lors de la mise en stock ou au cours d'une période de vingt et un jours suivant la date de l'enregistrement de la demande d'aide. Ces contrôles comportent notamment la vérification du poids et l'identification des produits, ainsi que la vérification par sondage de leur nature.

6. L'organisme compétent chargé du contrôle procède :

a) — soit au scellement au moment du contrôle visé au paragraphe 5 de l'ensemble des produits par contrats, par lot, ou par quantité moindre,

— soit à un contrôle inopiné, par sondage, de la présence des produits en entrepôt. L'échantillon retenu doit être représentatif et correspondre à un minimum de 10 % de la quantité contractuelle globale d'une mesure d'aide au stockage privé.

b) à un contrôle, par sondage, lors de la sortie des produits portant sur le poids et l'identification. À cet effet, le contractant informe l'organisme compétent cinq jours ouvrables au moins avant le début des opérations de sortie de stock en indiquant les lots destinés à être déstockés. Toutefois, l'État membre peut accepter un délai plus bref.

7. Les contrôles effectués en vertu des paragraphes 5 et 6 doivent faire l'objet d'un rapport précisant :

— la date du contrôle,

— sa durée,

— les opérations effectuées.

Le rapport de contrôle doit être signé par l'agent responsable.

8. En cas d'irrégularités affectant 5 % ou plus des quantités des produits soumis au contrôle, le contrôle est étendu à un échantillon plus large, à déterminer par l'organisme compétent.

Article 12

1. L'aide au stockage privé prévue à l'article 6 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 804/68 ne peut être accordée que si la durée du stockage est de quatre-vingt-dix jours au moins. Le montant de l'aide ne peut être supérieur à un montant correspondant à une durée de stockage de deux cent dix jours.

2. Les opérations d'entrée en stock ne peuvent avoir lieu qu'entre le 15 avril et le 15 août de la même année. Les opérations de sortie de stock ne peuvent avoir lieu qu'à partir du 16 août de l'année de stockage.

3. Le déstockage est effectué par lot entier, ou, si l'organisme compétent l'autorise, pour une quantité moindre. Toutefois, dans le cas visé à l'article 11 paragraphe 6 point a) premier tiret, le déstockage ne peut concerner qu'une quantité scellée.

4. Il est procédé chaque année selon la procédure prévue à l'article 30 du règlement (CEE) n° 804/68, pour les contrats de stockage privé qui commencent au cours de cette année, à la détermination du montant de l'aide visé à l'article 6 paragraphe 2 dudit règlement.

Si la situation du marché l'exige, le montant de l'aide ainsi que les périodes des opérations d'entrée et de sortie de stock et la durée maximale du stockage peuvent être modifiés au cours de l'année pour les contrats à conclure.

5. L'aide est payée sur demande de l'intéressé au plus tard dans un délai de cent vingt jours calculés à partir du dernier jour du stockage contractuel. Toutefois, lorsqu'une enquête administrative concernant le droit à l'aide est en cours, le paiement n'intervient qu'après la reconnaissance du droit à l'aide.

Après soixante jours de stockage contractuel et sur demande de l'intéressé, une seule avance sur l'aide peut être versée à condition que le contractant constitue une garantie égale au montant de l'avance majoré de 10 %.

Cette avance est calculée sur la base d'une période de stockage de cent vingt jours.

Article 13

1. Dans le cas où, à la fin des soixante premiers jours de stockage, la diminution de la qualité du beurre ou de la crème se révèle supérieure à celle qui résulte normalement de la conservation, les contractants peuvent être autorisés, une fois par lot, à remplacer, à leurs frais, les quantités défectueuses par une même quantité de beurre ou de crème visés à l'article 6 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 804/68.

2. Dans le cas visé au paragraphe 1, pour calculer l'aide, le premier jour du stockage contractuel est le jour du début de stockage contractuel indiqué dans le contrat conformément à l'article 10 paragraphe 7 premier alinéa.

Article 14

1. En ce qui concerne le beurre et par dérogation à l'article 12 paragraphe 3, à l'expiration d'une période de stockage contractuel de soixante jours, le contractant peut

procéder au déstockage d'un ou plusieurs lots sous contrats, ou une quantité moindre si l'organisme compétent l'autorise à condition que, dans les soixante jours suivant celui de la sortie du stock, le beurre, en l'état ou après transformation en butteroil :

— ait quitté le territoire douanier de la Communauté,

— ait atteint sa destination dans les cas visés à l'article 5 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 3665/87 de la Commission (1)

ou

— ait été placé dans un entrepôt d'avitaillement agréé conformément aux dispositions de l'article 38 du règlement (CEE) n° 3665/87.

Le contractant en informe l'organisme d'intervention cinq jours ouvrables au moins avant le début des opérations de sortie de stock, en indiquant les quantités destinées à l'exportation. Toutefois, l'État membre peut accepter un délai plus bref.

2. Dans le cas visé au paragraphe 1 :

a) la preuve de l'exportation est apportée comme en matière de restitutions, conformément aux dispositions du règlement (CEE) n° 3665/87 ;

b) l'aide déterminée conformément à l'article 12 paragraphe 4 est calculée en fonction de la diminution de la durée du stockage ;

c) si le délai de soixante jours visé au paragraphe 1 n'est pas respecté, le montant de l'aide pour la quantité en cause est réduit de 15 % et de 5 % supplémentaires sur la partie restante par jour de dépassement du délai de soixante jours ;

d) la garantie visée à l'article 12 paragraphe 5 deuxième alinéa est libérée dès que la preuve de l'exportation est apportée conformément aux dispositions visées au point a), déduction faite d'un montant correspondant à la réduction de l'aide visée au point b).

Article 15

1. Une aide au stockage de la crème ne peut être accordée qu'à la crème pasteurisée et dont la teneur en matières grasses est égale au minimum à 35 % et au maximum à 80 %.

Toutefois, les États membres peuvent permettre aux contractants de s'engager volontairement pour tous les lots de tous les contrats conclus pendant la campagne à respecter une teneur minimale en matières grasses unique fixée à l'avance à l'intérieur des limites visées à l'alinéa précédent.

2. Pour le calcul de l'aide, les quantités de crème sont converties en équivalent-beurre par rapport au beurre à 82 % de matières grasses, en multipliant par 1,20 la quantité de matières grasses contenue dans la crème.

3. Le contrôle de la teneur en matières grasses visée au paragraphe 1 premier alinéa est effectué avant la congélation de la crème par un laboratoire agréé par l'organisme compétent.

4. En cas d'application du paragraphe 1 deuxième alinéa, l'aide est octroyée sur la base de la teneur minimale en matières grasses fixée à l'avance.

Dans ce cas, les États membres procèdent à des contrôles des matières grasses conformément au paragraphe 3 par sondages lors de visites fréquentes et inopinées.

Si, lors d'un tel contrôle, il est constaté que la teneur en matières grasses est inférieure à la teneur minimale fixée à l'avance, les dispositions suivantes s'appliquent à tous les lots entrés en stock depuis le dernier contrôle n'ayant pas donné lieu à des observations :

a) aucune aide n'est payée pour les lots en question. Toutefois, si la teneur en matières grasses constatée est inférieure de moins de 2 % à la teneur minimale fixée à l'avance, l'aide est payée en fonction de la teneur en matières grasses constatée après déduction d'un montant de 10 % ;

b) le paragraphe 1 deuxième alinéa n'est plus applicable au contractant concerné pendant le reste de la période de stockage.

Article 16

Dans les cas où le prix maximal d'achat fixé par adjudication conformément au règlement (CEE) n° 1589/87 de la Commission (2), exprimé en monnaie nationale, valable le jour du début du stockage contractuel :

a) est supérieur à celui valable le dernier jour du stockage contractuel, l'aide déterminée conformément à l'article 12 paragraphe 4 est majorée d'un montant égal à la partie de la diminution du prix maximal d'achat dépassant 2 % du prix valable le jour du début du stockage contractuel ;

b) est inférieur à celui valable le dernier jour du stockage contractuel, l'aide déterminée conformément à l'article 12 paragraphe 4 est diminuée d'un montant égal à la partie de l'augmentation du prix maximal d'achat dépassant 2 % du prix valable le jour du début de stockage contractuel. Toutefois, le montant de la diminution de l'aide ne peut pas dépasser le montant total de l'aide visée.

(1) JO n° L 351 du 14. 12. 1987, p. 1.

(2) JO n° L 146 du 6. 6. 1987, p. 27.

Article 17

Le règlement (CEE) n° 685/69 est abrogé. Toutefois, il reste applicable aux contrats de stockage privé conclus avant l'entrée en vigueur du présent règlement.

Les références au règlement (CEE) n° 685/69 doivent s'entendre comme faites au présent règlement.

Article 18

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 mars 1995.

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

Fait à Bruxelles, le 28 février 1995.

Par la Commission

Franz FISCHLER

Membre de la Commission

ANNEXE I

EXIGENCES DE COMPOSITION, CARACTÉRISTIQUES DE QUALITÉ ET MÉTHODES D'ANALYSE

Le beurre est une émulsion solide, principalement du type eau dans l'huile, qui présente les caractéristiques de composition et de qualité suivantes :

Paramètres	Teneur, caractéristiques de qualité	Méthode de référence
Matières grasses	Minimum 82 %	Norme FIL 80/1977
Eau	Maximum 16 %	Norme FIL 80/1977
Matières sèches non grasses	Maximum 2 %	Norme FIL 80/1977
Acides gras libres (1)	Maximum 1,2 mmole/100 g de matières grasses	Norme FIL 6B/1989
Indice de peroxyde (1)	Maximum 0,3 meq/l d'oxygène/1 000 g de matières grasses	Norme FIL 74A/1991 Isolation des matières grasses du lait : comme décrit dans la norme FIL 6B/1989 (protection contre la lumière)
Coliformes	Non détectables dans 1 g	Norme FIL 73A/1985
Matières grasses non lactiques (1)	Non détectables par analyse des triglycérides	Annexe III
Marqueurs de stérols (2)	Non détectables	Règlement (CE) n° 86/94 de la Commission (JO n° L 17 du 20. 1. 1994, p. 7)
Autres marqueurs (2)	Non détectables	Méthodes approuvées par l'autorité compétente
Caractéristiques sensorielles	Au moins 4 points sur 5 pour l'aspect, la flaveur et la consistance	Annexe IV
Dispersion de l'eau	Au moins 4 points	Norme FIL 112A/1989

(1) Pour ces trois paramètres, les normes sont applicables 6 mois après la publication au Journal officiel. Fondées sur les données obtenues dans les États membres et soumises à la Commission, elles seront modifiées si nécessaire.

(2) Marqueurs acceptés au titre des règlements (CEE) n° 3143/85, (CEE) n° 570/88 et (CEE) n° 429/90.

ANNEXE II

CLASSE NATIONALE DE QUALITÉ

— « beurre de laiterie ; qualité extra ; melkerijboter ; extra kwaliteit » en ce qui concerne le beurre belge,

— « smor of forste kvalitet » en ce qui concerne le beurre danois,

— « Markenbutter » en ce qui concerne le beurre allemand,

— « pasteurisé A » en ce qui concerne le beurre français,

— « Irish creamery butter » en ce qui concerne le beurre irlandais,

— « produit exclusivement à partir de crème de lait qui a été soumise à un traitement de centrifugation et de pasteurisation », en ce qui concerne le beurre italien,

— « Marque Rose » ou « Beurre de première qualité » en ce qui concerne le beurre luxembourgeois,

— « Extra kwaliteit » en ce qui concerne le beurre néerlandais,

— « Extra selected » en ce qui concerne le beurre de Grande-Bretagne et « premium » en ce qui concerne le beurre d'Irlande du Nord,

— « produit exclusivement à partir de crème de lait qui a été soumise à un traitement de centrifugation et de pasteurisation », en ce qui concerne le beurre grec,

— « produit exclusivement à partir de lait de vache ou de crème de lait pasteurisés » en ce qui concerne le beurre espagnol,

— « produit exclusivement à partir de lait ou de crème de lait de vache pasteurisés » en ce qui concerne le beurre portugais.

— classé « Teebutter » en ce qui concerne le beurre de qualité autrichien,

— classé « meijerivoi/mejerismör » en ce qui concerne le beurre finlandais,

— classé « svenskt smör » en ce qui concerne le beurre suédois.

ANNEXE III

MÉTHODE DE RÉFÉRENCE DE DÉTECTION DES MATIÈRES GRASSES ÉTRANGÈRES DANS LES MATIÈRES GRASSES LACTIQUES PAR ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE EN PHASE GAZEUSE DES TRIGLYCÉRIDES — RÉVISION 1

1. Objet et champ d'application

La présente norme définit une méthode de détection des matières grasses étrangères, végétales comme animales, telles que la graisse de bœuf et le saindoux, dans les matières grasses lactiques du lait et des produits laitiers au moyen de l'analyse chromatographique en phase gazeuse des triglycérides.

À l'aide de formules de triglycérides définies, une analyse quantitative des graisses végétales et animales est effectuée dans les matières grasses lactiques pures, indépendamment des conditions d'administration ou de lactation.

Note 1 : bien que l'acide butyrique (C 4), présent exclusivement dans les matières grasses lactiques, permette d'effectuer des estimations quantitatives de petites et moyennes quantités de matières grasses lactiques dans les graisses végétales, des informations qualitatives et quantitatives ne peuvent guère être fournies dans l'intervalle d'un ajout d'au moins jusqu'à 20 % de matières grasses étrangères aux matières grasses lactiques pures en raison de la grande variation de C 4, qui va approximativement de 3,5 % à 4,5 %.

Note 2 : des résultats quantitatifs ne peuvent pratiquement être obtenus que par des analyses des triglycérides parce que la teneur en stérols des graisses végétales varie selon les conditions de production et de traitement.

2. Notion

Matière grasses étrangères dans les matières grasses lactiques : les matières grasses étrangères définies dans la présente norme sont l'ensemble des graisses végétales et animales, à l'exception des matières grasses lactiques.

3. Principe de la méthode

Après extraction des matières grasses lactiques, une solution mère est préparée.

À partir de cette solution, les triglycérides (nombres totaux de carbones) sont déterminés par chromatographie en phase gazeuse sur colonnes à garnissage. En insérant le pourcentage du poids des molécules de matières grasses de différentes tailles (C24 — C54 — uniquement nombres pairs) dans la formule de triglycérides, une analyse qualitative ou quantitative des matières grasses étrangères peut être effectuée.

Note : moyennant respect de la procédure décrite ci-dessus, la méthode de la chromatographie en phase gazeuse avec colonnes capillaires peut être utilisée si des résultats comparables sont garantis (1).

4. Réactifs

Les produits chimiques utilisés doivent être de qualité analytique.

4.1. Gaz vecteur : azote, degré de pureté ≥ 99,996 %

4.2. Triglycérides de référence (2), saturés et cholestérol pour l'adoption comme référence d'une matière grasse conformément au point 6.5.4.

4.3. Méthanol, sans eau

4.4. n-Hexane

4.5. n-Heptane

4.6. Toluène

4.7. Solution de diméthylchlorosilane : 50 ml de diméthylchlorosilane sont dissous dans 283 ml de toluène

4.8. Gaz combustible : hydrogène et air synthétique

4.9. Phase stationnaire, 3 % OV-1 sur 125/150 µm (100/120 mesh) de Gas ChromQ (3)

4.10. Solution de beurre de cacao à 10 %

(1) Des méthodes adéquates ont déjà été décrites. Voir D. Precht et J. Molkentin : Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns, Chrompack News 4 16-17 (1993).
(2) Des produits adéquats sont disponibles dans le commerce.
(3) Des marques telles que Extrelut, GasChromQ, Chrompack sont des exemples de produits adéquats disponibles dans le commerce spécialisé. Cette information est fournie à titre purement indicatif. Le grain est indiqué en µm (unité SI), conformément à la norme britannique BS 410 : 1988 « British Standard Specification for test sieves ».

5. **Appareillage**

Appareillage de laboratoire normal, et en particulier les appareils suivants :

5.1. Chromatographe en phase gazeuse à haute température, adapté à des températures d'au moins 400 à 450 °C, équipé d'un détecteur d'ionisation à flamme (DIF) et d'un régulateur de débit à masse constante pour le gaz vecteur. Gaz de combustion : 30 ml d'H_2, par minute, 270 ml d'air synthétique par minute.

Compte tenu du débit élevé du gaz vecteur, le jet de flamme devrait être particulièrement grand.

Note : en raison des températures élevées au cours des analyses des triglycérides, les inserts de verre dans le détecteur d'ionisation à flamme ou dans le système d'injection doivent être fréquemment nettoyés.

Le chromatographe en phase gazeuse doit être équipé de septums résistant à des températures élevées, qui peuvent être fréquemment utilisés et qui présentent généralement un faible degré « d'écoulement ».

Note : les septums Chromblue (tm) (Chrompack) sont appropriés.

Les septums doivent être remplacés à intervalles réguliers, par exemple après environ 100 injections ou dès que la résolution se détériore (voir schéma 4).

5.2. Colonne de chromatographie

Colonne de verre en forme de U (de 2 mm de diamètre intérieur et de 500 mm de long), qu'il convient d'abord de silaniser conformément au point 6.1 avec du diméthylchlorosilane, afin de désactiver la surface de verre.

Note : des colonnes à garnissage un peu plus longues (de 800 à 2 000 mm de long) sont également appropriées. Elles permettent d'obtenir une reproductibilité des résultats légèrement meilleure. En revanche, la phase stationnaire présente parfois des fractures après emploi, qui peuvent entraîner, à leur tour, des résultats quantitatifs plus mauvais. En outre, la flamme du détecteur d'ionisation à flamme s'éteint facilement parce que le débit exigé du gaz vecteur est extrêmement élevé (de 75 à 85 ml/min.)

5.3. Dispositif de remplissage de la colonne (voir schéma 1)

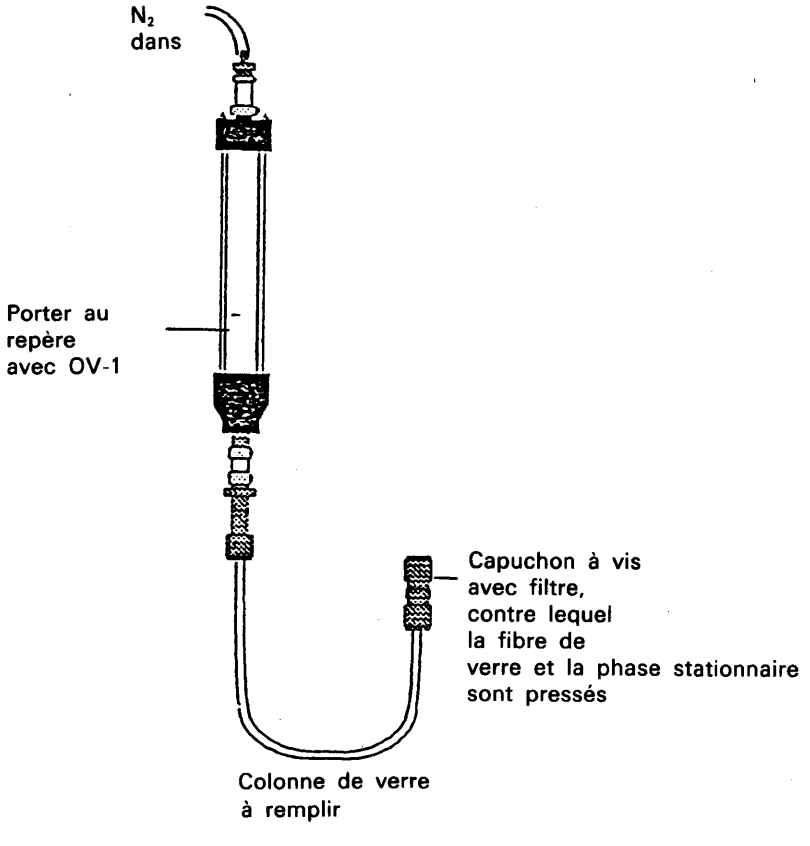


Schéma 1 : remplissage de la colonne

5.3.1. Colonne de plastique avec capuchons vissés qui comporte un repère indiquant jusqu'où la quantité exigée de phase stationnaire peut être versée

5.3.2. Tamis (taille des mailles environ 100 µm) avec capuchon à vis, permettant de fermer hermétiquement la colonne de verre conformément au schéma 1

5.3.3. Laine de verre silanisée, désactivée

5.3.4. Vibrateur pour une distribution uniforme de la phase stationnaire au cours du remplissage

5.4. 1 à 3 ml de colonne d'Extrelut (1) avec silicagel. Cette colonne peut être utilisée alternativement pour l'extraction en vue de l'obtention des matières grasses lactiques.

5.5. Joint de graphite de 6,4 mm (1/4") avec 6 mm de diamètre intérieur

5.6. Dispositifs pour silaniser la surface de verre de la colonne (point 6.1)

5.6.1. Flacon de Woulff

5.6.2. Pompe d'extraction d'eau

5.7. Bain-marie, réglable à (50 ± 2) °C

5.8. Armoire de dessication, réglable à (50 ± 2) °C et à (100 ± 2) °C

5.9. Pipette graduée en microlitres

5.10. Pipette graduée de 5 ml pour le dosage de 1,5 ml de méthanol

5.11. Fiole à fond rond de 50 ml

5.12. Fiole d'Erlenmeyer, volume nominal 50 ml

5.13. Entonnoir

5.14. Filtre à micropores

5.15. Évaporateur rotatif

5.16. Ampoules au volume nominal de 1 ml, pouvant se fermer avec un capuchon en aluminium, muni d'un septum à l'intérieur

5.17. Seringue à injection (le piston de la seringue utilisée ne doit pas toucher le bout de l'aiguille)

Note : De telles seringues permettent une meilleure reproductibilité des résultats.

Pour éviter que le septum ne se détériore, il est souhaitable de contrôler régulièrement la pointe de l'aiguille (par exemple avec un stéréomicroscope).

6. **Procédure**

6.1. Préparation de la colonne (silanisation)

Après raccordement du flacon de Woulff à la pompe d'extraction d'eau, comme indiqué au schéma 2, le tube 2 est plongé dans la solution visée au point 4.7. En fermant le robinet d'arrêt, la colonne est remplie ; ensuite, les deux tubes sont enlevés.

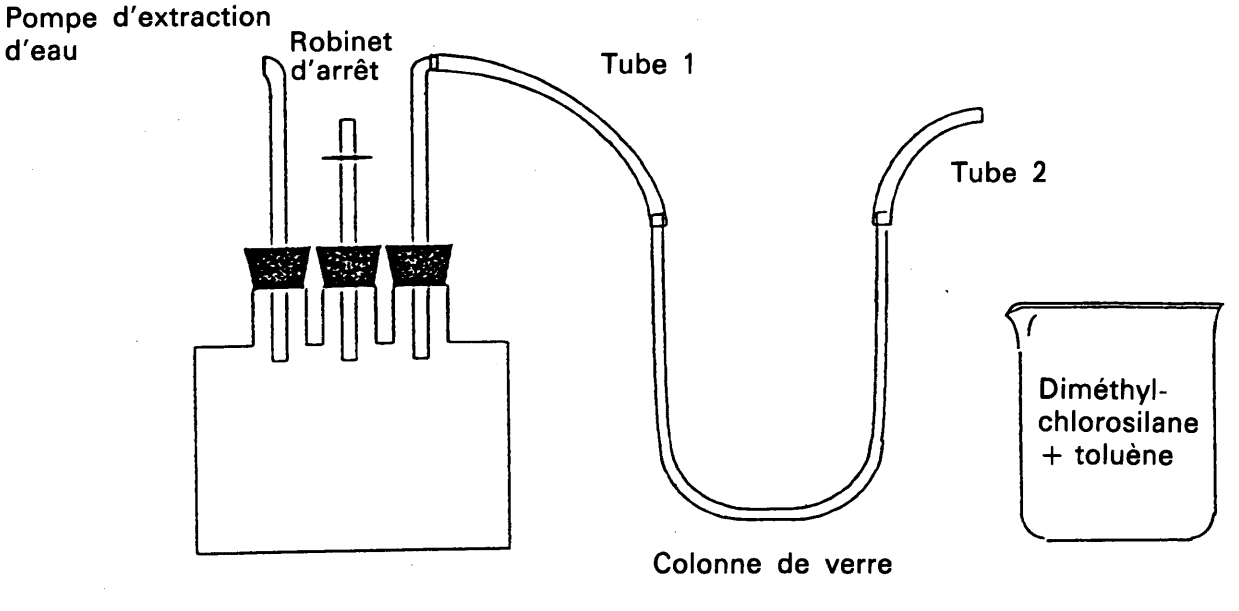


Schéma 2 : dispositif de silanisation

(1) Voir note de bas de page 3 de la page 11.

La colonne est fixée sur un support et complètement remplie avec la solution de diméthyldichlorosilane au moyen d'une pipette.

Après 20 à 30 min, le flacon de Woulff est remplacé par une fiole conique et la colonne vidée en étant raccordée à la pompe d'extraction d'eau (voir schéma 3).

6.2. Remplissage de la colonne

Des rinçages successifs sont effectués avec 75 ml de toluène et 50 ml de méthanol ; ensuite, la colonne vidée est séchée dans l'armoire de dessication à 100 °C pendant environ 30 min.

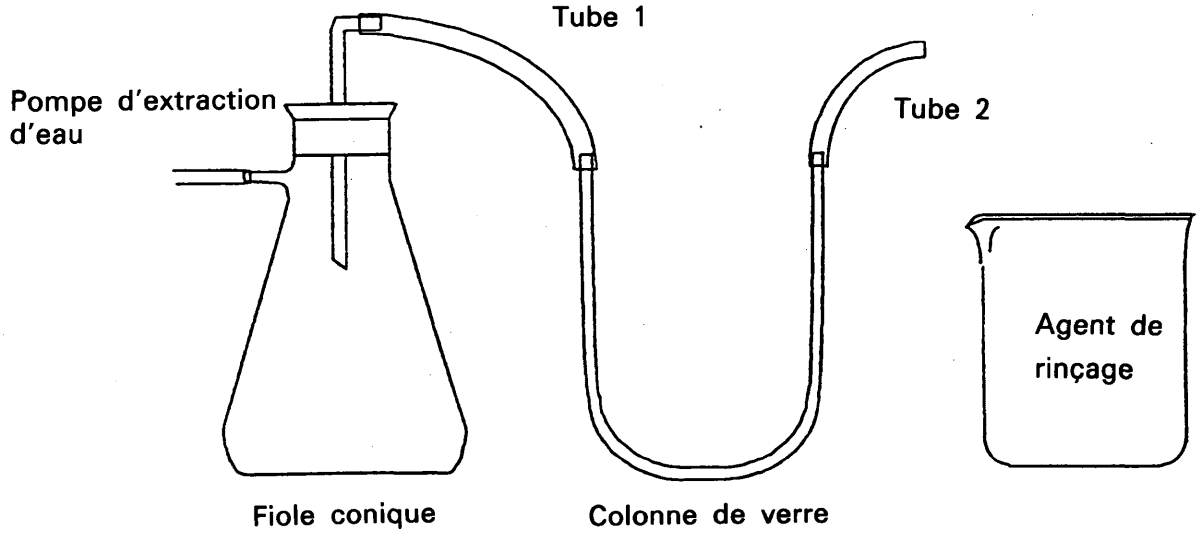


Schéma 3 : dispositif de rinçage

Le remplissage de la colonne est effectué conformément au schéma 1.

La phase stationnaire visée au point 4.9 est versée dans la colonne de plastique jusqu'au repère.

L'extrémité inférieure de la colonne de verre à remplir est munie d'un tampon de laine de verre d'environ 1 cm de long, préalablement silanisé et introduit à l'aide d'une baguette métallique. Ensuite, l'extrémité de la colonne est fermée avec le tamis (point 5.3.2).

La colonne est remplie sous pression (3 bar, à l'azote) avec la phase stationnaire. Pour obtenir un garnissage uniforme, continu et compact, un vibrateur est actionné de haut en bas dans la colonne de verre au cours du remplissage.

Après le remplissage, un tampon solide de laine de verre silanisé est introduit dans l'autre extrémité de la colonne remplie. Les extrémités qui dépassent sont coupées et le tampon est tassé sur quelques millimètres à l'intérieur de la colonne avec une spatule.

6.3 Préparation des échantillons

Pour la préparation des échantillons, une des trois méthodes suivantes est utilisée.

6.3.1. Isolation des matières grasses lactiques du beurre

5 à 10 g de beurre sont fondus dans un récipient adéquat au bain-marie (point 5.7), à 50 °C.

Une fiole d'Erlenmeyer de 50 ml et un entonnoir avec filtre inséré (point 5.14) sont chauffés dans l'armoire de dessication à 50 °C. La couche de matières grasses de l'échantillon de beurre fondu est filtrée à l'aide du dispositif préchauffé. De telles matières grasses lactiques sont presque exemptes de phospholipides.

6.3.2. Extraction de la fraction de matières grasses conformément à la méthode de Röse-Gottlieb

L'extraction est effectuée conformément à la norme FIL 1C : 1987, 16C : 1987, 116A : 1987 ou 22 B : 1987.

Avec de telles matières grasses lactiques, les phospholipides permettent d'obtenir un pic de cholestérol accru d'environ 0,1 %.

L'influence sur le spectre de triglycérides standardisé à 100 avec le cholestérol est négligeable.

6.3.3. Extraction du lait au moyen des colonnes de silicagel

On introduit dans une colonne d'Extrelut de 3 ml, avec une pipette graduée en microlitres (5.4), 0,7 ml d'un échantillon de lait porté à la température de 20 °C, qu'on laisse se répartir uniformément sur le silicagel pendant environ 5 min.

Pour dénaturer les complexes protéines-lipides, on ajoute 1,5 ml de méthanol avec la pipette. Ensuite, l'échantillon est extrait avec 20 ml de n-hexane. Le n-hexane est lentement ajouté par petites quantités et le solvant qui s'égoutte est recueilli dans une fiole à fond rond de 50 ml, préalablement séchée jusqu'à stabilisation de son poids.

Après extraction, on laisse la colonne s'écouler jusqu'à ce qu'elle soit vide. À partir de l'éluat, les solvants sont éliminés par distillation sur un évaporateur rotatif à une température au bain-marie de 40 à 50 °C. La fiole est séchée et la matière grasse récoltée pesée.

Note : Les extractions de matières grasses selon Gerber, Weibull-Berntrop, Schmid-Bondzynski-Ratzlaff ou l'isolation des matières grasses au moyen de détergents (méthode BDI) ne conviennent pas à l'analyse des triglycérides parce que, avec ces méthodes, des quantités plus ou moins grandes de glycérides ou de phospholipides partiels peuvent passer dans la phase de matières grasses.

6.4. Préparation de la solution d'échantillon

Pour la chromatographie en phase gazeuse, on utilise une solution à 5 % des matières grasses dans du n-heptane (6.3). Pour préparer cette solution d'échantillon, une certaine quantité de l'échantillon obtenu conformément aux points 6.3.1 et 6.3.2 est pesée et dissoute dans une quantité correspondante de n-heptane.

Avec la préparation de l'échantillon conformément au point 6.3.3, la quantité de n-heptane à ajouter à l'échantillon dans la fiole est calculée sur la base de la pesée et le reste est dissous dedans.

Environ 1 ml de la solution d'échantillon est versé dans une ampoule (point 5.16).

6.5. Analyse chromatographique des triglycérides

Avec des températures élevées allant jusqu'à 350 °C pour éluer les triglycérides C52 et C56 à longue chaîne, il se produit facilement un relèvement de la ligne de base, en particulier si les colonnes n'ont pas été adéquatement conditionnées au début. Ce relèvement de la ligne de base à des températures élevées peut être évité complètement, soit par la combinaison de deux colonnes soit par soustraction de la ligne de base.

Avec le mode compensateur ou le fonctionnement avec des colonnes uniques, ainsi que pour les inserts de verre dans l'injecteur et dans le détecteur, il convient d'utiliser les joints de graphite (point 5.5).

6.5.1. Correction de la ligne de base

Pour éviter un relèvement de la ligne de base, une des quatre méthodes suivantes est utilisée.

6.5.1.1. Combinaison de colonnes

Deux colonnes à garnissage sont utilisées en mode compensateur.

6.5.1.2. Correction de la ligne de base par le chromatographe en phase gazeuse

On peut éviter un relèvement de la ligne de base en faisant fonctionner le chromatographe sans y injecter de solution de matières grasses et en soustrayant ensuite la ligne de base enregistrée.

6.5.1.3. Correction de la ligne de base par logiciel d'intégration

On peut éviter un relèvement de la ligne de base en faisant fonctionner le système d'intégration sans y injecter de solution de matières grasses et en soustrayant ensuite la ligne de base enregistrée.

6.5.1.4. Correction de la ligne de base par conditionnement adéquat

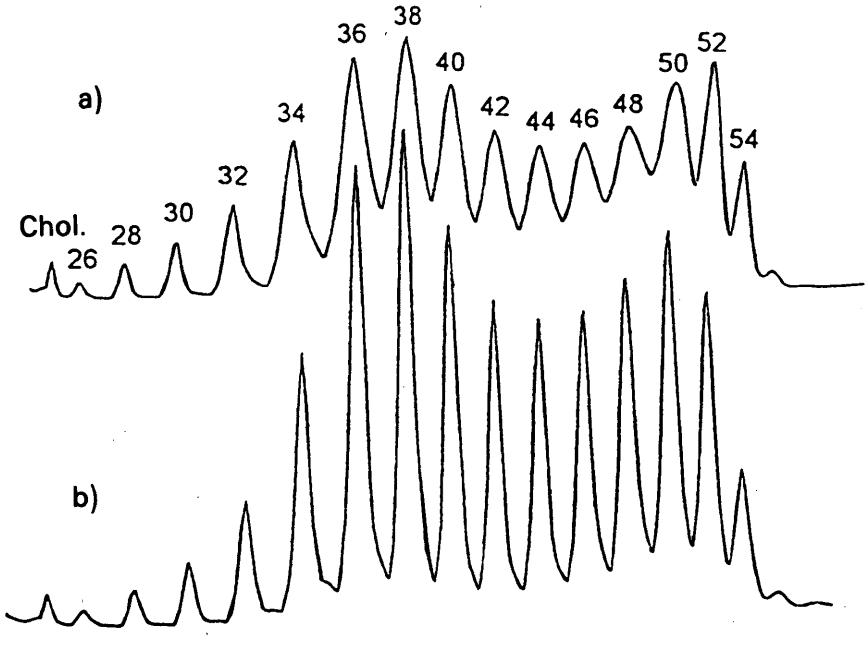
Si le conditionnement initial de la colonne est adéquat et qu'environ 20 injections sont effectuées avec des solutions de matières grasses lactiques, un relèvement de la ligne de base à des températures élevées est souvent si faible qu'il n'est pas nécessaire de corriger celle-ci.

6.5.2. Technique d'injection

Pour éviter des effets de discrimination, la technique « d'injection chaude » est appliquée pour obtenir de meilleurs résultats quantitatifs avec les composants de triglycérides à point d'ébullition élevé. Dans ce cas, la solution de matières grasses est aspirée dans la seringue et l'aiguille froide de la seringue chauffée préalablement à l'injection pendant environ 3 secondes dans la tête de l'injecteur. Ensuite, le contenu de la seringue est rapidement injecté.

Note : Avec cette technique d'injection, le risque de fractionnement à l'intérieur de la seringue ou du bloc d'injection est réduit. Une injection directe « on column » dans la partie supérieure, élargie, chauffée de la colonne n'est pas effectuée parce que les fragments du septum, qui s'accumulent à cet endroit, et les contaminations peuvent facilement être éliminés avec la technique utilisée en remplaçant régulièrement un insert de l'injecteur sans démontrer la colonne.

Il faut absolument éviter que la pointe de l'aiguille ne se courbe en touchant le fond du becher de l'échantillon (même si c'est à peine visible à l'œil nu), afin de ne pas endommager le septum.



a) mauvaise résolution à cause d'un septum endommagé

b) bonne résolution

Schéma 4 : chromatogramme des triglycérides d'un échantillon de matières grasses lactiques

6.5.3. Conditionnement d'une colonne à garnissage

Au cours des phases a) à c), l'extrémité supérieure de la colonne n'est pas reliée au détecteur pour éviter toute contamination.

Les colonnes remplies conformément au point 6.2 sont conditionnées comme suit :

a) débit N_2 à 50 °C de 40 ml/min pendant 15 min ;

b) amener à la température de 355 °C à raison de 1 K/min sous 10 ml N_2/min ;

c) maintenir à 355 °C pendant 12 à 15 heures ;

d) effectuer 2 injections de 1 µl de la solution de beurre de cacao (point 4.10) et programmer à la température adéquate ;

e) effectuer 20 injections de 0,5 µl d'une solution de matières grasses lactiques pendant 2 à 3 jours (point 6.4).

Note : Le beurre de cacao est constitué presque exclusivement de triglycérides C50 à C56 à point d'ébullition élevé. L'injection avec du beurre de cacao a pour objectif un conditionnement spécial dans cet intervalle à longue chaîne. Avec les triglycérides C50 à C54 à point d'ébullition élevé, les coefficients de réponse peuvent aller jusqu'à 1,20. En principe, avec une injection répétée d'une solution de matières grasses lactiques, il faut s'attendre à une réduction des coefficients de réponse initialement élevés pour C50 à C54. Avec des triglycérides présentant un faible indice d'acyle-c, les coefficients avoisinent 1.

Trois paires de colonnes remplies conformément au point 6.2 sont séparées. Les paires conditionnées sont vérifiées, respectivement, au moyen d'une analyse des matières grasses lactiques pour analyse de routine. La paire qui présente les meilleurs résultats quantitatifs (coefficients de réponse atteignant presque 1) est retenue. Dans les cas où les coefficients de réponse dépassent 1,20, la colonne n'est pas utilisée.

6.5.4. Étalonnage

Pour l'étalonnage, les coefficients de réponse des triglycérides correspondants, ainsi que du cholestérol d'une matière grasse lactique (matière grasse de référence) devraient être déterminés à l'aide des triglycérides de référence (au moins les triglycérides saturés C24, C30, C36, C42, C48 et C54, ainsi que le cholestérol ; de préférence, ajouter encore C50 et C52). Des coefficients de réponse intermédiaires peuvent être trouvés par interpolation mathématique. Deux à trois étalonnages doivent être effectués tous les jours au moyen de la matière grasse de référence. Si les résultats obtenus sont presque identiques, des résultats quantitatifs facilement reproductibles sont atteints avec l'analyse des triglycérides des échantillons.

Les matières grasses lactiques de référence peuvent être conservées pendant plusieurs mois à une température de — 18 °C au maximum et donc être utilisées comme références.

6.5.5. Programme de température, gaz vecteur et autres conditions applicables à l'analyse des triglycérides

Programme de température : régler la température initiale de la colonne à 210 °C, maintenir pendant 1 min, puis porter à 350 °C, en programmant une élévation de la température de 6 °C par minute, et maintenir à cette température finale pendant 5 min.

Température du détecteur et de l'injecteur : 370 °C

Note : Les températures du détecteur, de l'injecteur et du four (température initiale) devraient être maintenues à un niveau constant (y compris pendant la nuit, les week-ends et les vacances).

Gaz vecteur : azote, débit 40 ml/min

Note : Dans les cas où des colonnes de 80 cm sont utilisées, le débit doit être d'au moins 75 ml d'N_2 par min. Le débit du gaz vecteur doit être maintenu constant (y compris pendant la nuit, les week-ends et les vacances). Le débit exact du gaz vecteur doit être ajusté de manière que, indépendamment de la longueur de la colonne, C54 soit élué à 341 °C.

Durée de l'analyse : 29,3 min

Volume d'injection : 0,5 µl

Note : La seringue doit être rincée plusieurs fois avec de l'heptane pur après chaque injection.

Conditions DIF : voir point 5.1

Note : Le détecteur d'ionisation à flamme est allumé, respectivement, au début de chaque journée de travail.

7. Intégration, évaluation et contrôle des conditions de mesurage

Les triglycérides ayant un indice impair d'acyle-c (2n + 1) sont combinés avec le triglycéride précédant à l'indice pair (2n). Les faibles teneurs en C56, moins reproductibles, ne sont pas prises en considération. Les triglycérides restants (surface de pic) dans le chromatogramme, y compris le cholestérol (pic proche de C24), sont multipliés par les coefficients de réponse respectifs des matières grasses de référence (dernier étalonnage) et, ensemble, normalisés à 100. Outre le cholestérol libre, les triglycérides C24, C26, C28, C30, C32, C34, C36, C38, C40, C42, C44, CV46, C48, C50, C52 et C54 sont donc évalués. Les résultats sont donnés en % poids (g/100 g).

L'évaluation des pics du chromatogramme devrait être effectuée avec un intégrateur, avec lequel la ligne de base peut être tracée. Une réintégration avec des paramètres d'intégration optimisés devrait être possible. Les schémas 5 et 6 fournissent deux exemples de chromatogrammes de triglycérides. Le schéma 5 montre un chromatogramme qui peut être bien évalué, tandis que le schéma 6 représente une erreur sporadique dans l'intervalle C50 à C54, le tracé de la ligne de base étant incorrect par rapport à celui du schéma 5. De telles erreurs typiques peuvent être détectées avec un haut degré de certitude et ne peuvent être évitées que par l'utilisation d'un intégrateur avec lequel la ligne de base est tracée.

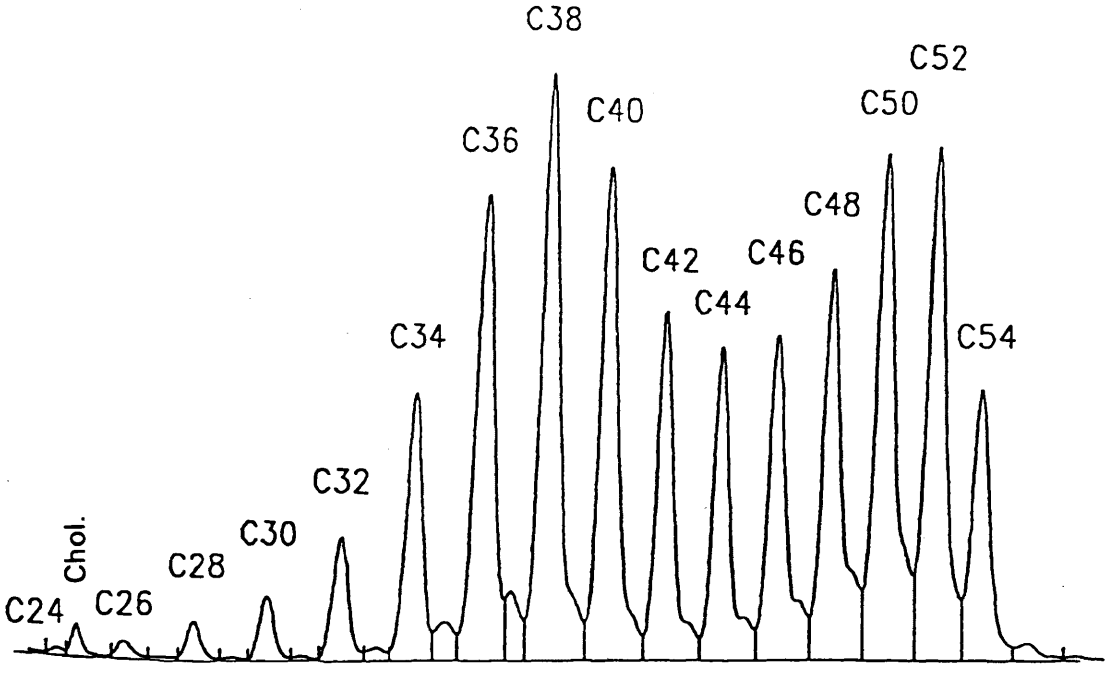


Schéma 5 : chromatogramme facile à évaluer des triglycérides d'une matière grasse lactique avec ligne de base tracée

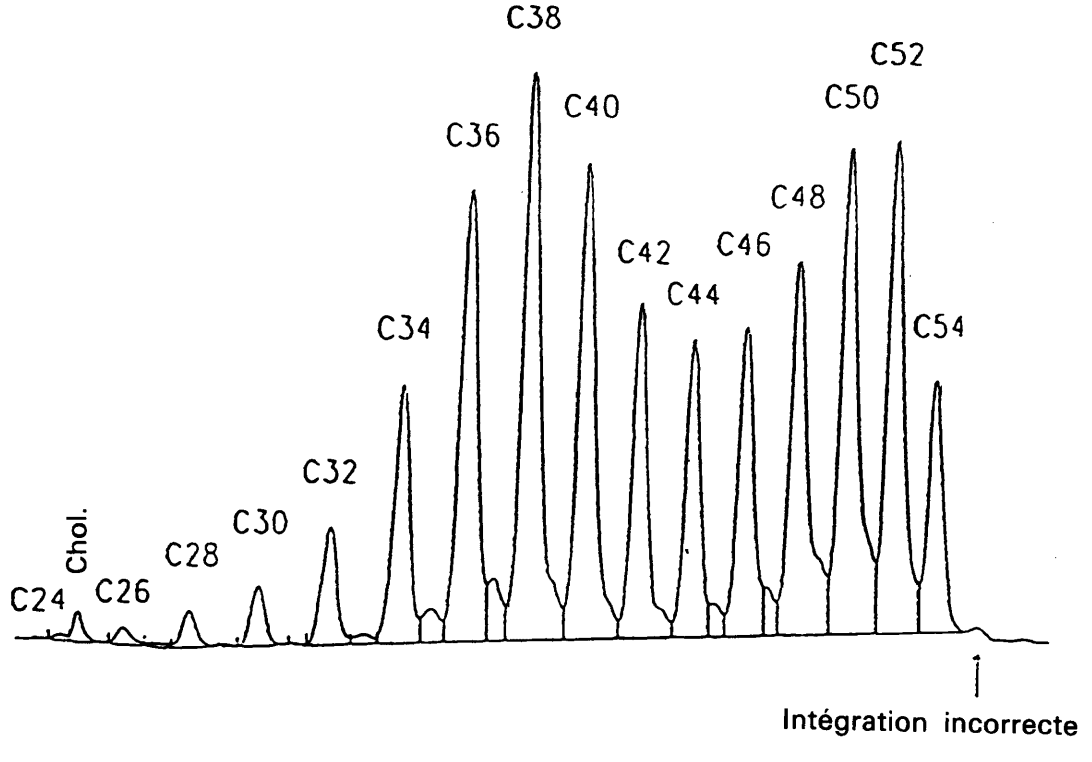


Schéma 6 : chromatogramme de matières grasses lactiques incorrectement intégré

Pour contrôler les conditions de mesurage, le tableau 1 indique les valeurs moyennes et les écarts types d'une matière grasse lactique hivernale typique pour les différents triglycérides sur la base de 19 analyses de la même matière grasse :

Tableau 1 : Composition des triglycérides d'une matière grasse lactique

Valeurs moyennes et écarts types sur la base de 19 analyses

(en g/100 g)

Triglycéride	Moyenne	Écart type
C24	0,04	0,004
C26	0,26	0,007
C28	0,66	0,020
C30	1,31	0,023
C32	2,92	0,030
C34	6,73	0,053
C36	12,12	0,030
C38	12,92	0,054
C40	9,70	0,019
C42	7,62	0,020
C44	7,35	0,025
C46	7,91	0,029
C48	9,09	0,048
C50	9,97	0,038
C52	7,76	0,042
C54	3,32	0,020

Dans les cas où les écarts types dépassent les valeurs indiquées dans le tableau 1, les chromatogrammes ne sont plus tolérables et les septums ou le débit de gaz devraient être contrôlés. En outre, de petits composants du septum peuvent avoir formé des dépôts sur la laine de verre à l'entrée de la colonne ou la colonne peut être devenue inappropriée sous l'influence de l'usure, de la température, etc. (voir schéma 3).

8. Détection qualitative des matières grasses étrangères

Pour la détection des matières grasses étrangères, des formules de triglycérides (tableau 2) avec des limites S (tableau 3) ont été établies, dans lesquelles les valeurs S des matières grasses lactiques pures peuvent fluctuer. Dans les cas où ces limites sont dépassées, on peut supposer qu'une matière grasse étrangère est présente.

La formule la plus efficace pour la détection d'ajouts de saindoux, par exemple, est la suivante :

$$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C54 = S \quad (1)$$

Note : En utilisant 755 échantillons différents de matières grasses lactiques, l'intervalle de confiance s'établit à 99 % entre S = 98,05 et S = 101,95 pour les échantillons de matières grasses lactiques pures. L'écart type est de 0,39897 pour toutes les valeurs S.

En partant de la composition des triglycérides d'un échantillon de matières grasses inconnu autorisée par une formule, sans utiliser d'ordinateur, pour vérifier simplement si la somme des teneurs en triglycérides énoncées avec les coefficients correspondants sort de l'intervalle 98,05 – 101,95, on a très probablement affaire à un ajout de matières grasses.

Pour détecter différentes matières grasses étrangères, le tableau 2 indique différentes formules de triglycérides. Pour la détection de l'huile de soja, de l'huile de tournesol, de l'huile d'olive, de l'huile de colza, de l'huile de lin, de l'huile de germe de blé, de l'huile de germe de maïs, de l'huile de coton et de l'huile de poisson hydrogénée, pour les graisses végétales de coco et de palmiste, ainsi que pour l'huile de palme et la graisse de bœuf, une formule commune peut être utilisée.

Étant donné que la composition des triglycérides des matières grasses étrangères peut également fluctuer, jusqu'à 4 données différentes, mesurées expérimentalement, concernant les triglycérides des matières grasses étrangères d'un même type ont été utilisés. [Avec les mêmes types de matières grasses étrangères, la limite la moins favorable a été prise en considération. (voir tableau 4)]

Avec la « formule totale » suivante, de bons résultats peuvent similairement être obtenus pour toutes les matières étrangères :

$$-2{,}7575 \cdot C26 + 6{,}4077 \cdot C28 + 5{,}5437 \cdot C30 - 15{,}3247 \cdot C32 + 6{,}2600 \cdot C34 + 8{,}0108 \cdot C40 - 5{,}0336 \cdot C42 + 0{,}6356 \cdot C44 + 6{,}0171 \cdot C46 = S \quad (2)$$

Les calculs de détection de combinaisons de matières grasses étrangères dans les matières grasses lactiques ont révélé que, par exemple, bien que, avec la formule du saindoux indiquée au tableau 2, la limite applicable à cette matière grasse étrangère soit faible (2,7 %), d'autres matières grasses, telles que la graisse de coco, l'huile de palme ou la graisse de palmiste, avec des limites de détection respectives de 26,8 %, 12,5 % et 19,3 %, peuvent, avec cette formule, uniquement être détectées si des quantités extrêmement importantes ont été ajoutées aux matières grasses lactiques. Cette observation s'applique également à d'autres formules du tableau 2.

Tableau 2 : formules de triglycérides pour la détection de diverses matières grasses étrangères dans les matières grasses lactiques, indiquant les écarts types pour les valeurs S

Formule applicable à l'huile de soja, de tournesol, d'olive, de colza, de lin, de germe de blé, de germe de maïs, de graines de coton et de poisson
$2{,}0983 \cdot C30 + 0{,}7288 \cdot C34 + 0{,}6927 \cdot C36 + 0{,}6353 \cdot C38 + 3{,}7452 \cdot C40 - 1{,}2929 \cdot C42 + 1{,}3544 \cdot C44 + 1{,}7013 \cdot C46 + 2{,}5283 \cdot C50 = S$; SD = 0,38157
Formule applicable à la graisse de coco et de palmiste
$3{,}7433 \cdot C32 + 1{,}1134 \cdot C36 + 1{,}3648 \cdot C38 + 2{,}1544 \cdot C42 + 0{,}4273 \cdot C44 + 0{,}5809 \cdot C46 + 1{,}2926 \cdot C48 + 1{,}0306 \cdot C50 + 0{,}9953 \cdot C52 + 1{,}2396 \cdot C34 = S$; SD = 0,11323
Formule applicable à l'huile de palme et à la graisse de bœuf
$3{,}6644 \cdot C28 + 5{,}2297 \cdot C30 + 12{,}5073 \cdot C32 + 4{,}4285 \cdot C34 - 2{,}2010 \cdot C36 + 1{,}2791 \cdot C38 + 6{,}7433 \cdot C40 - 4{,}2714 \cdot C42 + 6{,}3739 \cdot C46 = S$; SD = 0,81094
Formule applicable au saindoux
$6{,}5125 \cdot C26 + 1{,}2052 \cdot C32 + 1{,}7336 \cdot C34 + 1{,}7557 \cdot C36 + 2{,}2325 \cdot C42 + 2{,}8006 \cdot C46 + 2{,}5432 \cdot C52 + 0{,}9892 \cdot C54 = S$; SD = 0,39897

Pour contrôler un échantillon de matières grasses inconnu, toutes les formules indiquées au tableau 2 et la formule totale (2) doivent donc être utilisées si l'échantillon est susceptible d'être un mélange de matières grasses lactiques et d'une des 14 différentes matières grasses étrangères ou une combinaison de ces matières grasses étrangères. Dans les cas où, en insérant les triglycérides d'un échantillon de matières grasses à analyser, une valeur S est obtenue qui sort des intervalles du tableau 3 d'une seule des 5 formules, l'échantillon est très probablement une matière grasse lactique modifiée. La détection d'une matière grasse étrangère dans une matière grasse lactique au moyen d'une des 4 formules du tableau 2 ne permet pas de tirer de conclusion sur le type de matière grasse étrangère incorporée.

Tableau 3 : limites S applicables aux matières grasses lactiques

Matières grasses détectées	Intervalle S
Huile de soja, de tournesol, d'olive, de colza, de lin, de germe de blé, de germe de maïs, de coton, de poisson	98,05 — 101,95
Graisses de coco et de palmiste	99,42 — 100,58
Huile de palme et graisse de bœuf	95,90 — 104,10
Saindoux	97,96 — 102,04
Formule totale	95,68 — 104,32

Le tableau 4 indique les limites de détection des différentes matières grasses étrangères avec un intervalle de confiance de 99 %. La première colonne indique les limites de détection minimales pour les meilleures formules de matières grasses lactiques du tableau 2. Dans la seconde colonne, ce sont les limites de détection applicables à la formule totale qui sont indiquées. Bien que les limites soient quelque peu supérieures, seule cette formule-là est nécessaire pour détecter des quantités légèrement plus importantes de matières grasses étrangères. Toutes les formules permettent également de détecter des combinaisons de différentes matières grasses étrangères. Les intervalles de variation des triglycérides de différentes matières grasses étrangères d'un même type n'ont pas une grande influence sur les limites de détection.

Tableau 4 : limites de détection établies avec un intervalle de confiance de 99 % par ajout de matières grasses étrangères aux matières grasses lactiques (en pourcentage)

	Formule individuelle	Formule totale
Huile de soja	2,1	4,4
Huile de tournesol	2,3	4,8
Huile d'olive	2,4	4,7
Graisse de coco	3,5	4,3
Huile de palme	4,4	4,7
Graisse de palmiste	4,6	5,9
Huile de colza	2,0	4,4
Huile de lin	2,0	4,0
Huile de germe de blé	2,7	6,4
Huile de germe de maïs	2,2	4,5
Huile de coton	3,3	4,4
Saindoux	2,7	4,7
Graisse de bœuf	5,2	5,4
Huile de poisson hydrogénée	5,4	6,1

Note : Les intervalles S sont calculés de manière qu'une matière grasse étrangère n'est supposée présente que si les limites des formules individuelles sont dépassées (voir tableau 4).

9. **Détermination quantitative des matières grasses étrangères**

Pour obtenir des informations quantitatives sur la concentration en matières grasses étrangères d'un échantillon de matières grasses lactiques, on utilise la formule suivante :

$$X\ (\%) = 100 \cdot |\ (100 - S)\ | / (100 - S_F)\ |, \qquad (3)$$

X est la quantité d'une matière grasse étrangère inconnue ou d'un mélange de matières grasses étrangères dans une matière grasse lactique inconnue.

S résulte de l'ajout d'une matière grasse étrangère inconnue par l'insertion des triglycérides du mélange de matières grasses étrangères ou de matières grasses lactiques dans la formule totale de triglycérides précitée. Si une matière grasse étrangère inconnue est ajoutée à la matière grasse lactique, la valeur S moyenne des différentes matières grasses étrangères pour la formule totale est retenue pour S_F ; cette valeur S moyenne est obtenue en insérant les données relatives aux triglycérides des matières grasses étrangères pures dans cette formule et en calculant une valeur moyenne (S_F = 7,46). De bons résultats quantitatifs concernant les ajouts de matières grasses lactiques sont également obtenus avec la formule applicable à l'huile de palme ou à la graisse de bœuf (tableau 2) et une valeur moyenne S_F de 10,57.

En ce qui concerne les types de matières grasses étrangères connus, les valeurs S_F suivantes doivent être insérées dans la formule précitée et la formule appropriée du tableau 2 doit être retenue.

Tableau 5 : valeurs S_F de diverses matières grasses étrangères

Matières grasses étrangères	S_F
Huile de soja	8,18
Huile de tournesol	9,43
Huile d'olive	12,75
Graisse de coco	118,13
Huile de palme	7,55
Huile de palmiste	112,32
Huile de colza	3,30
Huile de lin	4,44
Huile de germe de blé	27,45
Huile de germe de maïs	9,29
Huile de coton	41,18
Saindoux	177,55
Graisse de bœuf	17,56
Huile de poisson	64,12

10. **Champ d'application de la méthode de détection**

La méthode décrite s'applique aux laits en vrac et est fondée sur la représentativité des échantillons de matières grasses lactiques.

Une détection hautement spécifique serait possible si, pour un nombre représentatif de matières grasses lactiques, des formules comme celles qui sont décrites ci-dessus étaient extrapolées pour différents pays.

Des possibilités de détection particulièrement appropriées pourraient être obtenues si, dans les formules des différents pays, on établissait un nombre représentatif d'échantillons de matières grasses lactiques. Dans ce cas, l'utilisation de programmes informatiques complexes n'est pas nécessaire si les combinaisons de triglycérides utilisées dans le tableau 2 sont appliquées et que les coefficients sont redéterminés par la méthode des moindres carrés.

En appliquant les intervalles S indiqués dans le tableau 3, dans des conditions d'alimentation particulières comme une sous-alimentation ou l'administration à des vaches de levure pour animaux ou de sels de Ca, les formules sont généralement applicables. Ce n'est que dans des situations exceptionnelles (par exemple en cas d'administration importante d'huiles alimentaires pures ou de sels de Ca combinés à des graisses alimentaires), que les formules indiquent en partie des matières grasses lactiques modifiées.

Note : Les matières grasses lactiques fractionnées sont généralement considérées comme des matières grasses non modifiées. Une modification n'est supposée exister que si les limites sont dépassées. Ce n'est qu'avec des matières grasses lactiques fractionnées ayant une composition en matières grasses lactiques inhabituelle, comme c'est le cas, par exemple, avec une fraction dure, obtenue avec fractionnement par des méthodes physiques à des températures élevées d'environ 30° C avec de faibles rendements de quelques points de pourcentage ou avec fractionnement à CO_2 supercritique, que les formules indiquent une modification.

Cependant, le fractionnement des matières grasses lactiques peut être détecté par d'autres procédés, par exemple par analyse calorimétrique différentielle.

11. **Précision de la méthode**

Déterminée au moyen des matières grasses lactiques sur la base des formules du tableau 2 et des intervalles S du tableau 3.

11.1. Répétabilité

Établie par la différence des valeurs S de deux déterminations effectuées dans l'intervalle de temps le plus court possible par un opérateur utilisant les mêmes procédés et des échantillons identiques dans les mêmes conditions (même personne, même appareillage, même laboratoire)

Tableau 6 : limites de répétabilité (r) pour les différentes formules

Matières grasses détectées	r
Huile de soja, de tournesol, d'olive, de colza, de lin, de germe de blé, de germe de maïs, de coton, de poisson	0,67
Graisse de coco et de palmiste	0,12
Huile de palme et graisse de bœuf	1,20
Saindoux	0,58
Formule totale	1,49

11.2. Reproductibilité

Établie par la différence des valeurs S de deux déterminations effectuées par des opérateurs dans différents laboratoires, selon le même procédé, avec des échantillons identiques, dans des conditions différentes (différentes personnes, appareillages différents), à différents moments.

Tableau 7 : limites de reproductibilité (R) pour les différentes formules

Matières grasses détectées	R
Huile de soja, de tournesol, d'olive, de colza, de lin, de germe de blé, de germe de maïs, de coton, de poisson	1,08
Graisse de coco et de palmiste	0,40
Huile de palme et graisse de bœuf	1,81
Saindoux	0,60
Formule totale	2,07

11.3. Différence critique

Avec les limites de répétabilité (r) et de reproductibilité (R), les différences critiques peuvent être calculées pour tous les intervalles S du tableau 3 (contre-analyses). Les valeurs respectives sont indiquées dans le tableau 8.

Tableau 8 : différences critiques pour toutes les formules de triglycérides

Matières grasses détectées	Intervalle
Huile de soja, de tournesol, d'olive, de colza, de lin, de germe de blé, de germe de maïs, de coton, de poisson	97,43 — 102,57
Graisse de coco et de palmiste	99,14 — 100,86
Huile de palme et graisse de bœuf	94,91 — 105,09
Saindoux	97,65 — 102,35
Formule totale	94,58 — 105,42

11.4. Acceptabilité des résultats

Toutes les teneurs en triglycérides étalonnées, arrondies à la deuxième décimale, de C24, C26, C28 à C54, ainsi que le cholestérol doivent être normalisés exactement à 100.

Les résultats de la contre-analyse sont utilisés pour contrôler la répétabilité. Si la différence absolue entre les deux résultats S pour l'ensemble des 5 formules de triglycérides ne dépasse pas les limites de répétabilité r du tableau 6, l'exigence de répétabilité est satisfaite.

Pour assurer des conditions de chromatographie en phase gazeuse optimales, et notamment une qualité optimale de la colonne, il faut veiller à ce que, avec 10 cycles de fonctionnement, la différence entre les valeurs S maximales et minimales de l'ensemble des 5 formules de triglycérides ne dépasse pas l'intervalle $x \cdot r$ ($x = 1{,}58$) (pour 10 cycles de fonctionnement, voir ouvrage de référence 16) et les limites de répétabilité r pour les différentes formules du tableau 6.

12. Normes citées

DIN 10 336 : 1994 — Nachweis und Bestimmung von Fremdfetten in Milchfett anhand einer gaschromatographischen Triglyceridanalyse

Norme FIL 1C : 1987 — Milk. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method

Norme FIL 16C : 1987 — Cream. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method

Norme FIL 116A : 1987 — Milk-Based Edible Ices and Ice Mixes. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method

Norme FIL 22B : 1987 — Skimmed Milk, Whey & Buttermilk. Determination of Fat Content — Röse Gottlieb Gravimetric Method

13. Références

1. Commission des Communautés européennes : *Detection of foreign fats in milk fat by means of gas chromatographic triglyceride analysis,* doc. n^{os} VI/5202/90-EN, VI/2645/91

2. Commission des Communautés européennes : *Control of butter fat purity of 100 different samples of different feeding periods from 11 EEC countries,* doc. n° VI/4577/93

3. Commission des Communautés européennes : *Consideration of results from the first, second, third, fourth, fifth and sixth EEC collaborative trial : Determination of triglycerides in milk fat,* doc. n^{os} VI/2644/91, VI/8.11.91, VI/1919/92, VI/3842/92, VI/5317/92, VI/4604/93

4. Timms, R. E. : *Detection and quantification of non-milk fat in mixtures of milk and non-milk fats.* Dairy Research 47 295-303 (1980)

5. Precht, D., Heine, K. : *Nachweis von modifiziertem Milchfett mit der Triglyceridanalyse. 2. Fremdfettnachweis im Milchfett mit Hilfe von Triglyceridkombinationen* 41 406-410 (1986)

6. Luf, W., Stock, A., Brandl, E. : *Zum Nachweis von Fremdfett in Milchfett über die Trigylceridanalyse.* Österr. Milchwirtsch. Wissensch. Beilage 5, 42 20-35 (1987)

7. Precht, D.: *Bestimmung von pflanzlichen Fetten oder tierischen Depotfetten in Milchfett. Kieler Milchwirtsch.* Forschungsber. 42 143-157 (1989)

8. Precht, D.: *Schnelle Extraktion von Milchfett, Kieler Milchwirtsch.* Forschungsber. 42 119-128 (1990)

9. Precht, D.: *Schnelle gaschromatographische Triglyceridanalyse von Milchfett.* Kieler Milchwirtsch. Forschungsber. 42 139-154 (1990)

10. Precht, D.: *Control of milk fat purity by gas chromatographic triglyceride analysis.* Kieler Milchtwirtsch. Forschungsber. 43 (3) 219-242 (1991)

11. Precht, D.: *Detection of adulterated milk fat by fatty acid and triglyceride analysis.* Fat Sci. Technol. 93 538-544 (1991)

12. Precht, D.: *Detection for foreign fat in milk fat. I. Qualitative detection by triacylglycerol formulae. II. Quantitative evaluation of foreign fat mixtures.* Z. Lenbensm. Unters. Forsch. 194 1-8, 107-114 (1992)

13. Precht, D.: *Gas chromatography of triacylglycerols and other lipids on packed columns* i CRC Handbook of Chromatography: Analysis of Lipids, p. 123-138, Ed. K.D. Mukherjee, N. Weber, J. Sherma, CRC Press, Boca Raton (1993)

14. Precht, D., Molkentin, J.: *Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns,* Chrompack News 4 16-17 (1993)

15. Molkentin, J., Precht, D.: *Comparison of packed and capillary columns for quantitative gas chromatography of triglycerides in milk fat.* Chromatographia 39 (5/6) 265-270 (1994)

16. Stange, K.: *Angewandte Statistik, Erster Teil, Eindimensionale Probleme,* Springer-Verlag, Berlin, p. 378 (1970).

ANNEXE IV

ÉVALUATION SENSORIELLE DU BEURRE

1. Champ d'application

L'objectif du présent procédé d'évaluation sensorielle du beurre est de fournir une méthode uniforme, applicable dans tous les États membres.

2. Définitions

Par évaluation sensorielle, on entend l'examen des propriétés d'un produit par les organes des sens.

Par jury, on entend un groupe d'évaluateurs sélectionnés travaillant, au cours de l'évaluation, sans communiquer entre eux et sans exercer d'influence les uns sur les autres.

Par notation, on entend l'évaluation sensorielle par un jury, au moyen d'une échelle numérique. Une nomenclature des défauts doit être utilisée.

Par classification, on entend une classification de la qualité effectuée sur la base de la notation.

Par documents de contrôle, on entend les documents utilisés pour enregistrer les notes attribuées à chaque propriété et la qualité finale du produit (la composition chimique peut également être consignée dans ces documents).

3. Salle d'essai

3.1. Des précautions doivent être prises pour que les évaluateurs dans la salle d'essai ne soient pas influencés par des facteurs extérieurs.

3.2. La salle d'essai doit être exempte d'odeurs étrangères et facile à nettoyer. Les murs doivent être de couleur claire.

3.3. La salle d'essai et son éclairage ne doivent pas affecter les propriétés des produits à noter. La salle doit être équipée d'un système approprié de contrôle de la température.

4. Sélection des évaluateurs

L'évaluateur doit être familiarisé avec les produits du beurre et posséder les compétences nécessaires pour effectuer une classification sensorielle. Ses compétences doivent être évaluées régulièrement (au moins une fois par an) par l'autorité compétente.

5. Exigences applicables au jury

Le jury doit être composé d'un nombre impair d'évaluateurs, au minimum trois. La majorité d'entre eux doivent être employés auprès de l'autorité compétente ou être des personnes agréées non employées dans le secteur du lait.

6. Évaluation de la valeur de chaque propriété

6.1. L'évaluation sensorielle doit être effectuée en relation avec les trois propriétés suivantes : l'aspect, la consistance et la flaveur.

L'aspect couvre les éléments suivants : la couleur, la pureté apparente, la moisissure et la dispersion de l'eau. La dispersion de l'eau est testée conformément à la norme FIL 112A/1989.

La consistance couvre les éléments suivants : la fermeté et la tartinabilité.

Des méthodes physiques peuvent être appliquées pour l'évaluation de la consistance du beurre. La Commission envisage d'harmoniser ces méthodes.

La flaveur couvre les éléments suivants : le goût et l'odeur.

Un écart de température important par rapport à la température recommandée empêche une évaluation fiable de la consistance et de la flaveur. La température a une importance capitale.

6.2. Chaque propriété doit faire l'objet d'une évaluation sensorielle séparée. La notation doit être effectuée conformément au tableau 1.

6.3. Il peut être souhaitable pour les évaluateurs, avant de commencer l'évaluation, de noter ensemble un ou plusieurs échantillons de référence pour l'aspect, la consistance et la flaveur, dans un souci d'uniformité.

6.4. Les notes sont les suivantes.

	Maximum	Note exigée
Aspect	5	4
Consistance	5	4
Flaveur	5	4

Dans les cas où la note exigée n'est pas obtenue, une description du défaut doit être donnée. La note donnée par chaque évaluateur pour chaque propriété doit être enregistrée dans le document de contrôle. *Le produit est accepté ou rejeté sur la base d'une décision prise à la majorité.* Les cas où les différences entre les notes attribuées à chaque propriété dépasent 1 point ne devraient pas se produire fréquemment (pas plus d'une fois pour 20 échantillons), à défaut de quoi la compétence du jury devrait être soumise à un contrôle par le président du jury.

7. **Surveillance**

Un président de jury, qui doit être un employé officiel de l'autorité compétente et peut être un membre du jury, doit être généralement responsable de la procédure entière. Il doit enregistrer les notes attribuées à chaque propriété dans le document de contrôle et certifier si le produit est accepté ou rejeté.

8. **Échantillonnage et préparation de l'échantillon**

8.1. — Il est souhaitable que l'identité des échantillons soit tenue secrète au cours de l'évaluation pour éviter toute influence.

— L'échantillonnage et la préparation de l'échantillon devraient être organisés par le président du jury préalablement à l'évaluation, sans la présence des autres membres du jury.

8.2. Dans les cas où l'évaluation sensorielle est effectuée dans l'entrepôt frigorifique, l'échantillon est prélevé au moyen d'une sonde à beurre. Si elle est effectuée ailleurs que dans l'entrepôt frigorifique, un échantillon d'au moins 500 g devrait être prélevé.

8.3. Au cours de l'évaluation, le beurre devrait avoir la température de 10 à 12 ° C. De grands écarts par rapport à cette température devraient être évités à tout prix.

9. **Nomenclature**

Voir tableau 2 ci-joint

Tableau 1 : notation du beurre

Aspect			Consistance			Flaveur		
Points	Numéro (1)	Remarques	Points (catégorie de qualité)	Numéro (1)	Remarques	Points (catégorie de qualité)	Numéro (1)	Remarques
5		*très bon* type idéal qualité la meilleure (égal, sec)	5		*très bon* type idéal qualité la meilleure (bien tartinable)	5		*très bon* type idéal qualité la meilleure (arôme le plus fin, absolument pur)
4		*bon* (2) aucun défaut évident	4	 17 18	*bon* (2) dur mou	4		*bon* (2) aucun défaut évident
3		*assez bon (légers défauts)*	3		*assez bon (légers défauts)*	3		*assez bon (légers défauts)*
	1	aqueux, goutelettes d'eau apparentes		14	pâte courte, cassante, beurre grumeleux		21	impur
	2	couleur non homogène, bicolore		15	pâteux, pommadeux		22	goût étranger, arrière-goût
	3	rayé		16	collant		25	acide
	4	marbré		17	dur		27	goût de cuit goût de brûlé
	5	tacheté (points colorés, taches de beurre fondu)		18	mou		33	goût de fourrage
	6	séparation d'huile					34	âcre, amer
	7	trop coloré					35	trop salé
	8	inclusion d'air apparente (poreux)						
2		*mauvais (défauts évidents)*	2		*mauvais (défauts évidents)*	2		*mauvais (défauts évidents)*
	1	aqueux, goutelettes d'eau apparentes		14	pâte courte, cassante, beurre grumeleux		21	impur
	3	rayé		15	pâteux, pommadeux		22	goût étranger, arrière-goût
	4	marbré		16	collant		23	goût de vieux
	5	tacheté (points colorés, taches de beurre fondu)		17	dur		25	acide
	6	séparation d'huile		18	mou		32	goût d'oxydé goût métallique
	10	matières étrangères					33	goût de fourrage
	11	moisi					34	âcre, amer
	12	sel non dissous					35	trop salé
							36	goût de vase, fade, putride
							38	goût de produits chimiques
1		*très mauvais (défauts importants)*	1		*très mauvais (défauts importants)*	1		*très mauvais (défauts importants)*
	1	aqueux, goutelettes d'eau apparentes		14	pâte courte, cassante, beurre grumeleux		22	goût étranger, arrière-goût
	3	rayé		15	pâteux, pommadeux		24	goût de fromage, goût de fromage acide
	4	marbré		16	collant		25	acide
	5	tacheté (points colorés, taches de beurre fondu)		17	dur		26	levuré
	6	séparation d'huile		18	mou		28	goût de moisi
	7	trop coloré					29	rance
	9	granuleux					30	huileux, goût d'huile de poisson, goût de poisson
	10	matières étrangères					31	suiffeux
	11	moisi					32	goût d'oxydé goût métallique
	12	sel non dissous					34	âcre, amer
							36	goût de vase, fade, putride
							37	malté (goût de malt)
							38	goût de produits chimiques

(1) Tableau 2.

(2) Les défauts visés sous « bon » ne constituent que de très petits écarts par rapport au type idéal.

Tableau 2 : nomenclature des défauts du beurre

I. *Aspect*

1. aqueux, goutelettes d'eau apparentes
2. couleur non homogène bicolore
3. rayé
4. marbré
5. tacheté (points colorés, taches de beurre fondu)
6. séparation d'huile
7. trop coloré
8. inclusion d'air apparente (poreux)
9. granuleux
10. matières étrangères
11. moisi
12. sel non dissous

II. *Consistance*

14. pâte courte, cassante, beurre grumeleux
15. pâteux, pommadeux
16. collant
17. dur
18. mou

III. *Flaveur*

20. manque d'arôme, fade
21. impur (1)
22. goût étranger, arrière-goût
23. goût de vieux
24. goût de fromage, goût de fromage acide
25. acide
26. levuré
27. a) goût de cuit
    b) goût de brûlé
28. goût de moisi
29. rance
30. huileux, goût d'huile de poisson, goût de poisson
31. suiffeux
32. a) goût d'oxydé
    b) goût métallique
33. goût de fourrage
34. âcre, amer
35. trop salé
36. goût de vase, fade, putride
37. malté (goût de malt)
38. goût de produits chimiques

(1) Cette appellation doit être utilisée le plus rarement possible et seulement quand on ne peut définir le défaut de façon plus précise.

ANNEXE V

ÉCHANTILLONNAGE POUR L'ANALYSE CHIMIQUE ET MICROBIOLOGIQUE ET L'ÉVALUATION SENSORIELLE

1. Analyse chimique et microbiologique

Quantité de beurre (kg)	Nombre minimal d'échantillons (> 100 g) à prélever
≤ 1 000	2
> 1 000 ≤ 5 000	3
> 5 000 ≤ 10 000	5
> 10 000 ≤ 15 000	5
> 15 000 ≤ 20 000	6
> 20 000 ≤ 25 000	7
> 25 000	7 + 1 par 25 000 kg ou fraction de cette quantité

L'échantillonnage pour l'analyse microbiologique doit être réalisé dans des conditions d'asepsie.

Jusqu'à 5 échantillons de 100 g peuvent être combinés en un échantillon, qui est analysé après mélange intime.

Les échantillons doivent être prélevés au hasard sur différentes parties du lot et testés préalablement à l'entrée dans l'entrepôt frigorifique désigné par l'organisme d'intervention ou au moment de celle-ci.

Préparation de l'échantillon de beurre composite (analyse chimique)

a) À l'aide d'une sonde à beurre sèche et propre ou d'un instrument approprié similaire, extraire un échantillon de beurre d'au moins 30 g et placer celui-ci dans un récipient pour échantillon. L'échantillon conposite doit être scellé et expédié au laboratoire pour analyse.

b) Au laboratoire, l'échantillon composite est chauffé dans le récipient fermé initial, à 30 °C, jusqu'à ce que, par une agitation fréquente, on obtienne une émulsion fluide homogène, exempte de morceaux non ramollis. Le récipient devrait être plein à moitié ou aux deux tiers.

Pour chaque producteur offrant du beurre à l'intervention, il convient d'analyser deux échantillons par an en ce qui concerne les matières grasses non lactiques et un échantillon en ce qui concerne les marqueurs.

2. Évaluation sensorielle

Quantité de beurre (kg)	Nombre minimal d'échantillons à prélever
1 000 ≤ 5 000	2
> 5 000 ≤ 25 000	3
> 25 000	3 + 1 par 25 000 kg ou fraction de cette quantité

Les échantillons devraient être prélevés au hasard sur différentes parties de la quantité offerte entre le 30e et le 35e jour suivant la prise en charge du beurre et classés.

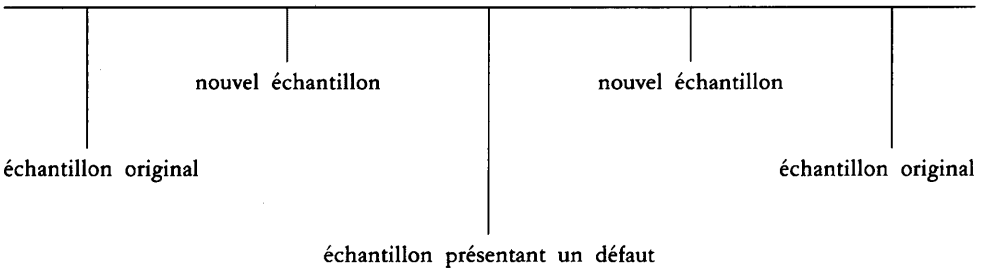
Chaque échantillon doit être évalué individuellement conformément à l'annexe IV. Aucun rééchantillonnage et aucune réévaluation ne sont autorisés.

3. **Lignes directrices à suivre en cas de défaut de l'échantillon**

a) Analyse chimique et microbiologique

— Dans les cas où des échantillons individuels sont analysés, un échantillon présentant un seul défaut pour 5 à 10 échantillons ou deux échantillons présentant un seul défaut chacun pour 11 à 15 échantillons peuvent être autorisés. Dans le cas où un échantillon présente un défaut, deux nouveaux échantillons doivent être prélevés de chaque côté de l'échantillon qui présente le défaut et le paramètre en défaut doit être contrôlé. Si aucun de ces deux échantillons ne remplit les conditions minimales, la quantité de beurre entre les deux échantillons originaux de chaque côté de l'échantillon qui présente le défaut doit être rejetée de la quantité offerte.

Quantité à rejeter en cas de nouveau défaut de l'échantillon



— Dans les cas où des échantillons composites sont analysés, si un échantillon composite présente un défaut pour un paramètre, la quantité représentée par cet échantillon composite est rejetée de la quantité offerte.

b) Évaluation sensorielle

Dans les cas où l'évaluation sensorielle d'un échantillon donne de mauvais résultats, la quantité de beurre entre les deux échantillons voisins de chaque côté de l'échantillon qui a donné les mauvais résultats est rejetée de la quantité offerte.

c) En cas de défaut chimique ou microbiologique et de défaut sensoriel, la quantité totale est rejetée.