DIRECTIVE 1999/79/CE DE LA COMMISSION

du 27 juillet 1999

modifiant la troisième directive 72/199/CEE portant fixation de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle officiel des aliments des animaux

(Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu la directive 70/373/CEE du Conseil du 20 juillet 1970 concernant l'introduction de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle officiel des aliments des animaux [1], modifiée en dernier lieu par l'acte d'adhésion de l'Autriche, de la Finlande et de la Suède [2], et notamment son article 2,

(1) considérant que la directive 70/373/CEE énonce que les contrôles officiels des aliments des animaux, qui visent à constater le respect des conditions prescrites en vertu des dispositions législatives, réglementaires et administratives concernant la qualité et la composition des aliments des animaux, sont effectués selon des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse communautaires;

(2) considérant que la troisième directive 72/199/CEE de la Commission du 27 avril 1972 portant fixation de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle officiel des aliments des animaux [3], modifiée en dernier lieu par la directive 98/54/CE [4], définit des méthodes d'analyse permettant de procéder notamment au dosage de l'amidon par polarimétrie;

(3) considérant que la directive 86/174/CEE de la Commission du 9 avril 1986 fixant la méthode de calcul de la valeur énergétique des aliments composés destinés à la volaille [5] stipule que, pour le calcul de la valeur énergétique des aliments composés destinés à la volaille, conformément à l'article 10 de la directive 79/373/CEE du Conseil du 2 avril 1979 concernant la commercialisation des aliments composés pour animaux [6], modifiée en dernier lieu par la directive 1999/61/CE de la Commission [7], la teneur en amidon doit être déterminée selon la méthode polarimétrique définie dans la directive 72/199/CEE;

(4) considérant que la directive 96/25/CE du Conseil du 29 avril 1996 concernant la circulation des matières premières pour aliments des animaux, modifiant les directives 70/524/CEE, 74/63/CEE, 82/471/CEE et 93/74/CEE et abrogeant la directive 77/101/CEE [8], modifiée en dernier lieu par la directive 1999/61/CE de la Commission, prescrit la déclaration obligatoire, pour certaines matières premières des aliments des animaux, de la teneur en certains composants analytiques, dont l'amidon;

(5) considérant que, à la lumière des progrès des connaissances scientifiques et techniques, la méthode polarimétrique ne convient plus au dosage de la teneur en amidon à d'autres fins que celles qui sont mentionnées dans les susdites directives de la Commission et du Conseil; qu'il y a donc lieu de limiter l'objet et le domaine d'application de la méthode polarimétrique au dosage de l'amidon;

(6) considérant que certaines matières premières des aliments des animaux donnent lieu à des interférences et que de ce fait la méthode polarimétrique pour le dosage de l'amidon pourrait déboucher sur des résultats erronés; que, par conséquent, il convient de mentionner explicitement ces matières premières;

(7) considérant que les mesures prévues à la présente directive sont conformes à l'avis du comité permanent des aliments des animaux,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE:

Article premier

L'annexe I de la directive 72/199/CEE est modifiée conformément à l'annexe de la présente directive.

Article 2

Les États membres mettent en vigueur au plus tard le 31 décembre 1999 les dispositions législatives, administratives et réglementaires nécessaires pour se conformer à la présente directive. Ils en informent immédiatement la Commission.

Ces dispositions sont applicables à compter du 1er janvier 2000.

Lorsque les États membres adoptent ces dispositions, celles-ci contiennent une référence à la présente directive ou sont accompagnées d'une telle référence lors de leur publication officielle. Les modalités de cette référence sont arrêtées par les États membres.

[1] JO L 170 du 3.8.1970, p. 2.
[2] JO C 241 du 29.8.1994, p. 1.
[3] JO L 123 du 29.5.1972, p. 6.
[4] JO L 208 du 24.7.1998, p. 49.
[5] JO L 130 du 16.5.1986, p. 53.
[6] JO L 86 du 6.4.1979, p. 30.
[7] JO L 162 du 26.6.1999, p. 67.
[8] JO L 125 du 23.5.1996, p. 35.

Article 3

La présente directive entre en vigueur le vingtième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

Article 4

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 27 juillet 1999.

Par la Commission

Franz FISCHLER

Membre de la Commission

ANNEXE

La partie 1 (Dosage de l'amidon) est remplacée par le texte suivant:

«1. **DOSAGE DE L'AMIDON**

MÉTHODE POLARIMÉTRIQUE

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet de déterminer la teneur en amidon et en produits de dégradation à haut poids moléculaire de l'amidon des aliments des animaux, en vue de s'assurer du respect de la directive 86/174/CEE et de la directive 96/25/CE.

2. **Principe**

La méthode comprend une double détermination. Dans la première, l'échantillon est traité à chaud par l'acide chlorhydrique dilué. Après défécation et filtration, on mesure par polarimétrie le pouvoir rotatoire de la solution.

Dans la seconde, l'échantillon est extrait par l'éthanol à 40 %. Après acidification du filtrat par l'acide chlorhydrique, défécation et filtration, on mesure le pouvoir rotatoire dans les mêmes conditions que lors de la première détermination.

La différence entre les deux, multipliée par un facteur connu, donne la teneur en amidon de l'échantillon.

3. **Réactifs**

3.1. Acide chlorhydrique à 25 % (p/p), d: 1,126.

3.2. Acide chlorhydrique à 1,128 % (p/v).

La concentration doit être vérifiée par titration à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N en présence de rouge d'éthyle à 0,1 % (p/v) dans l'éthanol à 94 % (v/v). 10 ml = 30,94 ml de NaOH 0,1 N.

3.3. Solution de Carrez I: dissoudre dans l'eau 21,9 g d'acétate de zinc Zn $(CH_3COO)_2.2H_2O$ et 3 g d'acide acétique glacial. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

3.4. Solution de Carrez II: dissoudre dans l'eau 10,6 g de ferrocyanure de potassium $K_4[Fe(CN)_6].3H_20$. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

3.5. Éthanol à 40 % (v/v), d: 0,948 à 20 °C.

4. **Appareillage**

4.1. Erlenmeyer de 250 ml à rodage normalisé, avec réfrigérant à reflux.

4.2. Polarimètre ou saccharimètre.

5. **Mode opératoire**

5.1. *Préparation de l'échantillon*

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

5.2. *Détermination du pouvoir rotatoire total (P ou S) (voir observation 7.1)*

Peser, à 1 mg près, 2,5 g de l'échantillon broyé et les introduire dans un ballon jaugé de 100 ml. Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (3.2), agiter pour obtenir une bonne répartition de la prise d'essai et ajouter à nouveau 25 ml d'acide chlorhydrique (3.2). Plonger le ballon dans un bain d'eau bouillante et, durant les 3 premières minutes qui suivent, agiter énergiquement et régulièrement pour éviter la formation d'agglomérats. La quantité d'eau du bain doit être suffisante pour permettre de maintenir le bain en ébullition lorsque le ballon y est plongé. Celui-ci ne peut être retiré du bain au cours de l'agitation. Après 15 minutes exactement, retirer le ballon du bain, y ajouter 30 ml d'eau froide et refroidir immédiatement jusqu'à 20 °C.

Ajouter 5 ml de solution de Carrez I (3.3) et agiter pendant une minute. Ajouter ensuite 5 ml de solution de Carrez II (3.4) et agiter à nouveau pendant une minute. Compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser et filtrer. Si le filtrat n'est pas parfaitement limpide (ce qui est peu fréquent), recommencer l'analyse en utilisant une plus grande quantité des solutions de Carrez I et II, par exemple 10 ml.

Mesurer ensuite le pouvoir rotatoire de la solution dans un tube de 200 mm au polarimètre ou au saccharimètre.

5.3. *Détermination du pouvoir rotatoire (P' ou S') des substances solubles dans l'éthanol à 40 %*

Peser, à 1 mg près, 5 g de l'échantillon, les introduire dans un ballon jaugé de 100 ml et ajouter 80 ml environ d'éthanol (3.5) (voir observation 7.2). Laisser le ballon en attente durant 1 h à la température ambiante; au cours de ce laps de temps, procéder 6 fois à une agitation énergique de façon que la prise d'essai soit bien mélangée à l'éthanol. Porter ensuite au volume avec de l'éthanol (3.5), homogénéiser et filtrer. Introduire à la pipette 50 ml du filtrat (= 2,5 g de l'échantillon) dans un erlenmeyer de 250 ml, ajouter 2,1 ml d'acide chlorhydrique (3.1) et agiter énergiquement. Ajuster un réfrigérant à reflux à l'erlenmeyer et plonger celui-ci dans un bain d'eau bouillante. Après 15 minutes exactement, retirer l'erlenmeyer du bain, transvaser son contenu dans un ballon jaugé de 100 ml, en rinçant avec un peu d'eau froide, et refroidir jusqu'à 20 °C. Déféquer ensuite à l'aide des solutions de Carrez I (3.3) et II (3.4), compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser, filtrer et mesurer le pouvoir rotatoire comme indiqué en 5.2, deuxième et troisième alinéas.

6. **Calcul des résultats**

La teneur en amidon pour cent d'échantillon est calculée comme suit:

6.1. *Mesures effectuées au polarimètre*

$$\text{Teneur en amidon (\%)} = \frac{2000\ (P - P')}{[\alpha]_D^{20^\circ}}$$

P = pouvoir rotatoire optique total en degrés d'angle

P′ = pouvoir rotatoire optique en degrés d'angle des substances solubles dans l'éthanol

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = pouvoir rotatoire spécifique de l'amidon pur. Les valeurs numériques admises par convention pour les facteurs sont:

+ 185,9°: amidon de riz
+ 185,4°: amidon de pommes de terre
+ 184,6°: amidon de maïs,
+ 182,7°: amidon de froment
+ 181,5°: amidon d'orge
+ 181,3°: amidon d'avoine
+ 184,0°: autres types d'amidons, ainsi que mélanges d'amidons des aliments composés

6.2. *Mesures effectuées au saccharimètre*

$$\text{Teneur en amidon (\%)} = \frac{2000}{[\alpha]_D^{20^\circ}} \times \frac{(2\,N \times 0{,}665) \times (S - S')}{100} - \frac{26{,}6\ N \times (S - S')}{[\alpha]_D^{20^\circ}}$$

S = pouvoir rotatoire optique total en degrés de saccharimètre

S′ = pouvoir rotatoire optique en degrés de saccharimètre des substances solubles dans l'éthanol

N = poids (g) du saccharose dans 100 ml d'eau produisant une rotation optique de 100 degrés de saccharimètre mesurés à l'aide d'un tube de 200 mm

16,29 g pour les saccharimètres français

26,00 g pour les saccharimètres allemands

20,00 g pour les saccharimètres mixtes.

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = rotation optique spécifique de l'amidon pur (voir 6.1)

6.3. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées sur un même échantillon ne doit pas dépasser 0,4 en valeur absolue pour les teneurs en amidon inférieures à 40 %, 1,1 % en valeur relative pour les teneurs en amidon égales ou supérieures à 40 %.

7. **Observations**

7.1. Lorsque l'échantillon contient plus de 6 % de carbonates, calculés en carbonate de calcium, ceux-ci doivent être détruits par un traitement à l'aide d'une quantité exactement appropriée d'acide sulfurique dilué, avant la détermination du pouvoir rotatoire total.

7.2. Dans le cas des produits à forte teneur en lactose, tels que les poudres de lactosérum ou de lait écrémé, procéder comme suit après l'addition des 80 ml d'éthanol (3.5). Ajuster au ballon un réfrigérant à reflux, plonger le ballon durant 30 minutes dans un bain d'eau à 50 °C. Laisser ensuite refroidir et poursuivre l'analyse comme indiqué en 5.3.

7.3. Les matières premières suivantes, lorsqu'elles sont présentes dans des proportions significatives dans les aliments composés, sont réputées donner lieu à des interférences lors du dosage de la teneur en amidon par la méthode polarimétrique, de sorte que les résultats obtenus pourraient être faussés:

— sous-produits de betterave (sucrière) tels que la pulpe de betterave (sucrière), la mélasse de betterave (sucrière), la pulpe de betterave (sucrière) mélassée, la vinasse de betterave (sucrière), le sucre de betterave,

— pulpe d'agrumes,

— graines de lin; tourteau de pression de graines de lin; tourteau d'extraction de graines de lin,

— graine de colza; tourteau de pression de colza; tourteau d'extraction de colza; pellicules de colza,

— graines de tournesol; tourteau d'extraction de tournesol; tourteau d'extraction de tournesol partiellement décortiqué,

— tourteau de pression de coprah; tourteau d'extraction de coprah,

— pulpe de pommes de terre,

— levures déshydratées,

— produits riches en inuline (par exemple, cossettes et farine de topinambour),

— cretons.»