RÈGLEMENT (CE) Nº 900/2008 DE LA COMMISSION

du 16 septembre 2008

définissant les méthodes d'analyse et autres dispositions de caractère technique nécessaires pour l'application du régime d'importation de certaines marchandises résultant de la transformation de produits agricoles

(version codifiée)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement (CEE) nº 2658/87 du Conseil du 23 juillet 1987 relatif à la nomenclature tarifaire et statistique et au tarif douanier commun [1], et notamment son article 9,

considérant ce qui suit:

(1) Le règlement (CEE) nº 4154/87 de la Commission du 22 décembre 1987 définissant les méthodes d'analyse et autres dispositions de caractère technique nécessaires pour l'application du règlement (CEE) nº 3033/80 du Conseil relatif au régime d'échanges applicable à certaines marchandises résultant de la transformation de produits agricoles [2] a été modifié de façon substantielle [3]. Il convient, dans un souci de clarté et de rationalité, de procéder à la codification dudit règlement.

(2) Aux fins d'assurer un traitement uniforme à l'importation dans la Communauté des marchandises auxquelles s'applique le règlement (CE) nº 3448/93 du Conseil du 6 décembre 1993 déterminant le régime d'échange applicable à certaines marchandises résultant de la transformation des produits agricoles [4], il importe de définir les méthodes d'analyse et autres dispositions de caractère technique en tenant compte de l'évolution scientifique et technique.

(3) Les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis de la section tarifaire et statistique du comité du code des douanes,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

Article premier

Le présent règlement définit les méthodes d'analyse communautaires nécessaires pour l'application du règlement (CE) nº 3448/93 en ce qui concerne les importations et du règlement (CE) nº 1460/96 de la Commission [5] ou, à défaut, la nature des opérations analytiques à suivre ou le principe d'une méthode à appliquer.

Article 2

Conformément aux définitions reprises dans l'annexe III du règlement (CE) nº 1460/96 relatives à la teneur en amidon/glucose et à la teneur en saccharose/sucre interverti/isoglucose et pour l'application des annexes II et III dudit règlement, les formules, procédures et méthodes suivantes sont utilisées pour les teneurs en amidon/glucose et en saccharose/sucre inverti/isoglucose:

1) *Teneur en amidon/glucose*

(exprimée en amidon 100 % à l'état sec, sur la marchandise en l'état)

a) $(Z - F) \times 0{,}9$,

quand la teneur en glucose est supérieure ou égale à celle du fructose, ou

b) $(Z - G) \times 0{,}9$,

quand la teneur en glucose est inférieure à celle du fructose

où:

Z = teneur en glucose déterminée par la méthode décrite dans l'annexe I du présent règlement;

F = teneur en fructose déterminée par HPLC (chromatographie en phase liquide haute précision);

G = teneur en glucose déterminée par HPLC.

Dans le cas du point a), lorsque la présence d'un hydrolysat de lactose est déclarée et/ou des quantités de lactose et de galactose sont mises en évidence, une teneur en glucose (déterminée par HPLC), équivalente à celle du galactose (déterminée par HPLC), est déduite de la teneur totale en glucose (Z) avant que tout autre calcul ne soit effectué.

2) *Teneur en saccharose/sucre interverti/isoglucose*

(exprimée en saccharose, sur la marchandise en l'état)

a) $S + (2F) \times 0{,}95$,

quand la teneur en glucose est supérieure ou égale à celle du fructose;

[1] JO L 256 du 7.9.1987, p. 1.
[2] JO L 392 du 31.12.1987, p. 19.
[3] Voir annexe IV.
[4] JO L 318 du 20.12.1993, p. 18.
[5] JO L 187 du 26.7.1996, p. 18.

b) S + (G + F) × 0,95,

quand la teneur en glucose est inférieure à celle du fructose

où:

S = teneur en saccharose déterminée par HPLC;

F = teneur en fructose déterminée par HPLC;

G = teneur en glucose déterminée par HPLC.

Lorsque la présence d'un hydrolysat de lactose est déclarée et/ou des quantités de lactose et de galactose sont mises en évidence, une teneur en glucose équivalente à celle du galactose (déterminée par HPLC) est déduite de la teneur en glucose (G) avant que tout autre calcul ne soit effectué.

3) *Matières grasses provenant du lait*

a) Sous réserve des dispositions reprises au point b), la teneur en poids en matière grasse du lait de la marchandise en l'état est déterminée par l'extraction à l'éther de pétrole après hydrolyse à l'acide chlorhydrique.

b) Lorsque, dans la composition de la marchandise, des matières grasses autres que celles du lait sont également déclarées, la procédure suivante est appliquée:

— la teneur en poids en % en matière grasse (totale) de la marchandise en l'état est déterminée comme mentionné au point a),

— pour la détermination des matières grasses provenant du lait, une méthode utilisant l'extraction à l'éther de pétrole, précédée par l'hydrolyse par l'acide chlorhydrique et suivie par la chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques des acides gras, est appliquée. Pour autant que la présence de matières grasses provenant du lait soit mise en évidence, leur pourcentage est calculé en multipliant le pourcentage de butyrate de méthyle par 25 avant de multiplier la valeur ainsi obtenue par la teneur totale en poids de matières grasses, exprimée en pourcentage, de la marchandise en l'état et de la diviser par 100.

4) *Teneur en protéine du lait*

a) Sous réserve des dispositions reprises au point b), la teneur en protéines du lait de la marchandise en l'état est calculée en multipliant la teneur en azote (déterminée par la méthode Kjeldahl) par le facteur 6,38.

b) Lorsque, dans la composition de la marchandise, des composants contenant des protéines autres que les protéines du lait sont également déclarés:

— la teneur en azote totale (en pourcentage en poids) est déterminée par la méthode Kjeldahl,

— la teneur en protéines du lait est calculée comme au point a) en soustrayant de la teneur en azote totale en pourcentage en poids la teneur en azote correspondant aux protéines autres que celles du lait.

Article 3

Pour l'application de l'annexe I du règlement (CE) n° 1460/96, les méthodes et/ou procédures suivantes sont utilisées:

1) Pour le classement des produits repris sous les codes NC 0403 10 51 à 0403 10 59 et 0403 10 91 à 0403 10 99 et 0403 90 71 à 0403 90 79 et 0403 90 91 à 0403 90 99, la détermination de la teneur en poids des matières grasses provenant du lait se fait selon la méthode décrite à l'article 2, point 3, du présent règlement.

2) Pour le classement des produits repris sous les codes NC 1704 10 11 à 1704 10 99 et 1905 20 10 à 1905 20 90, la détermination du saccharose y compris le sucre interverti calculé en saccharose est effectuée selon une méthode HPLC. Par sucre interverti calculé en saccharose, on entend la somme arithmétique du fructose et du glucose à part égale multipliée par 0,95.

3) Pour le classement des produits repris sous les codes NC 1806 10 10 à 1806 10 90, la détermination du saccharose/sucre interverti/isoglucose est effectuée selon les formules, méthode et procédures reprises dans l'article 2, point 2, du présent règlement.

4) Pour le classement des produits repris sous les codes NC 3505 20 10 à 3505 20 90, la détermination d'amidon ou fécule, de dextrines ou d'autres amidons ou fécules modifiées est effectuée selon la méthode reprise dans l'annexe II du présent règlement.

5) Pour le classement des produits repris sous les codes NC 3809 10 10 à 3809 10 90, la détermination de matières amylacées est effectuée selon la méthode reprise dans l'annexe II du présent règlement.

6) Pour le classement des produits repris sous les codes NC 1901 90 11 et 1901 90 19, la distinction entre les deux codes se fait sur la base de la détermination de l'extrait sec qui est effectuée par séchage à la température de 103 ± 2 °C jusqu'à poids constant.

7) Pour le classement de produits dans les codes NC 1902 19 10 et 1902 19 90, la présence de farines et semoules de blé tendre dans les pâtes alimentaires est recherchée d'après la méthode reprise dans l'annexe III du présent règlement.

8) Le dosage du mannitol et du D-glucitol (sorbitol) contenu dans les marchandises relevant des codes NC 2905 44 11 à 2905 44 99 et 3824 60 11 à 3824 60 99 est déterminé par HPLC.

Article 4

1. Un bulletin d'analyse est établi.

2. Le bulletin d'analyse doit indiquer notamment:

— toutes les données relatives à l'identification de l'échantillon,

— la méthode communautaire utilisée et la référence exacte du texte légal la reprenant; ou, le cas échéant, la référence à une méthode détaillée reprenant la nature des opérations analytiques à suivre ou le principe d'une méthode à appliquer indiqués dans le présent règlement,

— les éléments susceptibles d'avoir influencé les résultats,

— les résultats de l'analyse compte tenu de l'expression de ceux-ci dans la méthode utilisée et de l'expression dictée pour les besoins des services douaniers ou de gestion qui ont demandé l'analyse.

Article 5

Le règlement (CEE) nº 4154/87 est abrogé.

Les références faites au règlement abrogé s'entendent comme faites au présent règlement et sont à lire selon le tableau de correspondance figurant à l'annexe V.

Article 6

Le présent règlement entre en vigueur le vingtième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel de l'Union européenne*.

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

Fait à Bruxelles, le 16 septembre 2008.

Par la Commission
Le président
José Manuel BARROSO

ANNEXE I

Détermination de la teneur en amidon et en ses produits de dégradation y compris le glucose

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

a) La méthode permet de déterminer la teneur en poids en amidon et en ses produits de dégradation y compris le glucose, soit «amidon».

b) La teneur en «amidon» visée au point a) est égale à la valeur E, telle qu'elle est calculée au point 6 a) de la présente annexe.

2. PRINCIPE

L'échantillon est désagrégé au moyen d'hydroxyde de sodium et l'«amidon» scindé en unités de glucose avec de l'amyloglucosidase. Le dosage du glucose est effectué par voie enzymatique.

3. RÉACTIFS

(utiliser de l'eau bidistillée)

3.1. Solution d'hydroxyde de sodium 0,5 N (0,5 mol/l).

3.2. Acide acétique (glacial) à 96 % au moins.

3.3. Solution de l'amyloglycosidase:

immédiatement avant l'emploi, dissoudre environ 10 mg d'amyloglucosidase (EC 3.2.1.3) (60 U/mg) dans 1 ml d'eau ([1]).

3.4. Tampon triéthanolamine:

dissoudre 14,0 g de chlorhydrate de triéthanolamine [chlorure de tris(2-hydroxyethyl)ammonium] et 0,25 g de sulfate de magnésium ($MgSO_4 7H_2O$) dans 80 ml d'eau, y ajouter environ 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium 5 N (5 mol/l) et ajuster le pH à 7,6 au moyen d'une solution d'hydroxyde de sodium 1 N (1 mol/l).

Compléter à 100 ml avec de l'eau. Ce tampon se conserve au moins quatre semaines à 4 °C.

3.5. Solution de NADP (Nicotinamide Adénine Dinicléotide phosphate, sel disodique):

dissoudre 60 mg de NADP dans 6 ml d'eau. Cette solution se conserve pendant au moins quatre semaines à 4 °C.

3.6. Solution de ATP (Adénosine-5′-triphosphate, sel disodique):

dissoudre 300 mg d'ATP. $3H_2O$ et 300 mg d'hydrogénocarbonate de sodium ($NaHCO_3$) dans 6 ml d'eau. Cette solution se conserve pendant au moins quatre semaines à 4 °C.

3.7. Suspension de HK/G6P-DH (Hexokinase-EC 2.7.1.1) et de glucose-6-phosphate deshydrogènase (EC 1.1.1.49):

mettre en suspension 280 U HK et 140 U G6P-DH dans 1 ml de solution de sulfate d'ammonium (C = 3,2 mol/l). Cette suspension se conserve pendant au moins une année à 4 °C.

4. APPAREILLAGE

4.1. Agitateur magnétique avec bain-marie à 60 °C.

4.2. Barreaux aimantés.

4.3. Spectrophotomètre UV muni avec cuves de 1 cm.

4.4. Pipettes pour l'analyse enzymatique.

([1]) U est l'unité internationale de l'activité enzymatique.

5. MODE OPERATOIRE

5.1. **Désagrégation au moyen d'hydroxyde de sodium et hydrolyse enzymatique de l'«amidon»:**

5.1.1. D'après la teneur présumée en «amidon», choisir les pesées ci-après (la teneur en «amidon» ne devrait pas dépasser 0,4 g par pesée).

Teneur en «amidon» présumée du produit en g/100 g	Pesée approximative, en gramme (p)	Volume du ballon jaugé en ml	Facteur de dilution jusqu'au litre (f)
> 70	0,35-0,4	500	2
20-70	max. 0,5	500	2
5-20	max. 1	250	4
< 5	max. 2	200	5

5.1.2. Peser (avec une précision de 0,1 mg) l'échantillon.

5.1.3. Ajouter 50 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,5 N (point 3.1) et maintenir sous agitation constante pendant trente minutes dans le bain-marie de l'agitateur magnétique (point 4.1), à 60 °C.

5.1.4. Ajuster le pH à 4,6-4,8 avec quelques ml d'acide acétique concentré (point 3.2).

5.1.5. Placer dans le bain-marie avec l'agitateur magnétique (point 4.1), à 60 °C, ajouter 1,0 ml de solution de l'enzyme (point 3.3) et laisser agir pendant trente minutes, sous agitation.

5.1.6. Après refroidissement, transvaser quantitativement dans le ballon jaugé (point 5.1.1) indiqué et ajuster jusqu'à la marque avec de l'eau.

5.1.7. Si nécessaire, filtrer à travers un filtre plissé (voir remarque n° 1).

5.2. **Dosage du glucose**

5.2.1. La solution d'essai doit contenir 100-1 000 mg de glucose par litre, ce qui correspond à un ΔE_{340} qui se situe entre 0,1-1,0.

La solution d'essai diluée dans une proportion de 1 + 30 avec de l'eau ne doit pas présenter à 340 nm une absorbance dépassant 0,4 (mesurée par rapport à l'air).

5.2.2. Amener le tampon (point 3.4) à la température ambiante (20 °C).

5.2.3. La température des réactifs et de l'échantillon doit être de 20 à 25 °C.

5.2.4. Mesurer l'absorbance à 340 nm par rapport à l'air (pas de cuve dans le trajet optique de référence).

5.2.5. Exécution selon le schéma de pipetage repris ci-dessous:

Introduire dans les cuves	Témoin (ml)	Essai (ml)
Tampon (réactif 3.4)	1,00	1,00
NADP (réactif 3.5)	0,10	0,10
ATP (réactif 3.6)	0,10	0,10
Solution d'essai: (5.1.6 ou 5.1.7)	—	0,10
Eau bidistillée	2,00	1,90
Mélanger, après environ 3 minutes mesurer l'absorbance des solutions (E_1). Déclencher la réaction par addition de:		
HK/G6P-DH (réactif 3.7)	0,02	0,02
Mélanger, attendre la fin de la réaction (environ 15 mn) et mesurer l'absorbance des solutions (E_2). Tenir compte d'éventuelles réactions de dérive. Si la réaction n'est pas terminée après quinze minutes, continuez à lire les absorbances de cinq minutes en cinq minutes jusqu'à ce que l'augmentation de l'absorbance soit constante sur cinq minutes et, ensuite, extrapolez l'absorbance au temps de l'addition de la suspension visée au point 3.7 (voir remarque n° 2).		

5.2.6. Pour les témoins et l'essai, calculer la différence d'absorbance E_2-E_1. Soustraire la différence d'absorbance du témoin de celle de l'essai (= ΔE):

$$\Delta E = \Delta E_{\text{essai}} - \Delta E_{\text{témoin}}$$

De cette différence, on obtient la teneur en glucose de la solution d'essai:

Teneur en glucose, en g/l de la solution d'essai

$$Gl = [(3{,}22 \times 180{,}16)/(6{,}3 \times 1 \times 0{,}1 \times 1\,000)] \times \Delta E_{340} = 0{,}921 \times \Delta E_{340}$$

(3,22 = volume de la solution à mesurer; 1 = trajet de la lumière dans la cuvette; 0,1 = volume de la solution de l'échantillon; 180,16 = masse moléculaire de glucose)

5.2.7. Si la mesure de l'absorbance à 340 nm n'est pas possible, la mesure peut être effectuée à la longueur d'onde de 365 nm ou 334 nm. Dans ce cas, le chiffre 6,3 de la formule Gl ci-dessus est remplacé par le chiffre 3,5 ou 6,18 respectivement.

6. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS:

a) Teneur en «amidon» E en g/100 g:

$$E = [(100 \times 0{,}9 \times Gl)/(p \times f)]$$

b) Teneur en «glucose» Z en g/100 g:

$$Z = [(100 \times Gl)/(p \times f)]$$

où:

Gl = glucose, en g/l (5.2.6);

f = facteur de dilution (5.1.1);

p = pesée de l'échantillon, en g;

0,9 = facteur de conversion du glucose en l'amidon.

Remarques

1. Au cas où il est constaté que la solution ne peut pas être filtrée selon le point 5.1.7, le chimiste prend les mesures appropriées.

2. Au cas où il est constaté une inhibition des enzymes, il est conseillé d'appliquer la méthode des «ajouts dosés» en utilisant de l'amidon pur.

ANNEXE II

Détermination de la teneur en amidon ou fécule, dextrines ou autres amidons ou fécules modifiés, contenus dans les marchandises relevant des codes NC 3505 20 10 à 3505 20 90 ainsi qu'en matières amylacées contenues dans les marchandises relevant des codes NC 3809 10 10 à 3809 10 90

I. PRINCIPE

Par hydrolyse acide, l'amidon est transformé en sucres réducteurs qui sont dosés volumétriquement au moyen de la liqueur de Fehling.

II. APPAREILLAGE ET REACTIFS

1. Ballon de 250 ml environ
2. Fiole jaugée de 200 ml
3. Burette graduée de 25 ml
4. Acide chlorhydrique de densité 1,19
5. Solution de potasse caustique
6. Charbon décolorant
7. Liqueur de Fehling
8. Solution de bleu de méthylène à 1 %

III. MODE OPERATOIRE

Dans un ballon d'environ 250 ml, introduire une prise d'essai correspondant à une quantité d'amidon d'environ 1 gramme. Ajouter 100 ml d'eau distillée et 2 ml d'acide chlorhydrique. Porter à ébullition à reflux pendant 3 heures.

Transvaser le contenu du ballon ainsi que le produit de son rinçage dans une fiole jaugée de 200 ml et y ajouter la solution de potasse caustique jusqu'à réaction légèrement acide. Compléter le volume à 200 ml par de l'eau distillée et filtrer le tout sur un peu de charbon décolorant.

Verser ensuite la solution dans une burette graduée et réduire 10 ml de liqueur de Fehling selon la méthode ci-après:

Dans un ballon à fond plat d'environ 250 ml, verser 10 ml de liqueur de Fehling (5 ml de solution A et 5 ml de solution B). Agiter jusqu'à obtention d'une solution claire, puis ajouter 40 ml d'eau distillée ainsi qu'une petite quantité de quartz ou de pierre ponce.

Placer le ballon sur une plaque d'amiante de forme carrée percée en son milieu d'une ouverture circulaire d'un diamètre de 6 cm environ, reposant elle-même sur une toile métallique. Chauffer le ballon de manière que le liquide commence à bouillir au bout de 2 minutes environ.

Ajouter au liquide en ébullition, à l'aide d'une burette, des quantités successives de la solution sucrée jusqu'à ce que la couleur bleue de la liqueur de Fehling devienne à peine perceptible; ajouter alors, à titre d'indicateur, 2 ou 3 gouttes de solution de bleu de méthylène, puis compléter la titration en ajoutant goutte à goutte une nouvelle quantité de la solution sucrée jusqu'à disparition de la couleur bleue de l'indicateur.

Pour plus de précision, répéter la titration dans les mêmes conditions en ajoutant cependant, en une seule fois, la presque totalité de la solution sucrée nécessaire à la réduction de la liqueur de Fehling. Dans cette deuxième titration, la réduction de la liqueur de Fehling doit s'opérer dans un délai de 3 minutes. Continuer l'ébullition pendant exactement 2 minutes. Titrer en ajoutant goutte à goutte pendant la troisième minute jusqu'à la disparation de la couleur bleue de l'indicateur.

Le pourcentage en poids d'amidon de l'échantillon est déterminé au moyen de la formule suivante:

$$\text{amidon } \% = [(T \times 200 \times 100)/(n \times p)] \times 0{,}95$$

dans laquelle:

T: représente la quantité en grammes de dextrose anhydre correspondant à 10 ml de liqueur de Fehling (5 ml de solution A + 5 ml de solution B). Ce titre est de 0,04945 g de dextrose anhydre lorsque la solution A contient 17,636 g de cuivre par litre;

n: représente le nombre de ml de la solution sucrée utilisée pour la titration;

p: représente le poids de la prise d'essai;

0,95: représente le taux de conversion du dextrose anhydre en amidon.

IV. PREPARATION DE LA LIQUEUR DE FEHLING

Solution A: Dissoudre, dans une fiole jaugée au moyen d'eau distillée, 69,278 g de sulfate de cuivre cristallisé pur pour analyse ($CuSO_4$ $5H_2O$) exempt de fer et ajuster la solution au volume d'un litre au moyen d'eau distillée. Le titre exact de cette solution devra être vérifié au moyen d'une détermination quantitative du cuivre.

Solution B: Dissoudre, dans une fiole jaugée, au moyen d'eau distillée, 100 g d'hydroxyde de sodium et 346 g de tartrate double de sodium et de potassium (sel de Seignette) et ajuster la solution au volume d'un litre au moyen d'eau distillée.

Les deux solutions A et B doivent être mélangées à volume égal immédiatement avant utilisation. 10 ml de liqueur de Fehling (5 ml de solution A + 5 ml de solution B) sont complètement réduits, si l'on opère dans les conditions indiquées au point III, par 0,04945 g de dextrose anhydre.

ANNEXE III

Recherche de la présence de farine ou de semoule de blé tendre dans les pâtes alimentaires

(d'après la méthode Young et Gilles, modifiée par Bernaerts et Gruner)

I. PRINCIPE

Un extrait de l'échantillon des pâtes alimentaires à analyser est préparé en utilisant un solvant non polaire.

Cet extrait est chromatographié sur couche mince de gel de silice de façon à séparer les stérols présents en différentes fractions sous forme de bandes.

Suivant le nombre de bandes intenses révélées, il est possible de déterminer si le produit examiné est fabriqué, soit exclusivement à partir de blé dur ou de blé tendre, soit à partir d'un mélange de ces deux produits. Il est également possible de déterminer si des œufs ont été ajoutés à ces matières premières.

II. APPAREILLAGE ET REACTIFS

1. Homogénéiseur ou broyeur permettant d'obtenir une mouture passant à travers un tamis normalisé d'une ouverture de mailles de 0,200 mm.
2. Tamis normalisé d'une ouverture de mailles de 0,200 mm.
3. Évaporateur sous pression réduite avec bain-marie.
4. Plaque de verre, feuille d'aluminium ou autre support approprié de 20 cm × 20 cm recouvert d'une couche mince de gel de silice. Si on prépare soi-même la couche mince, on utilisera du gel de silice mélangé à environ 13 % de plâtre et on l'appliquera sur la plaque de verre en couche de 0,25 mm avec un appareillage adéquat et en suivant les instructions des fabricants.
5. Micropipette permettant de mesurer 20 microlitres.
6. Cuve avec couvercle convenant pour le développement des chromatogrammes.
7. Nébulisateur.
8. Éther de pétrole de point d'ébullition compris entre 40 et 60 °C redistillé avant l'emploi.
9. Éther éthylique anhydre p.a.
10. Tétrachlorure de carbone pour chromatographie redistillé avant l'emploi.
11. Acide phosphomolybdique p.a.
12. Alcool éthylique 94°.

III. MODE OPÉRATOIRE

Moudre une vingtaine de grammes de l'échantillon à analyser de façon qu'ils passent en totalité à travers le tamis. Introduire la prise d'essai moulue dans un flacon Erlenmeyer et recouvrir avec 150 ml d'éther de pétrole. Laisser à la température ambiante jusqu'au lendemain. Agiter de temps en temps.

Filtrer ensuite sur entonnoir Büchner muni d'une couche d'adjuvant de filtration ou sur filtre plissé. Transvaser peu à peu la solution limpide obtenue dans un ballon taré de 100 ml. Évaporer le solvant sous pression réduite en chauffant le ballon au bain-marie à 40-50 °C. Après évaporation du solvant, continuer de chauffer sous pression réduite pendant 10 minutes.

Après refroidissement du ballon, déterminer le poids de l'extrait. Diluer l'extrait dans de l'éther éthylique à raison de 1 ml d'éther éthylique par 60 milligrammes d'extrait.

Activer les couches minces en les portant à 130 °C pendant 3 heures. Laisser refroidir dans un dessiccateur contenant du gel de silice. Les plaques qui ne sont pas utilisées immédiatement sont conservées dans le même dessiccateur.

Appliquer sur une couche, de préférence fraîchement activée, 20 microlitres de la solution limpide sous forme d'une bande de largeur constante de 3 cm de long constituée de gouttelettes juxtaposées. Laisser évaporer le solvant.

Développer le chromatogramme à la température ambiante avec le tétrachlorure de carbone en utilisant une cuve chromatographique recouverte sur les parois de papier filtre imbibé de solvant. Après une heure environ, le solvant a atteint une hauteur de 18 cm. Enlever la plaque et laisser évaporer le solvant à l'air. Développer une seconde fois le chromatogramme de façon à mieux séparer les bandes. Laisser évaporer à nouveau le solvant à l'air.

Vaporiser la couche mince de gel de silice avec une solution de 20 % d'acide phosphomolybdique dans l'alcool éthylique. La couleur de la couche doit être uniformément jaune. Révéler les bandes en plaçant la plaque vaporisée pendant 5 minutes à 110 °C.

IV. INTERPRÉTATION DU CHROMATOGRAMME

Si le chromatogramme présente une seule bande principale intense possédant un Rf d'environ 0,4-0,5, le blé utilisé pour la fabrication de la pâte alimentaire est du blé dur. Si, en revanche, deux bandes principales d'égale intensité apparaissent, la matière première utilisée est du blé tendre. Les mélanges de blé dur et de blé tendre peuvent être appréciés en évaluant l'intensité relative des deux bandes.

Si l'on constate la présence de trois bandes (deux bandes à la hauteur des bandes principales du blé tendre, plus une bande intermédiaire), il y a addition d'œufs à la pâte. Dans ce cas, la matière première utilisée est du blé dur si la bande supérieure est moins intense que la bande intermédiaire. En revanche, si la bande supérieure est plus intense que la bande intermédiaire, la matière première utilisée est du blé tendre.

ANNEXE IV

Règlement abrogé avec sa modification

Règlement (CEE) nº 4154/87 de la Commission	(JO L 392 du 31.12.1987, p. 19)
Règlement (CE) nº 203/98 de la Commission	(JO L 21 du 28.1.1998, p. 6)

ANNEXE V

Tableau de correspondance

Règlement (CEE) nº 4154/87	Présent règlement
Articles 1er à 4	Articles 1er à 4
Article 5	—
—	Article 5
Article 6	Article 6
Annexes I, II et III	Annexes I, II et III
—	Annexe IV
—	Annexe V