

Ce texte constitue seulement un outil de documentation et n'a aucun effet juridique. Les institutions de l'Union déclinent toute responsabilité quant à son contenu. Les versions faisant foi des actes concernés, y compris leurs préambules, sont celles qui ont été publiées au Journal officiel de l'Union européenne et sont disponibles sur EUR-Lex. Ces textes officiels peuvent être consultés directement en cliquant sur les liens qui figurent dans ce document

► **B**                      **RÈGLEMENT D'EXÉCUTION (UE) 2016/1240 DE LA COMMISSION**  
**du 18 mai 2016**

**portant modalités d'application du règlement (UE) n° 1308/2013 du Parlement européen et du Conseil en ce qui concerne l'intervention publique et l'aide au stockage privé**

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

(JO L 206 du 30.7.2016, p. 71)

Modifié par:

		Journal officiel		
		n°	page	date
► <b><u>M1</u></b>	Règlement d'exécution (UE) 2017/1479 de la Commission du 16 août 2017	L 211	10	17.8.2017
► <b><u>M2</u></b>	Règlement d'exécution (UE) 2018/150 de la Commission du 30 janvier 2018	L 26	14	31.1.2018



**RÈGLEMENT D'EXÉCUTION (UE) 2016/1240 DE LA COMMISSION**

**du 18 mai 2016**

**portant modalités d'application du règlement (UE) n° 1308/2013 du Parlement européen et du Conseil en ce qui concerne l'intervention publique et l'aide au stockage privé**

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

**TITRE I**

**DISPOSITIONS GÉNÉRALES**

*CHAPITRE I*

*Disposition préliminaire*

*Article premier*

**Champ d'application**

1. Le présent règlement établit les modalités d'application des règlements (UE) n° 1308/2013 et (UE) n° 1370/2013 en ce qui concerne:

- a) l'achat et la vente dans le cadre de l'intervention publique des produits énumérés à l'article 11 du règlement (UE) n° 1308/2013;
- b) l'octroi de l'aide au stockage privé pour les produits énumérés à l'article 17 du règlement (UE) n° 1308/2013.

2. Le présent règlement s'applique sans préjudice des dispositions spécifiques prévues dans les règlements d'exécution:

- a) portant ouverture d'une adjudication concernant l'achat de produits ou ouverture de la vente de produits provenant de l'intervention; ou
- b) portant ouverture d'une procédure d'adjudication ou portant fixation à l'avance du montant de l'aide au stockage privé.

*CHAPITRE II*

*Règles générales communes*

*Article 2*

**Présentation et recevabilité des offres, soumissions et demandes**

1. Les opérateurs présentent les offres et soumissions pour l'intervention publique ainsi que les soumissions et demandes relatives à l'aide au stockage privé suivant la méthode mise à disposition par l'organisme payeur de l'État membre concerné.

2. Une offre, une soumission ou une demande n'est recevable que si elle est présentée dans la langue officielle ou l'une des langues officielles de l'État membre dans lequel l'offre, la soumission ou la demande est présentée, et comporte, sur un formulaire mis à disposition par l'organisme payeur, au moins les informations suivantes:

**▼B**

- a) le nom de l'opérateur, son adresse et son numéro d'immatriculation à la taxe sur la valeur ajoutée (TVA) dans l'État membre où il exerce son activité principale;
  - b) le produit ou le type de produits concerné et leur code NC, le cas échéant;
  - c) la quantité offerte, soumissionnée, ou demandée, sous réserve des quantités minimales prévues à l'article 5, s'il y a lieu.
3. L'offre, la soumission ou la demande ne mentionne aucune condition supplémentaire introduite par l'opérateur autre que celles définies dans le présent règlement ou dans le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication ou fixation à l'avance du montant de l'aide au stockage privé.
4. Lorsque le délai de présentation des offres, soumissions ou demandes est un jour férié, les offres, soumissions ou demandes sont présentées au plus tard le dernier jour ouvrable précédant le jour férié.
5. Les offres, soumissions ou demandes présentées le samedi, le dimanche ou un jour férié sont réputées reçues par l'organisme payeur le premier jour ouvrable suivant le jour de leur présentation.
6. Les offres, soumissions ou demandes présentées ne peuvent être ni retirées ni modifiées.
7. L'organisme payeur enregistre les offres, soumissions ou demandes admissibles et les quantités concernées à la date à laquelle elles sont reçues.
8. Les droits et obligations découlant de l'acceptation de l'offre, de la soumission ou de la demande ne sont pas transmissibles.

## TITRE II

## INTERVENTION PUBLIQUE

## CHAPITRE I

*Règles spécifiques relatives à l'intervention publique*

## Article 3

**Lieux de stockage d'intervention**

1. Chaque lieu de stockage d'intervention («lieu de stockage») dispose d'une capacité minimale de stockage de:
  - a) pour les céréales: 5 000 tonnes, 7 500 tonnes à partir de la période d'intervention publique 2017/2018, 10 000 tonnes à partir de la période 2018/2019, 15 000 tonnes à partir de la période 2019/2020;
  - b) pour le riz: 5 000 tonnes, 7 500 tonnes à partir de la période d'intervention publique 2017/2018, 10 000 tonnes à partir de la période 2018/2019;
  - c) pour le beurre et le lait écrémé en poudre: 400 tonnes, 600 tonnes à partir de la période d'intervention publique 2017, 800 tonnes à partir de la période 2018.

**▼B**

Les États membres dont la production moyenne annuelle de céréales est inférieure à 20 millions de tonnes peuvent continuer à appliquer à partir de la période 2019/2020 une capacité minimale de stockage de 10 000 tonnes.

2. Aux fins du présent article, on entend par «capacité minimale de stockage», une capacité minimale qui ne doit pas être disponible en permanence, mais qui peut aisément être obtenue au cours de la période où l'achat à l'intervention pourrait avoir lieu.

3. Un organisme payeur ne peut déroger au paragraphe 1 que s'il démontre que la capacité minimale de stockage spécifiée dans ce paragraphe n'est pas disponible et lorsque les lieux de stockage de remplacement ont un accès aisé à une connexion fluviale, maritime ou ferroviaire.

*Article 4***Détermination de l'admissibilité des produits**

1. L'admissibilité des produits à l'intervention publique est établie conformément aux méthodes énoncées dans les dispositions suivantes:

- a) pour les céréales: à l'annexe I, parties I, II, III et IV;
- b) pour le riz: à l'annexe II, partie I;
- c) pour la viande bovine: à l'annexe III, partie I;

**▼M2**

- d) pour le beurre: à l'annexe IV, parties I et I *bis*, du présent règlement;
- e) pour le lait écrémé en poudre: à l'annexe V, parties I et I *bis*, du présent règlement.

2. Les méthodes à utiliser pour déterminer la qualité des céréales, du beurre et du lait écrémé en poudre destinés à l'intervention publique visées respectivement aux annexes I, IV et V sont celles établies par les dernières versions des normes européennes ou internationales pertinentes, selon le cas, qui sont en vigueur depuis au moins 6 mois avant le premier jour de la période d'intervention publique établie à l'article 12 du règlement (UE) n° 1308/2013.

**▼B***CHAPITRE II**Achat des produits à l'intervention*

## Section 1

**Dispositions générales***Article 5***Quantités minimales de produits offertes ou faisant l'objet d'une soumission**

1. La quantité minimale de produits offerte ou faisant l'objet d'une soumission pour l'achat à l'intervention est fixée comme suit:

- a) pour le froment (blé) tendre, l'orge et le maïs: 160 tonnes;

**▼B**

- b) pour le froment (blé) dur: 20 tonnes;
- c) pour le riz: 40 tonnes;
- d) pour la viande bovine: 20 tonnes;
- e) pour le beurre: 30 tonnes;
- f) pour le lait écrémé en poudre: 30 tonnes.

Les États membres dont la production moyenne annuelle de céréales est inférieure à 20 millions de tonnes peuvent décider d'appliquer une quantité minimale de 120 tonnes pour le froment (blé) tendre, l'orge et le maïs.

2. Un organisme payeur peut fixer une quantité minimale supérieure à celle prévue au paragraphe 1, si les conditions et usages du commerce de gros ou les règles environnementales en vigueur dans l'État membre concerné le justifient.

*Article 6***Niveau de la garantie pour l'achat de produits**

Le niveau de la garantie exigée conformément à l'article 4, point a), du règlement délégué (UE) 2016/1238 lors de la présentation d'une offre ou d'une soumission pour l'achat de produits à l'intervention publique est fixé comme suit:

- a) pour les céréales: 20 EUR/tonne;
- b) pour le riz: 30 EUR/tonne;
- c) pour la viande bovine: 300 EUR/tonne;
- d) pour le beurre: 50 EUR/tonne;
- e) pour le lait écrémé en poudre: 50 EUR/tonne.

*Article 7***Présentation et recevabilité des offres et des soumissions**

1. Une offre ou une soumission est recevable si elle satisfait aux exigences prévues à l'article 2 et, dans le cas d'une procédure d'adjudication, dans le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication visée à l'article 12. Elle remplit également les conditions suivantes:

- a) elle comprend au minimum les informations suivantes:
  - i) pour le riz, une indication du type et de la variété;
  - ii) sauf pour la viande bovine, le lieu de stockage du produit au moment de la présentation de l'offre ou de la soumission;
  - iii) pour les céréales et le riz, le lieu de stockage pour lequel l'offre ou la soumission est présentée;
  - iv) pour les céréales et le riz, l'année de récolte et la ou les zones de production dans l'Union;
  - v) pour le beurre et le lait écrémé en poudre, la date de production;
  - vi) pour le beurre et le lait écrémé en poudre, le nom et le numéro d'agrément de l'entreprise agréée où il a été produit;

**▼B**

- b) l'opérateur a constitué une garantie conformément à l'article 4, point a), du règlement délégué (UE) 2016/1238;
- c) pour les céréales et le riz, l'opérateur a déclaré:
- i) que les produits sont originaires de l'Union;
  - ii) que l'offre ou la soumission porte sur un lot homogène, qui, pour le riz, doit être composé de riz paddy de la même variété;
  - iii) si un traitement a été effectué après la récolte ou non, et, le cas échéant, le nom du produit utilisé, qui a été appliqué conformément aux conditions d'utilisation, et que le produit est autorisé en vertu du règlement (CE) n° 1107/2009 du Parlement européen et du Conseil <sup>(1)</sup>.

2. Pour les produits autres que la viande bovine, l'opérateur peut demander sur le formulaire visé à l'article 2, paragraphe 2, que le produit soit pris en charge au lieu de stockage où il est détenu au moment de la présentation de l'offre ou de la soumission, pour autant que le lieu de stockage remplisse les conditions fixées à l'article 7, paragraphe 1, du règlement délégué (UE) 2016/1238 et à l'article 3 du présent règlement.

*Article 8***Vérification des offres et des soumissions par l'organisme payeur**

1. Les organismes payeurs statuent sur la recevabilité des offres et soumissions sur la base des exigences énoncées aux articles 2 et 7.

Lorsque l'organisme payeur décide qu'une offre ou une soumission n'est pas recevable, il en informe l'opérateur concerné dans les trois jours ouvrables suivant la réception de l'offre ou de la soumission. Pour les offres, si l'opérateur ne reçoit pas ces informations, l'offre est considérée comme recevable.

2. En ce qui concerne les céréales et le riz, les déclarations visées à l'article 7, paragraphe 1, point c), peuvent être contrôlées par des moyens administratifs après vérification de la recevabilité des offres ou des soumissions par l'organisme payeur, le cas échéant, avec l'assistance de l'organisme payeur compétent pour le lieu de stockage désigné par l'opérateur, conformément à l'article 57, paragraphe 2.

*Article 9***Notification des offres et des soumissions à la Commission**

1. Les États membres notifient à la Commission toutes les offres et soumissions recevables dans les délais indiqués ci-après.

<sup>(1)</sup> Règlement (CE) n° 1107/2009 du Parlement européen et du Conseil du 21 octobre 2009 concernant la mise sur le marché des produits phytopharmaceutiques et abrogeant les directives 79/117/CEE et 91/414/CEE du Conseil (JO L 309 du 24.11.2009, p. 1).

**▼B**

- a) Dans le cas des offres, les notifications sont présentées au plus tard à 12 heures (heure de Bruxelles) chaque mardi et portent sur les quantités de produits qui, au cours de la semaine précédente, ont fait l'objet d'une offre recevable, avec les informations y afférentes.

Lorsque les quantités offertes se rapprochent des limites fixées à l'article 3, paragraphe 1, du règlement (UE) n° 1370/2013, la Commission informe les États membres de la date à compter de laquelle ils doivent envoyer leurs notifications à la Commission chaque jour ouvrable.

À compter de cette date, les États membres notifient à la Commission, au plus tard à 14 heures (heure de Bruxelles) chaque jour ouvrable, les quantités offertes à l'intervention pendant le jour ouvrable précédent.

- b) Dans le cas des soumissions, les délais fixés dans le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication s'appliquent.

2. Les notifications prévues au paragraphe 1, points a) et b), ne contiennent pas le nom de l'opérateur, son adresse et son numéro d'immatriculation à la TVA et, dans le cas du beurre et du lait écrémé en poudre, le nom et le numéro d'agrément de l'entreprise agréée.

3. Lorsqu'un État membre ne notifie pas à la Commission une offre ou une soumission recevable dans les délais visés au paragraphe 1, points a) et b), il est réputé avoir notifié à la Commission une déclaration nulle.

## Section 2

### Achat à prix fixe

#### Article 10

#### **Présentation des offres pour les achats de froment (blé) tendre, de beurre et de lait écrémé en poudre à prix fixe**

Les offres peuvent être présentées à l'organisme payeur dès le début des périodes d'intervention publique fixées à l'article 12 du règlement (UE) n° 1308/2013.

#### Article 11

#### **Mesures visant au respect des limitations quantitatives**

1. Afin de respecter les limitations quantitatives fixées à l'article 3, paragraphe 1, du règlement (UE) n° 1370/2013, la Commission décide, comme le prévoit l'article 3, paragraphe 6, point a), dudit règlement:

- a) de mettre fin aux achats à l'intervention à prix fixe;
- b) lorsque l'acceptation de la quantité totale offerte entraîne le dépassement de la quantité maximale, de fixer un coefficient d'attribution applicable à la quantité totale des offres reçues de chaque opérateur et notifiées à la Commission le jour de la décision;
- c) le cas échéant, de rejeter les offres en attente présentées aux organismes payeurs des États membres.

**▼B**

La Commission prend une décision dans un délai de deux jours ouvrables suivant la notification visée à l'article 9, paragraphe 1, point a), premier alinéa, et dans un délai de cinq jours ouvrables suivant la notification visée à l'article 9, paragraphe 1, point a), troisième alinéa.

Aux fins du présent article, lorsque la date de notification correspond à un jour férié pour la Commission, le décompte du délai commence le premier jour ouvrable après ce jour férié. Si ces jours fériés sont inclus dans les délais prévus pour la décision de la Commission, seuls les jours ouvrables sont comptés.

2. Par dérogation à l'article 2, paragraphe 6, un opérateur auquel un coefficient d'attribution s'applique conformément au paragraphe 1, point b), peut retirer son offre dans un délai de cinq jours ouvrables à compter de la date d'entrée en vigueur de la décision fixant le coefficient d'attribution.

## Section 3

**Achats par procédure d'adjudication***Article 12***Procédure d'adjudication**

1. Une procédure d'adjudication pour l'achat des produits visés à l'article 11 du règlement (UE) n° 1308/2013 est ouverte par un règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication, qui contient notamment les informations suivantes:

- a) les produits visés, et:
  - i) pour le riz, une indication du type et de la variété;
  - ii) pour la viande bovine, lorsque la soumission concerne l'achat de carcasses à désosser ou le stockage sans désossage;
- b) la période couverte («période d'adjudication») et, si nécessaire, les différentes sous-périodes pendant lesquelles les soumissions peuvent être présentées.

2. La Commission peut ouvrir une procédure d'adjudication applicable à l'achat de viande bovine, par catégorie et par État membre ou par région d'État membre, comme prévu à l'article 13, paragraphe 1, point c), du règlement (UE) n° 1308/2013, sur la base des deux relevés hebdomadaires des prix du marché les plus récents. La Commission peut clore cette procédure d'adjudication, comme prévu à l'article 13, paragraphe 2, dudit règlement, sur la base du relevé hebdomadaire des prix du marché le plus récent.

3. Si la Commission ouvre une procédure d'adjudication limitée, telle que visée à l'article 3, paragraphe 3, du règlement (UE) n° 1370/2013, le règlement d'exécution portant ouverture de cette procédure peut se référer à l'État membre ou à la (aux) région(s) spécifique(s) d'un État membre couvert(e)s par la procédure d'adjudication.

4. En ce qui concerne le riz, la procédure d'adjudication peut être limitée à des variétés spécifiques ou à un ou plusieurs types de riz paddy, à savoir le «riz à grains ronds», le «riz à grains moyens», le «riz à grains longs de la catégorie A» ou le «riz à grains longs de la catégorie B», tels que définis à l'annexe II, partie I, point 2 a), b) ou c), du règlement (UE) n° 1308/2013.



**▼B**

5. En ce qui concerne la viande bovine, les règles suivantes s'appliquent:

- a) le prix moyen du marché par catégorie admissible dans un État membre ou dans une région d'un État membre prend en considération les prix des qualités U, R et O, exprimés en qualité R3 suivant les coefficients de conversion prévus à l'annexe III, partie II, dans l'État membre ou la région d'intervention concernés;
- b) le relevé des prix moyens du marché est effectué conformément au règlement (CE) n° 1249/2008 de la Commission <sup>(1)</sup>;
- c) le prix moyen du marché par catégorie admissible dans un État membre ou une région d'État membre correspond à la moyenne des prix du marché de l'ensemble des qualités visées au point b), pondérées entre elles sur la base de leur importance relative dans le nombre total d'abattages dans cet État membre ou cette région.

Le territoire du Royaume-Uni comprend deux régions d'intervention ainsi définies:

- i) région I: la Grande-Bretagne;
- ii) région II: l'Irlande du Nord.

*Article 13***Présentation et recevabilité des soumissions**

1. Sans préjudice des conditions générales prévues aux articles 2 et 7, une soumission n'est recevable que si elle mentionne un prix proposé en euros, par unité de mesure du produit, arrondi au maximum à deux décimales près, hors TVA.

Dans le cas des céréales et du riz, le prix soumissionné par tonne de produits est un prix correspondant à la qualité minimale pour les céréales définies à l'annexe I, partie II, du règlement délégué (UE) 2016/1238 ou à la qualité standard pour le riz définie à l'annexe III, section A, du règlement (UE) n° 1308/2013, les produits étant livrés au lieu de stockage, non déchargés.

Dans le cas du beurre et du lait écrémé en poudre, le prix soumissionné est le prix par 100 kilogrammes de produits livrés au quai de chargement du lieu de stockage.

Dans le cas de la viande bovine, les soumissionnaires indiquent le prix proposé conformément à l'article 12, paragraphe 5, point a), exprimé par tonne de produits de la qualité R3, et s'il concerne des viandes non désossées destinées au désossage ou à un stockage sans désossage.

2. Sans préjudice de l'article 15, paragraphe 2, du présent règlement, le prix soumissionné ne doit pas dépasser le niveau du prix de l'intervention publique fixé à l'article 2, paragraphe 1, du règlement (UE) n° 1370/2013.

<sup>(1)</sup> Règlement (CE) n° 1249/2008 de la Commission du 10 décembre 2008 portant modalités d'application des grilles communautaires de classement des carcasses de bovins, de porcins et d'ovins et de la communication des prix y afférents (JO L 337 du 16.12.2008, p. 3).



#### Article 14

##### Décisions concernant le prix d'achat

1. Sur la base des soumissions notifiées conformément à l'article 9, la Commission décide:

a) de ne pas fixer de prix d'achat maximal; ou

b) de fixer un prix d'achat maximal.

2. La décision visée au paragraphe 1 est publiée au *Journal officiel de l'Union européenne*.

#### Article 15

##### Décisions individuelles relatives aux soumissions

1. Lorsque aucun prix d'achat maximal n'a été fixé, toutes les soumissions sont refusées.

2. Lorsqu'un prix d'achat maximal a été fixé, l'organisme payeur accepte les soumissions qui sont inférieures ou égales à ce prix maximal. Toutes les autres soumissions sont rejetées.

L'organisme payeur n'accepte que les soumissions qui ont été notifiées à la Commission conformément à l'article 9.

3. L'organisme payeur prend les décisions visées aux paragraphes 1 et 2 du présent article, après la publication de la décision de la Commission visée à l'article 14, paragraphe 1.

Il notifie aux opérateurs le résultat de leur participation à la procédure d'adjudication dans les trois jours ouvrables suivant l'entrée en vigueur de la décision de la Commission.

Cette notification n'est pas nécessaire lorsque la soumission est acceptée, si l'organisme payeur émet un bon de livraison, tel que visé à l'article 17 dans les cinq jours ouvrables qui suivent l'entrée en vigueur de la décision de la Commission. En cas d'acceptation, aucune prorogation du délai pour l'émission du bon de livraison, tel que visé à l'article 17, paragraphe 1, deuxième alinéa, ne peut être accordée.

#### Article 16

##### Limitation des achats de viande bovine

Lorsque les organismes payeurs reçoivent des offres de quantités de viande bovine plus importantes que celles qu'ils sont en mesure de prendre en charge, ils sont autorisés à limiter les achats aux quantités qu'ils peuvent prendre en charge sur leur territoire ou dans l'une de leurs régions d'intervention, visées à l'article 12, paragraphe 5.

Les organismes payeurs veillent à ce que l'application de cette limitation ne compromette pas l'égalité d'accès de tous les intéressés.



#### Section 4

### Livraisons et frais de transport

#### Article 17

##### Bon de livraison

1. Après que l'organisme payeur a vérifié la recevabilité de l'offre ou de la soumission, conformément aux articles 8 et 13, il émet le bon de livraison dans un délai de cinq jours ouvrables à compter de la date visée à l'article 11, paragraphe 1, deuxième alinéa, ou de la date d'entrée en vigueur de la décision visée à l'article 14, paragraphe 1.

L'organisme payeur peut décider de proroger le délai pour l'émission du bon de livraison lorsque c'est nécessaire en raison des grandes quantités de céréales ou de riz acceptées. Toutefois, la date limite de livraison des produits ne peut pas être postérieure à plus de soixante-cinq jours après la date limite ou l'entrée en vigueur visée au premier alinéa. Dans ces cas, l'organisme payeur en informe les opérateurs concernés.

2. Le bon de livraison est daté et numéroté et comporte les informations suivantes:

- a) la quantité à livrer;
- b) la date limite de livraison des produits;
- c) le lieu de stockage où les produits doivent être livrés;
- d) le prix auquel l'offre ou la soumission est acceptée.

3. Le bon de livraison n'est émis que pour les quantités communiquées à la Commission conformément aux dispositions de l'article 9.

#### Article 18

##### Dispositions spécifiques relatives à la livraison des céréales et du riz

1. L'organisme payeur désigne le lieu de stockage où les céréales ou le riz doivent être livrés au coût le plus faible.

2. La livraison au lieu de stockage intervient au plus tard soixante jours après la date d'émission du bon de livraison. Toutefois, l'organisme payeur peut, en fonction des quantités acceptées, prolonger ce délai de quatorze jours au maximum. Dans ce cas, la période de livraison visée à l'article 17, paragraphe 1, deuxième alinéa, peut être prolongée en conséquence. L'organisme payeur en informe les opérateurs concernés.

3. L'opérateur supporte les coûts liés aux analyses suivantes effectuées pour les céréales conformément à la méthodologie visée à l'annexe I, partie IV:

- i) le test d'activité amylasique (Hagberg);
- ii) le test pour le dosage de la teneur en protéines en ce qui concerne le froment (blé) dur et le froment (blé) tendre;

**▼B**

- iii) le test de Zélény;
- iv) le test de machinabilité;
- v) les analyses des contaminants.

*Article 19***Frais de transport pour les céréales et le riz**

1. Les frais de transport des céréales ou du riz en provenance du lieu où le produit a été stocké au moment de l'offre ou de la soumission jusqu'au lieu de stockage indiqué dans le bon de livraison sont à la charge de l'opérateur lorsque la distance est égale ou inférieure à 50 kilomètres.

Au-delà de cette distance maximale, les frais de transport supplémentaires sont à la charge de l'organisme payeur et remboursés par la Commission, à un taux de 0,05 EUR par tonne et par kilomètre.

2. Dans le cas où l'organisme payeur qui achète des céréales ou du riz relève d'un autre État membre que celui sur le territoire duquel le produit est stocké, il n'est pas tenu compte, pour le calcul de la distance maximale visée au paragraphe 1, de la distance entre l'entrepôt de stockage de l'opérateur et la frontière de l'État membre de l'organisme payeur acheteur.

*Article 20***Dispositions particulières applicables à la livraison de viande bovine**

1. Le prix d'achat de la viande bovine est le prix de la viande bovine livrée au point de pesée situé à l'entrée du lieu de stockage ou, lorsque la viande doit être désossée, à l'atelier de découpe.

2. Les frais de déchargement sont à la charge de l'opérateur.

3. Les opérateurs livrent les produits au plus tard quinze jours après la date d'émission du bon de livraison. Toutefois, l'organisme payeur peut, en fonction des quantités acceptées, prolonger ce délai de sept jours au maximum. Dans ces cas, l'organisme payeur en informe les opérateurs concernés.

*Article 21***Dispositions spécifiques relatives à l'emballage, à la livraison et au stockage de beurre et de lait écrémé en poudre**

1. Conformément aux exigences figurant à l'annexe IV, partie II, le beurre est conditionné et livré en blocs d'un poids net de 25 kilogrammes.

2. Conformément aux exigences figurant à l'annexe V, partie II, le lait écrémé en poudre est conditionné et livré en sacs d'un poids net de 25 kilogrammes.

**▼B**

3. L'opérateur livre le beurre ou le lait écrémé en poudre au quai de chargement du lieu de stockage dans les vingt et un jours suivant la date d'émission du bon de livraison. Toutefois, l'organisme payeur peut, en fonction des quantités acceptées, prolonger ce délai de sept jours au maximum. Dans ces cas, l'organisme payeur en informe les opérateurs concernés.

Le beurre et le lait écrémé en poudre sont livrés sur des palettes d'une qualité convenant pour l'entreposage à long terme, à échanger contre des palettes équivalentes. Un système équivalent peut également être approuvé par l'organisme payeur.

Les frais de déchargement du beurre ou du lait écrémé en poudre au quai de chargement du lieu de stockage sont à la charge de l'organisme payeur.

4. L'organisme payeur exige que l'entrée en stock et le stockage du beurre et du lait écrémé en poudre soient effectués sur des palettes de manière à constituer des lots facilement identifiables et aisément accessibles.

*Article 22***Livraison**

1. La date de la livraison est:

a) pour les céréales, le riz, le beurre et le lait écrémé en poudre: la date à laquelle il est confirmé que l'ensemble de la quantité visée sur le bon de livraison est entré dans le lieu de stockage désigné. Cette date ne peut pas être antérieure au jour suivant la date d'émission du bon de livraison;

b) pour chaque lot de viande bovine: la date d'entrée au point de pesée du lieu de stockage d'intervention ou, lorsque la viande doit être désossée, à l'atelier de découpe.

2. L'organisme payeur peut décider que la prise en charge des céréales, du riz, du beurre ou du lait écrémé en poudre peut intervenir au lieu de stockage où les produits sont détenus au moment où l'offre ou la soumission est présentée, pour autant que le lieu de stockage remplisse les conditions fixées à l'article 7, paragraphe 1, du règlement délégué (UE) 2016/1238 et à l'article 3 du présent règlement. Dans ce cas, la date de livraison est celle du jour suivant celui de la date d'émission du bon de livraison et constitue la date pertinente aux fins de l'article 18, paragraphe 2, point a), du règlement d'exécution (UE) n° 908/2014.

3. Les produits sont pris en charge par l'organisme payeur ou son représentant, lequel doit être une personne indépendante de l'opérateur.



## Section 5

### Contrôle et prise en charge

#### Article 23

##### Bulletin de prise en charge

1. Le bulletin de prise en charge est délivré par l'organisme payeur après que les vérifications et analyses requises ont établi que les conditions d'admissibilité définies à l'article 3 du règlement délégué (UE) 2016/1238 sont remplies. Le bulletin indique au minimum:

- a) les quantités livrées et, pour le riz, la variété;
- b) les caractéristiques des produits résultant des analyses dans la mesure où cela est pertinent pour le calcul du prix;
- c) s'il y a lieu, les quantités qui n'ont pas été prises en charge. Dans ce cas, l'opérateur en est informé en conséquence.

2. Le bulletin de prise en charge est daté et envoyé à l'opérateur et au stockeur.

#### Article 24

##### Obligations de l'opérateur

Les produits répondent aux conditions d'admissibilité fixées à l'article 3 du règlement délégué (UE) 2016/1238. Lorsque les contrôles requis révèlent que les produits ne satisfont pas aux conditions d'admissibilité, l'opérateur:

- a) reprend à ses frais les produits concernés;
- b) paie les frais associés à compter de la date d'entrée des produits dans le lieu de stockage jusqu'à la date de sortie des stocks.

Les frais à payer par l'opérateur sont établis sur la base des montants forfaitaires correspondant aux frais d'entrée, de sortie et de stockage, conformément à l'article 3 du règlement délégué (UE) n° 906/2014 de la Commission <sup>(1)</sup>.

#### Article 25

##### Obligation de désossage de la viande bovine

Lorsque l'obligation de désossage est une condition de la procédure d'adjudication, l'organisme payeur s'assure que toute la viande bovine qui est achetée est désossée conformément à l'annexe III, partie III.

<sup>(1)</sup> Règlement délégué (UE) n° 906/2014 de la Commission du 11 mars 2014 complétant le règlement (UE) n° 1306/2013 du Parlement européen et du Conseil en ce qui concerne les dépenses d'intervention publique (JO L 255 du 28.8.2014, p. 1).



## Section 6

### Ajustements des prix et paiements

#### Article 26

##### Ajustements des prix pour les céréales et le riz

1. L'ajustement des prix prévu à l'article 2, paragraphe 2, et à l'article 3, paragraphe 4, du règlement (UE) n<sup>o</sup> 1370/2013 est effectué conformément:

- a) à l'annexe I, parties V et VI, du présent règlement, dans le cas des céréales;
- b) à l'annexe II, partie II, du présent règlement, dans le cas du riz.

2. Si l'organisme payeur prend en charge et stocke les céréales et le riz dans le lieu de stockage, conformément à l'article 22, paragraphe 2, une réduction de 5 EUR/tonne est accordée sur le prix d'achat.

#### Article 27

##### Paielements

1. Les paiements relatifs aux quantités figurant dans le bulletin de prise en charge sont effectués au plus tard le soixante-cinquième jour suivant la date de livraison visée à l'article 22, sauf si une enquête administrative est en cours.

2. Le paiement n'est effectué que pour la quantité effectivement livrée et acceptée. Toutefois, si cette quantité est supérieure à la quantité indiquée dans le bon de livraison, le paiement n'est effectué que pour la quantité indiquée sur le bon de livraison.

## CHAPITRE III

### Vente des produits provenant de l'intervention

#### Article 28

##### Ouverture de la procédure d'adjudication

1. Les produits pris en charge dans l'intervention publique et disponibles à la vente sont vendus par voie d'adjudication.

2. La procédure d'adjudication est ouverte par un règlement d'exécution portant ouverture de la vente.

Le premier délai de présentation des soumissions est fixé au plus tôt six jours après la publication du règlement d'exécution au *Journal officiel de l'Union européenne*.

3. Les procédures d'adjudication peuvent être ouvertes pour la vente des produits stockés dans une ou plusieurs régions de l'Union ou d'un État membre.

4. Le règlement d'exécution portant ouverture de la vente contient notamment les informations suivantes:

- a) les produits concernés, et en particulier:

**▼B**

- i) pour le riz, une indication du type et de la variété;
- ii) pour la viande bovine, les découpes concernées;
- b) la période couverte («période d'adjudication») et les différentes sous-périodes pendant lesquelles les soumissions peuvent être présentées;
- c) pour la viande bovine, le beurre et le lait écrémé en poudre, la quantité minimale pour laquelle une soumission peut être présentée;
- d) le montant de la garantie qui doit être constituée lors de la présentation d'une soumission.

En outre, ce règlement d'exécution peut contenir:

- a) les quantités globales couvertes par la procédure d'adjudication;
- b) s'il y a lieu, les dispositions concernant les frais de transport pour les céréales et le riz.

5. Les procédures d'adjudication peuvent être restreintes à des utilisations ou destinations déterminées et prévoir des dispositions pour vérifier l'utilisation ou la destination.

*Article 29***Avis d'adjudication et dispositions relatives à l'adjudication**

1. Tout organisme payeur disposant de stocks d'intervention prêts à être vendus établit un avis d'adjudication et le publie au plus tard quatre jours avant la première date de présentation des soumissions.

2. L'avis d'adjudication indique notamment:

- a) le nom et l'adresse de l'organisme payeur publiant l'avis d'adjudication;
- b) la référence au règlement d'exécution portant ouverture de la vente;
- c) le délai de présentation des soumissions pour chaque adjudication partielle;
- d) pour chaque lieu de stockage, le nom et l'adresse du stockeur, ainsi que, le cas échéant:
  - i) pour les céréales et le riz, les quantités disponibles présentées en lots de vente qui sont déterminées de manière à assurer l'égalité d'accès aux opérateurs, ainsi que la qualité pour chaque lot de vente;
  - ii) pour la viande bovine, les quantités disponibles par découpe, conformément à l'annexe III, partie IV, et la date de livraison;
  - iii) pour le beurre et le lait écrémé en poudre, les quantités disponibles et la date de livraison;



**▼B**

- e) le stade de la livraison visé à l'article 30, paragraphe 1, point d), et, le cas échéant, le type de conditionnement;
  - f) toute installation, au lieu de stockage, en vue du chargement dans un moyen de transport;
  - g) pour le beurre, le cas échéant, la quantité disponible de beurre de crème douce par lieu de stockage, telle que visée à l'annexe IV, partie II, point 2 d).
3. L'organisme payeur veille à ce que les avis d'adjudication soient publiés comme il convient.
4. L'organisme payeur prend les dispositions nécessaires pour permettre aux intéressés:
- a) d'inspecter, de prélever et d'examiner des échantillons des céréales et du riz mis en vente, à leurs propres frais, avant la présentation d'une soumission;
  - b) de consulter les résultats des analyses visées à l'annexe I, partie IV, à l'annexe II, partie I, à l'annexe IV, partie I, ou à l'annexe V, partie I, selon le cas.

*Article 30***Présentation et recevabilité des soumissions**

1. Une soumission n'est recevable que si elle est conforme aux exigences fixées à l'article 2 et dans le règlement d'exécution portant ouverture de la vente. Elle remplit également les conditions suivantes:
- a) elle comporte une référence au règlement d'exécution portant ouverture de la vente et indique la date d'expiration de la sous-période de présentation des soumissions;
  - b) pour la viande bovine, elle indique les découpes concernées;
  - c) pour les céréales et le riz, elle indique la quantité totale du lot de vente;
  - d) elle indique le prix en euros soumissionné par unité de mesure, arrondi à un maximum de deux décimales, hors TVA, comme suit:
    - i) dans le cas des céréales et du riz, pour le produit chargé dans le moyen de transport;
    - ii) dans le cas du beurre et du lait écrémé en poudre, pour le produit livré sur palettes au quai de chargement du lieu de stockage, ou le cas échéant, livré sur palettes chargées dans le moyen de transport, s'il s'agit d'un camion ou d'un wagon de chemin de fer;
    - iii) dans le cas de la viande bovine, pour le produit livré au quai de chargement du lieu de stockage;

**▼B**

- e) pour la viande bovine, le beurre et le lait écrémé en poudre, il est précisé qu'elle porte au moins sur la quantité minimale visée dans le règlement d'exécution portant ouverture de la vente;
- f) elle indique le lieu de stockage où le produit est détenu et, pour le beurre et le lait écrémé en poudre, un autre lieu de stockage peut être précisé;
- g) l'opérateur a constitué la garantie prévue dans le règlement d'exécution portant ouverture de la vente.

2. Pour les céréales, le prix soumissionné fait référence à la qualité minimale définie à l'annexe I, partie II, du règlement délégué (UE) 2016/1238 ou, pour le riz, à la qualité type, telle que définie à l'annexe III, section A, du règlement (UE) n° 1308/2013.

3. Pour la viande bovine, le beurre et le lait écrémé en poudre, le prix soumissionné s'applique au poids net.

Pour le beurre, le cas échéant, la soumission peut indiquer qu'elle est présentée exclusivement à partir de beurre de crème douce visé à l'article 29, paragraphe 2, point g).

*Article 31***Notification des offres à la Commission**

1. Les États membres notifient toutes les soumissions recevables à la Commission dans les délais établis dans le règlement d'exécution portant ouverture de la vente.
2. Les notifications prévues au paragraphe 1 ne contiennent pas le nom de l'opérateur, son adresse et son numéro d'immatriculation à la TVA.
3. Lorsqu'un État membre n'a pas notifié à la Commission une soumission recevable dans les délais visés au paragraphe 1, il est réputé avoir notifié à la Commission une déclaration nulle.

*Article 32***Décisions concernant le prix de vente**

1. Sur la base des soumissions notifiées conformément à l'article 31, la Commission décide, conformément à la procédure visée à l'article 229, paragraphe 2, du règlement (UE) n° 1308/2013:

- a) de ne pas fixer de prix de vente minimal; ou
- b) de fixer un prix de vente minimal;

En ce qui concerne le beurre et le lait écrémé en poudre, le prix de vente minimal peut varier en fonction du lieu où se trouvent les produits offerts à la vente.

**▼B**

2. La décision visée au paragraphe 1 est publiée au *Journal officiel de l'Union européenne*.

*Article 33***Décisions individuelles relatives aux soumissions**

1. Si aucun prix de vente minimal n'a été fixé, toutes les soumissions sont rejetées.

2. Lorsqu'un prix de vente minimal a été fixé, les organismes payeurs rejettent toutes les soumissions inférieures au prix de vente minimal.

Les organismes payeurs n'acceptent que les soumissions qui ont été notifiées à la Commission conformément à l'article 31.

3. Les organismes payeurs prennent les décisions visées aux paragraphes 1 et 2 du présent article, après publication de la décision de la Commission visée à l'article 32.

Ils notifient aux opérateurs le résultat de leur participation à la procédure d'adjudication dans les trois jours ouvrables suivant la date d'entrée en vigueur de la décision de la Commission.

*Article 34***Règles spécifiques relatives à l'attribution de viande bovine, de beurre et de lait écrémé en poudre**

1. En ce qui concerne le beurre et le lait écrémé en poudre, est désigné comme adjudicataire, l'opérateur ayant offert le prix le plus élevé. Si la quantité disponible n'est pas épuisée, la quantité restante est attribuée aux autres opérateurs en fonction des prix soumissionnés, en commençant par le prix le plus élevé.

2. Dans le cas où l'acceptation d'une soumission conduirait, pour un lieu de stockage particulier, à dépasser la quantité encore disponible de viande bovine, de beurre ou de lait écrémé en poudre, l'adjudication n'est attribuée à l'opérateur concerné que pour la quantité disponible. Toutefois, avec l'accord de l'opérateur, l'organisme payeur peut attribuer le produit provenant d'autres lieux de stockage pour compléter la quantité faisant l'objet de la soumission.

3. Dans le cas où l'acceptation de deux ou plusieurs soumissions offrant le même prix pour un produit d'un lieu de stockage déterminé conduirait à dépasser la quantité disponible de viande bovine, de beurre ou de lait écrémé en poudre, l'attribution s'effectue en répartissant la quantité disponible au prorata des quantités indiquées dans les soumissions concernées. Toutefois, dans le cas où une telle répartition impliquerait l'attribution de quantités inférieures à la quantité minimale visée à l'article 28, paragraphe 4, point c), l'attribution s'effectue par tirage au sort.

**▼B**

4. Lorsqu'à la suite de l'acceptation de toutes les soumissions retenues, la quantité de viande bovine, de beurre ou de lait écrémé en poudre restant dans le lieu de stockage est inférieure à la quantité minimale visée à l'article 28, paragraphe 4, point c), cette quantité restante est proposée par l'organisme payeur aux adjudicataires, en commençant par celui dont l'offre était la plus élevée. La possibilité est offerte aux adjudicataires d'acheter la quantité restante au prix de vente minimal.

5. L'organisme payeur attribue le produit en fonction de sa date d'entrée en stock, en commençant par le produit du lot le plus ancien de la quantité totale disponible dans le lieu de stockage désigné par l'opérateur ou, selon le cas, par le produit le plus ancien de la quantité de beurre ou de beurre de crème douce ou de découpes de viande bovine disponibles dans l'entrepôt frigorifique désigné par l'opérateur.

*Article 35***Paielements**

Avant l'enlèvement du produit et dans le délai prévu à l'article 37, paragraphe 2, les opérateurs versent à l'organisme payeur le montant correspondant à leur soumission pour chaque quantité qu'ils retirent du lieu de stockage, tel que notifié par l'organisme payeur conformément à l'article 33, paragraphe 3.

*Article 36***Ventes par les États membres**

1. Dans le cas où aucune procédure d'adjudication n'est ouverte dans un État membre conformément à l'article 28, l'organisme payeur peut lui-même ouvrir une procédure d'adjudication en vue d'une vente de produits de l'intervention, lorsque la quantité totale restante dans ses lieux de stockage est inférieure à:

- a) pour chaque céréale: 10 000 tonnes;
- b) pour le riz: 2 000 tonnes;
- c) pour la viande bovine, le beurre ou le lait écrémé en poudre: 200 tonnes.

2. Le chapitre II du règlement délégué (UE) 2016/1238 et le présent chapitre s'appliquent à une procédure d'adjudication ouverte par un organisme payeur conformément au paragraphe 1, à l'exception de l'article 28, paragraphe 2, de l'article 29, paragraphe 2, point b), de l'article 30, paragraphe 1, points a) et e), de l'article 31 et de l'article 32, paragraphe 2, du présent règlement. L'article 32, paragraphe 1, s'applique mutatis mutandis à une décision correspondante de l'État membre.

3. Dans la limite des quantités fixées au paragraphe 1, les organismes payeurs peuvent mettre en vente directe les produits qui, après examen visuel dans le cadre de l'inventaire annuel conformément à l'article 3, paragraphe 3, premier alinéa, point g), et à l'article 3, paragraphe 4, du règlement délégué (UE) n° 907/2014, ou lors du contrôle après la prise en charge à l'intervention, ne peuvent plus être réemballés ou sont détériorés.

**▼B**

4. Les organismes payeurs assurent l'égalité d'accès de toutes les parties intéressées.

*Article 37***Bon d'enlèvement**

1. Une fois payé le montant visé à l'article 35, l'organisme payeur délivre un bon d'enlèvement indiquant:

- a) la quantité pour laquelle le montant correspondant a été payé;
- b) le lieu de stockage dans lequel le produit est stocké;
- c) la date limite d'enlèvement du produit.

2. Les opérateurs procèdent à l'enlèvement du produit qui leur a été attribué dans un délai de trente jours suivant la notification visée à l'article 33, paragraphe 3. Après ce délai, les frais et les risques sont à la charge de l'opérateur.

*Article 38***Enlèvement du beurre et du lait écrémé en poudre**

1. Lors du déstockage et en cas de livraison à l'extérieur du lieu de stockage, l'organisme payeur met le beurre et le lait écrémé en poudre à disposition sur des palettes au quai de chargement du lieu de stockage et chargé dans le 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 payeur.

2. Des palettes de qualité équivalente sont retournées à l'organisme payeur par l'opérateur lors du déstockage. Un système équivalent peut également être approuvé par l'organisme payeur.

3. Les éventuels frais d'arrimage et de dépalettissage sont à la charge de l'opérateur du beurre ou du lait écrémé en poudre.

**▼M1**

## CHAPITRE IV

***Écoulement de produits d'intervention au profit du régime de distribution de denrées alimentaires aux personnes les plus démunies dans l'Union****Article 38 bis***Mise à disposition de produits d'intervention pour le régime**

1. La Commission peut, par la voie d'un règlement d'exécution adopté en conformité avec la procédure visée à l'article 229, paragraphe 2, du règlement (UE) n° 1308/2013, mettre les produits d'intervention à disposition du régime de distribution de denrées alimentaires aux personnes les plus démunies dans l'Union visé à l'article 16, paragraphe 2, dudit règlement (le «régime»).

2. Le règlement d'exécution visé au paragraphe 1 comporte notamment les informations suivantes:

**▼ M1**

- a) le type et la quantité des produits mis à disposition du régime;
- b) la localisation des produits mis à disposition du régime et les critères de répartition des lots disponibles entre les États membres concernés sur la base de leur localisation;
- c) la manière dont les produits sont destinés à être écoulés conformément à l'article 23, paragraphe 4, deuxième alinéa, du règlement (UE) n° 223/2014 du Parlement européen et du Conseil <sup>(1)</sup> (utilisation directe, transformation ou vente) afin de les mettre à disposition du régime de la manière la plus avantageuse économiquement, en prenant en considération la nature et les caractéristiques des produits;
- d) lorsque les produits sont destinés à être vendus conformément à l'article 38 *ter* du présent règlement, le montant de la garantie à constituer conformément à l'article 4, point a), du règlement délégué (UE) 2016/1238, et le prix en dessous duquel les produits ne peuvent être vendus.

3. Les États membres souhaitant se voir attribuer la totalité ou une partie de la quantité visée au paragraphe 2, point a), adressent une demande à la Commission dans un délai de 10 jours ouvrables après la publication du règlement d'exécution visé au paragraphe 1. La demande précise le type et la quantité (exprimée en tonnes) du produit sollicité. La quantité demandée par un État membre ne dépasse pas la quantité visée au paragraphe 2, point a).

4. Dans un délai de 20 jours ouvrables après la publication du règlement d'exécution visé au paragraphe 1, la Commission adopte un règlement d'exécution sans recourir à la procédure visée à l'article 229, paragraphe 2 ou 3, du règlement (UE) n° 1308/2013, par lequel:

- a) elle attribue une quantité à chaque État membre ayant introduit une demande;
- b) elle indique la localisation des lots disponibles distribués aux États membres concernés conformément aux critères visés au paragraphe 2, point b).

Aux fins du premier alinéa, point a), lorsque la quantité totale demandée par les États membres dépasse la quantité visée au paragraphe 2, point a), une quantité est attribuée aux États membres concernés au prorata de la quantité demandée par ceux-ci.

5. Si la quantité attribuée à un État membre est inférieure de 50 % à la quantité demandée, l'État membre peut renoncer à la quantité qui lui a été attribuée en informant la Commission de sa décision dans un délai de 10 jours ouvrables après la publication du règlement d'exécution aux termes duquel les produits ont été attribués. Ces produits ne sont plus mis à disposition du régime dans le cadre de ce règlement d'exécution spécifique.

<sup>(1)</sup> Règlement (UE) n° 223/2014 du Parlement européen et du Conseil du 11 mars 2014 relatif au Fonds européen d'aide aux plus démunis (JO L 72 du 12.3.2014, p. 1).

▼ M1*Article 38 ter***Vente de produits d'intervention mis à disposition du régime**

1. Lorsque le règlement d'exécution visé à l'article 38 *bis*, paragraphe 1, prévoit que les produits mis à disposition du régime sont destinés à être écoulés par la vente, les paragraphes 2 à 7 du présent article s'appliquent.

2. L'organisme payeur de l'État membre qui s'est vu attribuer des produits conformément à l'article 38 *bis*, paragraphe 4, ouvre, dans un délai de 40 jours ouvrables après la publication du règlement d'exécution par lequel les produits ont été attribués, une procédure d'adjudication pour la vente des produits.

Lorsqu'un État membre s'est vu attribuer des produits détenus par l'organisme payeur d'un autre État membre, l'organisme payeur détenant les produits fournit à l'organisme payeur vendant les produits les informations visées à l'article 29, paragraphe 2, points d) à g), dans un délai de 10 jours ouvrables après la publication du règlement d'exécution par lequel les produits ont été attribués.

3. Lorsque l'organisme payeur d'un État membre qui s'est vu attribuer des produits détenus par l'organisme payeur d'un autre État membre vend la totalité ou une partie de ces produits, l'organisme payeur vendant les produits verse à l'organisme payeur les détenant la valeur comptable visée à l'article 16, paragraphe 2, du règlement (UE) n° 1308/2013. Ce paiement est effectué dans un délai de 4 jours ouvrables après réception du paiement par un opérateur du montant correspondant à son offre. L'organisme payeur détenant les produits délivre le bon d'enlèvement visé à l'article 37 du présent règlement dans un délai de 5 jours ouvrables après réception du paiement effectué par l'organisme payeur vendant les produits.

4. L'organisme payeur vendant les produits transfère, dans un délai de 10 jours ouvrables après réception du paiement par un opérateur du montant correspondant à son offre, la différence entre le prix de vente et la valeur comptable des produits, multipliée par la quantité vendue, à l'organisme destinataire des paiements de la Commission conformément au règlement (UE) n° 223/2014. Ce montant transféré, s'ajoutant aux ressources déjà disponibles dans le programme opérationnel, sert à financer l'achat et la distribution de denrées alimentaires pour les plus démunis.

5. Les coûts administratifs liés à la vente des produits sont pris en charge par l'organisme payeur vendant les produits.

6. Le chapitre II du règlement délégué (UE) 2016/1238 et le chapitre III du titre II du présent règlement, à l'exception de l'article 28, paragraphe 2, de l'article 29, paragraphe 2, point b), de l'article 30, paragraphe 1, points a) et e), de l'article 31, de l'article 32, paragraphe 2, de l'article 33, paragraphe 2, deuxième alinéa, et de l'article 36 du présent règlement, s'appliquent à une procédure d'adjudication ouverte par un organisme payeur conformément au paragraphe 2 du présent article. L'article 32, paragraphe 1, et l'article 33, paragraphe 3, s'appliquent mutatis mutandis à une décision correspondante de l'État membre. Aux fins de l'article 30, paragraphe 1, point g), le montant de la garantie prévue dans le règlement d'exécution portant ouverture de la vente s'entend comme le montant de la garantie prévue dans le règlement d'exécution visé à l'article 38 *bis*, paragraphe 1.

**▼M1**

7. Lorsque la totalité ou une partie des produits attribués à un État membre n'a pas été vendue dans les 5 mois suivant la publication du règlement d'exécution par lequel les produits avaient été attribués, ces produits ne sont plus mis à disposition du régime dans le cadre de ce règlement d'exécution spécifique.

**▼B**

## TITRE III

## AIDE AU STOCKAGE PRIVÉ

## CHAPITRE I

*Règles spécifiques applicables à l'aide au stockage privé*

## Section I

**Dispositions générales***Article 39***Ouverture des procédures d'adjudication et de fixation à l'avance de l'aide**

1. Le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication ou fixation à l'avance du montant de l'aide peut contenir les informations suivantes:

- a) les produits ou les types de produits concernés et leur code NC, le cas échéant;
- b) dans le cas d'une aide fixée à l'avance, le montant de l'aide au stockage par unité de mesure pour les produits concernés;
- c) l'unité de mesure des quantités;
- d) si la soumission ou l'aide fixée à l'avance concerne des produits qui ont déjà été placés en stock;
- e) dans le cas des soumissions, la période couverte («période d'adjudication») et, si nécessaire, les différentes sous-périodes pendant lesquelles les soumissions peuvent être présentées, et dans le cas des aides fixées à l'avance, la période de présentation des demandes;
- f) la période de stockage;
- g) la quantité globale, le cas échéant;
- h) la quantité minimale par soumission ou demande;
- i) le montant de la garantie par unité de mesure dans le cas des soumissions et, le cas échéant, des demandes;
- j) les périodes d'entrée en stock et de sortie de stock;
- k) les indications qui doivent figurer sur les emballages, le cas échéant.



**▼B**

2. Lorsque l'octroi de l'aide au stockage privé est limité à certains États membres ou régions d'un État membre comme prévu à l'article 18, paragraphe 2, point b), du règlement (UE) n° 1308/2013, les soumissions et les demandes peuvent être présentées uniquement dans le ou les États membres concernés.

3. Dans le cas des soumissions, un délai d'au moins six jours doit être respecté entre l'entrée en vigueur du règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication et la première date fixée pour la présentation des soumissions.

*Article 40***Présentation et recevabilité des soumissions et des demandes d'aide au stockage privé**

Une soumission ou une demande d'aide au stockage privé est recevable si elle satisfait aux exigences énoncées à l'article 2 et si les conditions suivantes sont remplies:

- a) elle comprend au minimum les informations suivantes:
- i) une référence au règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication ou portant fixation à l'avance du montant de l'aide au stockage privé;
  - ii) la période de stockage lorsque le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication ou portant fixation à l'avance du montant de l'aide au stockage privé l'exige;
  - iii) la quantité de produits concernée par la soumission ou la demande;
  - iv) lorsque les produits sont déjà stockés, le nom et l'adresse de chaque lieu de stockage privé, la localisation des lots/cuves/silos de stockage ainsi que les quantités correspondantes et, le cas échéant, le numéro identifiant l'entreprise agréée;
  - v) dans le cas des soumissions, la date d'échéance de la sous-période de présentation;
  - vi) dans le cas des soumissions, le montant de l'aide en euros soumissionné par unité de mesure, arrondi à un maximum de deux décimales, hors TVA;
- b) l'opérateur a constitué le montant de la garantie visée dans le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication ou portant fixation à l'avance du montant de l'aide au stockage privé.

*Article 41***Vérification des soumissions et des demandes par l'organisme payeur**

1. L'organisme payeur statue sur la recevabilité des soumissions et des demandes sur la base des conditions énoncées aux articles 2 et 40.

**▼B**

2. Lorsque l'organisme payeur décide qu'une soumission ou une demande n'est pas recevable, il en informe l'opérateur concerné dans les trois jours ouvrables suivant la réception de la soumission ou de la demande.

*Article 42***Notification des soumissions et des demandes à la Commission**

1. Les États membres notifient à la Commission toutes les soumissions et demandes recevables dans les délais suivants:

- a) dans le cas des soumissions, les délais fixés dans le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication s'appliquent;
- b) dans le cas des demandes, les notifications sont présentées au plus tard à 12 heures (heure de Bruxelles) chaque mardi et portent sur les quantités de produits qui, au cours de la semaine précédente, ont fait l'objet d'une demande recevable, avec les informations y afférentes. La Commission peut demander que ces notifications soient faites plus fréquemment lorsque ces informations sont nécessaires aux fins de la gestion du régime.

2. Les notifications prévues au paragraphe 1, points a) et b), ne contiennent pas le nom de l'opérateur, son adresse et son numéro d'immatriculation à la TVA.

3. Lorsqu'un État membre n'a pas notifié à la Commission une soumission ou demande admissible dans les délais visés au paragraphe 1, points a) et b), il est réputé avoir notifié à la Commission une déclaration nulle.

**Section II****Fixation du montant de l'aide au stockage privé au moyen d'une procédure d'adjudication***Article 43***Décisions concernant le montant maximal de l'aide au stockage privé**

1. Sur la base des soumissions notifiées conformément à l'article 42, la Commission décide, comme prévu à l'article 4, paragraphe 2, point a), du règlement (UE) n° 1370/2013:

- a) de ne pas fixer de montant maximal de l'aide; ou
- b) de fixer un montant maximal de l'aide.

2. Si la soumission est soumise à une quantité globale telle que visée à l'article 39, paragraphe 1, point g), et si l'attribution des quantités totales pour lesquelles ce montant a été proposé devait conduire au dépassement de la quantité globale, la Commission adopte, conformément à la procédure visée à l'article 229, paragraphe 2, du règlement (UE) n° 1308/2013, une décision fixant un coefficient d'attribution. Le coefficient s'applique aux soumissions reçues au niveau du montant maximal de l'aide.

**▼B**

Par dérogation à l'article 2, paragraphe 6, un opérateur auquel un coefficient d'attribution s'applique peut retirer son offre dans un délai de dix jours ouvrables à compter de la date d'entrée en vigueur de la décision fixant le coefficient d'attribution.

3. Les décisions relatives à l'aide visées aux paragraphes 1 et 2 sont publiées au *Journal officiel de l'Union européenne*.

*Article 44***Décisions individuelles relatives aux soumissions**

1. Si aucun montant maximal de l'aide au stockage privé n'a été fixé, toutes les soumissions sont rejetées.

2. Lorsqu'un montant maximal de l'aide a été fixé, l'organisme payeur accepte les soumissions qui sont inférieures ou égales à ce montant, sans préjudice de l'article 43, paragraphe 2. Toutes les autres soumissions sont rejetées.

L'organisme payeur n'accepte que les soumissions qui ont été notifiées à la Commission conformément à l'article 42.

3. L'organisme payeur prend les décisions visées aux paragraphes 1 et 2 du présent article, après la publication de la décision de la Commission visée à l'article 43, paragraphe 1.

Il notifie aux opérateurs le résultat de leur participation à la procédure d'adjudication dans les trois jours ouvrables suivant l'entrée en vigueur de la décision de la Commission.

## Section III

**Fixation à l'avance du montant de l'aide au stockage privé***Article 45***Décisions sur les demandes d'aide au stockage privé fixées à l'avance**

1. Pour les produits déjà stockés, une demande recevable est réputée avoir été acceptée le huitième jour ouvrable suivant la date de réception de cette demande, pour autant que la Commission n'adopte pas une décision conformément au paragraphe 3 dans l'intervalle.

2. Pour les produits qui ne sont pas encore stockés, les décisions relatives à l'acceptation d'une demande recevable sont notifiées par l'organisme payeur à l'opérateur le huitième jour ouvrable suivant la date de réception de cette demande, pour autant que la Commission n'adopte pas une décision conformément au paragraphe 3 dans l'intervalle.

3. Lorsque l'examen de la situation permet de constater un recours excessif des intéressés au régime d'aide au stockage privé, ou qu'il existe un risque d'utilisation excessive ou de spéculation, la Commission peut, sans recourir à la procédure visée à l'article 229, paragraphe 2 ou 3, du règlement (UE) n° 1308/2013, décider:

**▼B**

- a) de suspendre l'application du régime pendant cinq jours ouvrables au maximum; de ne pas accepter les demandes introduites pendant cette période;
- b) de fixer un pourcentage unique de réduction des quantités faisant l'objet des demandes, sous réserve, le cas échéant, du respect de la quantité contractuelle minimale;
- c) de rejeter les demandes introduites avant la période de suspension pour lesquelles la décision d'acceptation aurait dû être prise pendant la période de suspension.

Par dérogation à l'article 2, paragraphe 6, un opérateur auquel le point b) du premier alinéa s'applique peut retirer sa demande dans un délai de dix jours ouvrables à compter de la date d'entrée en vigueur de la décision fixant le pourcentage de réduction.

**Section IV****Placement des produits en stockage privé***Article 46***Informations relatives au lieu de stockage privé des produits non encore stockés**

Après avoir reçu la notification visée à l'article 44, paragraphe 3, deuxième alinéa, ou la notification de la décision visée à l'article 45, paragraphe 2, l'opérateur notifie à l'organisme payeur le délai pour l'entrée des produits en stock, le nom et l'adresse de chaque lieu de stockage privé et les quantités correspondantes. La notification est communiquée à l'organisme payeur au moins cinq jours ouvrables avant le début de l'entrée en stock des lots. L'organisme payeur peut décider d'accepter un délai inférieur à cinq jours ouvrables.

*Article 47***Entrée en stock de produits qui ne sont encore stockés**

1. Les produits sont placés en stock dans les vingt-huit jours suivant la notification visée à l'article 44, paragraphe 3, deuxième alinéa, dans le cas des soumissions, ou la notification de la décision visée à l'article 45, paragraphe 2, dans le cas des demandes.

2. Pour la viande, les opérations d'entrée en stock commencent, pour chaque lot individuel de la quantité sur laquelle porte la soumission ou la demande, le jour où ce lot est soumis au contrôle de l'autorité compétente. Cette date est le jour de la constatation du poids net du produit frais **ou** réfrigéré:

- a) sur le lieu de stockage privé lorsque le produit est congelé sur place;
- b) sur le lieu de la congélation lorsque le produit est congelé dans des installations appropriées hors du lieu de stockage privé.

3. L'entrée en stock est considérée comme terminée le jour où le dernier lot individuel de la quantité sur laquelle porte la soumission ou la demande est placé en stock.



## CHAPITRE II

### Contrats de stockage

#### Section I

#### Conclusion des contrats

##### Article 48

#### Période de stockage contractuel

1. La période de stockage contractuel commence le jour suivant:
  - a) la date de la notification visée à l'article 44, paragraphe 3, ou la date de réception d'une demande recevable, sans préjudice de l'article 45, paragraphe 1, pour les produits déjà stockés;
  - b) la date à laquelle l'entrée en stock est considérée comme terminée conformément à l'article 47, paragraphe 3, en ce qui concerne les produits qui ne sont pas encore stockés.
2. Le dernier jour de la période de stockage contractuel peut être fixé dans le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication ou portant fixation au préalable du montant de l'aide au stockage privé comme prévu à l'article 39, paragraphe 1, point f).

Par dérogation à l'article 3, paragraphe 4, du règlement (CEE, Euratom) n° 1182/71 du Conseil <sup>(1)</sup>, lorsque le dernier jour de la période de stockage contractuel correspond à un samedi, un dimanche ou un jour férié, la période de stockage contractuel prend fin à l'expiration de la dernière heure du jour qui correspond à cette date.

##### Article 49

#### Conclusion des contrats

Les contrats sont conclus entre l'organisme payeur de l'État membre sur le territoire duquel les produits sont stockés ou seront stockés et les opérateurs remplissant les conditions prévues à l'article 2 du règlement délégué (UE) 2016/1238 dont une soumission ou une demande a été acceptée.

Les contrats sont conclus pour la quantité effectivement stockée (la «quantité contractuelle»), qui ne doit pas dépasser la quantité visée à l'article 44, paragraphe 3, deuxième alinéa, dans le cas des soumissions, ou la quantité figurant dans la demande en ce qui concerne les produits déjà stockés, ou la notification de la décision visée à l'article 45, paragraphe 2, en ce qui concerne les demandes pour les produits qui ne sont pas encore stockés.

Lorsque la quantité effectivement placée en stock est inférieure à 95 % de la quantité figurant dans la soumission ou la demande, ou de la quantité résultant de l'application de l'article 45, paragraphe 3, point b), aucun contrat n'est conclu.

<sup>(1)</sup> Règlement (CEE, Euratom) n° 1182/71 du Conseil du 3 juin 1971 portant détermination des règles applicables aux délais, aux dates et aux termes (JO L 124 du 8.6.1971, p. 1).

**▼B**

Aucun contrat n'est conclu lorsque l'admissibilité des produits n'est pas confirmée.

*Article 50***Notification de la conclusion de contrats**

L'organisme payeur notifie à l'opérateur retenu qu'un contrat est réputé conclu dans un délai de cinq jours ouvrables à compter de la date de publication du rapport de contrôle visé à l'article 61, paragraphe 1, sous réserve de la réception de tous les documents nécessaires à la conclusion du contrat.

La date de la conclusion du contrat est celle à laquelle l'organisme payeur informe l'opérateur.

**Section II****Éléments du contrat et obligations de l'opérateur***Article 51***Éléments du contrat**

Le contrat est interprété comme incluant, le cas échéant, les éléments prévus à l'article 52, ainsi que ceux prévus dans:

- a) les dispositions pertinentes du règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication et dans la soumission; ou
- b) les dispositions pertinentes du règlement d'exécution fixant à l'avance le montant de l'aide au stockage privé et dans la demande.

*Article 52***Obligations de l'opérateur**

1. Les contrats portent au moins sur les obligations suivantes pour l'opérateur:

- a) placer et garder en stock la quantité contractuelle au cours de la période de stockage contractuel, à ses frais et risques, dans des conditions assurant le maintien des caractéristiques des produits visés à l'article 3 du règlement délégué (UE) 2016/1238, sans:
  - i) substituer les produits stockés, sauf dans le cas du sucre conformément au paragraphe 3;
  - ii) ni les transférer dans un autre lieu de stockage privé ou, dans le cas du sucre, vers un autre silo;
- b) conserver les documents de pesée établis au moment de l'entrée dans le lieu de stockage privé;
- c) transmettre les documents relatifs aux opérations d'entrée en stock, y compris la localisation des lots/cuves/silos de stockage, ainsi que les quantités correspondantes, à l'organisme payeur, au plus tard cinq jours ouvrables après la date d'entrée en stock visée à l'article 47, paragraphe 3;

**▼B**

d) permettre à l'organisme payeur de contrôler à tout moment le respect de l'ensemble des obligations prévues au contrat;

e) permettre que les produits stockés soient facilement accessibles et individuellement identifiables par lot/cuve/silo de stockage.

2. Par dérogation au paragraphe 1, point a) ii), l'organisme payeur peut autoriser un déplacement des produits stockés dans les conditions suivantes:

i) pour les fromages bénéficiant d'une appellation d'origine protégée (AOP) ou d'une indication géographique protégée (IGP), lorsque l'opérateur présente une demande motivée;

ii) pour les autres produits, dans des cas exceptionnels, lorsque l'opérateur présente une demande motivée.

3. Par dérogation au paragraphe 1, point e), du présent article, le sucre faisant l'objet d'un contrat peut être stocké dans un silo désigné par l'opérateur avec d'autres sucres, à condition que la quantité contractuelle soit stockée dans le silo désigné pendant la période contractuelle, conformément à l'article 8, paragraphe 1, du règlement délégué (UE) 2016/1238.

4. Sur demande, l'opérateur met à la disposition de l'organisme payeur responsable des contrôles toute documentation, regroupée par contrat, permettant notamment de vérifier les éléments suivants, concernant les produits placés en stock:

a) le numéro identifiant l'entreprise agréée et, si nécessaire, l'État membre de production;

b) l'origine et la date de fabrication des produits ou, pour le sucre, la campagne de commercialisation de la production et, pour la viande, le jour de l'abattage;

c) la date d'entrée en stock;

d) le poids et, dans le cas de la viande, le nombre de découpes emballées;

e) l'adresse du lieu de stockage privé et les moyens permettant l'identification immédiate du produit au lieu de stockage privé, ou pour le sucre en vrac, l'identification du silo désigné par l'opérateur;

f) la date de fin de la période de stockage contractuel et la date réelle de sortie du stockage contractuel.

5. L'opérateur ou, s'il y a lieu, le stockeur tient un registre à l'entrepôt, comportant, par numéro de contrat:

a) l'identification des produits placés en stock, par lot/cuve/silo;

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

**▼B**

- c) la quantité de produits placés en stock, par lot/cuve/silo;
- d) la localisation des produits par lot/cuve/silo de stockage dans l'entrepôt.

*CHAPITRE III***Déstockage des produits et paiement de l'aide au stockage privé****Section I****Déstockage des produits***Article 53***Déstockage**

1. Les opérations de déstockage peuvent commencer le jour suivant le dernier jour de la période de stockage contractuel ou, le cas échéant, à la date indiquée dans le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication ou fixation à l'avance du montant de l'aide au stockage privé.

2. Le déstockage est effectué par lots de stockage entiers, ou, si l'organisme payeur l'autorise, pour une quantité moindre.

Toutefois, dans le cas des produits scellés visés à l'article 60, le déstockage ne peut concerner qu'une quantité scellée.

3. Lorsque, dans le règlement d'exécution portant ouverture de la procédure d'adjudication ou fixation à l'avance du montant de l'aide au stockage privé, la période de stockage contractuel est indiquée comme étant comprise entre une période de jours, l'opérateur notifie à l'organisme payeur son intention de déstocker les produits, en indiquant les lots/cuves/silos de stockage concernés, au moins cinq jours ouvrables avant le début des opérations de déstockage.

L'organisme payeur peut décider d'accepter un délai inférieur à cinq jours ouvrables.

**Section II****Paiement***Article 54***Demande de paiement de l'aide au stockage privé**

L'opérateur présente une demande de paiement dans les trois mois suivant la fin de la période de stockage contractuel.

*Article 55***Paiement de l'aide au stockage privé**

Le paiement de l'aide est effectué au plus tard dans un délai de cent vingt jours à compter de la date à laquelle la demande de paiement est présentée, pour autant que les obligations du contrat aient été remplies.



**▼B**

Toutefois, si une enquête administrative est en cours, le paiement n'intervient qu'après la reconnaissance du droit à l'aide.

## TITRE IV

## CONTRÔLES ET SANCTIONS

## CHAPITRE I

*Contrôles**Article 56***Dispositions générales concernant les contrôles relatifs à l'intervention publique et à l'aide au stockage privé**

1. Les organismes payeurs prennent toutes les mesures nécessaires pour garantir la conformité avec les exigences relatives à l'intervention publique et à l'octroi de l'aide au stockage privé prévues par le règlement délégué (UE) 2016/1238, le présent règlement et les règlements d'exécution visés à l'article 1<sup>er</sup>, paragraphe 2, points a) et b), du présent règlement.

Ces mesures comprennent une vérification administrative complète des offres et des soumissions pour l'intervention publique et des soumissions et des demandes relatives à l'aide au stockage privé, qui est complétée par des contrôles documentaires et physiques sur place, selon les modalités prévues par le présent titre.

2. La vérification du poids des produits livrés à l'intervention publique et, dans le cas de l'aide au stockage privé, de la quantité contractuelle, est effectuée en présence des agents de l'organisme payeur.

3. Les échantillons physiques prélevés pour vérifier la qualité et la composition des produits destinés à l'intervention publique et à l'aide au stockage privé sont prélevés par les agents de l'organisme payeur ou en leur présence.

4. Aux fins de la piste d'audit, toute la comptabilité «matières» et financière et les documents contrôlés par l'organisme payeur sont marqués d'un cachet ou paraphés lors de la visite de contrôle. Lorsque des registres informatiques sont contrôlés, un compte rendu du contrôle effectué est inclus dans le dossier de contrôle, soit sur papier, soit sous forme électronique. Ces comptes rendus sont mis à la disposition de la Commission sur demande.

*Article 57***Dispositions spécifiques applicables aux contrôles relatifs à l'intervention publique**

1. Sans préjudice des contrôles requis au titre du présent règlement pour la prise en charge des produits, les contrôles des stocks d'intervention sont effectués conformément à l'article 3 du règlement délégué (UE) n° 907/2014.

**▼B**

2. Lorsque le lieu de stockage visé à l'article 7, paragraphe 1, point a) ii), est situé dans un État membre autre que celui où l'offre ou la soumission est présentée, l'organisme payeur ayant reçu l'offre ou la soumission peut demander l'assistance de l'organisme payeur compétent pour ce lieu de stockage, y compris un contrôle sur place. L'assistance est fournie dans le délai fixé par l'organisme payeur ayant reçu l'offre ou la soumission.

3. Pour la viande bovine, les contrôles sont effectués conformément à l'annexe III, parties I et III.

*Article 58***Dispositions spécifiques applicables aux contrôles relatifs à l'intervention publique pour les céréales et le riz**

1. Sans préjudice de l'article 56, paragraphe 2, la quantité livrée est pesée en présence de l'opérateur et d'un représentant de l'organisme payeur qui est une personne indépendante vis-à-vis de l'opérateur.

Toutefois, dans le cas où le représentant de l'organisme payeur est également le stockeur, l'organisme payeur effectue, dans un délai de trente jours à compter de la date de la livraison, un contrôle comprenant au moins une vérification volumétrique. Une différence éventuelle entre la quantité déterminée par pesage et la quantité estimée selon la méthode volumétrique ne peut être supérieure à 5 %.

Dans le cas où la tolérance de 5 % n'est pas dépassée, le stockeur supporte tous les frais relatifs à la différence éventuellement constatée lors d'un pesage ultérieur par rapport au poids inscrit dans la comptabilité lors de la prise en charge.

Dans le cas où la tolérance de 5 % est dépassée, il est procédé sans délai à un pesage des céréales ou du riz. Si le poids constaté est inférieur au poids retenu, les frais de pesage sont à la charge du stockeur. Sinon, les frais de pesage sont à la charge de l'organisme payeur.

2. Lorsque le niveau de contaminants dans les céréales doit être contrôlé sur la base de l'analyse de risque visée à l'annexe I, partie I, point 3, du règlement délégué (UE) 2016/1238, l'organisme payeur assume les conséquences financières résultant du non-respect des niveaux maximaux de contaminants conformément aux règles fixées à l'article 3, paragraphe 6, du règlement délégué (UE) n° 907/2014.

Toutefois, dans le cas de l'ochratoxine A et de l'aflatoxine, si l'organisme payeur concerné peut apporter, à la satisfaction de la Commission, la preuve du respect des normes à l'entrée, du respect des conditions normales de stockage, ainsi que du respect des autres obligations du stockeur, la responsabilité financière est portée à charge du budget de l'Union.

*Article 59***Dispositions spécifiques applicables à la prise en charge sur le lieu de stockage du stockeur pour les céréales et le riz**

1. Si la prise en charge des céréales ou du riz intervient au lieu de stockage où les produits sont détenus au moment du dépôt de l'offre ou de la soumission, la quantité prise en charge est déterminée sur la base de la comptabilité matière, qui satisfait à des normes professionnelles permettant de garantir la conformité avec la législation de l'Union, et notamment l'annexe III du règlement délégué (UE) n° 907/2014, et à condition que:

- a) la comptabilité matière indique:
  - i) le poids constaté par pesage, le pesage ne pouvant dater de plus de 10 mois avant la prise en charge;
  - ii) les caractéristiques qualitatives physiques au moment du pesage, et notamment le degré d'humidité;
  - iii) les transsilages, le cas échéant, et les traitements réalisés;
- b) le stockeur déclare que le lot faisant l'objet de l'offre correspond dans tous ses éléments aux indications reprises dans la comptabilité matière;
- c) les caractéristiques qualitatives constatées au moment du pesage coïncident avec celles de l'échantillon représentatif constitué à partir des échantillons prélevés par l'organisme payeur ou son représentant, selon la fréquence d'un prélèvement par 60 tonnes.

2. Si le paragraphe 1 s'applique, le poids à inscrire dans la comptabilité matière et la comptabilité financière prévus à l'article 3, paragraphe 3, premier alinéa, point a), du règlement délégué (UE) n° 907/2014, est celui inscrit dans la comptabilité matière et ajusté, le cas échéant, pour tenir compte de toute différence entre le taux d'humidité et/ou le taux d'impuretés diverses (Schwarzbesatz), constatée au moment du pesage et ceux constatés sur la base de l'échantillon représentatif. Une différence de taux d'impuretés diverses ne peut être prise en compte que pour ajuster à la baisse le poids inscrit dans la comptabilité matière.

Une vérification volumétrique est effectuée dans un délai de trente jours à compter de la prise en charge par l'organisme payeur. Une différence éventuelle entre la quantité déterminée par pesage et la quantité estimée selon la méthode volumétrique ne peut être supérieure à 5 %.

Dans le cas où la tolérance de 5 % n'est pas dépassée, le stockeur supporte tous les frais relatifs aux différences éventuellement constatées lors d'un pesage ultérieur par rapport au poids inscrit dans la comptabilité lors de la prise en charge.

Dans le cas où la tolérance de 5 % est dépassée, il est procédé sans délai à un pesage des céréales ou du riz. Si le poids constaté est inférieur au poids enregistré, compte tenu de la marge de tolérance prévue à l'annexe IV, point 1, du règlement délégué (UE) n° 907/2014, les frais de pesage sont à la charge du stockeur. Sinon, les frais de pesage sont à la charge du Fonds européen agricole de garantie.



*Article 60*

**Dispositions spécifiques concernant les contrôles relatifs à l'aide au stockage privé**

1. Pour tous les lots entrés en stock, l'organisme payeur effectue des contrôles documentaires sur place dans les trente jours suivant le début de la période de stockage contractuel visée à l'article 48, paragraphe 1, en vue de vérifier la quantité contractuelle visée à l'article 49. Ces contrôles comprennent un examen de la comptabilité matière visée à l'article 52, paragraphe 5, et des pièces justificatives, telles que des tickets de pesée et des bordereaux de livraison, ainsi qu'une vérification physique de la présence des lots et l'identification des produits dans le lieu de stockage privé.

Dans le cas de la viande, les contrôles sont effectués au moment de la mise en stockage privé et, pour l'huile d'olive, avant le scellement officiel des cuves.

Dans des circonstances dûment justifiées, l'organisme payeur peut prolonger la période visée au premier alinéa d'un maximum de quinze jours. Dans ces cas, l'organisme payeur en informe les opérateurs concernés.

2. Outre les contrôles exigés en vertu du paragraphe 1, un échantillon statistique représentatif d'au moins 5 % des lots correspondant à au moins 5 % du total des quantités entrées en stock est contrôlé physiquement pour garantir que la quantité, la nature et la composition, l'emballage et le marquage des produits et les lots de stockage sont conformes aux exigences applicables au stockage privé et aux données indiquées par l'opérateur dans sa soumission ou demande.

Dans le cas des fromages, les contrôles physiques sont effectués sur tous les lots afin de vérifier la quantité contractuelle.

3. Au cours de la période de stockage, l'organisme payeur procède également à des contrôles inopinés visant à garantir la présence et l'identification de la quantité contractuelle sur le lieu de stockage privé, et que le sucre stocké en vrac est présent dans le silo désigné par l'opérateur. Le contrôle est effectué sur la base d'un échantillon statistique aléatoire d'au moins 5 % des lots couvrant au moins 5 % des quantités totales pour lesquelles des contrats ont été conclus. Cet échantillon ne comporte pas plus de 25 % des lots déjà contrôlés conformément au paragraphe 2, à moins qu'il ne soit pas possible d'effectuer le contrôle sur place d'au moins 5 % des lots couvrant au moins 5 % des quantités totales pour lesquelles des contrats ont été conclus.

Le contrôle inopiné visé au premier alinéa n'est pas nécessaire lorsque l'organisme payeur, avec l'accord de l'opérateur, a scellé les produits de sorte que les quantités contractuelles ne puissent être retirées du lieu de stockage sans briser le scellé.

4. À la fin de la période de stockage contractuel, ou avant le début du déstockage des produits lorsque l'article 53, paragraphe 3, s'applique, l'organisme payeur procède à des contrôles sur place pour vérifier que

**▼B**

l'engagement contractuel a été respecté, sur la base d'un contrôle documentaire du registre des stocks et des pièces justificatives, ainsi que d'une vérification de la présence des lots et de l'identification des produits dans le lieu de stockage privé.

En plus des vérifications visées au premier alinéa, un échantillon statistique représentatif d'au moins 5 % des lots couvrant au moins 5 % des quantités totales pour lesquelles des contrats ont été conclus est soumis à un contrôle physique pour vérifier la quantité, le type, l'emballage et le marquage et l'identification des produits dans le lieu de stockage privé.

5. Dans le cas où l'organisme payeur, avec l'accord de l'opérateur, a scellé les produits de sorte que la quantité stockée ne puisse pas être retirée du lot individuel sans briser le scellé, les contrôles visés aux paragraphes 3 et 4 peuvent se limiter à vérifier la présence et l'intégrité des scellements.

**▼M2***Article 60 bis***Dispositions spécifiques concernant les contrôles relatifs à l'intervention publique et à l'aide au stockage privé pour le lait et les produits laitiers**

1. L'admissibilité du beurre, du lait écrémé en poudre et du fromage au bénéfice de l'aide au stockage privé est établie conformément aux méthodes énoncées respectivement aux annexes VI, VII et VIII.

Ces méthodes sont établies par référence aux dernières versions des normes européennes ou internationales pertinentes, selon le cas, qui sont en vigueur depuis au moins 6 mois avant le premier jour de la période d'intervention publique établie à l'article 12 du règlement (UE) n° 1308/2013.

2. Les résultats des contrôles effectués en appliquant les méthodes exposées dans le présent règlement sont évalués conformément à l'annexe IX.

**▼B***Article 61***Compte rendu des contrôles**

1. L'organisme payeur établit un rapport de contrôle dans un délai de cinq jours ouvrables à compter de l'achèvement de chaque contrôle sur place effectué et, le cas échéant, des contrôles visés à l'article 56, paragraphe 3. Ce rapport décrit avec précision les différents éléments contrôlés et indique:

- a) la date et l'heure du début du contrôle;
- b) des précisions sur le préavis donné;
- c) la durée du contrôle;
- d) le nom des responsables présents;
- e) la nature et l'étendue des contrôles effectués et, notamment, le détail des documents et des produits examinés;

**▼B**

f) les résultats et conclusions;

g) si un suivi est nécessaire.

Le rapport est signé par l'agent responsable de l'organisme payeur et contresigné par l'opérateur ou, le cas échéant, par le stockeur, ou envoyé à l'opérateur par voie enregistrable. Le rapport est classé dans le dossier de paiement.

2. En cas de non-conformité des produits soumis au contrôle, la vérification est étendue à un échantillon statistique plus large, à déterminer par l'organisme payeur.

3. L'organisme payeur enregistre les cas de non-respect sur la base des critères de gravité, d'étendue, de durée et de répétition, qui peuvent entraîner l'exclusion conformément à l'article 62, paragraphe 1, ou le remboursement de l'aide au stockage privé indûment versée, y compris des intérêts le cas échéant, conformément à l'article 62, paragraphe 4.

*CHAPITRE II**Sanctions et mesures administratives**Article 62***Sanctions et mesures administratives en ce qui concerne l'aide au stockage privé**

1. Dans le cas où l'organisme payeur constate qu'un document présenté par un opérateur, qui est requis en vertu du règlement délégué (UE) 2016/1238, du présent règlement ou d'un règlement d'exécution visé à l'article 1<sup>er</sup>, paragraphe 2, point b), du présent règlement, fournit des informations incorrectes et lorsque ces dernières sont déterminantes pour l'octroi de l'aide au stockage privé, l'organisme payeur exclut l'opérateur de la procédure d'octroi de l'aide en faveur du produit pour lequel des informations incorrectes ont été fournies, pendant une période d'un an à compter de la date d'adoption d'une décision administrative définitive établissant l'irrégularité.

2. L'exclusion prévue au paragraphe 1 ne s'applique pas lorsque l'opérateur prouve, à la satisfaction de l'organisme payeur, que la situation visée dans ce paragraphe est due à un cas de force majeure ou à une erreur manifeste.

3. Les aides indûment versées sont recouvrées, avec intérêts, auprès des opérateurs concernés. Les règles fixées à l'article 27 du règlement d'exécution (UE) n° 908/2014 s'appliquent mutatis mutandis.

4. L'application de sanctions administratives et le recouvrement des montants indûment versés, prévus au présent article, ne font pas obstacle à la communication des irrégularités à la Commission en vertu du règlement (CE) n° 1848/2006 de la Commission <sup>(1)</sup>.

<sup>(1)</sup> Règlement (CE) n° 1848/2006 de la Commission du 14 décembre 2006 concernant les irrégularités et la récupération des sommes indûment versées dans le cadre du financement de la politique agricole commune, ainsi que l'organisation d'un système d'information dans ce domaine, et abrogeant le règlement (CEE) n° 595/91 du Conseil (JO L 355 du 15.12.2006, p. 56).



## TITRE V

**NOTIFICATIONS ET DISPOSITIONS FINALES***CHAPITRE I***Notifications**

## Section I

**Dispositions générales en matière de notifications***Article 63***Modalités des notifications**

Les notifications visées au présent règlement, ainsi que dans les règlements d'exécution visés à l'article 1<sup>er</sup>, sont effectuées conformément au règlement (CE) n° 792/2009 de la Commission <sup>(1)</sup>.

*Article 64***Notifications concernant les organismes payeurs**

1. Les États membres notifient à la Commission les organismes payeurs agréés responsables des ventes et des achats à l'intervention et de l'aide au stockage privé.
2. La Commission met à la disposition des États membres et du public la liste des organismes payeurs agréés, notamment par voie de publication sur l'internet.

## Section II

**Notifications en ce qui concerne l'intervention publique***Article 65***Notifications d'informations sur les stocks d'intervention**

1. Les États membres dont les organismes payeurs détiennent des stocks d'intervention notifient à la Commission, au plus tard le 15 de chaque mois, les éléments suivants:
  - a) pour les céréales et le riz:
    - i) les quantités stockées depuis le début de la campagne de commercialisation;
    - ii) les quantités cumulées prises en charge depuis le début de la campagne de commercialisation;

<sup>(1)</sup> Règlement (CE) n° 792/2009 de la Commission du 31 août 2009 fixant les modalités selon lesquelles les États membres communiquent à la Commission les informations et les documents requis dans le cadre de la mise en œuvre de l'organisation commune des marchés, du régime des paiements directs, de la promotion des produits agricoles et des régimes applicables aux régions ultrapériphériques et aux îles mineures de la mer Égée (JO L 228 du 1.9.2009, p. 3).

**▼B**

- iii) les quantités cumulées qui ont été déstockées depuis le début de la campagne de commercialisation, déterminées, le cas échéant, par type d'utilisation ou de destination, et les quantités cumulées perdues;
  - iv) les quantités cumulées affectées (sous contrat), déterminées, le cas échéant, par type d'utilisation ou de destination;
  - v) les quantités faisant l'objet d'une offre à la fin de la période de notification mensuelle;
- b) pour le beurre et le lait écrémé en poudre:
- i) les quantités de chaque produit en stock à la fin du mois précédent et les quantités entrées dans les lieux de stockage et sorties de ceux-ci pendant ce mois;
  - ii) une ventilation des quantités de chaque produit sorties des lieux de stockage pendant le mois précédent, conformément au règlement portant ouverture de l'adjudication pour la vente des produits concernés;
  - iii) une ventilation par âge des quantités en stock à la fin du mois précédent;
- c) pour la viande bovine:
- i) les quantités de chaque produit en stock à la fin du mois précédent et les quantités entrées dans les lieux de stockage et sorties de ceux-ci pendant ce mois;
  - ii) une ventilation des quantités de chaque produit sorties des lieux de stockage pendant le mois précédent, conformément au règlement portant ouverture de l'adjudication pour la vente des produits concernés;
  - iii) les quantités de chaque découpe pour lesquelles un contrat de vente a été conclu pendant le mois précédent;
  - iv) les quantités de chaque découpe pour lesquelles des bons d'enlèvement ont été délivrés pendant le mois précédent;
  - v) les quantités de chaque découpe achetées durant le mois précédent;
  - vi) les stocks hors contrat et physiques de chaque découpe à la fin du mois précédent, avec indication de la durée de stockage des stocks hors contrat;
- d) pour tous les produits:
- i) l'ouverture d'une procédure d'adjudication, les quantités attribuées et les prix minimaux de vente fixés en cas d'application de l'article 36;



**▼M1**

- ii) les informations relatives aux cessions pour le régime de distribution de denrées alimentaires aux personnes les plus démunies, y compris le montant concerné (c'est-à-dire la différence entre le prix de vente et la valeur comptable) et le moment où ce montant est transféré à l'organisme destinataire des paiements de la Commission au titre du règlement (UE) n° 223/2014, conformément à l'article 38 *ter*, paragraphe 4, du présent règlement.

**▼B**

2. La Commission peut demander que les notifications prévues au paragraphe 1 soient effectuées à une fréquence accrue lorsque cela est nécessaire aux fins de la gestion efficace du système d'intervention.

3. Aux fins du paragraphe 1, point b), on entend par:

- a) «quantités entrées»: les quantités physiquement entrées en stock, prises en charge ou non par l'organisme payeur;
- b) «quantités sorties»: les quantités qui ont été enlevées ou, si la prise en charge par l'acquéreur intervient avant l'enlèvement, les quantités prises en charge.

4. Aux fins du paragraphe 1, point c), on entend par:

- a) «stock hors contrat»: les stocks qui n'ont pas encore fait l'objet d'un contrat de vente;
- b) «stock physique»: le total des stocks hors contrat et des stocks ayant fait l'objet d'un contrat de vente mais pas encore pris en charge.

## Section III

**Notifications concernant l'aide au stockage privé***Article 66***Notification d'informations concernant le stockage privé**

Les États membres dans lesquels le régime d'aides au stockage privé est utilisé notifient à la Commission:

- a) au moins une fois par semaine les produits et les quantités pour lesquels des contrats ont été conclus au cours de la semaine précédente, ventilés par période de stockage;
- b) au plus tard le 15 de chaque mois pour le mois précédent:
  - i) les quantités de produits entrées et sorties du stock privé au cours du mois considéré, le cas échéant, ventilées par catégories;
  - ii) les quantités de produits en stock privé à la fin du mois considéré, le cas échéant, ventilées par catégories;
  - iii) les quantités de produits pour lesquelles la période de stockage contractuel est terminée;

**▼B**

- iv) si la période de stockage a été écourtée ou allongée, conformément à l'article 20, point m), du règlement (UE) n° 1308/2013, pour les produits et les quantités dont la période de stockage a été modifiée, ainsi que les dates initiales et modifiées du déstockage.
- c) au plus tard le 31 mars de chaque année pour l'année civile précédente, les résultats des contrôles sur place effectués en application du titre IV.

*CHAPITRE II**Dispositions finales**Article 67***Entrée en vigueur et application**

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

Il s'applique à partir du 1<sup>er</sup> octobre 2016. Toutefois, en ce qui concerne l'achat à l'intervention publique, à l'annexe I, la partie V, tableaux III et IV, et la partie VI, point b), s'appliquent à partir du 1<sup>er</sup> juillet 2017.

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



## ANNEXE I

## CÉRÉALES

## PARTIE I

## 1. DÉFINITION DES ÉLÉMENTS QUI NE SONT PAS DES CÉRÉALES DE BASE DE QUALITÉ IRRÉPROCHABLE

## 1.1. Grains brisés

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition de «grains brisés» est reprise dans la norme EN 15587.

Pour le maïs, la définition de «grains brisés» est reprise dans la norme EN 16378.

## 1.2. Impuretés constituées par des grains

a) *Grains échaudés:*

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition de «grains échaudés» est reprise dans la norme EN 15587. Toutefois, pour l'orge d'Estonie, de Lettonie, de Finlande et de Suède, on entend par «grains échaudés» les grains d'un poids spécifique égal ou supérieur à 64 kilogrammes par hectolitre offerts ou soumissionnés, ou soumis à l'intervention dans ces États membres, les grains qui, après élimination de tous les autres éléments visés à la présente annexe, passent par des tamis à fentes de 2,0 millimètres.

Les «grains échaudés» ne s'appliquent pas au maïs.

b) *Autres céréales*

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition des «autres céréales» est reprise dans la norme EN 15587.

Pour le maïs, la définition des «autres céréales» est reprise dans la norme EN 16378.

c) *Grains attaqués par les prédateurs*

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition des «grains attaqués par les prédateurs» est reprise dans la norme EN 15587.

Pour le maïs, la définition des «grains attaqués par les prédateurs» est reprise dans la norme EN 16378.

d) *Grains présentant des colorations du germe*

Pour le blé dur et le blé tendre, la définition est reprise dans la norme EN 15587.

La définition des «grains présentant des colorations du germe» ne s'applique pas à l'orge ni au maïs.

e) *Grains chauffés par séchage*

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition des «grains chauffés par séchage» est reprise dans la norme EN 15587.

Pour le maïs, la définition des «grains chauffés par séchage» est reprise dans la norme EN 16378.

f) *Grains mouchetés*

Pour le blé dur, la définition des «grains mouchetés» est reprise dans la norme EN 15587.

La définition des «grains mouchetés» ne s'applique pas au blé tendre, ni à l'orge, ni au maïs.

**▼B****1.3. Grains germés**

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition des «grains germés» est reprise dans la norme EN 15587.

Pour le maïs, la définition des «grains germés» est reprise dans la norme EN 16378.

**1.4. Impuretés diverses****a) Graines étrangères**

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition des «graines étrangères» est reprise dans la norme EN 15587.

Pour le maïs, la définition des «graines étrangères» est reprise dans la norme EN 16378.

Sont considérées comme «graines nuisibles», les graines toxiques pour l'homme et les animaux, les graines gênant ou compliquant le nettoyage et la mouture des céréales ainsi que celles modifiant la qualité des produits transformés issus de céréales.

**b) Grains endommagés**

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition des «grains endommagés» est reprise dans la norme EN 15587.

Pour le maïs, la définition des «grains endommagés» est reprise dans la norme EN 16378.

Dans la norme EN 15587, pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition des «grains fusariés» est incluse dans celle des «grains endommagés».

**c) Corps étrangers**

Pour le blé dur, le blé tendre et l'orge, la définition des «corps étrangers» est reprise dans la norme EN 15587.

Pour le maïs, la définition des «corps étrangers» est reprise dans la norme EN 16378.

**d) Balles (fragments de rafles pour le maïs)****e) Ergots****f) Grains cariés**

Pour le blé dur et le blé tendre, la définition des «grains cariés» est reprise dans la norme EN 15587.

La définition des «grains cariés» ne s'applique pas à l'orge, ni au maïs.

**g) Impuretés d'origine animale.****1.5. Prédateurs vivants****1.6. Grains mitadinés**

On entend par «grains de froment dur mitadinés» les grains dont l'amande ne peut être considérée comme pleinement vitreuse. Ils sont définis dans la norme EN 15585.

**2. FACTEURS SPÉCIFIQUES À PRENDRE EN CONSIDÉRATION PAR TYPE DE CÉRÉALE POUR LA DÉFINITION DES IMPURETÉS****2.1. Blé dur**

Par «impuretés constituées par des grains», on entend les grains échaudés, les grains d'autres céréales, les grains attaqués par les prédateurs, les grains présentant des colorations du germe, les grains mouchetés et les grains chauffés par séchage.

**▼B**

Par «impuretés diverses», on entend les graines étrangères, les grains endommagés (dont les grains fusariés), les corps étrangers, les balles, l'ergot, les grains cariés et les impuretés d'origine animale.

**2.2. Blé tendre**

Par «impuretés constituées par des grains», on entend les grains échaudés, les grains d'autres céréales, les grains attaqués par les prédateurs, les grains présentant des colorations du germe (seulement pour leur teneur au-delà de 8 %) et les grains chauffés par séchage.

Par «impuretés diverses», on entend les graines étrangères, les grains endommagés (dont les grains fusariés), les corps étrangers, les balles, l'ergot, les grains cariés et les impuretés d'origine animale.

**2.3. Orge**

Par «impuretés constituées par des grains», on entend les grains échaudés, les grains d'autres céréales, les grains attaqués par les prédateurs et les grains chauffés par séchage.

Par «impuretés diverses», on entend les graines étrangères, les grains endommagés (dont les grains fusariés), les corps étrangers, les balles et les impuretés d'origine animale.

**2.4. Maïs**

Par «impuretés constituées par des grains», on entend les grains d'autres céréales, les grains attaqués par les prédateurs et les grains chauffés par séchage.

Par «impuretés diverses», on entend les graines étrangères, les grains endommagés, les corps étrangers, les fragments de rafles et les impuretés d'origine animale.

**PARTIE II****Méthodes utilisées pour la détermination de la qualité des céréales offertes, soumissionnées ou soumises à l'intervention**

En application de l'article 4, pour déterminer la qualité des céréales offertes, soumissionnées ou soumises à l'intervention, les méthodes à utiliser sont les suivantes:

- a) la méthode de référence pour la détermination des éléments qui ne sont pas des céréales de base de qualité irréprochable constituée par:
  - i) pour le blé tendre, le blé dur et l'orge: la norme EN 15587;
  - ii) pour le maïs: la norme EN 16378;
- b) la méthode de référence pour la détermination du taux d'humidité constituée par:
  - i) pour le maïs: la norme EN ISO 6540;
  - ii) pour les céréales autres que le maïs: la norme EN ISO 712 ou une méthode basée sur la technologie de l'infrarouge, conforme à la norme EN 15948.

En cas de litige, seuls les résultats issus de l'application, pour le maïs, de la norme EN ISO 6540 et, pour les céréales autres que le maïs, de la norme EN ISO 712 font foi;

- c) la méthode de référence pour la détermination du caractère non collant et machinable de la pâte obtenue du blé tendre: celle mentionnée dans la partie III de la présente annexe;

**▼B**

- d) la méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière protéique dans le blé dur et le blé tendre broyé constituée par: celle mentionnée dans:
- i) la norme EN ISO 20483, ou
  - ii) la norme CEN ISO/TS 16634-2.
- En cas de litige, seuls les résultats issus de l'application de la norme EN ISO 20483 font foi;
- e) la méthode de référence pour la détermination de l'indice de Zélény sur le grain de blé tendre broyé constituée par: celle mentionnée dans la norme EN ISO 5529;
- f) la méthode de référence pour la détermination du temps minimal de chute (Hagberg) (test d'activité amylasique): celle mentionnée dans la norme EN ISO 3093;
- g) la méthode de référence pour la détermination du taux de mitadinage du blé dur: celle mentionnée dans la norme EN 15585;
- h) la méthode de référence pour la détermination du poids spécifique: celle mentionnée dans la norme EN ISO 7971/3;
- i) les méthodes de prélèvement d'échantillons et les méthodes d'analyse pour la détermination du taux des mycotoxines: celles visées à l'annexe du règlement (CE) n° 1881/2006 de la Commission <sup>(1)</sup> et mentionnées aux annexes I et II du règlement (CE) n° 401/2006 de la Commission <sup>(2)</sup>.

## PARTIE III

**Méthode de détermination du caractère non collant et machinable de la pâte obtenue à partir du blé tendre****1. Intitulé**

Méthode pour essai de panification de farine de blé.

**2. Champ d'application**

La méthode s'applique aux farines issues d'une mouture expérimentale de blé en vue de produire du pain fermenté à la levure.

**3. Principe**

Une pâte est préparée à partir de farine, d'eau, de levure, de sel et de saccharose dans un pétrin déterminé. Après division et boulage, les pâtons reposent 30 minutes; ils sont façonnés, placés sur des plaques de cuisson et cuits après une fermentation finale d'une durée déterminée. Les propriétés technologiques de la pâte sont notées. Les pains sont jugés d'après leur volume et leur hauteur.

**4. Ingrédients**4.1. *Levure*

Levure sèche active de *Saccharomyces cerevisiae*, type DHW-Hamburg-Wansbeck ou ingrédient ayant les mêmes caractéristiques.

4.2. *Eau du robinet*4.3. *Solution sucrée et salée d'acide ascorbique*

Dissoudre  $30 \pm 0,5$  g de chlorure de sodium (qualité du commerce),  $30 \pm 0,5$  g de saccharose (qualité du commerce) et  $0,040 \pm 0,001$  g d'acide ascorbique dans  $800 \pm 5$  g d'eau. Préparer une solution fraîche tous les jours.

<sup>(1)</sup> Règlement (CE) n° 1881/2006 de la Commission du 19 décembre 2006 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires (JO L 364 du 20.12.2006, p. 5).

<sup>(2)</sup> Règlement (CE) n° 401/2006 de la Commission du 23 février 2006 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires (JO L 70 du 9.3.2006, p. 12).

**▼ B**4.4. *Solution sucrée*

Dissoudre  $5 \pm 0,1$  g de saccharose (qualité du commerce) dans  $95 \pm 1$  g d'eau. Préparer une solution fraîche tous les jours.

4.5. *Farine maltée (possédant une activité enzymatique)*

Qualité du commerce.

5. **Matériel et appareillage**5.1. *Fournil*

Avec système de régulation permettant de maintenir la température entre 22 et 25 °C.

5.2. *Réfrigérateur*

Pour entretenir une température de  $4 \pm 2$  °C.

5.3. *Balance*

Charge maximale 2 kg, précision 2 g.

5.4. *Balance*

Charge maximale 0,5 kg, précision 0,1 g.

5.5. *Balance de laboratoire*

Précision  $0,1 \times 10^{-3}$  g.

5.6. *Mélangeur*

Stephan UMTA 10, un frasseur de type «Detmold» (Stephan Soehne GmbH) ou appareil similaire ayant les mêmes caractéristiques.

5.7. *Chambre de fermentation*

Avec système de régulation permettant de maintenir une température de  $30 \pm 1$  °C.

5.8. *Boîtes ouvertes en plastique*

En polyméthylméthacrylate (Plexiglas, Perspex). Dimensions intérieures: 25 × 25 cm, hauteur 15 cm, épaisseur des parois  $0,5 \pm 0,05$  cm.

5.9. *Plaques carrées en plastique*

En polyméthylméthacrylate (Plexiglas, Perspex). Au moins 30 × 30 cm, épaisseur  $0,5 \pm 0,05$  cm.

5.10. *Bouleuse*

Bouleuse Brabender (Brabender OHG) ou appareil similaire ayant les mêmes caractéristiques.

6. **Prélèvement d'échantillons**

Suivant la norme EN ISO 24333.

7. **Mode opératoire**7.1. *Détermination de l'hydratation*

L'absorption d'eau est déterminée selon la norme ICC n° 115/1.

7.2. *Détermination de l'addition de farine maltée*

Déterminer le «temps de chute» de la farine selon la norme EN ISO 3093. Si ce «temps de chute» est supérieur à 250, déterminer la quantité de farine de malt à ajouter pour obtenir un temps de chute compris entre 200 et 250, en effectuant une série de mélanges avec des quantités croissantes de farine maltée (point 4.5). Si le «temps de chute» est inférieur à 250, il n'est pas nécessaire d'ajouter de farine maltée.

**▼B**7.3. *Réactivation de la levure sèche*

Porter la solution sucrée (point 4.4) à la température de  $35 \pm 1$  °C. Verser une partie en poids de la levure sèche active dans quatre parties en poids de cette solution sucrée tiède. Ne pas agiter. Remuer légèrement si nécessaire.

Laisser reposer pendant  $10 \pm 1$  minute. Ensuite agiter jusqu'à l'obtention d'une suspension homogène. Utiliser cette suspension dans les 10 minutes qui suivent.

7.4. *Ajustement des températures de la farine et des ingrédients liquides*

La température de la farine et de l'eau doit être ajustée, afin d'obtenir une température de pâte à la fin du pétrissage de  $27 \pm 1$  °C.

7.5. *Composition de la pâte*

Peser, avec précision de 2 g,  $10 \frac{y}{3}$  g de farine telle quelle (correspondant à 1 kg de farine à 14 % de teneur en eau) dans laquelle «y» est la quantité de farine utilisée dans le test au farinographe (voir la norme ICC n° 115/1).

Peser à 0,2 g près la quantité de farine maltée nécessaire pour porter le «temps de chute» entre 200 et 250 (point 7.2).

Peser  $430 \pm 5$  g de solution sucrée et salée d'acide ascorbique (point 4.3) et ajouter de l'eau pour obtenir une masse totale de  $(x - 9) 10 \frac{y}{3}$  g (point 10.2), «x» étant la quantité d'eau utilisée dans le test au farinographe (voir la norme ICC n° 115/1). Cette masse totale (habituellement comprise entre 450 et 650 g) doit être déterminée avec précision de 1,5 g.

Peser  $90 \pm 1$  g de suspension de levure (point 7.3).

Noter la masse totale de pâte (P) qui est la somme des masses de farine, de la solution sucrée et salée d'acide ascorbique plus l'eau, de la suspension de levure et de la farine maltée.

7.6. *Mélange*

Porter tout d'abord le pétrin à une température de  $27 \pm 1$  °C au moyen d'une quantité d'eau suffisante à la température appropriée.

Verser les ingrédients liquides dans le pétrin, puis épandre à la surface la farine et la farine maltée.

Mettre en marche le pétrin (première vitesse, 1 400 tours/min), laisser tourner pendant 60 secondes. Vingt secondes après le début du pétrissage, tourner deux fois la raclette fixée au couvercle de la cuve du pétrin.

Mesurer la température de la pâte. Si celle-ci n'est pas comprise entre 26 et 28 °C, jeter cette pâte et en confectionner une nouvelle après avoir ajusté les températures des ingrédients.

Noter les propriétés des pâtes en utilisant l'une des expressions suivantes:

— non collante et machinable, ou

— -collante et non machinable.

Pour être considérée comme «non collante et machinable» à la fin du pétrissage, la pâte doit constituer une masse cohérente qui n'adhère pratiquement pas aux parois de la cuve et à l'axe du pétrin. Cette masse doit pouvoir être facilement rassemblée avec les mains et retirée de la cuve en une seule fois sans pertes appréciables.



**▼B**7.7. *Division et boulage*

Peser, avec une précision de 2 g, 3 pâtons selon la formule:

$p = 0,25 P$  dans laquelle:

$p$  = masse du pâton

$P$  = masse totale de la pâte.

Bouler immédiatement les pâtons pendant 15 secondes dans la bouleuse (point 5.10) et les placer ensuite pendant  $30 \pm 2$  minutes sur les plaques en plastique (point 5.9) recouvertes par les boîtes en plastique renversées (point 5.8), dans la chambre de fermentation (point 5.7).

Ne pas fleurir les pâtons.

7.8. *Façonnage*

Porter les pâtons qui se trouvent sur les plaques en plastique, recouvertes par les boîtes renversées près de la bouleuse (point 5.10) et rebouler chaque pièce pendant 15 secondes. N'enlever le couvercle qui protège le pâton qu'au dernier moment juste avant le boulage. Noter à nouveau les propriétés de la pâte en utilisant l'une des deux expressions suivantes:

a) non collante et machinable; ou

b) collante et non machinable.

Pour être considérée comme «non collante et machinable» durant le fonctionnement de l'appareil, la pâte ne doit adhérer que peu ou pas du tout aux parois de la chambre de sorte que le pâton soit bien animé d'un mouvement de rotation sur lui-même permettant à la boule de se former. À la fin de l'opération, la pâte ne doit pas coller aux parois de la chambre de boulage lorsque le couvercle de la chambre est soulevé.

8. **Procès-verbal d'essai**

Le procès-verbal d'essai doit mentionner:

a) les propriétés de la pâte à la fin du pétrissage et du façonnage;

b) le «temps de chute» de la farine sans addition de farine maltée;

c) toutes les anomalies observées;

d) la méthode utilisée;

e) toutes les références nécessaires à l'identification de l'échantillon.

9. **Remarques générales**

## 9.1. La formule pour le calcul de la quantité des ingrédients liquides se base sur les considérations suivantes:

Une addition de  $x$  ml d'eau à l'équivalent de 300 g de farine à 14 % d'humidité donne la consistance désirée. Comme on utilise dans l'essai de panification 1 kg de farine (ramené à 14 % de teneur en eau), tandis que  $x$  est basé sur 300 g farine, il est nécessaire d'utiliser dans l'essai de panification  $x$  divisé par trois et multiplié par 10 g d'eau, donc  $10 \times/3$  g.

Les 430 g de la solution sucrée et salée d'acide ascorbique contiennent 15 g de sel et 15 g de sucre. Ces 430 g de solution sont inclus dans les ingrédients liquides. Donc, pour ajouter  $10 \times/3$  g d'eau à la pâte, on doit ajouter  $(10 \times/3 + 30)$  g d'ingrédients liquides, composés de 430 g de la solution sucrée et salée d'acide ascorbique et d'une quantité d'eau additionnelle.

**▼B**

Quoiqu'une partie de l'eau additionnée avec la suspension de levure soit absorbée par la levure, cette suspension contient aussi de l'eau «libre». Il est supposé arbitrairement que les 90 g de suspension de levure contiennent 60 g d'eau «libre». On doit donc appliquer une correction de 60 g sur la quantité des ingrédients liquides en comptant l'eau «libre» de la suspension de levure, donc:  $10 \times x/3$  g plus 30 moins 60 g doit être additionné finalement. Ce qui donne:  $(10 \times x/3 + 30) - 60 = 10 \times x/3 - 30 = (x/3 - 3) \times 10 = (x - 9) \times 10/3$ , c'est-à-dire la formule du point 7.5. Si par exemple la quantité d'eau x, utilisée dans le test au farinographe, est de 165 ml, on substitue cette valeur dans la formule, si bien que les 430 g de solution sucrée et salée d'acide ascorbique doivent être augmentés jusqu'à une masse totale de:

$$(165 - 9) \times 10/3 = 156 \times 10/3 = 520 \text{ g.}$$

- 9.2. La méthode n'est pas directement applicable au blé. Le mode opératoire qu'on doit suivre pour caractériser la valeur boulangère d'un blé est comme suit:

Nettoyer l'échantillon de blé et déterminer la teneur en eau du blé nettoyé. Ne pas conditionner le blé, si sa teneur en eau est comprise entre 15,0 et 16,0 %. Dans les autres cas, conditionner le blé à une teneur en eau de  $15,5 \pm 0,5$  % au moins 3 heures avant la mouture.

On en extrait la farine en utilisant les moulins de laboratoire Bühler MLU 202 ou Brabender Quadrumat Senior ou tout appareil rigoureusement similaire ayant les mêmes caractéristiques.

Choisir un diagramme de mouture de façon à obtenir, avec un taux d'extraction minimal de 72 %, une farine dont le taux de cendres sera compris entre 0,50 et 0,60 % sur matière sèche.

Déterminer les cendres de la farine selon l'annexe II du règlement (UE) n° 234/2010 de la Commission<sup>(1)</sup> et la teneur en eau selon le présent règlement. Calculer le taux d'extraction selon l'équation:

$$E = [(100 - f) F / (100 - w) W] \times 100 \%$$

dans laquelle:

E = taux d'extraction,

f = teneur en eau de farine,

w = teneur en eau du blé,

F = masse de la farine produite à humidité f,

W = masse de blé en œuvre à humidité w.

*Remarque:* Les précisions concernant les ingrédients et les appareils utilisés figurent dans le document T/77 300 du 31 mars 1977 publié par l'Institut voor Graan, Meel en Brood, TNO — Postbus 15, Wageningen, Pays-Bas.

## PARTIE IV

**Méthode d'échantillonnage et d'analyses des céréales**

1. Pour chaque lot de céréales, les caractéristiques qualitatives sont constatées sur la base d'un échantillon représentatif du lot offert, constitué à partir des échantillons prélevés selon la fréquence d'une prise pour chaque livraison à raison d'au moins une prise toutes les 60 tonnes.

<sup>(1)</sup> Règlement (UE) n° 234/2010 de la Commission du 19 mars 2010 établissant certaines modalités d'application du règlement (CE) n° 1234/2007 du Conseil en ce qui concerne l'octroi des restitutions à l'exportation ainsi que les mesures à prendre, en cas de perturbation, dans le secteur des céréales (JO L 72 du 20.3.2010, p. 3).

**▼B**

2. Les méthodes de référence à utiliser pour déterminer la qualité des céréales offertes, soumissionnées ou soumises à l'intervention sont celles mentionnées dans les parties I, II et III de la présente annexe.
3. En cas de litige, l'organisme payeur soumet de nouveau les céréales concernées aux contrôles nécessaires et les frais y afférents sont supportés par la partie perdante.

## PARTIE V

**Bonifications et réfections***Tableau I***Bonifications pour le taux d'humidité pour les céréales autres que le maïs**

Taux d'humidité (%)	Bonifications (en EUR/tonne)
Moins de 12,5 à 12	0,5
Moins de 12 à 11,5	1
Moins de 11,5	1,5

**Bonifications pour le taux d'humidité pour le maïs**

Taux d'humidité (%)	Bonifications (en EUR/tonne)
Moins de 12 à 11,5	0,5
Moins de 11,5	1

*Tableau II***Réfections pour le taux d'humidité pour les céréales autres que le maïs**

Taux d'humidité (%)	Réfaction (en EUR/tonne)
Plus de 13,0 à 13,5	0,5
Plus de 13,5 à 14,0	1,0
Plus de 14,0 à 14,5	1,5

**Réfections pour le taux d'humidité pour le maïs**

Taux d'humidité (%)	Réfaction (en EUR/tonne)
Plus de 12,5 à 13,0	0,5
Plus de 13,0 à 13,5	1,0

**▼B***Tableau III***Bonifications pour la teneur en matière protéique du blé tendre**

Teneur en matière protéique <sup>(1)</sup> (N × 5,7)	Bonification (en EUR/tonne)
Plus de 12,0	2,5

<sup>(1)</sup> En % de matière sèche.*Tableau IV***Réfections pour la teneur en matière protéique du blé tendre**

Teneur en matière protéique <sup>(1)</sup> (N × 5,7)	Réfaction (en EUR/tonne)
Moins de 11,5 à 11,0	2,5

<sup>(1)</sup> En % de matière sèche.**PARTIE VI****Calcul des bonifications et des réfections**

Les ajustements de prix prévus à l'article 26, paragraphe 1, sont exprimés en euros par tonne et sont appliqués aux offres ou soumissions à l'intervention en multipliant le prix visé dans cet article par la somme des pourcentages de réfaction et de bonification déterminés comme suit:

- a) lorsque le taux d'humidité des céréales offertes à l'intervention ou soumissionnées est inférieur à 12,0 % pour le maïs et à 12,5 % pour les autres céréales, les bonifications à appliquer sont celles figurant dans la partie V, tableau I, de la présente annexe. Lorsque le taux d'humidité des céréales offertes à l'intervention ou soumissionnées est supérieur à 12,5 % pour le maïs et à 13,0 % pour les autres céréales, les réfections à appliquer sont celles figurant dans la partie V, tableau II, de la présente annexe;
- b) lorsque la teneur en matière protéique du blé tendre est supérieure à 12,0 %, les bonifications à appliquer sont celles figurant dans la partie V, tableau III, de la présente annexe. Lorsque la teneur en matière protéique du blé tendre est inférieure à 11,5 %, les réfections à appliquer sont celles figurant dans la partie V, tableau IV, de la présente annexe.



## ANNEXE II

### RIZ

#### PARTIE I

##### Méthode d'échantillonnage et d'analyses du riz paddy

1. En vue de la vérification des exigences qualitatives prévues à l'annexe II, partie I, du règlement délégué (UE) 2016/1238, des prélèvements d'échantillons sont effectués par l'organisme payeur en présence de l'opérateur ou de son représentant dûment mandaté.

Trois échantillons représentatifs, d'une masse unitaire minimale d'un kilogramme, sont collectés. Ils sont destinés respectivement:

- a) à l'opérateur;
- b) au lieu de stockage où s'effectue la prise en charge;
- c) à l'organisme payeur.

Pour constituer les échantillons représentatifs, le nombre de prélèvements à effectuer est obtenu en divisant la quantité du lot par 10 tonnes. Chaque prélèvement est d'un poids identique. Les échantillons représentatifs sont constitués par la somme des prélèvements divisée par trois.

La vérification des exigences qualitatives est effectuée à partir de l'échantillon représentatif destiné à l'entrepôt où s'effectue la prise en charge.

2. Des échantillons représentatifs sont prélevés sur chaque livraison partielle (par camion, péniche, wagon), dans les conditions fixées au point 1.

L'examen de chaque livraison partielle peut être limité, avant l'entrée en entrepôt d'intervention, à une vérification du taux d'humidité, du taux d'impuretés et de l'absence d'insectes vivants. Toutefois, si postérieurement le résultat final de la vérification conduit à constater qu'une livraison partielle n'est pas conforme aux exigences qualitatives minimales, la prise en charge de la quantité concernée est refusée. Si l'organisme payeur est en mesure d'effectuer une vérification de toutes les exigences qualitatives minimales pour chaque livraison partielle avant l'entrée dans l'entrepôt, il doit refuser la prise en charge d'une livraison partielle qui n'est pas conforme à ces exigences.

3. Le contrôle du niveau de radioactivité est effectué seulement si la situation l'exige et pour une période limitée.
4. En cas de litige, l'organisme payeur soumet de nouveau le riz paddy concerné aux contrôles nécessaires et les frais y afférents sont supportés par la partie perdante.

Une nouvelle analyse est effectuée par un laboratoire agréé par l'organisme payeur sur la base d'un nouvel échantillon représentatif constitué, à parts égales, à partir des échantillons conservés par l'opérateur et par l'organisme payeur. En cas de livraisons partielles du lot objet de la soumission, le résultat est obtenu en calculant la moyenne pondérée des résultats des analyses des nouveaux échantillons représentatifs de chacune de ces livraisons partielles.

#### PARTIE II

##### Bonifications et réfections

1. Les ajustements de prix prévus à l'article 26, paragraphe 1, sont exprimés en euros par tonne et sont appliqués aux soumissions à l'intervention en multipliant le prix visé dans cet article par la somme des pourcentages de bonification figurant dans les tableaux I, II et III de la présente partie.

**▼B**

2. Les bonifications et réfections sont appliquées sur la base de la moyenne pondérée des résultats des analyses des échantillons représentatifs définis dans la partie I de la présente annexe.

*Tableau I***Bonifications pour le taux d'humidité**

Taux d'humidité (%)	Bonifications (en EUR/tonne)
Moins de 12,5 à 12	0,75
Moins de 12 à 11,5	1,5

*Tableau II***Réfections pour le taux d'humidité**

Taux d'humidité (%)	Réfaction (en EUR/tonne)
Plus de 13,5 à 14,0	0,75
Plus de 14,0 à 14,5	1,5

*Tableau III***Bonifications relatives aux rendements à l'usinage**

Rendement du riz paddy en grains entiers de riz blanchi	Bonifications par point de rendement <sup>(1)</sup>
Supérieur au rendement de base	Bonification de 0,75 %
Rendement global de riz paddy en riz blanchi	Bonifications par point de rendement
Supérieur au rendement de base	Bonification de 0,60 %

<sup>(1)</sup> À appliquer lorsque le rendement à l'usinage du riz s'écarte du rendement de base à l'usinage pour la variété concernée tel que prévu à l'annexe II, partie II, du règlement délégué (UE) 2016/1238.



## ANNEXE III

## VIANDE BOVINE

## PARTIE I

## Conditions et contrôles de la prise en charge

1. La prise en charge des produits livrés est subordonnée à la vérification par l'organisme payeur que ces produits sont conformes aux exigences prévues à l'annexe III, partie I, du règlement délégué (UE) 2016/1238. En particulier, un contrôle systématique de la présentation, du classement, du poids et de l'étiquetage de chaque carcasse, demi-carcasse et quartier livré est entrepris.
2. Le non-respect des exigences définies à l'annexe III, partie I, du règlement délégué (UE) 2016/1238 doit aboutir à un refus des produits. Les produits refusés ne font pas l'objet d'une nouvelle présentation en vue de leur acceptation.
3. Le résultat des contrôles décrits au point 1 est systématiquement enregistré par l'organisme payeur.

## PARTIE II

## Coefficients de conversion

Classe de conformation et d'état d'engraissement	Coefficient
U2	1,058
U3	1,044
U4	1,015
R2	1,015
R3	1,000
R4	0,971
O2	0,956
O3	0,942
O4	0,914

## PARTIE III

## Désossage

## I. Conditions générales applicables au désossage

1. Le désossage ne peut être effectué que dans des ateliers de découpe agréés et fonctionnant conformément aux exigences du règlement (CE) n° 853/2004 du Parlement européen et du Conseil <sup>(1)</sup>.
2. Aux fins du présent règlement, on entend par «opérations de désossage», les opérations physiques pour la viande bovine visées à l'annexe II du règlement délégué (UE) n° 906/2014.
3. Les découpes sans os doivent répondre aux conditions prévues à la partie IV de la présente annexe.

## II. Contrats et cahiers des charges

1. Le désossage est effectué en vertu de contrats dont les conditions sont fixées par les organismes payeurs, conformément à leurs cahiers des charges et en conformité avec les exigences du présent règlement.

<sup>(1)</sup> Règlement (CE) n° 853/2004 du Parlement européen et du Conseil du 29 avril 2004 fixant des règles spécifiques d'hygiène applicables aux denrées alimentaires d'origine animale (JO L 139 du 30.4.2004, p. 55).

**▼B**

2. Les cahiers des charges des organismes payeurs fixent les exigences imposées aux ateliers de découpe, déterminent les installations et les équipements nécessaires et définissent les modalités des opérations de désossage.

Ils indiquent notamment les conditions détaillées, en spécifiant les modalités de préparation, de parage, d'emballage, de congélation et de conservation des découpes en vue de leur prise en charge par l'organisme payeur.

### III. Contrôle et suivi des opérations de désossage

Les organismes payeurs prennent toutes les mesures nécessaires afin de garantir que les opérations de désossage sont effectuées conformément aux exigences du présent règlement et aux contrats et aux cahiers des charges décrits à la section II de la présente partie.

En particulier, les organismes payeurs mettent en place un système destiné à garantir la surveillance continue et la vérification de toutes les opérations de désossage. Les résultats de ces contrôles et vérifications sont consignés.

### IV. Stockage des découpes

Les découpes sont stockées dans des entrepôts frigorifiques situés sur le territoire de l'État membre dont relève l'organisme payeur.

### V. Coût des opérations de désossage

Les contrats visés à la section II de la présente partie, et la rémunération qui s'y réfère couvrent les frais des opérations de désossage visés à la section I, point 2, de la présente partie.

### VI. Délais pour les opérations de désossage

Les opérations de désossage, de parage, de pesage et d'emballage et de congélation rapide doivent être terminées dans les dix jours civils qui suivent l'abatage. Toutefois, l'organisme payeur peut fixer des délais plus courts.

### VII. Contrôles et refus de produits

1. Lorsque, à la suite des contrôles prévus à la section III de la présente partie, des produits s'avèrent ne pas être conformes aux exigences énoncées dans le présent règlement et aux contrats et cahiers des charges décrits à la section II de la présente partie, ils sont refusés.
2. Sans préjudice de l'application de sanctions, les organismes payeurs procèdent au recouvrement des paiements auprès des parties intéressées responsables pour un montant égal au prix prévu dans la partie V de la présente annexe, pour les découpes refusées.

## PARTIE IV

### Cahiers des charges pour le désossage des viandes d'intervention

#### 1. DÉCOUPES DU QUARTIER ARRIÈRE

##### 1.1. Description des découpes

##### 1.1.1. Jarret arrière d'intervention (code INT 11)

Découpe et désossage: ôter le jarret de la cuisse au niveau de l'articulation carpométacarpienne par une découpe dégageant ce muscle au niveau des limites naturelles de la tranche et de la semelle, le nerveux de gîte restant accolé au jarret pour former un ensemble. Dégager l'os du jarret (tibia et crosse).

Parage: les extrémités des parties tendineuses sont dégagées.

Emballage et mise en carton: ces découpes doivent être enveloppées individuellement avant d'être placées dans un carton.

##### 1.1.2. Tranche grasse d'intervention (code INT 12)

Découpe et désossage: séparer ce muscle de la cuisse par une coupe longitudinale du fémur qui épouse les limites musculaires naturelles; une partie du dessus de tranche reste attenante.



**▼B**

Parage: dégager la rotule ainsi que le gros nerf et le tendon; la couverture de graisse externe ne doit pas dépasser un centimètre sur l'ensemble du muscle.

## 1.1.3. Tranche d'intervention (code INT 13)

Découpe et désossage: dégager ce muscle de la semelle et du jarret par une coupe suivant les limites musculaires naturelles et détacher du fémur; ôter l'os de symphyse (ischium).

Parage: ôter l'ensemble des veines adjacentes et les parties inguinales superficielles et glandulaires; enlever le cartilage et le tissu conjonctif dépendant de l'os iliaque; la couverture de graisse externe ne doit pas dépasser un centimètre sur l'ensemble du muscle.

## 1.1.4. Semelle d'intervention (code INT 14)

Découpe et désossage: séparer ce muscle de la tranche et du jarret selon une section naturelle; dégager l'os du fémur.

Parage: ôter la partie cartilagineuse adjacente, ainsi que les parties glandulaires lymphatiques, graisseuses et tendineuses; la couverture de graisse externe ne doit pas dépasser un centimètre sur l'ensemble du muscle.

## 1.1.5. Filet d'intervention (code INT 15)

Découpe: enlever le corps entier du filet en dégageant la tête de filet de l'os iliaque (ilium) par un traçage séparant la chaînette de filet du corps vertébral, libérant ainsi le filet de l'os du faux-filet.

Parage: dégager les glandillons et dégraisser. Laisser la membrane aponévrotique et la chaînette intactes et entièrement attachées.

## 1.1.6. Rumsteck d'intervention (code INT 16)

Découpe et désossage: il faut séparer ce morceau de l'ensemble «tranche grasse-semelle» par une coupe droite partant d'un point fixé approximativement à cinq centimètres du bord postérieur de la cinquième vertèbre sacrée et passant approximativement à cinq centimètres du bord antérieur de l'os de symphyse (ischium), en prenant soin de ne pas couper à travers la tranche grasse.

Séparer du train de côte par une coupe entre la dernière vertèbre lombaire et la première vertèbre sacrée, dégageant ainsi le bord antérieur de l'os iliaque. Ôter les os et cartilages.

Parage: supprimer l'amas graisseux sur la surface interne, en dessous du muscle long dorsal. La couverture de graisse externe ne doit pas dépasser un centimètre sur l'ensemble du muscle.

## 1.1.7. Faux-filet d'intervention (code INT 17)

Découpe et désossage: ce morceau doit être séparé du rumsteck par une coupe droite entre la dernière vertèbre lombaire et la première vertèbre sacrée. Il est séparé du train de côtes par une coupe droite entre la onzième et la dixième côte. Dégager proprement le rachis. Les côtes et les épines vertébrales sont enlevées par la méthode dite «de rasage» (os par os).

Parage: ôter l'ensemble du cartilage restant après le désossage. La partie tendineuse doit être dégagée. La couverture de graisse externe ne doit pas dépasser un centimètre sur l'ensemble du muscle.

## 1.1.8. Flanchet d'intervention (code INT 18)

Découpe et désossage: le flanchet entier doit être enlevé du quartier arrière coupe droite à huit côtes par une coupe partant du point où le flanchet a été décollé, suivant la limite musculaire naturelle autour de la surface du muscle arrière et descendant vers un point qui est horizontal par rapport au milieu de la dernière vertèbre lombaire.

**▼B**

Prolonger la coupe vers le bas selon une ligne droite parallèle au filet, à travers un ensemble de côtes compris entre la treizième et la sixième côte incluse, suivant une ligne parallèle au bord dorsal de la colonne vertébrale, afin que la coupe entière vers le bas ne soit pas à plus de cinq centimètres du sommet latéral du muscle dorsal.

Enlever tous les os et cartilages par la méthode dite «de rasage». Le corps du flanchet doit rester entier.

Parage: enlever les tissus conjonctifs grossiers couvrant l'aiguillette baronne, en laissant celle-ci intacte. la part globale de graisse visible (externe et interstitielle) ne doit pas dépasser 30 %.

#### 1.1.9. Entrecôte d'intervention (avec cinq côtes) (code INT 19)

Découpe et désossage: ce morceau est séparé du faux-filet par une coupe droite entre la onzième et la dixième côte et doit comprendre un ensemble de cinq côtes compris entre la sixième et la dixième côte incluse. Enlever les muscles intercostaux et la plèvre par la méthode dite «de rasage», avec les côtes. Ôter le rachis et le cartilage, y compris le bout de l'omoplate.

Parage: ôter les ligaments dorsaux. La couverture de graisse externe ne doit pas dépasser un centimètre sur l'ensemble du muscle. Le dessus doit rester attaché.

## 2. DÉCOUPES DU QUARTIER AVANT

### 2.1. Description des découpes

#### 2.1.1. Jarret avant d'intervention (code INT 21)

Découpe et désossage: dégager ce muscle par une section suivant l'os du jarret (radius) se poursuivant par une coupe franche au niveau de l'articulation tarso-métatarsienne (humerus). Enlever l'os du jarret (radius).

Parage: les extrémités des parties tendineuses sont dégagées.

Les jarrets avant ne doivent pas être emballés avec les jarrets arrière.

#### 2.1.2. Épaule d'intervention (code INT 22)

Découpe et désossage: séparer ce muscle de l'avant en traçant une ligne qui épouse les contours naturels de cet ensemble musculaire, en particulier au niveau du bord supérieur du cartilage scapulaire (scapulum), et qui se poursuit par un arrondi du bord supérieur, afin que l'épaule se détache de son emplacement anatomique naturel. Enlever l'omoplate. Le muscle du dessus de palette doit être décollé de l'os de palette (scapulum), tout en restant sur l'épaule; l'os de palette est alors dégagé. Enlever l'humérus.

Parage: débarrasser l'épaule des cartilages, tendons et gros nerfs; la part globale de graisse visible (externe et interstitielle) ne doit pas dépasser 10 %.

#### 2.1.3. Poitrine d'intervention (code INT 23)

Découpe et désossage: séparer ce muscle du quartier avant en coupant selon une ligne droite perpendiculaire au milieu de la première côte. Dégager les muscles intercostaux et la plèvre selon la méthode dite «de rasage», avec les côtes, le rachis et le cartilage. Le bout de plat de côte couvert doit rester attaché; le gras superficiel sous-jacent doit être enlevé ainsi que la graisse en dessous du sternum.

Parage: la part globale de graisse visible (externe et interstitielle) ne doit pas dépasser 30 %.

#### 2.1.4. Avant d'intervention (code INT 24)

Découpe et désossage: on appelle «avant» le morceau qui reste lorsque la poitrine, l'épaule et le jarret ont été dégagés.

**▼B**

Enlever les côtes par la méthode dite «de rasage». Les os du collier sont soigneusement enlevés.

Le muscle de la chaînette reste attaché.

Parage: les tendons, gros nerfs et cartilages doivent être enlevés. La part globale de graisse visible (externe et interstitielle) ne doit pas dépasser 10 %.

## PARTIE V

**Prix individuels des découpes d'intervention refusées**

	<i>(en EUR/tonne)</i>
Filet d'intervention	22 000
Faux-filet d'intervention	14 000
Tranche d'intervention, rumsteck d'intervention	10 000
Semelle d'intervention, tranche grasse d'intervention, entrecôte d'intervention (avec cinq côtes)	8 000
Épaule d'intervention, avant d'intervention	6 000
Poitrine d'intervention, jarret arrière d'intervention, jarret avant d'intervention	5 000
Flanchet d'intervention	4 000



## ANNEXE IV

## BEURRE

## PARTIE I

## 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)
≤ 1 000	2
> 1 000 ≤ 5 000	3
> 5 000 ≤ 10 000	4
> 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 cinq 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 de chaque lot préalablement à l'entrée dans l'entrepôt frigorifique désigné par l'organisme payeur ou au moment de l'entrée dans celui-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 échantillons. L'échantillon composite 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.

## 2. Évaluation sensorielle

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

À la suite d'une période probatoire de stockage de trente jours, les échantillons doivent être prélevés au hasard sur différentes parties de chaque lot entre le trentième et le quarante-cinquième jour suivant la livraison du beurre et classés.

**▼ M2**

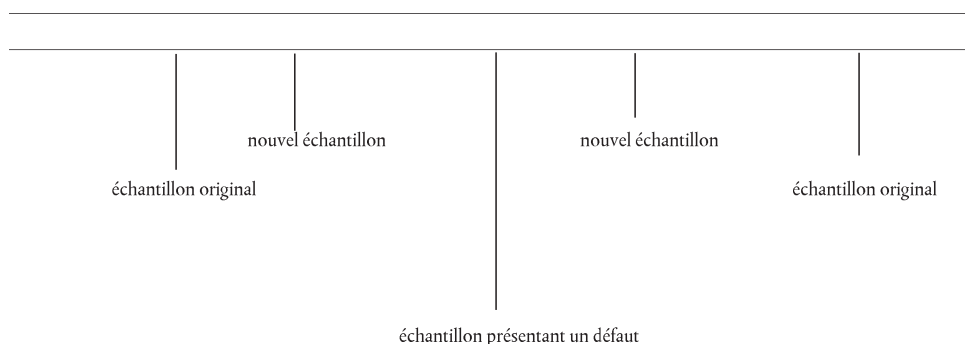
Chaque échantillon doit être évalué individuellement. Aucun rééchantillonnage ni aucune réévaluation ne sont autorisés.

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

a) Analyse chimique et microbiologique:

- i) dans les cas où des échantillons individuels sont analysés, un échantillon présentant un seul défaut pour cinq à dix échantillons ou deux échantillons présentant un seul défaut chacun pour onze à quinze 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:



- ii) 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. La quantité représentée par un échantillon composite peut être déterminée par subdivision de la quantité, avant de soumettre chaque part séparément à un échantillonnage au hasard;
- 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 du lot;
- c) en cas de défaut sensoriel des échantillons et de défaut chimique ou microbiologique, la quantité totale est rejetée.

**▼ M2****PARTIE I BIS****Méthodes d'analyse du beurre non salé destiné à l'intervention publique**

Paramètre	Méthode
Matières grasses <sup>(1)</sup>	ISO 17189 ou ISO 3727 partie 3
Eau	ISO 3727 partie 1
Matières sèches non grasses	ISO 3727 partie 2
Acides gras	ISO 1740
Indice de peroxyde	ISO 3976
Matières grasses non lactiques	ISO 17678
Caractéristiques sensorielles	ISO 22935, parties 2 et 3, et grille d'évaluation ci-après.

<sup>(1)</sup> La méthode à appliquer est agréée par l'organisme payeur.

▼ **M2****Grille d'évaluation**

Apparence		Consistance		Odeur et goût	
Points	Commentaires	Points	Commentaires	Points	Commentaires
5	<i>Très bonne</i> Type idéal Qualité la plus élevée (taux d'humidité uniforme)	5	<i>Très bonne</i> Type idéal Qualité la plus élevée (parfaite tartinabilité)	5	<i>Très bons</i> Type idéal Qualité la plus élevée (odeur pur beurre très fin)
4	<i>Bonne</i> (pas de défauts apparents)	4	<i>Bonne</i> (pas de défauts apparents)	4	<i>Bons</i> (pas de défauts apparents)
1, 2 ou 3	Tout défaut	1, 2 ou 3	Tout défaut	1, 2 ou 3	Tout défaut

▼ **B**

## PARTIE II

**Livraison et conditionnement du beurre**

1. Le beurre est livré en blocs et conditionné dans des matériaux neufs, résistants et conçus de façon à assurer la protection du beurre tout au long des opérations de transport, d'entrée en stock, de stockage et de déstockage.
2. 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) le numéro du lot de fabrication et le numéro du colis, ce dernier pouvant être remplacé par un numéro de palette porté sur celle-ci;
  - d) la mention «beurre de crème douce» lorsque le pH est de 6,2 ou plus.
3. Le stockeur tient un registre dans lequel les indications visées au point 2 sont inscrites le jour de l'entrée en stock.

**▼B**

## ANNEXE V

**LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE**

## PARTIE I

**Échantillonnage et analyse du lait écrémé en poudre offert à l'intervention**

1. Le prélèvement des échantillons par lot est effectué selon la procédure prévue par la norme internationale ISO 707. Les États membres peuvent toutefois utiliser une autre méthode d'échantillonnage, pour autant que cette dernière soit conforme aux principes de la norme précitée.
2. Nombre d'emballages à sélectionner pour le prélèvement des échantillons aux fins d'analyse:
  - a) offres contenant jusqu'à 800 sacs de 25 kilogrammes: 8 au moins;
  - b) offres contenant plus de 800 sacs de 25 kilogrammes: 8 + 1 pour chaque tranche ou partie d'une tranche supplémentaire de 800 sacs, au moins.
3. Poids de l'échantillon: des échantillons d'au moins 200 grammes sont prélevés de chaque emballage.
4. Groupement des échantillons: au maximum neuf échantillons sont réunis dans un échantillon global.
5. Analyse des échantillons: chaque échantillon global est soumis à une analyse susceptible de vérifier toutes les caractéristiques qualitatives prévues à l'annexe V, partie II, du règlement délégué (UE) 2016/1238.
6. En cas de défaut de l'échantillon:
  - a) si un échantillon composite présente un défaut pour un paramètre, la quantité représentée par cet échantillon est rejetée;
  - b) si un échantillon composite présente un défaut pour plusieurs paramètres, la quantité représentée par cet échantillon est rejetée et le reste des quantités de l'offre qui proviennent de la même usine est soumis à un deuxième échantillonnage; l'analyse de ces échantillons est déterminante. Dans ce cas:
    - le nombre d'échantillons prévu au point 2 est doublé,
    - si un échantillon composite présente un défaut pour un ou plusieurs paramètres, la quantité représentée par cet échantillon est rejetée.

**▼M2**

## PARTIE I BIS

**Méthodes d'analyse du lait écrémé en poudre destiné à l'intervention publique**

Paramètre	Méthode
Protéines	ISO 8968 partie 1
Matières grasses	ISO 1736
Eau	ISO 5537
Acidité	ISO 6091

▼ **M2**

Paramètre	Méthode
Lactates	ISO 8069
Test de la phosphatase	ISO 11816 partie 1
Indice d'insolubilité	ISO 8156
Particules brûlées <sup>(1)</sup>	ADPI
Micro-organismes	ISO 4833 partie 1
Babeurre	Appendice I
Lactosérum présure <sup>(2)</sup>	Appendices II et III
Lactosérum acide <sup>(3)</sup>	ISO 8069 ou inspections sur place
Contrôles organoleptiques <sup>(4)</sup>	ISO 22935 parties 2 et 3.

<sup>(1)</sup> Des analyses des particules brûlées peuvent être menées de manière systématique. Toutefois, ces analyses doivent toujours être menées si aucun contrôle organoleptique n'est effectué.

<sup>(2)</sup> La méthode à appliquer est agréée par l'organisme payeur (une ou les deux méthodes).

<sup>(3)</sup> La méthode à appliquer est agréée par l'organisme payeur.

<sup>(4)</sup> Les contrôles organoleptiques sont effectués lorsque cela est jugé nécessaire à la suite d'une analyse de risque approuvée par l'organisme payeur.



▼ **M2***Appendice I***LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE: DOSAGE DE LA PHOSPHATIDYLSÉRINE ET DE LA PHOSPHATIDYLÉTHANOLAMINE***Méthode: CLHP en phase inverse***1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La méthode décrit une procédure de dosage de la phosphatidylsérine (PS) et de la phosphatidyléthanolamine (PE) dans le lait écrémé en poudre (LEP) et permet de mettre en évidence les solides du babeurre présents dans le LEP.

**2. DÉFINITION**

Teneur en PS + PE: la fraction massique de la substance déterminée selon la présente procédure. Le résultat est exprimé en mg de phosphatidyléthanolamine dipalmitoyl (PEDP) pour 100 grammes de poudre.

**3. PRINCIPE DE LA MÉTHODE**

Extraction au méthanol des aminophospholipides de la poudre de lait reconstitué. Dosage de la PS et de la PE sous forme de dérivés de *o*-phthaldialdéhyde (OPA) par CLHP en phase inverse (PI) et détection par fluorescence. Dosage de la PS et de la PE dans l'échantillon d'essai par rapport à un échantillon étalon contenant une quantité connue de PEDP.

**4. RÉACTIFS**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau doit être distillée ou avoir un degré de pureté au moins équivalent sauf spécification contraire.

**4.1. Matériel de référence: PEDP, d'une pureté minimale de 99 %**

*Note:* le matériel de référence doit être stocké à  $-18\text{ °C}$ .

**4.2. Réactifs pour la préparation de l'échantillon étalon et de l'échantillon d'essai**

4.2.1. *Méthanol de qualité CLHP*

4.2.2. *Chloroforme de qualité CLHP*

4.2.3. *Monohydrochlorure de tryptamine*

**4.3. Réactifs pour dérivation de l'*o*-phthaldialdéhyde**

4.3.1. *Hydroxyde de sodium, solution aqueuse à 12 M*

4.3.2. *Acide borique, solution aqueuse à 0,4 M ajustée à un pH de 10,0 à l'aide d'hydroxyde de sodium (4.3.1)*

4.3.3. *2-mercaptoéthanol*

4.3.4. **o*-phthaldialdéhyde (OPA)*

**4.4. Solvants d'éluion pour CLHP**

4.4.1. *Préparer les solvants d'éluion à l'aide de réactifs de qualité CLHP.*

4.4.2. *Eau de qualité CLHP*

**▼ M2**

- 4.4.3. *Méthanol d'une pureté fluorimétrique testée*
- 4.4.4. *Tétrahydrofuranne*
- 4.4.5. *Phosphate de sodium dihydrogéné*
- 4.4.6. *Acétate de sodium*
- 4.4.7. *Acide acétique*
- 5. INSTRUMENTS
- 5.1. **Balance analytique pesant au mg près et d'une lisibilité de 0,1 mg**
- 5.2. **Béchers d'une capacité de 25 et 100 ml**
- 5.3. **Pipettes permettant de délivrer des quantités de 1 et 10 ml**
- 5.4. **Agitateur magnétique**
- 5.5. **Pipettes graduées pouvant délivrer des quantités de 0,2, 0,5 et 5 ml**
- 5.6. **Ballons jaugés d'une capacité de 10, 50 et 100 ml**
- 5.7. **Seringues d'une capacité de 20 et 100 µl**
- 5.8. **Bain ultrasonique**
- 5.9. **Centrifugeuse pouvant fonctionner à 27 000 × g**
- 5.10. **Fioles de verre, d'une capacité d'environ 5 ml**
- 5.11. **Tube gradué d'une capacité de 25 ml**
- 5.12. **pH-mètre d'une précision de 0,1 unité de pH**
- 5.13. **Équipement de CLHP**
  - 5.13.1. *Système de pompage réglable, capable de fonctionner à un débit de 1,0 ml/min sous 200 bars*
  - 5.13.2. *Autoéchantillonneur avec possibilité de dérivation*
  - 5.13.3. *Dispositif de chauffage de colonne capable de maintenir la colonne à 30 °C ± 1 °C*
  - 5.13.4. *Détecteur de fluorescence réglé à une longueur d'onde d'excitation de 330 nm et à une longueur d'onde d'émission de 440 nm*
  - 5.13.5. *Intégrateur ou logiciel de traitement de données capable de mesurer une aire de pic*
  - 5.13.6. *Colonne LiChrospher® — 100 (250 × 4,6 mm) ou une colonne équivalente garnie d'octadécylsilane (C 18) d'une granulométrie de 5 µm*
- 6. ÉCHANTILLONNAGE  
L'échantillonnage doit être effectué conformément à la norme ISO 707.
- 7. MODE OPÉRATOIRE
- 7.1. **Préparation de la solution étalon interne**

**▼ M2**

7.1.1. *Peser  $30,0 \pm 0,1$  mg de monohydrochlorure de tryptamine (4.2.3) dans une fiole jaugée de 100 ml (5.6) et porter jusqu'à la marque avec du méthanol (4.2.1).*

7.1.2. *À l'aide d'une pipette, verser 1 ml (5.3) de cette solution dans une fiole jaugée de 10 ml (5.6) et porter jusqu'à la marque avec du méthanol (4.2.1) pour obtenir une concentration de tryptamine de 0,15 mM.*

**7.2. Préparation de la solution d'échantillon d'essai**

7.2.1. *Peser  $1,000 \pm 0,001$  g de l'échantillon de LEP dans un bécher de 25 ml (5.2). Ajouter 10 ml d'eau distillée à  $40 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$  à l'aide d'une pipette (5.3) et remuer à l'aide d'un agitateur magnétique (5.4) pendant 30 minutes pour dissoudre tout amas.*

7.2.2. *À l'aide d'une pipette, verser 0,2 ml (5.5) de lait reconstitué dans une fiole jaugée de 10 ml (5.6), ajouter 100 µl de la solution de tryptamine à 0,15 mM (7.1) à l'aide d'une seringue (5.7) et porter jusqu'au trait avec du méthanol (4.2.1). Mélanger soigneusement par retournement et soniquer (5.8) pendant 15 minutes.*

7.2.3. *Centrifuger (5.9) à  $27\,000 \times g$  pendant 10 minutes et recueillir la phase surnageante dans une fiole de verre (5.10).*

*Note:* stocker la solution de l'échantillon d'essai à  $4 \text{ °C}$  jusqu'au moment de l'analyse CLHP.

**7.3. Préparation de la solution étalon externe**

7.3.1. *Peser 55,4 mg de PEDP (4.1) dans une fiole jaugée de 50 ml (5.6) et ajouter environ 25 ml de chloroforme (4.2.2) à l'aide d'un tube gradué (5.11). Chauffer le ballon à bouchon rodé pour le porter à  $50 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$  et mélanger soigneusement jusqu'à dissolution du PEDP. Refroidir le ballon à  $20 \text{ °C}$ , porter jusqu'au trait avec du méthanol (4.2.1) et mélanger par retournement.*

7.3.2. *À l'aide d'une pipette, transvaser 1 ml (5.3) de la solution dans une fiole jaugée de 100 ml (5.6) et porter jusqu'au trait avec du méthanol (4.2.1). À l'aide d'une pipette, transvaser 1 ml (5.3) de la solution dans une fiole jaugée de 10 ml (5.6), ajouter 100 µl (5.7) de la solution de tryptamine à 0,15 mM (7.1) et porter jusqu'au trait avec du méthanol (4.2.1). Mélanger par retournement.*

*Note:* stocker la solution de l'échantillon de référence à  $4 \text{ °C}$  jusqu'au moment de l'analyse CLHP.

**7.4. Préparation du réactif de dérivation**

*Peser  $25,0 \pm 0,1$  mg d'OPA (4.3.4) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.6), ajouter 0,5 ml (5.5) de méthanol (4.2.1) et mélanger soigneusement pour dissoudre l'OPA. Porter jusqu'à la marque avec une solution d'acide borique (4.3.2) et ajouter 20 µl de 2-mercaptoéthanol (4.3.3) à l'aide d'une seringue (5.7).*

*Note:* conserver le réactif de dérivation à  $4 \text{ °C}$  dans une fiole de verre sombre; celui-ci reste stable pendant une semaine.

**7.5. Dosage par CLHP****7.5.1. Solvants d'élution (4.4)**

Solvant A: solution de phosphate de sodium dihydrogéné à 0,3 mM et d'acétate de sodium à 3 mM (ajustée à un pH de  $6,5 \pm 0,1$  à l'aide d'acide acétique), méthanol et tétrahydrofurane dans la proportion de 558:440:2 (v/v/v)

Solvant B: méthanol

▼ **M2**7.5.2. *Degré d'élu­tion préconisé*

Temps (min.)	Solvant A (%)	Solvant B (%)	Débit (ml/min)
Initial	40	60	0
0,1	40	60	0,1
5,0	40	60	0,1
6,0	40	60	1,0
6,5	40	60	1,0
9,0	36	64	1,0
10,0	20	80	1,0
11,5	16	84	1,0
12,0	16	84	1,0
16,0	10	90	1,0
19,0	0	100	1,0
20,0	0	100	1,0
21,0	40	60	1,0
29,0	40	60	1,0
30,0	40	60	0

*Note:* le degré d'élu­tion peut obliger à une légère modification en vue d'obtenir la résolution indiquée au schéma 1.

Température de la colonne: 30 °C.

7.5.3. *Volume d'injection: 50 µl de réactif de dérivation et 50 µl de la solution échantillon*

7.5.4. *Équilibrage de la colonne*

En commençant l'expérience sur une base quotidienne, rincer la colonne à l'aide d'un solvant B à 100 % pendant 15 minutes puis la régler selon la formule A:B = 40:60 et équilibrer à 1 ml/min pendant 15 minutes. Effectuer un passage à blanc par injection de méthanol (4.2.1).

*Note:* avant un stockage de longue durée, rincer la colonne à l'aide d'une solution de méthanol et de chloroforme dans la proportion de 80:20 (v/v) pendant 30 minutes.

7.5.5. *Dosage de la PS et de la PE dans l'échantillon d'essai*

7.5.6. *Effectuer la série d'analyses chromatographiques sans modifier le temps de passage à passage afin d'obtenir des temps de rétention constants. Injecter la solution étalon externe (7.3) toutes les 5 à 10 injections de solution d'échantillon d'essai afin d'évaluer le coefficient de réponse.*

*Note:* nettoyer la colonne par rinçage à l'aide de solvant B à 100 % (7.5.1) pendant au moins 30 minutes tous les 20 à 25 passages.

**▼ M2****7.6. Mode d'intégration****7.6.1. Pic de PEDP**

Éluer le PEDP sous forme d'un seul pic. Déterminer l'aire du pic par intégration de vallée à vallée.

**7.6.2. Pic de tryptamine**

Éluer la tryptamine sous forme d'un pic unique (figure 1). Déterminer l'aire du pic par intégration de vallée à vallée.

**7.6.3. Groupes de pics de PS et de PE**

Dans les conditions décrites (figure 1), la PS est éluee sous forme de 2 pics en partie non résolus précédés d'un pic mineur. La PE est éluee sous forme de 3 pics principaux en partie non résolus. Déterminer l'aire totale de chaque grappe de pics en fixant la ligne de base comme indiqué sur la figure 1.

**8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Les teneurs en PS et PE de l'échantillon d'essai sont calculées comme suit:

$$C = 55,36 \times ((A_2)/(A_1)) \times ((T_1)/(T_2))$$

où:

C = teneur en PS ou PE (mg/100 g de poudre) dans l'échantillon d'essai

A<sub>1</sub> = aire du pic de PEDP de la solution d'échantillon étalon (7.3)

A<sub>2</sub> = aire du pic de PS ou de PE de la solution d'échantillon d'essai (7.2)

T<sub>1</sub> = aire du pic de la tryptamine de la solution d'échantillon étalon (7.3)

T<sub>2</sub> = aire du pic de la tryptamine de la solution d'échantillon d'essai (7.2).

**9. PRÉCISION DE LA MÉTHODE**

*Note:* les valeurs relatives à la répétabilité ont été calculées conformément à la norme internationale FIL (\*).

**9.1. Répétabilité**

L'écart type relatif de répétabilité, qui exprime la variabilité des résultats d'analyse indépendants obtenus, dans un court intervalle de temps, par le même opérateur utilisant le même appareillage dans les mêmes conditions sur le même échantillon d'essai ne devrait pas dépasser 2 % en valeur relative. Si deux dosages sont effectués dans ces conditions, la différence relative entre les deux résultats ne devrait pas dépasser 6 % de la moyenne arithmétique des résultats.

**9.2. Reproductibilité**

Si deux résultats sont obtenus par des opérateurs travaillant dans des laboratoires différents et utilisant des appareillages différents dans des conditions différentes pour l'analyse du même échantillon d'essai, la différence relative entre les deux résultats ne devrait pas dépasser 11 % de la moyenne arithmétique des résultats.

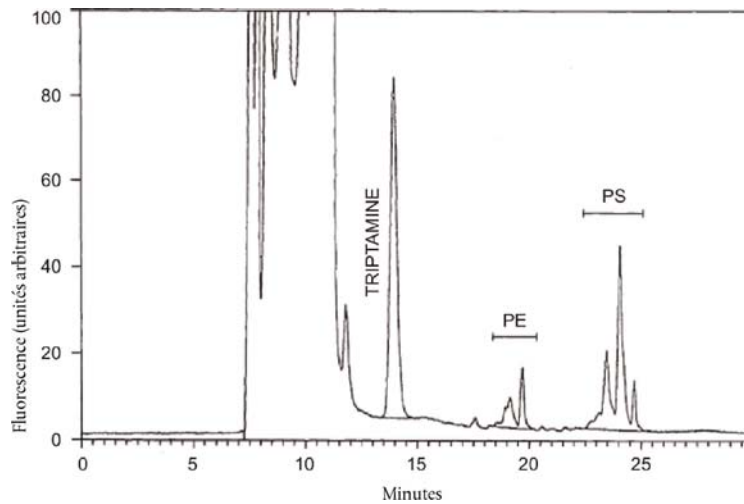
▼ M2

## 10. RÉFÉRENCES

- 10.1. *Resmini P., Pellegrino L., Hogenboom J.A., Sadini V., Rampilli M., «Detection of buttermilk solids in skim milk powder by HPLC quantification of aminophospholipids.» Sci. Tecn. Latt.-Cas., 39,395 (1988).*

Figure 1

Modèle de CLHP des dérivés d'OPA de la phosphatidylsérine (PS) et de la phosphatidyléthanolamine (PE) dans un échantillon de lait écrémé en poudre reconstitué extrait au méthanol. Le mode d'intégration des pics de PS, PE et de la tryptamine (étalon interne) est indiqué.



▼ **M2***Appendice II***DÉTECTION DU LACTOSÉRUM PRÉSURE DANS LE LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE DESTINÉ AU STOCKAGE PUBLIC, AU MOYEN DU DOSAGE DES CASÉINOMACROPEPTIDES PAR CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE À HAUTE PERFORMANCE (CLHP)****1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

Cette méthode permet de mettre en évidence la présence de lactosérum présure dans le lait écrémé en poudre destiné au stockage public, par dosage des caséinomacropeptides.

**2. RÉFÉRENCE**

Norme Internationale ISO 707 - Lait et produits laitiers - Lignes directrices relatives aux méthodes d'échantillonnage.

**3. DÉFINITION**

La teneur en lactosérum présure sec est définie comme le pourcentage (en masse) déterminé par la teneur en caséinomacropeptides obtenue par la procédure décrite.

**4. PRINCIPE**

— Reconstitution du lait écrémé en poudre, élimination des matières grasses et des protéines à l'acide trichloracétique, suivies d'une centrifugation ou d'une filtration.

— Détermination de la quantité de caséinomacropeptides (CMP) présents dans le surnageant par chromatographie liquide à haute performance (CLHP).

— Évaluation du résultat obtenu par rapport à des échantillons étalons constitués de lait écrémé en poudre exempts ou additionnés d'un pourcentage connu de lactosérum en poudre.

**5. RÉACTIFS**

Tous les réactifs sont de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée est de l'eau distillée ou de l'eau ayant une pureté au moins équivalente.

**5.1. Solution d'acide trichloracétique**

Dissoudre 240 g d'acide trichloracétique ( $\text{CCl}_3\text{COOH}$ ) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml. La solution doit être transparente et incolore.

**5.2. Solution éluante, pH 6,0**

Dissoudre 1,74 g de phosphate dipotassique ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ), 12,37 g de phosphate monopotassique ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) et 21,41 g de sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) dans 700 ml d'eau environ. Ajuster, si nécessaire, à un pH de 6,0 à l'aide d'une solution d'acide phosphorique ou d'hydroxyde de potassium.

Compléter jusqu'à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

*Note:* la composition de l'éluant peut être adaptée en fonction du certificat de conformité aux normes ou des recommandations du fabricant du matériau de garnissage de la colonne.

Filtrer la solution éluante, avant l'utilisation, sur une membrane filtrante de 0,45 micromètre ( $\mu\text{m}$ ) de diamètre de pore.

**▼ M2****5.3. Solution de lavage**

Mélanger un volume d'acétonitrile (CH<sub>3</sub>CN) à 9 volumes d'eau. Filtrer le mélange, avant utilisation, sur une membrane filtrante de 0,45 µm de diamètre de pore.

*Note:* toute autre solution de lavage ayant un effet bactéricide et n'altérant pas l'efficacité de résolution des colonnes peut être utilisée.

**5.4. Échantillons étalons**

5.4.1. *Lait écrémé en poudre répondant aux exigences du présent règlement, soit [0]*

5.4.2. *Le même lait écrémé en poudre adulteré à 5 % (m/m) par du lactosérum en poudre de type présuré de composition standard, soit [5]*

**6. INSTRUMENTS****6.1. Balance analytique**

6.2. **Centrifugeuse (facultative) pouvant atteindre une force centrifuge de 2 200 g et munie de tubes à centrifuger bouchés d'une capacité d'environ 50 ml**

6.3. **Agitateur mécanique**

6.4. **Agitateur magnétique**

6.5. **Entonnoirs en verre, d'environ 7 cm de diamètre**

6.6. **Papiers filtres, filtration moyenne, d'environ 12,5 cm de diamètre**

6.7. **Dispositif de filtration en verre muni de membrane filtrante de 0,45 micromètre de diamètre de pore**

6.8. **Pipettes graduées, permettant de délivrer 10 ml (ISO 648, classe A ou ISO/R 835) ou système pouvant délivrer 10,0 ml en deux minutes**

6.9. **Système pouvant délivrer 20,0 ml d'eau à 50 °C environ**

6.10. **Bain-marie thermostaté réglé à 25 ± 0,5 °C**

6.11. **Équipement CLHP comprenant:**

6.11.1. *Pompe*

6.11.2. *Injecteur, manuel ou automatique, d'une capacité de 15 à 30 µl*

6.11.3. *Deux colonnes en série TSK 2 000-SW (longueur 30 cm, diamètre intérieur 0,75 cm) ou colonnes équivalentes (ex. une TSK 2 000-SWxl et une Agilent Technologies Zorbax GF 250) et une précolonne (3 cm × 0,3 cm) garnie de I 125 ou d'un matériau d'efficacité équivalente*

6.11.4. *Four à colonne thermostaté réglé à 35 ± 1 °C*

6.11.5. *Détecteur UV à longueur d'onde variable, permettant d'effectuer des mesures à 205 nm à une sensibilité de 0,008 Å*

6.11.6. *Intégrateur pouvant intégrer de vallée à vallée*

*Note:* il est possible de travailler avec des colonnes maintenues à température ambiante mais leur pouvoir de résolution est légèrement plus faible. Dans ce cas, les variations de température au cours d'une même série d'analyses doivent être inférieures à ± 5 °C.



▼ **M2**

## 7. ÉCHANTILLONNAGE

- 7.1. Le prélèvement des échantillons est effectué selon la procédure prévue par la norme internationale ISO 707. Les États membres peuvent toutefois utiliser une autre méthode d'échantillonnage pour autant que cette dernière soit conforme aux principes de la norme précitée
- 7.2. Conserver l'échantillon dans des conditions telles qu'aucune détérioration ou modification de composition ne puisse intervenir

## 8. MODE OPÉRATOIRE

8.1. **Préparation de l'échantillon d'essai**

Transvaser le lait en poudre dans un récipient d'une capacité équivalant environ au double du volume de la poudre, muni d'un couvercle étanche à l'air. Fermer le récipient immédiatement. Bien mélanger le lait en poudre par retournements successifs du récipient.

8.2. **Prise d'essai**

Peser  $2,000 \pm 0,001$  g d'échantillon d'essai dans un tube à centrifuger (point 6.2) ou dans un ballon à bouchon rodé (50 ml).

8.3. **Élimination des matières grasses et des protéines**

- 8.3.1. *Ajouter 20,0 ml d'eau chaude (50 °C) à la prise d'essai. Dissoudre la poudre en agitant pendant 5 minutes à l'aide de l'agitateur mécanique (6.3). Placer le tube dans le bain-marie (6. 10) et ramener la température du tube à 25 °C.*
- 8.3.2. *Ajouter, en deux minutes, 10,0 ml de la solution d'acide trichloracétique (5.1) à 25 °C environ, tout en agitant vigoureusement à l'aide de l'agitateur magnétique (6.4). Placer le tube dans le bain-marie (6.10) et l'y maintenir 60 minutes.*
- 8.3.3. *Centrifuger (6.2) à 2 200 g pendant 10 minutes ou filtrer sur papier (6.6). Rejeter les 5 premiers millilitres de filtrat.*

8.4. **Détermination chromatographique**

- 8.4.1. *Injecter de 15 à 30 µl, mesurés exactement, de surnageant ou de filtrat (8.3.3) dans l'appareil CLHP (6.11) sous un débit de 1,0 ml de solution éluante (5.2) par minute.*

*Note 1:* en fonction du diamètre intérieur des colonnes utilisées ou des instructions du fabricant de la colonne, un autre débit peut être utilisé.

*Note 2:* lors de chaque interruption, rincer les colonnes à l'eau. Ne jamais y laisser la solution éluante (5.2).

Avant toute interruption supérieure à 24 heures, rincer les colonnes à l'eau puis les laver avec la solution (5.3) pendant au moins 3 heures sous un débit de 0,2 ml par minute.

- 8.4.2. *Les résultats de l'analyse chromatographique de l'échantillon d'essai [E] sont obtenus sous la forme d'un chromatogramme où chaque pic est identifié par son temps de rétention RT, soit:*

Pic II:	deuxième pic du chromatogramme dont le RT est de 12,5 minutes environ.
Pic III:	troisième pic du chromatogramme, correspondant aux CMP, dont le RT est de 15,5.

La qualité des colonnes peut influencer considérablement sur le temps de rétention des différents pics.

L'intégrateur (6.11.6) calcule automatiquement l'aire A de chaque pic, soit:

▼ **M2**

A <sub>II</sub> :	aire du pic II,
A <sub>III</sub> :	aire du pic III,

Afin de détecter les anomalies éventuelles dues soit à un mauvais fonctionnement de l'appareillage ou des colonnes, soit à l'origine et à la nature de l'échantillon analysé, il est nécessaire d'observer l'aspect de chaque chromatogramme avant toute interprétation quantitative.

En cas de doute, répéter l'analyse.

8.5. **Étalonnage**

8.5.1. *Appliquer aux échantillons étalons (5.4) le mode opératoire exact décrit aux points 8.2 à 8.4.2*

Utiliser des solutions fraîchement préparées car les CMP se dégradent en milieu trichloracétique à 8 %. En effet, leur teneur diminue approximativement de 0,2 % par heure à 30 °C.

8.5.2. *Avant de procéder à toute détermination chromatographique des échantillons, conditionner les colonnes par injections répétées de la solution (8.5.1) de l'échantillon étalon (5.4.2) jusqu'à ce que l'aire et le temps de rétention du pic correspondant aux CMP soient constants*

8.5.3. *Déterminer les coefficients de réponse R en injectant le même volume de filtrat (8.5.1) que celui utilisé pour les échantillons*

## 9. EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1. **Mode de calcul et formules**

9.1.1. *Calcul des coefficients de réponse R:*

Pic II:	$R_{II} = 100/(A_{II}[0])$
---------	----------------------------

où:

$R_{II}$  = le coefficient de réponse des pics II,

$A_{II} [0]$  = l'aire des pics II de l'échantillon étalon [0] obtenue au point 8.5.3.

Pic III:	$R_{III} = W/(A_{III}[5] - A_{III}[0])$
----------	---

où:

$R_{III}$  = le coefficient de réponse du pic III,

$A_{III} [0]$  and  $A_{III} [5]$  = les aires du pic III obtenues au point 8.5.3 respectivement dans les échantillons étalons [0] et [5],

W = la quantité de lactosérum contenue dans l'échantillon étalon [5], soit 5.

9.1.2. *Calcul de l'aire relative des pics de l'échantillon [E]*

$$S_{II}[E] = R_{II} \times A_{II}[E]$$

$$S_{III}[E] = R_{III} \times A_{III}[E]$$

$$S_{IV}[E] = R_{IV} \times A_{IV}[E]$$

où:

$S_{II} [E]$ ,  $S_{III} [E]$ ,  $S_{IV} [E]$  = respectivement les aires relatives des pics II, III et IV dans l'échantillon [E],

▼ **M2**

$A_{II}$  [E],  $A_{III}$  [E] = respectivement les aires des pics II et III dans l'échantillon [E] obtenues au point 8.4.2,

$R_{II}$ ,  $R_{III}$  = le coefficient de réponse calculé au point 9.1.1.

9.1.3. *Calcul du temps de rétention relatif du pic III de l'échantillon [E]:*

$$RRT_{III}[E] = (RT_{III}[E]) / (RT_{III}[5])$$

où:

$RRT_{III}$  [E] = le temps de rétention relatif du pic III dans l'échantillon [E],

$RT_{III}$  [E] = le temps de rétention du pic III dans l'échantillon [E] obtenu au point 8.4.2,

$RT_{III}$  [5] = le temps de rétention du pic III de l'échantillon témoin [5] obtenu au point 8.5.3.

9.1.4. *Les expériences ont révélé qu'il existe une relation linéaire entre le temps de rétention relatif du pic III, soit  $RRT_{III}$  [E], et le pourcentage de lactosérum en poudre ajouté pour atteindre 10 %*

—  $RRT_{III}$  [E] est  $< 1,000$  quand la teneur en lactosérum est  $> 5$  %,

—  $RRT_{III}$  [E] est  $\geq 1,000$  quand la teneur en lactosérum est  $\leq 5$  %.

Une marge d'erreur de  $\pm 0,002$  est appliquée aux valeurs de  $RRT_{III}$ .

Normalement, la valeur de  $RRT_{III}$  [0] s'écarte très peu de 1,034. Selon l'état des colonnes, cette valeur peut se rapprocher de 1,000 mais elle doit toujours lui être supérieure.

9.2. **Calcul du pourcentage de lactosérum présure en poudre dans l'échantillon**

$$W = S_{III}[E] - [1,3 + (S_{III}[0] - 0,9)]$$

où:

W = le pourcentage m/m de lactosérum présure présent dans l'échantillon [E];

$S_{III}$  [E] = l'aire relative du pic III de l'échantillon d'essai [E] obtenue au point 9.1.2;

1,3 = représente l'aire moyenne relative du pic III exprimée en grammes de lactosérum présure pour 100 g déterminée dans du lait écrémé en poudre non adultéré d'origines diverses (chiffre obtenu expérimentalement);

$S_{III}$  [0] = représente l'aire relative du pic III qui est égale à  $R_{III} \times A_{III}$  [0] (valeurs obtenues respectivement aux points 9.1.1 et 8.5.3);

$(S_{III}$  [0] - 0,9) = représente la correction à apporter à l'aire relative de 1,3 quand  $S_{III}$  [0] est différent de 0,9. Expérimentalement, l'aire moyenne relative du pic III de l'échantillon témoin [0] est de 0,9.

▼ **M2**9.3. **Précision de la procédure**9.3.1. *Reproductibilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou dans un court intervalle de temps par le même analyste utilisant le même appareillage sur le même matériel d'essai ne doit pas dépasser 0,2 % m/m.

9.3.2. *Reproductibilité*

La différence entre deux résultats individuels et indépendants obtenus dans deux laboratoires différents sur du matériel d'essai identique ne doit pas dépasser 0,4 % m/m.

9.4. **Interprétation**9.4.1. *Conclure à l'absence de lactosérum si l'aire relative du pic III,  $S_{III} [E]$ , exprimée en grammes de lactosérum présure pour 100 grammes de produit, est  $\leq 2,0 + (S_{III}[0] - 0,9)$ ,*

où:

2,0	= la valeur maximale autorisée pour l'aire relative du pic III compte tenu de l'aire moyenne relative du pic III, à savoir 1,3, de la marge d'erreur due aux variations de la composition du lait écrémé en poudre et de la reproductibilité de la méthode (9.3.2)
$(S_{III} [0] - 0,9)$	= la correction à apporter quand la surface $S_{III} [0]$ est différente de 0,9 (voir point 9.2)

9.4.2. *Si l'aire relative du pic III,  $S_{III} [E]$  est  $> 2,0 + (S_{III}[0] - 0,9)$  et l'aire relative du pic II,  $S_{II} [E] \leq 160$ , déterminer la teneur en lactosérum présure comme indiqué au point 9.2.*9.4.3. *Si l'aire relative du pic III,  $S_{III} [E]$  est  $> 2,0 + (S_{III} [0] - 0,9)$  et l'aire relative du pic II,  $S_{II} [E] \leq 160$ , déterminer la teneur en matières protéiques totales (P %); examiner ensuite les graphiques 1 et 2.*9.4.3.1. *Les données obtenues après analyse d'échantillons de laits écrémés en poudre non adultérés, à teneur en matières protéiques totales élevée, sont regroupées dans les graphiques 1 et 2.*

La droite figurant en trait plein représente la droite de régression linéaire dont les coefficients sont calculés par la méthode des moindres carrés.

La droite figurant en trait discontinu fixe la limite supérieure de l'aire relative du pic III, avec une probabilité de ne pas être dépassée dans 90 % des cas.

Les équations des droites en trait discontinu des graphiques 1 et 2 sont respectivement égales à:

$S_{III} = 0,376 P \% - 10,7$	(graphique 1)
$S_{III} = 0,0123 S_{II} [E] + 0,93$	(graphique 2)

où, respectivement:

$S_{III}$  = l'aire relative du pic III calculée soit d'après la teneur en matières protéiques totales, soit d'après l'aire relative du pic  $S_{II} [E]$ ;

P% = la teneur en matières protéiques totales exprimée en pourcentage pondéral,

▼ **M2**

$S_{II} [E]$  = l'aire relative de l'échantillon calculée au point 9.1.2.

Ces équations sont équivalentes au chiffre 1,3 mentionné au point 9.2.

L'écart ( $T_1$  et  $T_2$ ) entre la surface relative  $S_{III} [E]$  trouvée et la surface relative  $S_{III}$  est donné par les relations suivantes:  $T_1 = S_{III}[E] - [(0,376 P\% - 10,7) + (S_{III}[0] - 0,9)]T_2 = S_{III}[E] - [(0,0123 S_{III}[E] + 0,93) + (S_{III}[0] - 0,9)]$

9.4.3.2. Si  $T_1$  et/ou  $T_2$  sont inférieurs ou égaux à zéro, la présence de lactosérum présure ne peut être établie.

Si  $T_1$  et/ou  $T_2$  sont supérieurs à zéro, l'échantillon contient du lactosérum présure.

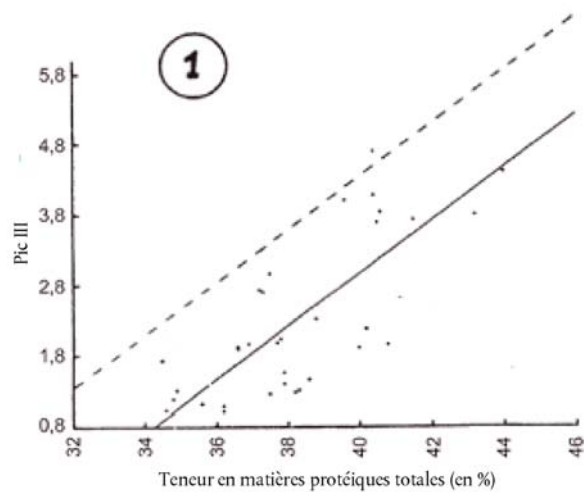
La teneur en lactosérum présure est calculée selon la formule suivante:

$$W = T_2 + 0,91$$

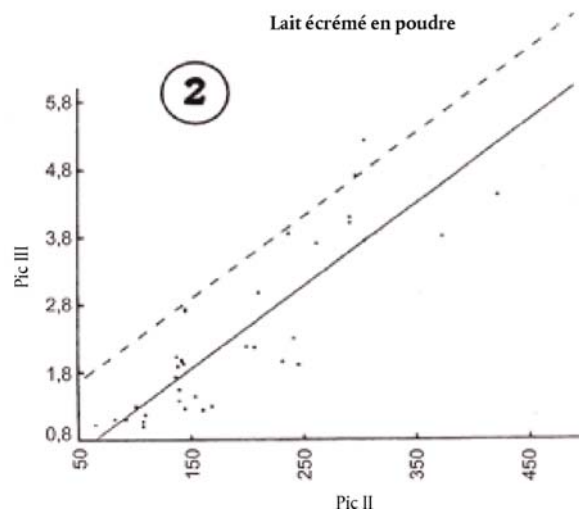
où:

0,91 représente l'écart sur l'axe vertical entre la droite en trait plein et la droite en trait discontinu.

**Lait écrémé en poudre**



**Lait écrémé en poudre**



▼ **M2***Appendice III***DÉTERMINATION DU LACTOSÉRUM PRÉSURE SEC DANS LE LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE**

1. OBJECTIF: DÉTECTION D'ADDITION DE LACTOSÉRUM PRÉSURE SEC DANS LE LAIT ÉCRÉMÉ EN POUDRE

2. RÉFÉRENCES: NORME INTERNATIONALE ISO 707

3. DÉFINITION

La teneur en lactosérum présure sec est définie comme le pourcentage en masse déterminé par la teneur en caséinomacropeptides par la procédure décrite.

4. PRINCIPE

Les échantillons sont analysés pour détecter les caséinomacropeptides A par chromatographie en phase liquide à haute performance en phase inverse (méthode CLHP). L'évaluation du résultat est obtenue par référence aux échantillons étalons constitués de lait écrémé en poudre avec et sans addition de lactosérum en poudre. Des résultats supérieurs à 1 % (m/m) indiquent la présence de lactosérum présure sec.

5. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée est de l'eau distillée ou de l'eau ayant une pureté au moins équivalente. L'acétonitrile doit être de qualité spectroscopique ou de qualité CLHP.

5.1. **Solution d'acide trichloracétique**

Dissoudre 240 g d'acide trichloracétique ( $\text{CCl}_3\text{COOH}$ ) dans de l'eau et compléter jusqu'à 1 000 ml. La solution doit être transparente et incolore.

5.2. **Éluants A et B**

Éluant A: introduire, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 150 ml d'acétonitrile ( $\text{CH}_3\text{CN}$ ), 20 ml d'isopropanol ( $\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$ ), et 1,00 ml d'acide trifluoroacétique (TFA,  $\text{CF}_3\text{COOH}$ ). Compléter jusqu'à 1 000 ml avec de l'eau.

Éluant B: introduire, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 550 ml d'acétonitrile, 20 ml d'isopropanol et 1,00 ml de TFA. Compléter jusqu'à 1 000 ml avec de l'eau. Filtrer la solution éluante, avant l'utilisation, sur une membrane filtrante de 0,45 micromètre ( $\mu\text{m}$ ) de diamètre de pore.

5.3. **Conservation de la colonne**

Après les analyses, la colonne est rincée avec l'éluant B (à l'aide d'un gradient) puis rincée avec de l'acétonitrile (à l'aide d'un gradient pendant 30 minutes). La colonne est conservée dans l'acétonitrile.

5.4. **Échantillons étalons**

5.4.1. *Lait écrémé en poudre répondant aux exigences pour le stockage public, soit [0].*

5.4.2. *Le même lait écrémé en poudre adultéré à 5 % (m/m) par du lactosérum en poudre de type présuré de composition standard, soit [5].*

5.4.3. *Le même lait écrémé en poudre adultéré à 50 % (m/m) par du lactosérum en poudre de type présuré de composition standard, soit [50].*

**▼ M2**

6. INSTRUMENTS
  - 6.1. **Balance analytique**
  - 6.2. **Centrifugeuse (facultative) pouvant atteindre une force centrifuge de 2 200 g et munie de tubes à centrifuger bouchés d'une capacité d'environ 50 ml**
  - 6.3. **Agitateur mécanique**
  - 6.4. **Agitateur magnétique**
  - 6.5. **Entonnoirs en verre, d'environ 7 cm de diamètre**
  - 6.6. **Papiers filtres, filtration moyenne, d'environ 12,5 cm de diamètre**
  - 6.7. **Dispositif de filtration en verre muni de membrane filtrante de 0,45 micromètre de diamètre de pore**
  - 6.8. **Pipettes graduées, permettant de délivrer 10 ml (ISO 648, classe A ou ISO/R 835) ou un système pouvant délivrer 10,0 ml en deux minutes**
  - 6.9. **Système pouvant délivrer 20,0 ml d'eau à 50 °C environ**
  - 6.10. **Bain-marie thermostaté réglé à  $25 \pm 0,5$  °C**
  - 6.11. **Équipement CLHP comprenant:**
    - 6.11.1. *Pompe à gradient binaire*
    - 6.11.2. *Injecteur, manuel ou automatique, de 100 microlitres ( $\mu$ l) de capacité*
    - 6.11.3. *Une colonne Agilent Technologies Zorbax 300 SB-C3 (longueur: 25 cm, diamètre intérieur: 0,46 cm) ou une colonne en phase inverse équivalente, à base de silice, à larges pores*
    - 6.11.4. *Four à colonne thermostaté réglé à  $35 \pm 1$  °C*
    - 6.11.5. *Détecteur UV à longueur d'onde variable, permettant d'effectuer des mesures à 210 nm (si nécessaire, une longueur d'onde supérieure pouvant atteindre 220 nm peut être utilisée) à une sensibilité de 0,02 Å*
    - 6.11.6. *Intégrateur pouvant intégrer la ligne de base commune ou intégrer de vallée à vallée*
- Note:* il est possible de travailler avec des colonnes maintenues à température ambiante à condition que cette température ambiante ne fluctue pas plus de 1 °C; sinon, on constate des variations assez grandes dans le temps de rétention des  $CMP_A$ .
7. ÉCHANTILLONNAGE
  - 7.1. **Le prélèvement des échantillons est effectué selon la procédure prévue par la norme internationale ISO 707. Les États membres peuvent toutefois utiliser une autre méthode d'échantillonnage pour autant que cette dernière soit conforme aux principes de la norme précitée.**
  - 7.2. **Conserver l'échantillon dans des conditions telles qu'aucune détérioration ou modification de composition ne puisse intervenir**
8. MODE OPÉRATOIRE
  - 8.1. **Préparation de l'échantillon d'essai**

Transvaser le lait en poudre dans un récipient d'une capacité équivalant environ au double du volume de la poudre, muni d'un couvercle étanche à l'air. Fermer le récipient immédiatement. Bien mélanger le lait en poudre par retournements successifs du récipient.

▼ **M2****8.2. Prise d'essai**

Peser  $2,00 \pm 0,001$  g d'échantillon d'essai dans un tube à centrifuger (point 6.2) ou dans un ballon à bouchon rodé (50 ml).

*Note:* en cas de mélanges, peser une quantité d'échantillon d'essai permettant d'aboutir à une prise d'échantillon dégraissée correspondant à 2,00 g.

**8.3. Élimination des matières grasses et des protéines**

8.3.1. *Ajouter 20,0 ml d'eau chaude (50 °C) à la prise d'essai. Dissoudre la poudre en agitant pendant cinq minutes à l'aide de l'agitateur mécanique (point 6.3). Placer le tube dans le bain-marie (6. 10) et ramener la température du tube à 25 °C.*

8.3.2. *Ajouter, en deux minutes, 10,0 ml de la solution d'acide trichloracétique à 25 °C (5.1), tout en agitant vigoureusement à l'aide de l'agitateur magnétique (6.4). Placer le tube dans le bain-marie (6.10) et l'y maintenir 60 minutes.*

8.3.3. *Centrifuger (6.2) à 2 200 g pendant dix minutes, ou filtrer sur papier (6.6), rejeter les cinq premiers millilitres de filtrat.*

**8.4. Détermination chromatographique**

8.4.1. *La méthode CLHP en phase inverse exclut la possibilité de résultats faux positifs dus à la présence de babeurre acide en poudre.*

8.4.2. *Avant de mettre en œuvre l'analyse CLHP en phase inverse, il faut optimiser les conditions de gradient. Un temps de rétention de 26 minutes  $\pm$  2 minutes pour les  $CMP_A$  est idéal pour les systèmes à gradient ayant un volume mort d'environ 6 ml (volume du point où les solvants se retrouvent au volume de la boucle de l'injecteur compris). Dans le cas de systèmes à gradient ayant un volume mort inférieur (par exemple 2 ml), on devrait appliquer comme temps de rétention optimal une durée de 22 minutes.*

Préparer les échantillons étalons (5.4) sans et avec 50 % de lactosérum présure.

Injecter 100  $\mu$ l de surnageant ou de filtrat (8.3.3) dans l'appareil CLHP en utilisant les conditions du gradient de référence indiquées au tableau 1.

Tableau 1

**Conditions du gradient de référence pour l'optimisation de la chromatographie**

Temps (min.)	Débit (ml/min.)	% A	% B	Courbe
Début	1,0	90	10	*
27	1,0	60	40	linéaire
32	1,0	10	90	linéaire
37	1,0	10	90	linéaire
42	1,0	90	10	linéaire

La comparaison des deux chromatogrammes doit faire apparaître le pic de  $CMP_A$ .



▼ M2

À l'aide de la formule ci-dessous, la composition du solvant initial à utiliser pour le gradient normal (voir le point 8.4.3) peut être calculée comme % B =  $10 - 2,5 + (13,5 + (RT_{\text{cmpA}} - 26) / 6) * 30 / 27$  %  
 $B = 7,5 + (13,5 + (RT_{\text{cmpA}} - 26) / 6) * 1,11$

où:

$RT_{\text{cmpA}}$ : temps de rétention des  $\text{CMP}_A$  dans le gradient de référence

10: le % B initial du gradient de référence

2,5: % B au point central moins % B au début dans le gradient normal

13,5: temps à mi-parcours du gradient de référence

26: temps de rétention nécessaire pour les  $\text{CMP}_A$

6: rapport des pentes du gradient de référence et du gradient normal

30: % B initial moins % B à 27 minutes dans le gradient de référence

27: temps de parcours du gradient de référence.

#### 8.4.3. *Injection des échantillons d'essai:*

Injecter 100 µl, mesurés exactement, de surnageant ou de filtrat (8.3.3) dans l'appareil CLHP sous un débit de 1,0 ml de solution éluante (5.2) par minute.

La composition de l'éluant au début de l'analyse découle du point 8.4.2. Elle est normalement proche de A:B = 76:24 (point 5.2). Immédiatement après l'injection, on démarre le gradient linéaire pour arriver après 27 minutes à un pourcentage B supérieur de 5 %. Puis, on démarre le gradient linéaire qui amène la composition de l'éluant B à 90 % en cinq minutes. Cette composition est maintenue pendant cinq minutes. Puis, toujours à l'aide d'un gradient linéaire, revenir à la composition initiale en 5 minutes. Selon le volume interne du système de pompage, l'injection suivante peut être faite 15 minutes après avoir atteint les conditions initiales.

*Note 1:* le temps de rétention des  $\text{CMP}_A$  doit être de 26 minutes ± 2 minutes, ce qui peut être obtenu en modifiant les conditions initiales et les conditions finales du premier gradient. Cependant, la différence dans le % B entre les conditions initiales et les conditions finales du premier gradient doit rester de 5 % B.

*Note 2:* les éluants doivent être dégazés suffisamment et doivent également être conservés dégazés. Cette exigence est indispensable au bon fonctionnement du système de pompage du gradient. L'écart type concernant le temps de rétention du pic de  $\text{CMP}_A$  doit être inférieur à 0,1 minute (n = 10).

*Note 3:* tous les cinq échantillons, il y a lieu d'injecter et d'utiliser l'échantillon de référence [5] pour calculer un nouveau coefficient de réponse R (voir 9.1.1).

#### 8.4.4. *Les résultats de l'analyse chromatographique de l'échantillon d'essai (E) sont obtenus sous la forme d'un chromatogramme où le pic de $\text{CMP}_A$ est identifié par son temps de rétention d'environ 26 minutes*

L'intégrateur (6.11.6) calcule automatiquement la hauteur de pic H du pic de  $\text{CMP}_A$ . La ligne de base doit être vérifiée pour chaque chromatogramme. L'analyse ou l'intégration doit être répétée si la ligne de base est incorrectement située.

▼ **M2**

*Note:* si le pic de  $\text{CMP}_A$  est suffisamment séparé des autres pics, il convient d'utiliser la ligne de base de vallée à vallée. Dans le cas contraire, appliquer des perpendiculaires de transfert vers une ligne de base commune dont le point de départ doit être voisin du pic de  $\text{CMP}_A$  (et donc à un moment différent de  $t = 0$  min!). Utiliser le même type d'intégration pour l'étalon et les échantillons et vérifier, en cas d'utilisation d'une ligne de base commune, qu'elle est cohérente pour les échantillons et l'étalon.

Afin de détecter les anomalies éventuelles dues soit à un mauvais fonctionnement de l'appareillage ou de la colonne, soit à l'origine et à la nature de l'échantillon analysé, il est nécessaire d'observer l'aspect de chaque chromatogramme avant toute interprétation quantitative. En cas de doute, répéter l'analyse.

**8.5. Étalonnage**

- 8.5.1. *Appliquer aux échantillons étalons (points 5.4.1 et 5.4.2) le mode opératoire exact décrit aux points 8.2 à 8.4.4. Utiliser des solutions fraîchement préparées car le CMP se dégrade en milieu d'acide trichloracétique à 8 %, à température ambiante. À 4 °C la solution reste stable pendant 24 heures. Dans le cas de longues séries d'analyses, il est opportun d'utiliser un plateau d'échantillon refroidi dans l'injecteur automatique.*

*Note:* le point 8.4.2 peut être omis si le % B aux conditions initiales est connu à partir d'analyses antérieures.

Le chromatogramme de l'échantillon de référence [5] doit être conforme à la figure 1. Sur cette figure, le pic du  $\text{CMP}_A$  est précédé par deux petits pics. Il est indispensable d'obtenir une séparation comparable.

- 8.5.2. *Avant de procéder à toute détermination chromatographique des échantillons, injecter 100 µl de l'échantillon étalon sans lactosérum présure [0] (5.4.1).*

Le chromatogramme ne doit pas présenter de pic au temps de rétention du pic de  $\text{CMP}_A$ .

- 8.5.3. *Déterminer les coefficients de réponse R en injectant le même volume de filtrat (8.5.1) que celui utilisé pour les échantillons.*

**9. EXPRESSION DES RÉSULTATS****9.1. Mode de calcul et formules**

- 9.1.1. *Calcul du coefficient de réponse R:*

$$\text{pic de } \text{CMP}_A: R = W/H$$

où:

R = le coefficient de réponse du pic de  $\text{CMP}_A$

H = la hauteur du pic de  $\text{CMP}_A$

W = la quantité de lactosérum dans l'échantillon étalon [5].

- 9.2. **Calcul du pourcentage de lactosérum présure en poudre dans l'échantillon**

$$W(E) = R \times H(E)$$

où:

W(E) = le pourcentage (m/m) de lactosérum présure dans l'échantillon (E)

▼ **M2**

$R$  = le coefficient de réponse du pic de  $CMP_A$  (9.1.1)

$H(E)$  = la hauteur du pic de  $CMP_A$  de l'échantillon (E)

Si  $W(E)$  est supérieur à 1 % et si la différence entre le temps de rétention et celui de l'échantillon étalon [5] est inférieure à 0,2 minute, la présence de lactosérum présure sec est démontrée.

### 9.3. Précision de la procédure

#### 9.3.1. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou dans un court intervalle de temps par le même analyste utilisant le même appareillage sur le même matériel d'essai ne doit pas dépasser 0,2 % m/m.

#### 9.3.2. Reproductibilité

Non déterminée.

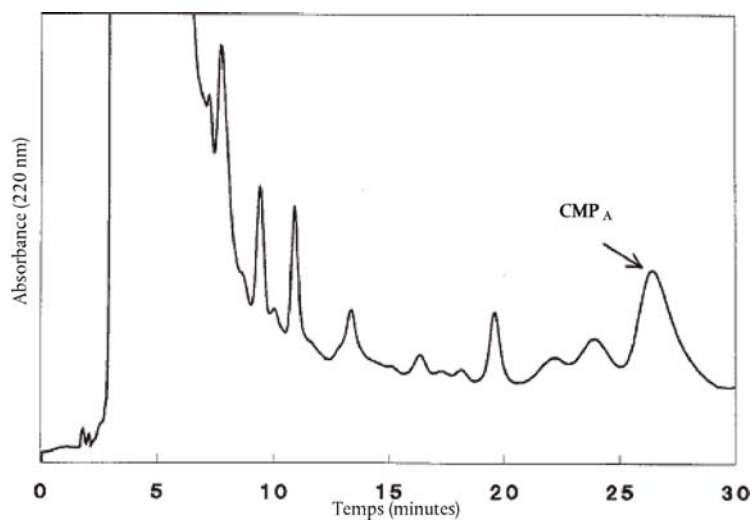
#### 9.3.3. Linéarité

Jusqu'à 16 % de lactosérum présure, on obtient une relation linéaire avec un coefficient de corrélation  $> 0,99$ .

### 9.4. Interprétation

La limite de 1 % tient compte d'une marge d'erreur due à la reproductibilité.

Figure 1  
Étalon Ni-4.6



(\*) Norme FIL internationale 135B/1991. Lait et produits laitiers. Caractéristiques de fidélité des méthodes d'analyse. Schéma d'une méthode d'étude en collaboration.



## PARTIE II

**Livraison et conditionnement du lait écrémé en poudre**

1. Le lait écrémé en poudre est emballé dans des sacs neufs propres, secs et intacts, répondant aux exigences suivantes:
  - a) les sacs se composent d'un minimum de trois plis qui, ensemble, correspondent à un minimum de 420 J/m<sup>2</sup> TEA average;
  - b) le deuxième pli est recouvert d'un pli de polyéthylène de 15 g/m<sup>2</sup> au minimum;
  - c) à l'intérieur des plis en papier se trouve un sac de polyéthylène d'une épaisseur minimale de 0,08 mm, soudé au fond;
  - d) les sacs sont conformes à la norme EN 770;
  - e) lors du remplissage, le sac doit être bien tassé. La pénétration de poudre en vrac entre les différents plis ne peut en aucun cas être permise.
2. Le sac 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 fabrication ou, le cas échéant, la semaine de fabrication;
  - c) le numéro du lot de fabrication;
  - d) la dénomination «lait écrémé en poudre spray».
3. Le stockeur tient un registre dans lequel les indications visées au point 2 sont inscrites le jour de l'entrée en stock.

**▼ M2***ANNEXE VI***Méthodes d'analyse du beurre en stockage privé**

Paramètre	Méthode
Matières grasses <sup>(1)</sup>	ISO 17189 ou ISO 3727 partie 3
Eau	ISO 3727 partie 1
Matières sèches non grasses (à l'exclusion du sel)	ISO 3727 partie 2
Sel	ISO 15648

<sup>(1)</sup> La méthode à appliquer est agréée par l'organisme payeur.

**▼ M2***ANNEXE VII***Méthodes d'analyse du lait écrémé en poudre en stockage privé**

Paramètre	Méthode
Matières grasses	ISO 1736
Protéines	ISO 8968 partie 1
Eau	ISO 5537

▼ M2

## ANNEXE VIII

**Méthodes d'analyse des fromages en stockage privé**

1. La méthode d'analyse figurant à l'appendice est appliquée pour garantir l'absence de caséine de lait de vache dans les fromages produits exclusivement à partir du lait de brebis, du lait de chèvre ou du lait de bufflonne ou à partir d'un mélange de lait de brebis, de chèvre et de bufflonne.

La caséine de lait de vache est considérée comme présente si la teneur de l'échantillon analysé en caséine de lait de vache est supérieure ou égale à la teneur de l'échantillon de référence contenant 1 % de lait de vache, prévu à l'appendice.

2. Les méthodes pour la détection de la caséine de lait de vache dans les fromages visés au paragraphe 1 peuvent être utilisées dans les conditions suivantes:
  - a) la limite de détection maximale est de 0,5 %;
  - b) il n'y a pas de résultats faux positifs; et
  - c) la caséine de lait de vache est détectable avec la sensibilité requise, même après de longues périodes de maturation, comme cela peut se produire dans les conditions habituelles de l'exploitation commerciale.

Les méthodes de l'appendice s'appliquent si une seule des exigences susmentionnées n'est pas satisfaite.

▼ M2*Appendice***MÉTHODE POUR LA DÉTECTION DE CASÉINATES ET DE LAIT DE VACHE DANS LES FROMAGES À BASE DE LAIT DE BREBIS, DE LAIT DE CHÈVRE OU DE LAIT DE BUFFLONNE, OU DE MÉLANGES DE LAIT DE BREBIS, DE CHÈVRE ET DE BUFFLONNE**

## 1. OBJET

Détection de caséinates et de lait de vache dans les fromages à base de lait de brebis, de lait de chèvre, de lait de bufflonne ou de mélanges de lait de brebis, de chèvre et de bufflonne, au moyen de la focalisation isoélectrique des caséines  $\gamma$  après action de la plasmine.

## 2. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode convient pour la détection sensible et spécifique de caséinates et de lait de vache traités ou non thermiquement dans les fromages frais et affinés à base de lait de brebis, de lait de chèvre, de lait de bufflonne ou de mélanges de lait de brebis, de chèvre et de bufflonne. Elle ne convient pas pour la détection de l'adultération du lait et du fromage au moyen de concentrés de protéines de lactosérum de vache traités thermiquement.

## 3. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

## 3.1. Isolement des caséines du fromage et des échantillons de référence

## 3.2. Dissolution des caséines isolées et protéolyse par la plasmine (EC.3.4.21.7)

## 3.3. Focalisation isoélectrique des caséines soumises à l'action de la plasmine en présence d'urée et coloration des protéines

3.4. Interprétation des profils de caséine  $\gamma_3$  et  $\gamma_2$  colorés (identification du lait de vache) par comparaison du profil obtenu pour l'échantillon avec celui obtenu sur le même gel pour les échantillons de référence contenant 0 et 1 % de lait de vache

## 4. RÉACTIFS

Sauf indication contraire, les produits chimiques utilisés doivent être de qualité analytique. L'eau doit être bidistillée ou d'une pureté équivalente.

*Note:* les informations ci-après s'appliquent aux gels de polyacrylamide contenant de l'urée et préparés en laboratoire, de dimensions  $265 \times 125 \times 0,25$  mm. En présence d'autres dimensions et d'autres types de gels, il peut être nécessaire d'adapter les conditions de séparation.

*Focalisation isoélectrique*

## 4.1. Réactifs destinés à la production des gels de polyacrylamide contenant de l'urée

## 4.1.1. Solution mère de gel

Dissoudre:

4,85 g d'acrylamide

0,15 g de N, N'-méthylène-bis-acrylamide (BIS)

48,05 g d'urée

15,00 g de glycérol (87 % m/m),

dans de l'eau, compléter jusqu'à 100 ml et conserver au froid dans une bouteille de verre brun.



**▼ M2**

*Note:* les quantités indiquées d'acrylamide neurotoxique peuvent être remplacées par une solution d'acrylamide et bis-acrylamide prémélangés disponible dans le commerce. Dans le cas où cette solution a une concentration de 30 % m/v d'acrylamide et 0,8 % m/v de bis-acrylamide, les quantités indiquées dans la préparation susmentionnée sont remplacées par un volume de 16,2 ml de cette solution. La solution mère ne peut être conservée que dix jours au maximum. Si sa conductivité est supérieure à 5  $\mu$ S, il faut déioniser en mélangeant avec 2 g d'Amberlite MB-3 pendant 30 min, ensuite filtrer à travers une membrane de 0,45  $\mu$ m.

**4.1.2. Solution de gel**

Préparer une solution de gel en mélangeant des additifs et des ampholytes (\*) avec la solution mère de gel (4.1.1):

9,0 ml de solution mère de gel

24 mg de  $\beta$ -alanine

500  $\mu$ l d'ampholyte pH 3,5-9,5

250  $\mu$ l d'ampholyte pH 5-7

250  $\mu$ l d'ampholyte pH 6-8

Mélanger la solution de gel et la dégazer dans un bain à ultrasons ou sous vide pendant 2 à 3 minutes.

*Note:* la solution doit être préparée juste avant d'être coulée (6.2).

**4.1.3. Catalyseurs****4.1.3.1. N, N, N' N'-tétraméthyléthylènediamine (Temed)****4.1.3.2. Solution de persulfate d'ammonium (PER) à 40 % m/v:**

Dissoudre 800 mg de PER dans de l'eau et compléter jusqu'à 2 ml.

*Note:* utiliser toujours une solution de PER fraîchement préparée.

**4.2. Liquide de contact**

Kérosène ou paraffine liquide

**4.3. Solution anodique**

Ajouter de l'eau à 5,77 g d'acide phosphorique (85 % m/m) jusqu'à obtention d'un volume de 100 ml.

**4.4. Solution cathodique**

Dissoudre 2,00 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau jusqu'à obtention d'un volume de 100 ml.

**Préparation de l'échantillon****4.5. Réactifs destinés à l'isolement des protéines****4.5.1. Solution diluée d'acide acétique (25 ml d'acide acétique glacial complété à 100 ml avec de l'eau)****4.5.2. Dichlorométhane****4.5.3. Acétone****4.6. Solution tampon de dissolution des protéines**

Dissoudre:

**▼ M2**

5,75 g de glycérol (87 % m/m)

24,03 g d'urée

250 mg de dithiothréitol,

dans de l'eau jusqu'à obtention d'un volume de 50 ml.

*Note:* stockée au froid, la solution se conserve une semaine au maximum.

**4.7. Réactifs destinés à la protéolyse due à la plasmine****4.7.1. Tampon de carbonate d'ammonium**

Ajuster jusqu'à un pH de 8 une solution d'hydrogénocarbonate d'ammonium à 0,2 mol/l (1,58 g/100 ml d'eau) contenant 0,05 mol/l d'acide éthylènediaminetétraacétique (EDTA, 1,46 g/100 ml) à l'aide d'une solution de carbonate d'ammonium à 0,2 mol/l (1,92 g/100 ml d'eau) contenant 0,05 mol/l d'EDTA.

**4.7.2. Plasmine bovine (EC. 3.4.21.7), dont l'activité est au minimum de 5 U/ml****4.7.3. Solution d'acide  $\epsilon$ -aminocaproïque destinée à l'inhibition de l'enzyme**

Dissoudre 2,624 g d'acide  $\epsilon$ -aminocaproïque (acide 6-amino-n-hexanoïque) dans 100 ml d'éthanol à 40 % (v/v).

**4.8. Échantillons de référence****4.8.1. Des échantillons de référence certifiés d'un mélange de lait écrémé de brebis et de chèvre emprésuré contenant 0 et 1 % de lait de vache peuvent être obtenus auprès de l'Institut des matériaux et des mesures de référence de la Commission à B-2440 Geel-Belgique****4.8.2. Préparation des échantillons de référence intermédiaires de laboratoire de lait de bufflonne emprésuré contenant 0 et 1 % de lait de vache**

Le lait cru de bufflonne ou de vache est écrémé par centrifugation à 37 °C (2 500 g, 20 minutes). Refroidir le tube et son contenu rapidement à 6-8 °C, puis éliminer complètement la couche de matières grasses rassemblée en surface. Pour la préparation d'un étalon de 1 %, ajouter 5,00 ml de lait de vache écrémé à 495 ml de lait de bufflonne écrémé dans un bécher de 1 l et ajuster le pH à 6,4 en ajoutant de l'acide lactique dilué à 10 % m/v. Ajuster la température à 35 °C et ajouter 100  $\mu$ l de présure de veau (activité 1: 10 000, environ 3 000 U/ml), mélanger pendant 1 minute, puis couvrir le bécher d'une feuille d'aluminium et laisser reposer à 35 °C pendant une heure pour laisser le caillé se former. Après formation du caillé, le lait emprésuré est entièrement lyophilisé sans homogénéisation préalable ni égouttage du lactosérum. Le lait lyophilisé est finement broyé en une poudre homogène. Pour la préparation de l'échantillon de référence de 0 %, suivre la même procédure avec du lait écrémé pur de bufflonne. Stocker les échantillons de référence à - 20 °C.

*Note:* il est recommandé de vérifier la pureté du lait de bufflonne par focalisation isoélectrique des caséines soumises à l'action de la plasmine avant la préparation des échantillons de référence.

**Réactifs destinés à la coloration des protéines****4.9. Fixateur**

Dissoudre 150 g d'acide trichloracétique dans de l'eau jusqu'à l'obtention d'un volume de 1 000 ml.

**4.10. Solution de décoloration**

Mélanger 500 ml de méthanol et 200 ml d'acide acétique glacial avec de l'eau distillée et amener à 2 000 ml.

**▼ M2**

*Note:* renouveler quotidiennement la solution de décoloration; elle peut être préparée par mélange à volume égal d'une solution mère de méthanol à 50 % (v/v) et d'une solution mère d'acide acétique glacial à 20 % (v/v).

**4.11. Solutions de coloration****4.11.1. Solution de coloration (solution mère 1)**

Dissoudre 3,0 g de bleu brillant G 250 de Coomassie (C.I. 42655) dans 1 000 ml de méthanol à 90 % (v/v) au moyen d'un agitateur magnétique (environ 45 min), passer la solution à travers deux filtres plissés à une vitesse moyenne.

**4.11.2. Solution de coloration (solution mère 2)**

Dissoudre 5,0 g de sulfate de cuivre pentahydraté dans 1 000 ml d'acide acétique à 20 % (v/v).

**4.11.3. Solution de coloration (prête à l'emploi)**

Mélanger 125 ml de chaque solution mère (4.11.1, 4.11.2) immédiatement avant la coloration.

*Note:* la solution de coloration prête à l'emploi doit être utilisée le jour de sa préparation.

**5. INSTRUMENTS**

**5.1. Plaques de verre (265 × 125 × 4 mm); rouleau en caoutchouc d'une largeur de 15 cm; table à niveau réglable**

**5.2. Feuille de support du gel (265 × 125 mm)**

**5.3. Seconde feuille (280 × 125 mm). Coller sur les deux longueurs de cette feuille une bande de ruban adhésif de 280 × 6 × 0,25 mm (figure 1)**

**5.4. Cuve d'électrofocalisation à plaque de refroidissement (par exemple 265 × 125 mm) et générateur de tension approprié (≥ 2,5 kV) ou appareil automatique d'électrophorèse**

**5.5. Cryostat à circulation, maintenu à la température de 12 ± 0,5 °C**

**5.6. Centrifugeuse réglable à 3 000 g**

**5.7. Bandes de papier pour électrodes (≥ 265 mm de long)**

**5.8. Flacons compte-gouttes en matière plastique pour les solutions anodique et cathodique**

**5.9. Applicateurs d'échantillon 10 × 5 mm (viscose ou papier-filtre à faible absorption des protéines)**

**5.10. Cuves de coloration et de décoloration en acier inoxydable ou en verre (par exemple, cuves d'une dimension de 280 × 150 mm)**

**5.12. Homogénéisateur réglable (tige de 10 mm de diamètre), vitesse de rotation de 8 000 à 20 000 tours par minute**

**5.13. Agitateur magnétique**

**5.14. Bain ultrasonique**

**5.15. Appareil de soudure des feuilles**

**5.16. Pipettes graduées en microlitres (25 µl)**

**5.17. Centrifugeuse sous vide ou appareil de lyophilisation**

**5.18. Bain-marie réglable à 35 et 40 ± 1 °C à dispositif d'agitation**

▼ **M2**5.19. **Densitomètre (lecture à une longueur d'onde de  $\lambda = 634$  nm)**6. **MODE OPÉRATOIRE**6.1. **Préparation des échantillons**6.1.1 *Isolement des caséines*

Introduire l'équivalent de 5 g de matière sèche de fromage ou d'échantillon de référence dans un tube de centrifugation de 100 ml, ajouter 60 ml d'eau distillée et homogénéiser à l'aide de l'homogénéisateur (8 000 à 10 000 tours/min.). Ajuster à un pH de 4,6 à l'aide d'une solution d'acide acétique dilué (4.5.1) et centrifuger (5 minutes, 3 000 g). Éliminer les matières grasses et la phase sérique; homogénéiser le culot de centrifugation à 20 000 tours/min dans 40 ml d'eau distillée ajustée à un pH de 4,5 à l'aide de la solution d'acide acétique dilué (4.5.1), ajouter 20 ml de dichlorométhane (4.5.2), homogénéiser de nouveau et centrifuger (5 minutes, 3 000 g). Récupérer la couche de caséine se trouvant entre la phase aqueuse et la phase organique (figure 2) à l'aide d'une spatule et éliminer les deux phases. Homogénéiser de nouveau la caséine dans 40 ml d'eau distillée (voir ci-dessus) et 20 ml de dichlorométhane (4.5.2) et centrifuger. Répéter cette opération jusqu'à ce que la coloration des phases d'extraction devienne négligeable (deux ou trois fois). Homogénéiser le résidu de protéines avec 50 ml d'acétone (4.5.3) et filtrer la solution sur un filtre plissé à vitesse moyenne. Laver le résidu deux fois avec 25 ml d'acétone sur le filtre et laisser sécher à l'air ou sous un courant d'azote; réduire ensuite en fines particules dans un mortier.

*Note:* les extraits protéiques séchés doivent être conservés à  $-20$  °C.

6.1.2 *Transformation des caséines  $\beta$  en caséines  $\gamma$  par action de la plasmine*

Mettre en suspension 25 mg de caséines isolées (6.1.1) dans 0,5 ml de tampon de carbonate d'ammonium (4.7.1) et homogénéiser pendant 20 min en utilisant, par exemple, le traitement ultrasonique. Chauffer à 40 °C puis ajouter 10  $\mu$ l de plasmine (4.7.2), mélanger et laisser incuber une heure à 40 °C sous agitation continue. Pour inhiber l'enzyme, ajouter 20  $\mu$ l de solution d'acide  $\epsilon$ -aminocaproïque (4.7.3), puis ajouter 200 mg d'urée solide et 2 mg de dithiothréitol.

*Note:* pour obtenir une meilleure symétrie des bandes de caséine focalisées, il est recommandé de lyophiliser la solution après avoir ajouté l'acide  $\epsilon$ -aminocaproïque et dissous les lyophilisats obtenus dans 0,5 ml de solution tampon (4.6).

6.2. **Préparation des gels de polyacrylamide contenant de l'urée**

Appliquer au rouleau, sur une plaque de verre (5.1) la feuille de support du gel (5.2) à l'aide de quelques gouttes d'eau; éponger l'eau excédentaire avec une serviette de papier. De la même manière, appliquer au rouleau la seconde feuille (5.3), pourvue de ruban adhésif (écarteurs de 0,25 mm), sur une autre plaque de verre. Cette seconde plaque est posée horizontalement sur une table à niveau réglable.

Ajouter 10  $\mu$ l de Temed (4.1.3.1) à la solution de gel préparée et désaérée (4.1.2), remuer et ajouter 10  $\mu$ l de solution de PER (4.1.3.2), mélanger soigneusement et déverser le mélange immédiatement et uniformément au centre de la seconde feuille. Placer un bord de la plaque de support du gel (côté feuille vers le bas) sur la plaque de la seconde feuille et l'abaisser lentement jusqu'à formation entre les feuilles d'un film de gel qui s'étale régulièrement sans créer de bulles (figure 3). À l'aide d'une fine spatule, abaisser soigneusement et

## ▼ M2

complètement la plaque de support du gel et y poser, pour faire pression, trois autres plaques de verre. Après polymérisation complète (environ 60 min), récupérer en même temps le gel polymérisé sur la feuille de support du gel ainsi que sur l'autre feuille en écartant les deux plaques de verre. Nettoyer soigneusement le dos de la feuille de support des restes de gel et de l'urée. Souder entre eux les bords du «sandwich de gel» dans le sens de la longueur, on obtient ainsi un tube que l'on peut conserver au réfrigérateur (six semaines au maximum).

*Note:* la seconde feuille avec les écarteurs peut être réutilisée. Le gel de polyacrylamide peut être découpé en des dimensions plus petites, ce qui est préconisé en présence d'un faible nombre d'échantillons ou d'un dispositif d'électrophorèse automatique (deux gels, dimensions  $4,5 \times 5$  cm).

## 6.3. Focalisation isoélectrique

Régler le cryostat à 12 °C. Essuyer le dos de la feuille de support du gel à l'aide de kérosène et verser ensuite quelques gouttes de kérosène (4.2) au centre du bloc de refroidissement. Appliquer le «sandwich de gel» en éliminant les bulles d'air, côté support vers le bas. Essuyer l'excédent de kérosène et retirer la seconde feuille. Imbiber des solutions anodique et cathodique (4.3 et 4.4) les bandes pour électrodes; les couper à la longueur du gel et les mettre en place (distance des électrodes: 9,5 cm).

*Procéder à la focalisation dans les conditions suivantes:*

6.3.1. Dimension du gel  $265 \times 125 \times 0,25$  mm

Étapes	Temps (min.)	Tension (V)	Courant (mA)	Puissance (W)	Volt-heures (Vh)
1. Préfocalisation	30	maximum 2 500	maximum 15	constante 4	env. 300
2. Focalisation des échantillons (1)	60	maximum 2 500	maximum 15	constante 4	env. 1 000
3. Focalisation finale	60	maximum 2 500	maximum 5	maximum 20	env. 3 000
	40	maximum 2 500	maximum 6	maximum 20	env. 3 000
	30	maximum 2 500	maximum 7	maximum 25	env. 3 000

(1) Application des échantillons: après la préfocalisation (étape 1), déposer à l'aide d'une pipette 18 µl des solutions échantillons et étalons sur les applicateurs d'échantillons ( $10 \times 5$  mm), les placer sur le gel en les écartant de 1 mm les unes des autres et de 5 mm longitudinalement par rapport à l'anode et appuyer légèrement. Réaliser la focalisation dans les conditions ci-dessus en retirant soigneusement les applicateurs d'échantillons après les 60 minutes de focalisation des échantillons.

*Note:* si l'épaisseur ou la largeur des gels change, les valeurs du courant et de la puissance doivent être adaptées (par exemple, doubler les valeurs du courant et de la puissance en cas d'utilisation d'un gel de format  $265 \times 125 \times 0,5$  mm).

6.3.2. Exemple de programmation d'un appareil automatique d'électrophorèse (2 gels de  $5,0 \times 4,5$  cm): placer les électrodes sans bande directement sur le gel

Étapes	Tension	Courant	Puissance	Température	Volt-heures
1. Préfocalisation	1 000 V	10,0 mA	3,5 W	8 °C	85 Vh
2. Focalisation des échantillons	250 V	5,0 mA	2,5 W	8 °C	30 Vh
3. Focalisation	1 200 V	10,0 mA	3,5 W	8 °C	80 Vh
4. Focalisation	1 500 V	5,0 mA	7,0 W	8 °C	570 Vh

▼ **M2**

Placer l'applicateur d'échantillons à l'étape 2 à 0 Vh.

Ôter l'applicateur d'échantillons à l'étape 2 à 30 Vh.

#### 6.4. Coloration des protéines

##### 6.4.1. Fixation des protéines

Après avoir coupé le courant, retirer immédiatement les bandes et placer le gel dans une cuve de coloration/décoloration remplie de 200 ml de fixateur (4.9); laisser reposer 15 min en agitant continuellement.

##### 6.4.2. Lavage et coloration de la plaque de gel

Décarter soigneusement le fixateur et procéder à deux lavages de 30 secondes de la plaque de gel avec 100 ml de solution de décoloration (4.10). Décarter la solution de décoloration, remplir la cuve avec 250 ml de solution de coloration (4.11.3) et procéder à la coloration pendant 45 min en agitant légèrement.

##### 6.4.3. Décoloration de la plaque de gel

Décarter la solution de coloration et procéder à deux lavages de la plaque de gel avec 100 ml de solution de décoloration (4.10), agiter ensuite pendant 15 min avec 200 ml de solution de décoloration et répéter l'étape de décoloration au moins deux à trois fois jusqu'à ce que le fond devienne clair et perde sa coloration. Laver ensuite la plaque de gel avec de l'eau distillée (deux fois 2 minutes) et sécher à l'air (2 à 3 heures) ou à l'aide d'un sèche-cheveux (de 10 à 15 minutes).

*Note 1:* effectuer les opérations de fixation, de lavage, de coloration et de décoloration à 20 °C. Ne pas utiliser de température élevée.

*Note 2:* si la préférence est donnée à une coloration à l'argent plus sensible (par exemple, Silver Staining Kit, Protein, Pharmacia Biotech, Code n° 17-1150-01), diluer à 5 mg/ml les échantillons de caséine traités à la plasmine.

## 7. ÉVALUATION

L'interprétation des résultats se fait en comparant le profil des protéines de l'échantillon à examiner avec ceux des échantillons de référence sur le même gel. Le lait de vache est détecté dans les fromages à base de lait de brebis, de lait de chèvre et de lait de bufflonne et dans les mélanges de lait de brebis, de chèvre et de bufflonne par la mise en évidence des caséines  $\gamma_2$  et  $\gamma_3$  dont les points isoélectriques se situent entre les pH 6,5 et 7,5 (figures 4a, b, figure 5). La limite de détection est inférieure à 0,5 %.

### 7.1. Interprétation visuelle

Pour une interprétation visuelle de la quantité de lait de vache, il est recommandé d'adapter les concentrations des échantillons et des échantillons de référence afin d'obtenir le même degré d'intensité des caséines  $\gamma_2$  et  $\gamma_3$  de lait de brebis, de chèvre et/ou de bufflonne (voir « $\gamma_2$  E,G,B» et « $\gamma_3$  E, G, B» sur les figures 4a, b et 5) Ensuite, la quantité de lait de vache (inférieure, égale ou supérieure à 1 %) dans l'échantillon à examiner peut être jugée directement par comparaison de l'intensité des caséines  $\gamma_3$  et  $\gamma_2$  du lait de vache (voir « $\gamma_3$  C» et « $\gamma_2$  C» dans les figures 4a, b et 5) avec celles des échantillons de référence à 0 et 1 % (brebis, chèvre) ou des échantillons intermédiaires de laboratoire (bufflonne).

### 7.2. Estimation densitométrique

Si possible, appliquer la densitométrie (5.19) pour la détermination du rapport de la surface de pic entre les caséines  $\gamma_2$  et  $\gamma_3$  du lait de vache et celles du lait de brebis, du lait de chèvre et/ou du lait de bufflonne (figure 5). Comparer cette valeur avec le rapport de la surface de pic des caséines  $\gamma_2$  et  $\gamma_3$  de l'échantillon de référence à 1 % (lait de brebis, lait de chèvre) ou de l'échantillon de référence intermédiaire de laboratoire (lait de bufflonne) analysés sur le même gel.

▼ **M2**

*Note:* cette méthode fonctionne de façon satisfaisante s'il existe un signal nettement positif pour les deux caséines  $\gamma_2$  et  $\gamma_3$  de lait de vache dans l'échantillon de référence à 1 % mais non dans l'échantillon de référence à 0 %. Dans le cas contraire, optimiser la procédure en suivant soigneusement les instructions de la méthode.

Un échantillon est jugé positif si les deux caséines  $\gamma_2$  et  $\gamma_3$  du lait de vache ou les rapports de surface de pic correspondants sont égaux ou supérieurs aux chiffres concernant l'échantillon de référence à 1 %.

## 8. RÉFÉRENCES

Addeo F., Moio L., Chianese L., Stingo C., Resmini P., Berner I., Krause I., Di Luccia A., Bocca A.: Use of plasmin to increase the sensitivity of the detection of bovine milk in ovine and/or caprine cheese by gel isoelectric focusing of  $\gamma_2$ -caseins. *Milchwissenschaft* 45, 708-711 (1990).

Addeo F., Nicolai M.A., Chianese L., Moio L., Spagna Musso S., Bocca A., Del Giovine L.: A control method to detect bovine milk in ewe and water buffalo cheese using immunoblotting. *Milchwissenschaft* 50, 83-85 (1995).

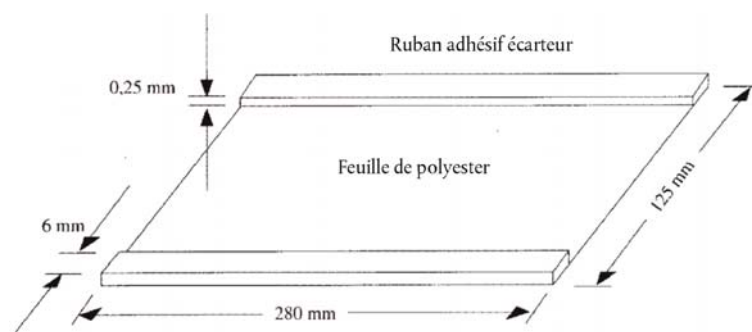
Krause I., Berner I., Klostermeyer H.: Sensitive detection of cow milk in ewe and goat milk and cheese by carrier ampholyte — and carrier ampholyte/immobilized pH gradient — isoelectric focusing of  $\gamma$ -caseins using plasmin as signal amplifier. in: *Electrophoresis-Forum 89* (B. J. Radola, ed.) pp 389-393, Bode-Verlag, München (1989).

Krause I., Belitz H.-D., Kaiser K.-P.: Nachweis von Kuhmilch in Schaf and Ziegenmilch bzw. -käse durch isoelektrische Fokussierung in harnstoffhaltigen Polyacrylamidgelen. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.* 174, 195-199 (1982).

Radola B.J.: Ultrathin-layer isoelectric focusing in 50-100  $\mu\text{m}$  polyacrylamide gels on silanised glass plates or polyester films. *Electrophoresis* 1, 43-56 (1980).

Figure 1

## Schéma de la seconde feuille



▼ M2

Figure 2

Couche de caséine en flottaison entre les phases aqueuse et organique après centrifugation

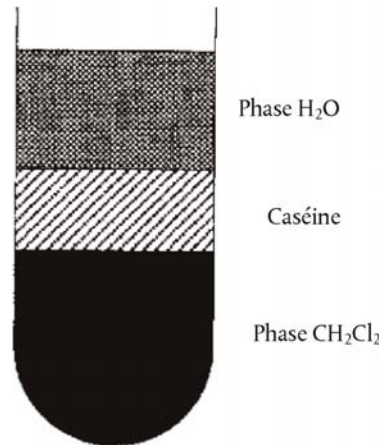
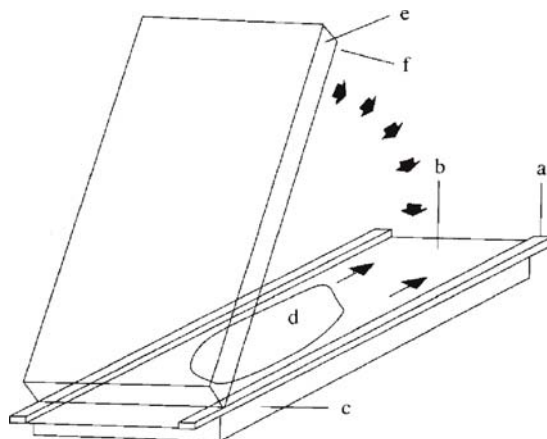


Figure 3

Technique de battement pour la coulée de gels de polyacrylamide ultraminesces



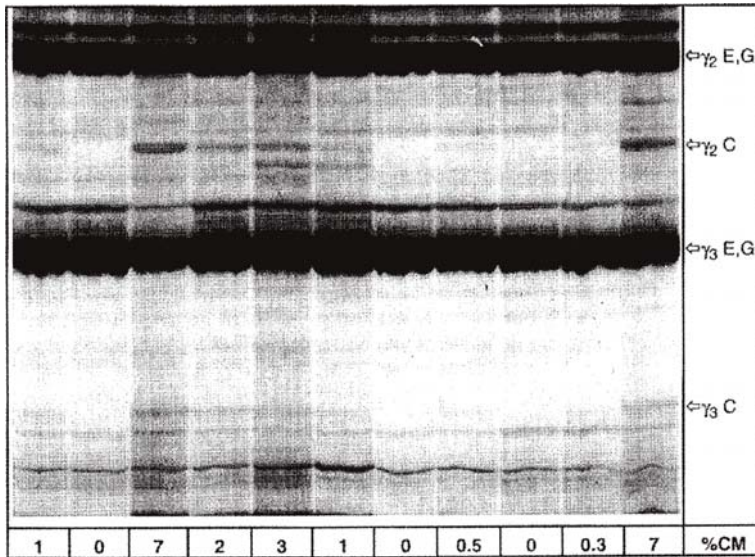
a = ruban adhésif écarteur (0,25 mm); b = seconde feuille (5.3); c, e = plaques de verre (5.1); d = solution de gel (4.1.2); f = feuille de support du gel (5.2)



## ▼ M2

Figure 4 a

Focalisation isoélectrique des caséines de fromage de lait de brebis et de lait de chèvre contenant différentes quantités de lait de vache, soumises à l'action de la plasmine

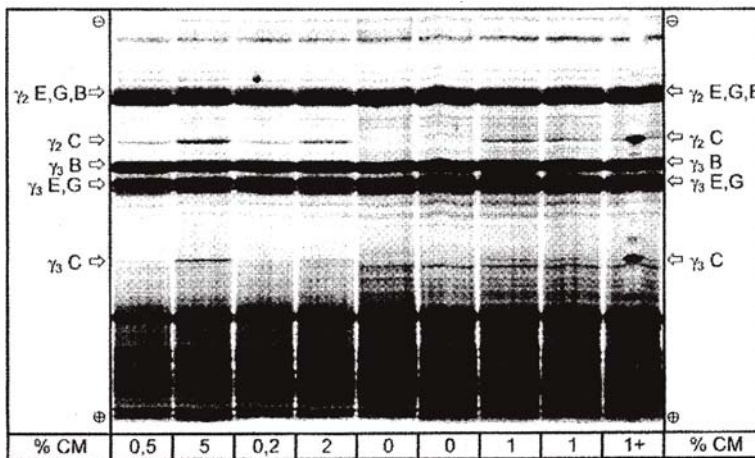


% CM = pourcentage de lait de vache, C = vache, E = brebis, G = chèvre.

La moitié supérieure du gel I.E.F. est indiquée.

Figure 4 b

Focalisation isoélectrique des caséines de fromages produits à partir de mélanges de lait de brebis, de chèvre et de bufflonne contenant différentes quantités de lait de vache, soumises à l'action de la plasmine



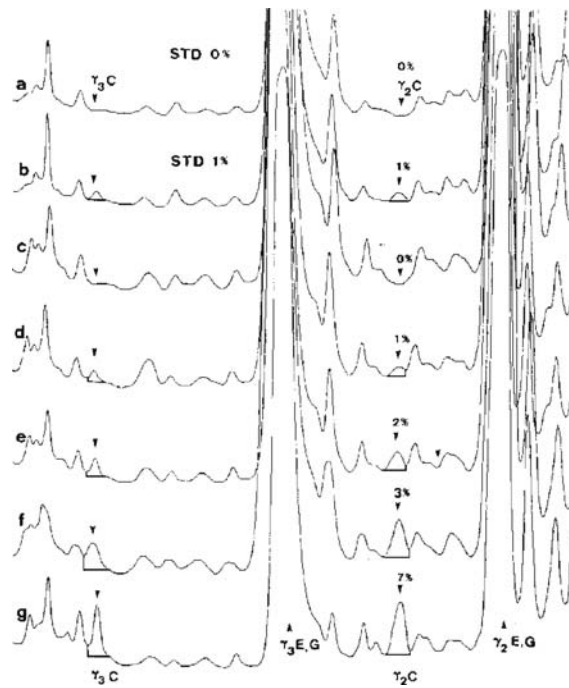
% CM = pourcentage de lait de vache; 1+ = échantillon contenant 1 % de lait de vache et dopé de caséine pure de lait de vache au milieu du trajet. C = vache, E = brebis, G = chèvre, B = bufflonne.

La distance totale de séparation du gel I.E.F. est indiquée.

## ▼ M2

Figure 5

Superposition de densitogrammes des échantillons de référence (STD) et d'échantillons de fromages à base d'un mélange de lait de brebis et de chèvre après focalisation isoélectrique



a, b = échantillons de référence contenant 0 et 1 % de lait de vache; c-g = échantillons de fromage contenant 0, 1, 2, 3 et 7 % de lait de vache; C = vache, E = brebis, G = chèvre.

La moitié supérieure du gel a été lue à une longueur d'onde  $\lambda = 634$  nm.

▼ M2

## ANNEXE IX

**Évaluation des analyses****1. Assurance de la qualité**

Les analyses sont effectuées par des laboratoires désignés conformément à l'article 12 du règlement (CE) n° 882/2004 du Parlement européen et du Conseil (\*\*) ou désignés par les autorités compétentes de l'État membre.

**2. Échantillonnage et contestation des résultats d'analyses**

1. L'échantillonnage est effectué conformément à la réglementation applicable au produit concerné. Si l'échantillonnage ne fait l'objet d'aucune disposition particulière, il convient d'appliquer les dispositions de la norme ISO 707, Lait et produits laitiers — Lignes directrices relatives aux méthodes d'échantillonnage.
2. Les rapports de laboratoire sur les résultats de l'analyse contiennent des éléments suffisants pour permettre une évaluation des résultats conformément à l'appendice.
3. Des échantillons doubles sont prélevés aux fins des analyses prévues par la réglementation de l'Union.
4. En cas de litige concernant les résultats, l'organisme payeur refait l'analyse nécessaire sur le produit en cause, et les coûts sont supportés par la partie perdante.

L'analyse susmentionnée est effectuée à condition que des échantillons doubles du produit soient disponibles sous scellés et aient été stockés dans des conditions appropriées auprès de l'autorité compétente. Le fabricant envoie une demande à l'organisme payeur afin qu'il effectue l'analyse dans les 7 jours ouvrables qui suivent la communication des résultats de la première analyse. La nouvelle analyse est effectuée par l'organisme payeur dans les 21 jours ouvrables après réception de la demande.

5. Le résultat ainsi obtenu est définitif.
6. Si, dans les cinq jours ouvrables qui suivent la prise d'échantillons, le fabricant apporte la preuve que la procédure d'échantillonnage n'a pas été effectuée correctement, l'échantillonnage est, si possible, répété. Dans le cas où un nouvel échantillonnage n'est pas possible, le lot est accepté.

▼ **M2***Appendice***Évaluation de la conformité d'un lot avec la limite réglementaire****1. Principe**

Dans les cas où la réglementation relative à l'intervention publique et au stockage privé prévoit des procédures d'échantillonnage détaillées, il convient de suivre ces procédures. Dans tous les autres cas, on utilise un échantillon d'au moins trois unités, prélevées de manière aléatoire, du lot soumis à vérification. Un échantillon composite peut être préparé. Le résultat obtenu est comparé aux limites réglementaires par le calcul d'un intervalle de confiance de 95 % correspondant à deux fois l'écart-type, ce dernier étant établi différemment selon que 1) la méthode est validée dans le cas d'une collaboration internationale avec des valeurs définies pour  $\sigma_r$  et  $\sigma_R$ , ou que 2), en cas de validation interne, une valeur de reproductibilité interne a été calculée. Cet intervalle de confiance est dès lors égal à l'incertitude de mesure du résultat.

**2. La méthode est validée dans le cadre d'une collaboration internationale**

Dans ce cas de figure, l'écart-type de répétabilité  $\sigma_r$  et l'écart-type de reproductibilité  $\sigma_R$  ont été définis et le laboratoire peut prouver sa conformité avec les caractéristiques de performances de la méthode validée.

Calculer la moyenne arithmétique  $\bar{x}$  des mesures répétées  $n$  fois.

Calculer l'incertitude étendue ( $k = 2$ ) de  $\bar{x}$  comme

$$U = 2\sqrt{\sigma_R^2 - \frac{n-1}{n}\sigma_r^2}$$

Si le résultat final  $x$  de la mesure est calculé au moyen d'une formule du type,  $x = y_1 + y_2$ ,  $x = y_1 - y_2$ ,  $x = y_1 \cdot y_2$ , ou  $x = y_1/y_2$ , il convient de suivre les procédures habituelles de combinaison des écarts-types appliquées en pareils cas.

Le lot est jugé non conforme à la limite réglementaire supérieure UL si

$$\bar{x} - U > UL.$$

Il est jugé conforme à UL dans tous les autres cas.

Le lot est jugé non conforme à la limite réglementaire inférieure LL si

$$\bar{x} + U < LL.$$

Il est jugé conforme à LL dans tous les autres cas.

**3. Validation interne avec calcul de l'écart-type de reproductibilité interne**

En cas d'utilisation de méthodes non prévues au présent règlement et si aucune mesure de précision n'a été définie, la validation est faite en interne. Dans les formules de calcul de l'incertitude étendue  $U$ , il convient d'utiliser un écart-type de répétabilité interne  $s_{ir}$  et un écart-type de reproductibilité interne  $s_{iR}$  au lieu respectivement de  $\sigma_r$  et  $\sigma_R$ .

**▼ M2**

Les règles à suivre pour déterminer la conformité avec la limite réglementaire sont énoncées au point 1. Si toutefois le lot est jugé non conforme à la limite réglementaire, les mesures doivent être répétées avec la méthode spécifiée au présent règlement et le résultat évalué conformément au point 1.

- (\*) Les produits Ampholine® pH 3,5-9,5 (Pharmacia) et Resolyte® pH 5-7 et pH 6-8 (BDH, Merck) se révèlent particulièrement efficaces pour obtenir la résolution de la  $\gamma$ -caséine.
- (\*\*) Règlement (CE) n° 882/2004 du Parlement européen et du Conseil du 29 avril 2004 relatif aux contrôles officiels effectués pour s'assurer de la conformité avec la législation sur les aliments pour animaux et les denrées alimentaires et avec les dispositions relatives à la santé animale et au bien-être des animaux (JO L 165 du 30.4.2004, p. 1).