




---

**RECUEIL DE LEGISLATION**

---

**A — N° 75**

**19 novembre 1974**

---

**SOMMAIRE**

	Page
Règlement ministériel du 19 août 1974 fixant les méthodes d'analyse de référence en matière de lait en poudre et de lait concentré sucré ou non .....	1620
Règlement ministériel du 18 octobre 1974 fixant les programmes détaillés des matières des examens d'admission au stage, d'admission définitive et de promotion du personnel de la carrière de l'artisan de l'aéroport de Luxembourg .....	1645
Règlement ministériel du 23 octobre 1974 concernant l'application de la Convention douanière relative au matériel de bien-être destiné aux gens de mer, faite à Bruxelles le 1er décembre 1964 .....	1646
Règlement grand-ducal du 29 octobre 1974 portant modification des règlements grand-ducaux du 10 août 1972 concernant les conditions de recrutement, de formation et d'avancement des sous-officiers de carrière de l'Armée proprement dite, des sous-officiers et gendarmes et des sous-officiers et agents de police .....	1654
Règlement grand-ducal du 5 novembre 1974 portant désignation de six emplois à attributions particulières de la carrière moyenne du rédacteur à l'administration de l'enregistrement et des domaines .....	1655
Règlement ministériel du 6 novembre 1974 portant fixation de la valeur moyenne des rémunérations en nature en matière de sécurité sociale ....	1656
Règlement grand-ducal du 11 novembre 1974 modifiant l'arrêté grand-ducal modifié du 27 février 1931 portant règlement d'exécution de la loi du 16 juin 1930 concernant la réorganisation du crédit foncier de l'Etat .....	1657
Loi du 11 novembre 1974 portant abrogation de l'article 298 du code civil ...	1657
Loi du 11 novembre 1974 portant abrogation des articles 387 à 390 du code pénal et modifiant l'intitulé du chapitre VIII du titre VII, livre II, du code pénal .....	1658
Convention de droit international privé, signée à La Haye le 12 juin 1902 et concernant les conflits de lois et de juridictions en matière de divorce et de séparation de corps — Dénonciation par le Luxembourg .....	1658
Convention de Vienne sur les relations consulaires, faite à Vienne, le 24 avril 1963 — Adhésion des Tonga .....	1658

---

## Règlement ministériel du 19 août 1974 fixant les méthodes d'analyse de référence en matière de lait en poudre et de lait concentré sucré ou non.

*Le Ministre de la Santé Publique et de l'Environnement*

Vu l'article 8 du règlement grand-ducal du 6 août 1973 concernant la fabrication et le commerce des laits de conserve destinés à l'alimentation humaine;

Vu la Décision du Comité de Ministres de l'Union Economique Benelux M (73) 11 du 17 juillet 1973;

Vu la Décision du Comité de Ministres de l'Union Economique Benelux M (73) 12 du 17 juillet 1973;

Vu l'avis de la Chambre de Commerce en date du 26 juin 1974;

Après avoir demandé l'avis de l'organisme faisant fonction de Chambre d'Agriculture;

Considérant qu'il y a lieu d'éviter des contestations nées de l'application de techniques d'analyses différentes ou de l'emploi de normes différentes;

Considérant qu'en particulier l'harmonisation du contrôle des denrées alimentaires exige la mise en oeuvre de techniques identiques ou équivalentes et l'emploi de modes d'expression semblables et le recours à des normes identiques ou équivalentes;

Arrête:

**Art. 1<sup>er</sup>.** Les méthodes d'analyse et de contrôle décrites à l'annexe du présent règlement sont les seules méthodes de référence valables pour les produits et préparations visés par le règlement grand-ducal du 6 août 1973 concernant la fabrication et le commerce des laits de conserve destinés à l'alimentation humaine.

**Art. 2.** Le présent règlement sera publié au Mémorial avec son annexe.

Luxembourg, le 19 août 1974.

*Le Ministre de la Santé Publique  
et de l'Environnement,  
Emile Krieps*

### ANNEXE

#### I. — Méthodes d'analyse de référence en matière de lait en poudre

##### 1. — Préparation de l'échantillon

##### 1.1. — Echantillon destiné à une analyse chimique.

Transvaser le lait en poudre dans un récipient propre et sec, pourvu d'un bouchon étanche, d'une contenance correspondant à environ deux fois le volume de la poudre. Fermer immédiatement le récipient et mélanger intimement le lait en poudre par agitation et renversements successifs. Pendant la préparation de l'échantillon, il faut éviter dans toute la mesure du possible d'exposer le lait en poudre à l'air atmosphérique de manière à réduire au minimum l'absorption d'eau.

##### 1.2. — Echantillon destiné à une analyse microbiologique (\*)

##### 2. — Teneur en eau.

Appareils et matières auxiliaires

Balance analytique

Capsules de préférence en aluminium, nickel, acier inoxydable ou en verre. Les capsules doivent être munies de couvercles s'adaptant convenablement mais pouvant être ôtés aisément. Les dimensions convenant le mieux sont: diamètre 6 à 8 cm, profondeur 2,5 cm environ.

Etuve bien ventilée et contrôlée par thermostat (température réglée à  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ ). Il importe que la température soit uniforme dans l'ensemble de l'étuve.

Dessiccateur garni de gel de silice avec indicateur d'humidité.

(\*) Cette méthode fera l'objet d'un complément aux présentes méthodes d'analyse.

## 2.1. — Mode opératoire.

2.1.1. — Oter le couvercle de la capsule et la chauffer ainsi que son couvercle, pendant 1 h dans l'étuve. Replacer le couvercle, sur la capsule et la transférer dans le dessiccateur. Laisser refroidir à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.

2.1.2. — Introduire environ 2 g de lait en poudre dans la capsule, replacer le couvercle sur la capsule et peser rapidement à 0,1 mg près.

2.1.3. — Découvrir la capsule et la chauffer, ainsi que son couvercle, pendant 2 h dans l'étuve.

2.1.4. — Remettre le couvercle, transférer la capsule dans le dessiccateur et l'y laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.

2.1.5. — Découvrir la capsule et la chauffer, ainsi que son couvercle, pendant 1 h dans l'étuve.

2.1.6. — Répéter l'opération 2.1.4.

2.1.7. — Répéter les opérations 2.1.5. et 2.1.6. jusqu'à ce que la diminution de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 0,5 mg ou que la masse augmente. Employer pour le calcul la pesée avec la masse la plus basse.

2.1.8. — Calculer la teneur en eau de l'échantillon, exprimée en pourcentage pondéral, par la formule:

$$\frac{M_1 - M_2}{S} \times 100$$

où

$M_1$  = masse, en grammes, de la capsule après l'opération 2.1.2.

$M_2$  = masse, en grammes, de la capsule après l'opération 2.1.6. ou 2.1.7.

$S$  = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

## 3. — Teneur en matière grasse

### Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et ne doivent pas laisser à l'évaporation de résidu plus important que celui prévu pour l'essai à blanc (3.1). Le cas échéant, les réactifs pourront être distillés à nouveau en présence d'environ 1 g de graisse de beurre pour 100 ml de solvant.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution d'ammoniaque, environ 25% (m/m) de  $\text{NH}_3$  (densité à 20° C, environ 0,91 g/ml), ou solution plus concentrée de concentration connue.

Ethanol à  $96 \pm 2\%$  (v/v) ou, à défaut, éthanol dénaturé avec du méthanol, de l'éthyl-méthyl-cétone, du benzène ou de l'éther de pétrole.

Oxyde diéthylique (éther diéthylique) exempt de peroxydes.

### Note

S'assurer que l'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes comme indiqué ci-après. Introduire, dans une fiole conique avec bouchon rodé et rincée préalablement au dioxyde de carbone, 50 ml de l'oxyde diéthylique. Rincer à nouveau au dioxyde de carbone et introduire rapidement 15 ml d'acide acétique glacial et 1 ml d'une solution à 20% d'iodure de potassium et boucher la fiole immédiatement. Agiter la fiole sans mouiller le bouchon et laisser reposer la fiole pendant 5 min à l'abri de la lumière. Ajouter 75 ml d'eau, mélanger et ajouter 5 ml d'une solution d'amidon. L'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes si aucune coloration n'apparaît.

Ether de pétrole distillant entre 30 et 60° C.

Mélange de solvants préparé peu de temps avant l'emploi par le mélange de volumes égaux d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole (on pourra remplacer le mélange de solvants, là où son utilisation est prescrite, par de l'oxyde diéthylique ou par l'éther de pétrole).

Appareils et matières auxiliaires.

Balance analytique.

Tubes d'extraction d'après Mojonnier (voir croquis page 1644) pourvus de bouchons en verre rodé. de bouchons en liège ou d'autres fermetures insensibles à l'action de solvants utilisés.

On traitera les bouchons en liège de bonne qualité par épuisement avec de l'oxyde diéthylique, puis avec de l'éther de pétrole. Les bouchons ainsi traités seront maintenus au moins 20 min dans de l'eau à 60° C au minimum, puis refroidis dans l'eau afin d'en être imprégnés au moment de l'emploi.

Flacons à fond plat et à paroi mince, de 150 à 250 ml.

Etuve à dessiccation bien ventilée et contrôlée par thermostat (température réglée à  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ ) ou étuve à vide (température 70-75° C, pression inférieure à 50 mm de Hg).

Matériaux destinés à faciliter l'ébullition, exempts de matière grasse, non poreux et non friables, par exemples perles de verre ou morceaux carbure de silicium (l'emploi de ces matériaux est facultatif, voir à ce sujet alinéa 3.2.1.).

Bain-marie à 60-70° C.

3.1. — Essai à blanc.

En même temps que la détermination de la teneur en matière grasse de l'échantillon, effectuer un essai à blanc avec 10 ml d'eau distillée en suivant le mode opératoire décrit ci-après à l'exclusion de l'alinéa 3.2.2. Si la valeur de l'essai à blanc dépasse 0,5 mg, il conviendra de vérifier les réactifs et de purifier ou remplacer le ou les réactifs impurs.

3.2. — Mode opératoire.

3.2.1. — Sécher le flacon (éventuellement après y avoir déposé des matériaux facilitant une ébullition modérée au cours de l'évaporation des solvants) dans l'étuve pendant 1/2 h à 1 h. Laisser refroidir le flacon jusqu'à la température de la salle des balances et peser le flacon une fois refroidi à 0,1 mg près.

3.2.2. — Peser dans le tube d'extraction, à 1 mg près, soit directement soit par différence, environ 1 g de lait entier en poudre ou environ 1,5 g de lait partiellement écrémé en poudre ou de lait écrémé en poudre. Ajouter 10 ml d'eau et agiter jusqu'à dispersion totale de la poudre de lait.

3.2.3. — Ajouter 1,5 ml de solution d'ammoniaque 25% ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée et chauffer au bain-marie pendant 15 min à 60-70° C, en agitant de temps à autre.

Refroidir ensuite, par exemple à l'eau courante.

3.2.4. — Ajouter 10 ml d'éthanol et mélanger les liquides doucement mais soigneusement dans le tube d'extraction maintenu ouvert.

3.2.5. — Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique, fermer le tube d'extraction, l'agiter énergiquement et le retourner à plusieurs reprises pendant 1 min. Refroidir au besoin le tube d'extraction sous l'eau courante.

3.2.6. — Enlever le bouchon avec précaution et ajouter 25 ml d'éther de pétrole en utilisant les premiers millilitres pour rincer le bouchon et l'intérieur du col du tube d'extraction.

Remettre le bouchon en place, agiter et renverser le tube d'extraction à plusieurs reprises pendant 30 sec. Si l'on ne prévoit pas de centrifugation lors de l'opération décrite à l'alinéa 3.2.7., ne pas agiter trop énergiquement.

3.2.7. — Laisser le tube d'extraction en repos jusqu'à ce que la couche liquide supérieure devienne limpide et se sépare nettement de la phase aqueuse. On peut également effectuer la séparation à l'aide d'une centrifugeuse appropriée ne produisant pas d'étincelles.

3.2.8. — Enlever le bouchon et le rincer ainsi que l'intérieur du col du tube d'extraction avec quelques millilitres du mélange de solvants; laisser les liquides de rinçage couler dans le tube d'extraction. Transvaser avec soin aussi complètement que possible la couche supérieure dans le flacon (3.2.1.) par décantation. Ajouter si nécessaire, un peu d'eau pour rehausser l'interface des deux couches afin de faciliter la décantation.

3.2.9. — Rincer l'extérieur et l'intérieur du col du tube d'extraction avec quelques millilitres du mélange de solvants. Laisser les liquides de rinçage de l'extérieur du tube d'extraction couler dans le flacon et ceux de l'intérieur du col couler dans le tube d'extraction.

3.2.10. — Procéder à une deuxième extraction en répétant les opérations décrites aux alinéas 3.2.5. à 3.2.9. inclus mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique et 15 ml d'éther de pétrole.

3.2.11. — Effectuer une troisième extraction en procédant comme indiqué à l'alinéa 3.2.10. mais en omettant le rinçage final (3.2.9.).

*Remarque*

S'il s'agit de poudre de lait écrémé, la troisième extraction n'est pas nécessaire.

3.2.12. — Eliminer avec soin par évaporation ou distillation le maximum de solvants (y compris l'éthanol). Si le flacon est de petite capacité, il faudra éliminer un peu de solvant de la manière précitée après chaque extraction.

3.2.13. — Quand il ne subsiste plus aucune odeur de solvant, chauffer le flacon, couché, pendant 1 h dans l'étuve.

3.2.14. — Laisser le flacon refroidir jusqu'à la température de la salle des balances comme indiqué plus haut (3.2.1.) et peser à 0,1 mg près.

3.2.15. — Répéter les opérations 3.2.13. et 3.2.14. en chauffant par périodes de 30 à 60 min. jusqu'à masse constante.

3.2.16. — Ajouter 15 à 25 ml d'éther de pétrole pour vérifier que la matière extraite est entièrement soluble. Chauffer légèrement et agiter par un mouvement rotatoire jusqu'à ce que toute la matière grasse soit en solution.

3.2.16.1. — Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, la masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la pesée 3.2.1. et la pesée 3.2.15.

3.2.16.2. — S'il n'en est pas ainsi, ou en cas de doute et toujours en cas de différend, extraire complètement la matière grasse contenue dans le flacon par des lavages répétés à l'éther de pétrole chaud, en laissant se déposer la matière non dissoute avant chaque décantation. Rincer 3 fois l'extérieur du col du flacon.

Chauffer le flacon, couché, pendant 1 h à l'étuve et le laisser refroidir jusqu'à la température de la salle des balances comme indiqué plus haut (3.2.1.) et peser à 0,1 mg près.

La masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la pesée (3.2.15.) et cette pesée finale.

3.2.17. — Calculer la teneur en matière grasse de l'échantillon, exprimée en pourcentage pondéral, par la formule:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

où:

$M_1$  = masse, en grammes, du flacon avec la matière grasse après l'opération 3.2.15.

$M_2$  = masse, en grammes, du flacon après l'opération 3.2.1. ou dans le cas où des matières insolubles sont présentes, voir 3.2.16.2., après l'opération 3.2.16.2.

$B_1$  = masse, en grammes, du flacon de l'essai à blanc après l'opération 3.2.15.

$B_2$  = masse, en grammes, du flacon de l'essai à blanc après l'opération 3.2.1. ou, dans le cas où des matières insolubles sont présentes voir 3.2.16.2. après l'opération 3.2.16.2.

$S$  = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

4. — Teneur en acide lactique.

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution de sulfate de cuivre- dissoudre 250 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml.

Suspension d'hydroxyde de calcium: broyer 300 g d'hydroxyde de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) dans un mortier avec de l'eau; utiliser au total 900 ml.

Conserver la suspension obtenue dans un flacon bien bouché.

Acide sulfurique: 95,5 à 97,0% (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Solution acide sulfurique-sulfate de cuivre: ajouter 0,5 ml de la solution de sulfate de cuivre à 300 ml d'acide sulfurique et mélanger.

Solution de p.hydroxydiphényl: dissoudre en agitant, et en chauffant légèrement, 1,5 g de p.hydroxydiphényl ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ ) dans 10 ml d'une solution aqueuse de NaOH à 5%.

Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun à l'abri de la lumière. La durée de conservation est limitée à 4 semaines.

Solution étalon d'acide lactique: dissoudre peu de temps avant l'emploi, 0,1067 g de lactate de lithium ( $\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml; 1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg d'acide lactique.

Appareils et matières auxiliaires.

Balance analytique.

Spectrophotomètre ou photocolorimètre permettant de faire la lecture à une longueur d'onde de 570 nm.

Bain-marie de  $30 \pm 2^\circ \text{C}$ .

Bain-marie bouillant.

Tubes à essai (dimensions 25 x 160 mm).

4.1. — Mode opératoire.

870

4.1.1. — Peser à 0,1 g près  $\frac{870}{a - 8,7}$  g de l'échantillon

(a représentant le pourcentage en matières sèches dégraissées du lait de l'échantillon).

Dissoudre cette quantité dans 100 ml d'eau.

4.1.2. — Pipeter 5 ml de la solution ainsi obtenue dans un ballon jaugé de 50 ml et diluer avec de l'eau jusqu'à environ 35 ml. Pour le blanc introduire environ 35 ml d'eau dans un deuxième ballon jaugé de 50 ml. Traiter les deux ballons comme indiqué en 4.1.3.

4.1.3. — Ajouter sous agitation continue 5 ml de solution de sulfate de cuivre et maintenir les ballons pendant 10 min. à la température ambiante.

Ensuite ajouter de la même façon 5 ml de suspension d'hydroxyde de calcium et maintenir les ballons pendant 10 min. à la température ambiante. Ajuster avec de l'eau jusqu'à 50 ml, agiter énergiquement jusqu'à ce que le contenu des ballons soit homogène, filtrer; rejeter les premières gouttes du filtrat.

4.1.4. — Pipeter dans un tube à essai 1 ml du filtrat obtenu sous 4.1.3., et dans un tube identique 1 ml du filtrat obtenu lors du traitement de l'eau avec les liquides défécants.

Traiter les deux tubes comme suit: ajouter 6,0 ml de solution d'acide sulfurique-sulfate de cuivre et mélanger. Chauffer pendant 5 min. dans un bain-marié bouillant les tubes fermés d'une manière lâche et refroidir jusqu'à température ambiante.

Ajouter 2 gouttes de réactif au p-hydroxydiphényl et agiter énergiquement afin de bien répartir le réactif dans le liquide.

Mettre les tubes au bain-marie à  $30 \pm 2^\circ \text{C}$ , les y maintenir pendant 15 min. et agiter de temps en temps.

Réchauffer le contenu des tubes légèrement fermés, pendant 90 sec. dans un bain-marie bouillant et refroidir rapidement jusqu'à température ambiante.

4.1.5. — Mesurer la différence d'extinction des deux liquides à la longueur d'onde de 570 nm.

Convertir au moyen de la droite d'étalonnage (4.2.) la différence d'extinction en pourcentage d'acide lactique dans le lait reconstitué obtenu selon le procédé décrit sous 4.1.1.

Si le pourcentage en acide lactique dans le lait reconstitué est supérieure à 0,010% répéter l'essai avec une dilution adéquate du filtrat obtenu sous 4.1.3.

4.2. — Droite d'étalonnage.

Introduire dans 5 ballons jaugés de 50 ml respectivement 5 ml de lait reconstitué à partir d'une poudre de lait comme décrit sous 4.1.1. Cette poudre de lait doit être de bonne qualité et préparée à partir d'un lait ne contenant pas ou presque pas d'acide lactique d'acidification.

Introduire dans ces ballons respectivement 0-1-2-3 et 4 ml de lait solution étalon d'acide lactique et compléter avec de l'eau jusqu'à environ 35 ml. On obtient ainsi une série avec des teneurs en acide lactique ajouté au lait reconstitué de 0-0,002-0,004-0,006 et 0,008%.

Continuer comme décrit sous 4.1.3. et 4.1.4. et mesurer l'extinction par rapport à l'eau. Porter sur un diagramme les extinctions présentées par les éléments de la gamme d'étalonnage en fonction du pourcentage d'acide lactique additionné. Joindre les points par la droite la plus appropriée et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine. Les points de la gamme d'étalonnage doivent se situer sur une droite.

4.3. — Interprétation du résultat.

L'acide lactique est considéré n'être présent qu'en traces si la teneur obtenue selon 4.1.5. n'atteint pas plus que 0,020%.

5. — *Phosphatase*.

Effectuer l'essai de la phosphatase comme indiqué sous 5.1. Confirmer un résultat positif avec le mode opératoire décrit sous 5.2.

5.1. — Phosphatase; qualitatif.

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution substrat: dissoudre 0,11 g de phénylphosphate disodique ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OPO}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 80 à 90 ml d'eau, ajouter 3 ml de solution de carbonate sodique 0,25 M (2,65 g carbonate sodique anhydre par 100 ml) et compléter à 100 ml.

Cette solution doit être préparée journellement.

Réactif B.Q.C.: dissoudre 23 mg de 2,6-dibromoquinone-4-chloroimide ( $\text{O} = \text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2 = \text{NCl}$ ) dans 5 ml d'éthanol 96% (v/v). Conserver cette solution au frais et à l'obscurité pendant maximum 4 semaines.

Alcool isoamylique; neutre par rapport au bleu de bromothymol. Neutraliser éventuellement avec une solution 0,1 n d'hydroxyde de sodium.

5.1.1. — Mode opératoire.

5.1.1.1. — Préparer, à partir de l'échantillon, avec de l'eau, sans chauffer, une solution telle que la concentration en matières sèches dégraissées du lait corresponde environ à celle du lait écrémé.

5.1.1.2. — Pipeter dans chacun des 2 tubes à essai 0,5 ml de la solution ainsi obtenue. Placer un des tubes au bain-marie bouillant pendant 5 min. et refroidir ensuite jusqu'à température ambiante.

5.1.1.3. — Ajouter aux 2 tubes à essai avec une pipette jaugée 5 ml de la solution substrat et les conserver bouchés à une température comprise entre 30 et 35° C pendant 1 h.

5.1.1.4. — Ajouter 6 gouttes de réactif B.Q.C. et mélnager. Comparer après 5 min. la coloration des deux tubes.

5.1.1.5. — Si le contenu du tube avec le lait chauffé est moins coloré que celui de l'autre tube la réaction est considérée comme positive.

5.1.1.6. — Ajouter en cas de doute aux deux tubes 2 ml d'alcool isoamylique. Ensuite retourner prudemment les tubes 8 fois, en attendant chaque fois que les couches se soient séparées. La coloration bleue ou bleu-verte éventuellement formée se dissout dans la couche limpide supérieure; la comparaison des colorations est ainsi notablement améliorée.

*Remarque.*

Il y a lieu d'exiger une grande propreté des tubes, pipettes, bouchons, etc. car la moindre souillure par des phénols ou des substances apparentées peut donner une réaction positive. Ensuite il y a lieu de tenir compte du fait que la salive contient des phosphatases.

5.2. — Phosphatase; quantitatif.

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée et fraîchement bouillie. Tampon borate de baryum, pH 10,6 ± 0,1.

Eviter un contact intensif entre le tampon et l'air afin d'éviter la formation non souhaitée de carbonate.

Dissoudre en chauffant 25,0 g d'hydroxyde de baryum ( $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ ), exempt de carbonate, dans l'eau, refroidir à la température ambiante et compléter à 500 ml.

Dissoudre 11,0 g d'acide borique ( $H_3BO_3$ ) dans l'eau et compléter à 500 ml.

Chauffer les deux solutions jusqu'à 50° C, les mélanger. Refroidir le mélange jusqu'à la température ambiante. Ajuster le pH si nécessaire à 10,6 ± 0,1 à l'aide de la solution d'hydroxyde de baryum et filtrer rapidement. Conserver la solution dans un récipient bouché hermétiquement.

Diluer la solution avant l'emploi avec un volume égal d'eau.

Solution de métaborate de sodium: dissoudre 6,0 g de métaborate de sodium anhydre ( $NaBO_2$ ), ou 12,6 g de métaborate de sodium ( $NaBO_2 \cdot 4H_2O$ ), et 20,0 g de chlorure de sodium ( $NaCl$ ) dans l'eau et compléter à 1.000 ml.

Solution substrat tamponnée: dissoudre 0,5 g de phénylphosphate disodique ( $C_6H_5OPO_3Na_2 \cdot 2H_2O$ ) dans 4,5 ml de la solution de métaborate de sodium.

Extraire si nécessaire le phénol libre de cette solution. Ajouter à cette fin une goutte du réactif B.Q.C. et laisser reposer pendant 30 min. Extraire la couleur formée avec 2,5 ml de butanol-1 et jeter la couche de butanol-1. Répéter si nécessaire cette extraction jusqu'à ce que la couche de butanol-1 reste incolore.

Cette solution peut être conservée pendant quelques jours dans un réfrigérateur. Développer et extraire la couleur journallement avant l'emploi.

Pour préparer la solution de substrat tamponnée, pipeter 1 ml de la solution précédente dans un ballon jaugé de 100 ml et compléter avec le tampon borate de baryum. Préparer la solution de substrat tamponnée immédiatement avant l'emploi.



Réactif sulfate de zinc et de cuivre: dissoudre 3,0 g de sulfate de zinc ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) et 0,6 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Réactif B.Q.C.: dissoudre 0,040 g de 2,6-dibromoquinone-4-chloroimide ( $\text{O} = \text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2 = \text{NCl}$ ) dans 10 ml d'éthanol à 96% (v/v).

Conserver la solution dans un flacon en verre foncé dans le réfrigérateur.

Solution de dilution: diluer 10 ml de solution de métaborate de sodium jusqu'à 100 ml avec de l'eau.

Solution de sulfate de cuivre: dissoudre 0,05 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Solution standard à 200  $\mu\text{g}$  de phénol par ml: dissoudre 0,200  $\pm$  0,001 g de phénol cristallin et incolore dans l'eau et compléter à 100 ml. Cette solution peut être conservée pendant quelques mois dans le réfrigérateur.

Diluer 10 ml de cette solution à 100 ml avec de l'eau.

Purifier le phénol par distillation s'il n'est pas incolore ou cristallin.

Appareils et matières auxiliaires.

Balance permettant d'effectuer les pesées jusqu'à 1 mg près.

Spectrophotomètre permettant une lecture à une longueur d'onde de 610 nm, avec cuvettes appropriées.

Bain-marie, avec thermostat, réglé à une température de  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

Tubes à essai, diamètre intérieure de 16 à 18 mm.

Papier filtre, pour analyse quantitative, à filtration lente pour précipités fins.

Précautions.

Ne pas effectuer la détermination à la lumière solaire directe, mais à la lumière diffuse ou à la lumière artificielle.

Nettoyer la verrerie soigneusement et la rincer avec de l'eau distillée et bouillie ou la passer à la vapeur. Ne pas employer des produits de nettoyage ou de désinfection contenant des phénols.

Ne pas boucher la verrerie avec des bouchons en matière plastique, ceux-ci pouvant contenir des phénols.

Eviter lors du pipetage la contamination des liquides par la salive; celle-ci contient de la phosphatase.

5.2.1. — Mode opératoire.

870

5.2.1.1. — Peser à 0,1 g près  $\frac{870}{a}$  g de l'échantillon  
a — 8,7

(a représentant le pourcentage en matières sèches dégraissées du lait de l'échantillon).

Dissoudre cette quantité dans 100 ml d'eau. La température ne doit pas dépasser  $35^\circ \text{C}$  lors de la mise en solution.

5.2.1.2. — Pipeter dans 2 tubes à essai 1 ml du lait reconstitué d'après 5.2.1.1.

5.2.1.3. — Chauffer l'un des tubes dans l'eau bouillante pendant 2 min. et refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante. Ce tube servira pour l'essai à blanc.

Traiter, à partir de ce point, les deux tubes comme indiqué ci-dessous.

5.2.1.4. — Ajouter 10 ml de la solution substrat tamponnée, mélanger et placer les tubes dans le bain-marie à  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

5.2.1.5. — Laisser les tubes pendant 60 min. dans le bain-marie et les agiter de temps en temps.

5.2.1.6. — Chauffer aussitôt les tubes au bain-marie bouillant pendant 1 min. et refroidir rapidement jusqu'à la température ambiante.

5.2.1.7. — Ajouter 1 ml du réactif sulfate de zinc et de cuivre, mélanger et filtrer sur papier filtre sec. Jeter les premières gouttes du filtrat. Il importe que le filtrat soit complètement limpide; repasser le filtrat éventuellement sur le même filtre.

5.2.1.8. — Introduire 5 ml du filtrat dans un tube à essai, ajouter 5 ml de la solution de métaborate de sodium et 0,1 ml du réactif B.Q.C. Laisser reposer à la température ambiante pendant 30 min.

5.2.1.9. — Mesurer, à une longueur d'onde de 610 nm l'extinction du liquide provenant de l'échantillon par rapport au liquide provenant de l'essai à blanc.

5.2.1.10. — Répéter la détermination s'il s'avère que l'extinction du lait reconstitué dépasse celle correspondant à 20 µg de phénol de la solution d'étalonnage. Diluer dans ce cas un volume approprié du lait reconstitué obtenu d'après 5.2.1.1. avec un volume approprié de ce lait dans lequel la phosphatase a été inactivée comme indiqué sous 5.2.1.3..

5.2.2. — Droite d'étalonnage.

5.2.2.1. — Pipeter dans des ballons jaugés de 100 ml respectivement 2,5-5-7,5 et 10 ml de la solution standard de phénol et compléter avec de l'eau.

5.2.2.2. — Pipeter dans 5 tubes à essai respectivement 1 ml d'eau et 1 ml des solutions d'étalonnage (5.2.2.1) afin d'obtenir une gamme d'étalonnage avec respectivement 0-5-10-15 et 20 µg de phénol.

5.2.2.3. — Ajouter à chaque tube successivement 1 ml de la solution de sulfate de cuivre, 5 ml de la solution de dilution, 3 ml d'eau et 0,1 ml du réactif B.Q.C.; mélanger. Laisser reposer à la température ambiante pendant 30 min.

5.2.2.4. — Mesurer, à une longueur d'onde de 610 nm l'extinction par rapport à l'eau des éléments de la gamme d'étalonnage.

5.2.2.5. — Porter sur un diagramme les extinctions mesurées en fonction de la teneur en phénol en µg comme indiqué sous 5.2.2.2. Joindre les points par la droite la plus appropriée, et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine.

5.2.3. — Mode de calcul.

5.2.3.1. — Convertir, au moyen de la droite d'étalonnage ou au moyen d'un facteur déduit de cette droite d'étalonnage, l'extinction obtenue selon 5.2.1.9 en µg de phénol.

5.2.3.2. — L'activité phosphatasique, exprimée en µg de phénol par ml de lait reconstitué, est obtenue par la formule:

$$2,4 \times P$$

dans la quelle P = le nombre de µg de phénol obtenu selon 5.2.3.1.

5.2.3.3. — Multiplier le résultat obtenu selon 5.2.3.2. par le facteur de dilution si le lait reconstitué a été dilué comme décrit sous 5.2.1.10.

5.2.4. — Interprétation du résultat.

La phosphatase est considérée comme absente si l'activité phosphatasique est égale ou inférieure à 4 µg de phénol par ml de lait reconstitué.

## II. — Méthodes d'analyse de référence en matière de lait concentré sucré ou non

1. — Préparation de l'échantillon.

1.1. — Echantillon destiné à une analyse chimique.

1.1.1. — Lait concentré.

Agiter et retourner le récipient (tiédir les échantillons conservés au froid préalablement à 20° C). Ouvrir le récipient, transvaser lentement le lait dans un deuxième récipient (pourvu d'une fermeture étanche) et mélanger par transvasements successifs, en prenant soin d'incorporer dans l'échantillon toute matière grasse ou autre constituant adhérent aux parois et aux fonds du premier récipient. Enfin, transvaser le lait aussi complètement que possible dans le deuxième récipient. Fermer le récipient.

Si nécessaire, tiédir la boîte fermée sur un bain-marie à 40-60°C. Enlever et agiter vigoureusement la boîte toutes les 15 min. Au bout de 2 h, retirer la boîte et la laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Oter entièrement le couvercle et mélanger soigneusement en remuant le contenu dans la boîte avec une cuillère ou une spatule (si la matière grasse se sépare, ne pas effectuer l'analyse de l'échantillon).

1.1.2. — Lait concentré sucré.

Ouvrir le récipient et mélanger soigneusement le lait avec une cuillère ou une spatule (tiédir les échantillons conservés au froid préalablement à 20°C). Imprimer à cet instrument un mouvement rotatif ascendant et descendant de manière que les couches supérieures et les couches inférieures soient bien mélangées au reste du contenu. Prendre soin de réincorporer dans l'échantillon toute masse de lait pouvant adhérer aux parois et aux fonds du récipient. Transvaser le lait aussi complètement que possible dans un second récipient (pourvu d'une fermeture étanche). Fermer le récipient.

Si nécessaire, tiédir la boîte fermée sur un bain-marie à 30-40°C. Ouvrir la boîte, décoller tout le lait adhérent aux parois de la boîte, transvaser dans une capsule suffisamment grande pour permettre un brassage soigneux. Mélanger jusqu'à ce que toute la masse soit homogène et fermer le récipient.

Dans le cas de tubes souples, les ouvrir et transvaser le contenu dans un vase. Découper les tubes, décoller toutes les matières adhérent aux parois et les introduire dans le vase. Fermer le vase avec une fermeture étanche.

1.2. — Echantillon destiné à une analyse microbiologique.

1.2.1. — Lait concentré. (\*)

1.2.2. — Lait concentré sucré. (\*)

2. — *Teneur en matière sèche.*

Appareils et matières auxiliaires.

Balance analytique.

Capsules de préférence en aluminium, nickel ou en acier inoxydable. Les capsules doivent être munies de couvercles s'adaptant convenablement mais pouvant être ôtés aisément. Les dimensions convenant le mieux sont: diamètre 6 à 8 cm, profondeur 2,5 cm environ.

Étuve, bien ventilée et contrôlée par thermostat, température réglée à  $102 \pm 2^\circ\text{C}$ . Il importe que la température soit uniforme dans l'ensemble de l'étuve.

Dessiccateur garni de gel de silice avec indicateur d'humidité.

Sable de quartz ou sable de mer, traité à l'acide chlorhydrique, passant à travers un tamis de 10 ouvertures par cm, mais ne passant pas à travers un tamis de 40 ouvertures par cm et qui répond au test de contrôle décrit ci-dessous.

Chauffer environ 25 g de sable pendant 2 h dans l'étuve et peser comme décrit sous 2.1.1. à 2.1.3. Ajouter de l'eau distillée, chauffer à nouveau dans l'étuve et peser à nouveau. La différence entre les deux pesées ne doit pas dépasser 2,0 mg.

Le cas échéant traiter le sable pendant 3 jours avec l'acide chlorhydrique 25%; mélanger de temps en temps. Laver à l'eau jusqu'à disparition de la réaction acide et sécher finalement à 160°C.

Courtes baguettes de verre.

Bain-marie en forte ébullition.

2.1. — Mode opératoire.

2.1.1. — Placer dans la capsule environ 25 g de sable et une courte baguette de verre.

2.1.2. — Chauffer la capsule et son contenu, le couvercle enlevé, pendant 2 h dans l'étuve.

---

(\*) Cette méthode fera l'objet d'un complément aux présentes méthodes d'analyse.

2.1.3. — Replacer le couvercle sur la capsule et la transférer dans le dessiccateur. Laisser refroidir à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.

2.1.4. — Amasser le sable vers un bord de la capsule. Introduire, dans l'espace libre ainsi ménagé, environ 1,5 g de l'échantillon. Replacer le couvercle et peser à 0,1 mg près.

2.1.5. — Enlever le couvercle, ajouter 5 ml d'eau distillée et mélanger les liquides au moyen de la baguette de verre. Répartir le mélange sur le sable. Laisser la baguette dans le mélange.

2.1.6. — Placer la capsule sur le bain-marie en forte ébullition jusqu'à ce que l'eau soit évaporée; ceci est généralement le cas après 20 min. Remuer le mélange de temps en temps.

2.1.7. — Chauffer la capsule et le couvercle pendant 1 1/2 h dans l'étuve.

2.1.8. — Remettre le couvercle, transférer la capsule dans le dessiccateur et l'y laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.

2.1.9. — Découvrir la capsule et la chauffer, ainsi que son couvercle, pendant 1 h dans l'étuve.

2.1.10. — Répéter l'opération 2.1.8.

2.1.11. — Répéter les opérations décrites sous 2.1.9. et 2.1.10. jusqu'à ce que les pesées successives ne révèlent pas un écart supérieur à 0,5 mg ou que la masse augmente. Employer pour le calcul la pesée avec la masse la plus basse.

2.1.12. — Calculer la teneur en matière sèche de l'échantillon, exprimée en pourcentage pondéral, par la formule:

$$\frac{M_2 - M_1}{S} \times 100$$

où:

$M_1$  = masse, en grammes, de la capsule après l'opération 2.1.3.

$M_2$  = masse, en grammes, de la capsule après l'opération 2.1.8., 2.1.10. ou 2.1.11.

$S$  = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

3. — *Teneur en matière grasse.*

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et ne doivent pas laisser à l'évaporation de résidu plus important que celui prévu pour l'essai à blanc (3.1.). Le cas échéant, les réactifs pourront être distillés à nouveau en présence d'environ 1 g de graisse de beurre pour 100 ml. de solvant.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution d'ammoniaque, environ 25% (m/m) de  $\text{NH}_3$  (densité à 20° C, environ 0,91 g/ml), ou solution plus concentrée de concentration connue.

Ethanol, à  $96 \pm 2\%$  (v/v) ou à défaut éthanol dénaturé avec du méthanol, de l'éthyl-méthyl-cétone, du benzène ou de l'éther de pétrole.

Oxyde diéthylique (éther diéthylique) exempt de peroxydes.

Note.

S'assurer que l'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes comme indiqué ci-après. Introduire, dans une fiole conique avec bouchon rodé et rincée préalablement au dioxyde de carbone, 50 ml de l'oxyde diéthylique. Rincer à nouveau au dioxyde de carbone et introduire rapidement 15 ml d'acide acétique glacial et 1 ml d'une solution à 20% d'iodure de potassium et boucher la fiole immédiatement. Agiter la fiole sans mouiller le bouchon et laisser reposer la fiole pendant 5 min. à l'abri de la lumière. Ajouter 75 ml d'eau, mélanger et ajouter 5 ml d'une solution d'amidon. L'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes si aucune coloration n'apparaît.

Ether de pétrole distillant entre 30 et 60° C.

Mélange de solvants préparé peu de temps avant l'emploi par le mélange de volumes égaux d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole (On pourra remplacer le mélange de solvants, là où son utilisation est prescrite, par de l'oxyde diéthylique ou par de l'éther de pétrole).

Appareils et matières auxiliaires.

Balance analytique.

Tubes d'extraction d'après Mojonnier (voir croquis page 0000) pourvus de bouchons en verre rodé, de bouchons en liège ou d'autres fermetures insensibles à l'action des solvants utilisés.

On traitera les bouchons en liège de bonne qualité par épuisement avec de l'oxyde diéthylique, puis avec de l'éther de pétrole. Les bouchons ainsi traités seront maintenus au moins 20 min. dans de l'eau à 60° C au minimum, puis refroidis dans l'eau afin d'en être imprégnés au moment de l'emploi.

Flacons à fond plat et à paroi mince, de 150 à 250 ml.

Étuve à dessiccation bien ventilée et contrôlée par thermostat (température réglée à  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ ) ou étuve à vide (température 70-75° C, pression inférieure à 50 mm de Hg).

Matériaux destinés à faciliter l'ébullition, exempts de matière grasse, non poreux et non friables, par exemple perles de verre ou morceaux de carbure de silicium (l'emploi de ces matériaux est facultatif, voir à ce sujet alinéa 3.2.1.).

3.1. — Essai à blanc.

En même temps que la détermination de la teneur en matière grasse de l'échantillon, effectuer un essai à blanc avec 10 ml d'eau distillée en suivant le mode opératoire décrit ci-après à l'exclusion de l'alinéa 3.2.2. Si la valeur de l'essai à blanc dépasse 0,5 mg il conviendra de vérifier les réactifs et de purifier ou remplacer le ou les réactifs impurs.

3.2. — Mode opératoire.

3.2.1. — Sécher le flacon (éventuellement après y avoir déposé des matériaux facilitant une ébullition modérée au cours de l'évaporation des solvants) dans l'étuve pendant 1/2 h à 1 h. Laisser refroidir le flacon jusqu'à la température de la salle des balances et peser le flacon une fois refroidi à 0,1 mg près.

3.2.2. — Agiter l'échantillon préparé et peser immédiatement à 1 mg près, soit directement, soit par différence, de 4 à 5 g de l'échantillon bien mélangé, dans le tube d'extraction. Ajouter environ 7 ml d'eau et agiter doucement en chauffant légèrement (40-50° C) jusqu'à dispersion totale du produit.

3.2.3. — Ajouter 1,5 ml de la solution d'ammoniaque 25% ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée et mélanger.

3.2.4. — Ajouter 10 ml d'éthanol et mélanger les liquides doucement mais soigneusement dans le tube d'extraction maintenu ouvert.

3.2.5. — Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique, fermer le tube d'extraction, l'agiter énergiquement et le retourner à plusieurs reprises pendant 1 min. Refroidir au besoin le tube d'extraction sous l'eau courante.

3.2.6. — Enlever le bouchon avec précaution et ajouter 25 ml d'éther de pétrole en utilisant les premiers millilitres pour rincer le bouchon et l'intérieur du col du tube d'extraction. Remettre le bouchon en place, agiter et renverser le tube d'extraction à plusieurs reprises pendant 30 sec. Si l'on ne prévoit pas de centrifugation lors de l'opération décrite à l'alinéa 3.2.7., ne pas agiter trop énergiquement.

3.2.7. — Laisser le tube d'extraction au repos jusqu'à ce que la couche liquide supérieure devienne limpide et se sépare nettement de la phase aqueuse. On peut également effectuer la séparation à l'aide d'une centrifugeuse appropriée ne produisant pas d'étincelles.

3.2.8. — Enlever le bouchon et le rincer ainsi que l'intérieur du col du tube d'extraction avec quelques millilitres du mélange de solvants; laisser les liquides de rinçage couler dans le tube d'extraction. Transvaser avec soin aussi complètement que possible la couche supérieure dans le flacon

(3.2.1.) par décantation. Ajouter si nécessaire, un peu d'eau pour réhausser l'interface des deux couches afin de faciliter la décantation.

3.2.9. — Rincer l'extérieur et l'intérieur du col du tube d'extraction avec quelques millilitres du mélange de solvants. Laisser les liquides de rinçage de l'extérieur du tube d'extraction couler dans le flacon et ceux de l'intérieur du col couler dans le tube d'extraction.

3.2.10. — Procéder à une deuxième extraction en répétant les opérations décrites aux alinéas 3.2.4. à 3.2.9. inclus mais utilisant seulement 5 ml d'éthanol, 15 ml d'oxyde diéthylique et 15 ml d'éther de pétrole.

3.2.11. — Effectuer une troisième extraction en procédant comme décrit à l'alinéa 3.2.10. mais en omettant l'addition de l'éthanol et le rinçage final (3.2.9.).

*Remarque*

Cette troisième extraction n'est pas nécessaire dans le cas du lait écrémé concentré sucré ou non.

3.2.12. — Eliminer avec soin par évaporation ou distillation le maximum de solvant (y compris l'éthanol). Si le flacon est de petite capacité, il faudra éliminer un peu de solvant de la manière précitée après chaque extraction.

3.2.13. — Quand il ne subsiste plus aucune odeur de solvant, chauffer le flacon, couché, pendant 1 h dans l'étuve.

3.2.14. — Laisser le flacon refroidir jusqu'à la température de la salle des balances comme indiqué plus haut (3.2.1.) et peser à 0,1 mg près.

3.2.15. — Répéter les opérations 3.2.13. et 3.2.14. en chauffant par périodes de 30 à 60 min. jusqu'à masse constante.

3.2.16. — Ajouter 15 à 25 ml d'éther de pétrole pour vérifier que la matière extraite est entièrement soluble. Chauffer légèrement et aiter par un mouvement rotatoire jusqu'à ce que toute la matière grasse soit en solution.

3.2.16.1. — Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, la masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la pesée 3.2.1. et la pesée 3.2.15.

3.2.16.2. — S'il n'en est pas ainsi, ou en cas de doute et toujours en cas différend, extraire complètement la matière grasse contenue dans le flacon par des lavages répétés à l'éther de pétrole chaud, en laissant se déposer la matière non dissoute avant chaque décantation. Rincer 3 fois l'extérieur du col du flacon.

Chauffer le flacon, couché, pendant 1 h à l'étuve et le laisser refroidir jusqu'à la température de la salle des balances comme indiqué plus haut (3.2.1.) et peser à 0,1 mg près. La masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la pesée (3.2.15.) et cette pesée finale.

3.2.17. — Calculer la teneur en matière grasse de l'échantillon, exprimée en pourcentage pondéral par la formule:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

où:

$M_1$  = masse, en grammes, du flacon avec la matière grasse après l'opération 3.2.15.

$M_2$  = masse, en grammes, du flacon après l'opération 3.2.1. ou dans le cas où des matières insolubles sont présentes (voir 3.2.16.2.), après l'opération 3.2.16.2.

$B_1$  = masse, en grammes, du flacon de l'essai à blanc après l'opération 3.2.15.

$B_2$  = masse, en grammes, du flacon de l'essai à blanc après l'opération 3.2.1. ou, dans le cas où des matières insolubles sont présentes (voir 3.2.16.2.) après l'opération 3.2.16.2.

$S$  = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

#### 4. — Teneur en acide lactique

##### 4.1. — Lait concentré non sucré.

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution de sulfate de cuivre: dissoudre 250 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml.

Suspension d'hydroxyde de calcium: broyer 300 g d'hydroxyde de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) dans un mortier avec de l'eau; utiliser au total 900 ml. Conserver la suspension obtenue dans un flacon bien bouché.

Acide sulfurique: 95,5 à 97,0% (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Solution acide sulfurique-sulfate de cuivre: ajouter 0,5 ml de la solution de sulfate de cuivre à 300 ml d'acide sulfurique et mélanger.

Solution de p-hydroxydiphényl: dissoudre en agitant, et en chauffant légèrement 1,5 g de p-hydroxydiphényl ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ ) dans 10 ml d'une solution aqueuse de NaOH à 5%.

Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun à l'abri de la lumière. La durée de conservation est limitée à 4 semaines.

Solution étalon d'acide lactique: dissoudre peu de temps avant l'emploi, 0,1067 g de lactate de lithium ( $\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml; 1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg d'acide lactique.

Appareils et matières auxiliaires.

Balance analytique.

Spectrophotomètre ou photocolorimètre permettant de faire la lecture à une longueur d'onde de 570 nm.

Bain-marie de  $30 \pm 2^\circ \text{C}$ .

Bain-marie bouillant.

Tubes à essai (dimensions 25 x 160 mm).

##### 4.1.1. — Mode opératoire.

87

4.1.1.1. — Peser à 0,1 g près  $\frac{87}{a}$  g de l'échantillon  
a — 8,7

(a représentant le pourcentage en matières sèches dégraissées du lait de l'échantillon). Diluer cette quantité avec 10 ml d'eau.

4.1.1.2. — Pipeter 5 ml de la solution ainsi obtenue dans un ballon jaugé de 50 ml et diluer avec de l'eau jusqu'à environ 35 ml. Pour le blanc introduire environ 35 ml d'eau dans un deuxième ballon jaugé de 50 ml. Traiter les deux ballons comme indiqué en 4.1.1.3.

4.1.1.3. — Ajouter sous agitation continue 5 ml de solution de sulfate de cuivre, maintenir les ballons pendant 10 min. à la température ambiante.

Ensuite ajouter de la même façon 5 ml de suspension d'hydroxyde de calcium, maintenir les ballons à nouveau pendant 10 min. à la température ambiante. Ajuster avec de l'eau jusqu'à 50 ml, agiter énergiquement jusqu'à ce que le contenu des ballons soit homogène, filtrer; rejeter les premières gouttes du filtrat.

4.1.1.4. — Pipeter dans un tube à essai 1 ml du filtrat obtenu sous 4.1.1.3., et dans un tube identique 1 ml du filtrat obtenu lors du traitement de l'eau avec les liquides défécants. Traiter les deux tubes comme suit: ajouter 6,0 ml de solution d'acide sulfurique-sulfate de cuivre et mélanger. Chauffer pendant 5 min. dans un bain-marie bouillant les tubes fermés d'une manière lâche et refroidir jusqu'à

température ambiante. Ajouter 2 gouttes de réactif au p-hydroxydiphényl et agiter énergiquement afin de bien répartir le réactif dans le liquide.

Mettre les tubes au bain-marie à  $30 \pm 2^\circ \text{C}$ , les y maintenir pendant 15 min. et agiter de temps en temps.

Réchauffer le contenu des tubes légèrement fermés, pendant 90 sec. dans un bain-marie bouillant et refroidir rapidement jusqu'à température ambiante.

4.1.1.5. — Mesurer la différence d'extinction des deux liquides à la longueur d'onde de 570 nm.

Convertir au moyen de la droite d'étalonnage (4.1.2.) la différence d'extinction en pourcentage d'acide lactique dans le lait reconstitué obtenu selon le procédé décrit sous 4.1.1.1.

Si le pourcentage en acide lactique dans le lait reconstitué est supérieur à 0,010% répéter l'essai avec une dilution adéquate du filtrat obtenu sous 4.1.1.3.

4.1.2. — Droite d'étalonnage.

Introduire dans 5 ballons jaugés de 50 ml respectivement 5 ml de lait reconstitué d'un lait évaporé comme décrit sous 4.1.1.1. Ce lait évaporé doit être de bonne qualité et préparé à partir d'un lait ne contenant pas ou presque pas d'acide lactique d'acidification.

Introduire dans ces ballons respectivement 0-1-2-3 et 4 ml de la solution étalon d'acide lactique et compléter avec de l'eau jusqu'à environ 35 ml. On obtient ainsi une série avec des teneurs en acide lactique ajouté au lait reconstitué de 0-0,002-0,004-0,006 et 0,008%.

Continuer comme décrit sous 4.1.1.3. et 4.1.1.4. et mesurer l'extinction par rapport à l'eau. Porter sur un diagramme les extinctions des éléments de la gamme d'étalonnage en fonction du pourcentage d'acide lactique additionné. Joindre les points par la droite la plus appropriée et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine. Les points de la gamme d'étalonnage doivent se situer sur une droite.

4.1.3. — Interprétation du résultat.

L'acide lactique est considéré n'être présent qu'en traces si la teneur obtenue selon 4.1.1.5. n'atteint pas plus que 0,020%.

4.2. — Lait concentré sucré.

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Acide sulfurique dilué:  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 n environ.

Acide sulfurique 1 : 1: mélanger 1 volume d'acide sulfurique concentré (ca. 96% (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) avec 1 volume d'eau.

Solution d'acide phosphotungstique: dissoudre 20 g d'acide phosphotungstique ( $12\text{WO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Sulfate de sodium anhydre ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ).

Oxyde diéthylique (éther diéthylique) exempt de peroxydes: Agiter, peu de temps avant l'emploi, environ 1 l d'oxyde diéthylique avec 90 ml d'eau et 10 ml d'une solution de sulfate de fer (II) (pour préparer cette solution dissoudre 60 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dans 110 ml d'eau et ajouter 6 ml d'acide sulfurique concentré). Laver ensuite 2 fois avec 100 ml d'eau. L'oxyde diéthylique doit être utilisé le jour même.

Acide sulfurique: 95,5 à 97,0% (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Solution de sulfate de cuivre: dissoudre 25 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

Solution acide sulfurique-sulfate de cuivre: ajouter 0,5 ml de la solution de sulfate de cuivre à 300 ml d'acide sulfurique et mélanger.



Solution de p-hydroxydiphényl: dissoudre en agitant, et en chauffant légèrement, 1,5 g de p-hydroxydiphényl ( $C_6H_5C_6H_4OH$ ) dans 10 ml d'une solution aqueuse de NaOH à 5%. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun à l'abri de la lumière. La durée de conservation est limitée à 4 semaines.

Solution étalon d'acide lactique: dissoudre peu de temps avant l'emploi, 0,1067 g de lactate de lithium ( $CH_3CHOHCOOLi$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml: 1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg d'acide lactique.

Appareils et matières auxiliaires.

Perforateur pour 50 à 75 ml de liquide.

Balance permettant d'effectuer les pesées jusqu'à 1 mg près.

Spectrophotomètre ou photocolorimètre permettant de faire la lecture à une longueur d'onde de 570 nm.

Bain-marie de  $30 \pm 2^\circ C$ .

Bain-marie chauffé électriquement.

Tubes à essai (dimensions  $25 \times 160$  mm).

4.2.1. — Mode opératoire.

4.2.1.1. — Peser, dans un bécher de 100 ml,  $15,0 \pm 0,1$  g de lait concentré sucré. Transvaser quantitativement le lait concentré sucré dans un ballon jaugé de 100 ml par lavages successifs avec de l'eau chaude de façon à obtenir un volume de 75 à 80 ml. Refroidir jusqu'à la température ambiante. Ajouter 4 ml d'acide sulfurique 1 n et mélanger prudemment. Ajouter 3 ml de la solution d'acide phosphotungstique et compléter avec de l'eau. Agiter énergiquement jusqu'à ce que le contenu du ballon soit homogène; filtrer sur filtre plissé.

4.2.1.2. — Prélever, au moyen d'une éprouvette graduée, 50 ml du filtrat et les introduire dans un bécher de 100 ml dans lequel l'on a déposé préalablement 10 g de sulfate de sodium anhydre. Dissoudre le sulfate de sodium en chauffant sur le bain-marie bouillant; remuer de temps en temps. Refroidir jusqu'à  $30^\circ C$  et transvaser le contenu du bécher dans le perforateur dans lequel on a introduit préalablement 0,5 ml d'acide sulfurique 1 : 1. Rincer le bécher avec un peu d'eau.

4.2.1.3. — Introduire environ 100 ml d'oxyde diéthylique, exempt de peroxydes, dans un ballon de 250 ml, dans lequel l'on a déposé préalablement de la pierre-ponce et placer le perforateur sur le ballon. Perforer pendant 5 h sur un bain-marie chauffé électriquement de façon à ce que l'extraction s'effectue d'une façon reproductible.

4.2.1.4. — Ajouter à la solution d'acide lactique dans l'oxyde diéthylique 20 ml d'eau et éliminer l'oxyde diéthylique soigneusement par distillation. Retirer immédiatement après la distillation de l'oxyde diéthylique, le ballon du bain-marie et laisser refroidir. Transvaser le contenu du ballon dans un ballon jaugé de 200 ml; employer de l'eau pour rincer le ballon. Compléter avec de l'eau.

4.2.1.5. — Pipeter 1 ml de la solution ainsi obtenue dans un tube à essai et dans un autre tube 1 ml d'eau. Traiter les deux tubes comme suit: ajouter 6,0 ml de solution d'acide sulfurique-sulfate de cuivre et mélanger. Chauffer pendant 5 min. dans un bain-marie bouillant les tubes fermés d'une manière lâche et refroidir jusqu'à température ambiante. Ajouter 2 gouttes de réactif au p-hydroxydiphényl et agiter énergiquement afin de bien répartir le réactif dans le liquide.

Mettre les tubes au bain-marie à  $30 \pm 2^\circ C$ , les y maintenir pendant 15 min. et agiter de temps en temps.

Réchauffer le contenu des tubes légèrement fermés, pendant 90 sec. dans un bain-marie bouillant et refroidir rapidement jusqu'à température ordinaire.

4.2.1.6. — Mesurer la différence d'extinction des deux liquides à la longueur d'onde de 570 nm,

Convertir au moyen de la droite d'étalonnage (4.2.2.) la différence d'extinction en mg d'acide lactique. Calculer le pourcentage d'acide lactique (M) dans le lait reconstitué à partir de la formule:

$$M = \frac{8,7 \times 0,001 \times Z}{0,15 \times a}$$

dans laquelle:

Z = le nombre de mg d'acide lactique

a = la teneur en matières sèches dégraissées de l'échantillon.

Si le pourcentage en acide lactique dans le lait reconstitué est supérieur à 0,010% répéter l'essai avec une dilution adéquate de la solution obtenue selon 4.2.1.4.

*Remarque.*

Contrôler, dans le cas où des teneurs élevées en acide lactique sont obtenues, si les opérations mentionnées sous 4.2.1.1. jusqu'à 4.2.1.4. ne donnent éventuellement pas lieu à une augmentation de l'extinction en procédant, parallèlement à l'analyse des échantillons, à un essai à blanc avec 15 ml d'eau.

4.2.2. — Droite d'étalonnage.

Peser dans 4 béchers de 100 ml chaque fois  $15,0 \pm 0,1$  g d'un échantillon de lait concentré sucré frais.

Ajouter respectivement 0-10-20 et 30 ml de la solution étalon d'acide lactique; on obtient ainsi une série avec respectivement 0-1-2 et 3 mg d'acide lactique ajouté.

Continuer comme décrit sous 4.2.1.1. à 4.2.1.5. inclus et mesurer l'extinction par rapport à l'eau. Porter sur un diagramme les extinctions obtenues par rapport aux quantités d'acide lactique ajouté. Joindre les points par la droite la plus appropriée et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine. Les points doivent se situer sur une droite.

4.2.3. — Interprétation du résultat.

L'acide lactique est considéré n'être présent qu'en traces si la teneur obtenue selon 4.2.1.6. n'atteint pas plus que 0,020%.

5. — Phosphatase.

Effectuer l'essai de la phosphatase comme indiqué sous 5.1. Confirmer un résultat positif avec le mode opératoire décrit sous 5.2.

5.1. — Phosphatase, qualitatif.

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution substrat: dissoudre 0,11 g de phénylphosphate disodique ( $C_6H_5OPO_3Na_2 \cdot 2H_2O$ ) dans 80 à 90 ml d'eau, ajouter 3 ml de solution de carbonate sodique 0,25 M (2,65 g carbonate sodique anhydre par 100 ml) et compléter à 100 ml. Cette solution doit être préparée journalièrement.

Réactif B.Q.C.: dissoudre 23 mg de 2,6-dibromoquinone-4-chloroimide ( $O = C_6H_2Br_2 = NCl$ ) dans 5 ml d'éthanol 96% (v/v).

Conservé cette solution au frais et à l'obscurité pendant maximum 4 semaines.

Alcool isoamylique neutre par rapport au bleu de bromothymol. Neutraliser éventuellement avec une solution 0,1 n d'hydroxyde de sodium.

5.1.1. — Mode opératoire.

5.1.1.1. — Préparer, à partir de l'échantillon avec de l'eau, sans chauffer, une dilution telle que la concentration en matières sèches dégraissées du lait corresponde environ à celle du lait écrémé.

5.1.1.2. — Pipeter dans chacun des 2 tubes à essai 0,5 ml de la solution ainsi obtenue. Placer un des tubes au bain-marie bouillant pendant 5 min. et refroidir ensuite jusqu'à température ambiante.

5.1.1.3. — Ajouter aux 2 tubes à essai avec une pipette jaugée 5 ml de la solution substrat et les conserver bouchés à une température comprise entre 30 et 35° C pendant 1 h.

5.1.1.4. — Ajouter 6 gouttes du réactif B.Q.C. et mélanger. Comparer après 5 min. la coloration des deux tubes.

5.1.1.5. — Si le contenu du tube avec le lait chauffé est moins coloré que celui de l'autre tube la réaction est considérée comme positive.

5.1.1.6. — Ajouter en cas de doute aux deux tubes 2 ml d'alcool isoamylique. Ensuite retourner prudemment les tubes 8 fois, en attendant chaque fois que les couches se soient séparées. La coloration bleue ou bleu-verte éventuellement formée se dissout dans la couche limpide supérieure; la comparaison des colorations est ainsi notablement améliorée.

#### *Remarque*

Il y a lieu d'exiger une grande propreté des tubes, pipettes, bouchons, etc. car la moindre souillure par des phénols ou des substances apparentées peut donner une réaction positive. Ensuite il y a lieu de tenir compte du fait que la salive contient des phosphatases.

5.2. — Phosphatase quantitatif.

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée et fraîchement bouillie.

Tampon borate de baryum, pH  $10,6 \pm 0,1$ .

Eviter un contact intensif entre le tampon et l'air afin d'éviter la formation non souhaitée de carbonate.

Dissoudre en chauffant 25,0 g d'hydroxyde de baryum ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ), exempt de carbonate, dans l'eau, refroidir à la température ambiante et compléter à 500 ml.

Dissoudre 11,0 g d'acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) dans l'eau et compléter à 500 ml.

Chauffer les deux solutions jusqu'à 50° C, les mélanger. Refroidir le mélange jusqu'à la température ambiante.

Ajuster le pH si nécessaire à  $10,6 \pm 0,1$  à l'aide de la solution d'hydroxyde de baryum et filtrer rapidement. Conserver la solution dans un récipient bouché hermétiquement.

Diluer la solution avant l'emploi avec un volume égal d'eau.

Solution de métaborate de sodium: dissoudre 6,0 g de métaborate de sodium anhydre ( $\text{NaBO}_2$ ), ou 12,6 g de métaborate de sodium ( $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), et 20,0 g de chlorure de sodium ( $\text{NaCl}$ ) dans l'eau et compléter à 1.000 ml.

Solution substrat tamponnée: dissoudre 0,5 g de phénylphosphate disodique ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OPO}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 4,5 ml de la solution de métaborate de sodium.

Extraire si nécessaire le phénol libre de cette solution. Ajouter à cette fin une goutte du réactif B.Q.C. et laisser reposer pendant 30 min. Extraire la couleur formée avec 2,5 ml de butanol-1 et jeter la couche de butanol-1. Répéter si nécessaire cette extraction jusqu'à ce que la couche de butanol-1 reste incolore.

Cette solution peut être conservée pendant quelques jours dans un réfrigérateur. Développer et extraire la couleur journalièrement avant l'emploi.

Pour préparer la solution de substrat tamponnée, pipeter 1 ml de la solution précédente dans un ballon jaugé de 100 ml et compléter avec le tampon borate de baryum. Préparer la solution de substrat tamponnée immédiatement avant l'emploi.

Réactif sulfate de zinc et de cuivre: dissoudre 3,0 g de sulfate de zinc ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) et 0,6 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Réactif B.Q.C.: dissoudre 0,040 g de 2,6-dibromoquinone-4-chloroimide ( $\text{O} = \text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2 = \text{NCl}$ ) dans 10 ml d'éthanol à 96% (v/v).

Conserver la solution dans un flacon en verre foncé dans le réfrigérateur.

Solution de dilution: diluer 10 ml de solution de métaborate de sodium jusqu'à 100 ml avec de l'eau.

Solution standard à 200  $\mu\text{g}$  de phénol par ml: dissoudre 0,200 + cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Solution standard à 200  $\mu\text{g}$  de phénol par ml: dissoudre  $0,200 \pm 0,001$  g de phénol cristallin et incolore dans l'eau et compléter à 100 ml. Cette solution peut être conservée pendant quelques mois dans le réfrigérateur.

Diluer 10 ml de cette solution à 100 ml avec de l'eau. Purifier le phénol par distillation s'il n'est pas incolore ou cristallin.

Appareils et matières auxiliaires.

Balance permettant d'effectuer les pesées jusqu'à 1 mg près.

Spectrophotomètre permettant une lecture à une longueur d'onde de 610 nm, avec cuvettes appropriées.

Bain-marié, avec thermostat, réglé à une température de  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

Tubes à essai, diamètre intérieur de 16 à 18 mm.

Papier filtre, pour analyse quantitative, à filtration lente pour précipités fins.

Précautions.

Ne pas effectuer la détermination à la lumière solaire directe, mais à la lumière diffuse ou à la lumière artificielle.

Nettoyer la verrerie soigneusement et la rincer avec de l'eau distillée et bouillie ou la passer à la vapeur. Ne pas employer des produits de nettoyage ou de désinfection contenant des phénols.

Ne pas boucher la verrerie avec des bouchons en matière plastique, ceux-ci pouvant contenir des phénols.

Eviter lors du pipetage la contamination des liquides par la salive; celle-ci contient de la phosphatase.

5.2.1. — Mode opératoire.

87

5.2.1.1. — Peser à 0,1 g près  $\frac{87}{a - 8,7}$  g de l'échantillon

(a représentant le pourcentage en matières sèches dégraissées du lait de l'échantillon).

Diluer cette quantité avec 10 ml d'eau.

5.2.1.2. — Pipeter dans 2 tubes à essai 1 ml du lait reconstitué d'après 5.2.1.1.

5.2.1.3. — Chauffer l'un des tubes dans l'eau bouillante pendant 2 min. et refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante. Ce tube servira pour l'essai à blanc.

Traiter, à partir de ce point, les deux tubes comme indiqué ci-dessous.

5.2.1.4. — Ajouter 10 ml de la solution substrat tamponnée, mélanger et placer les tubes dans le bain-marie à  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

5.2.1.5. — Laisser les tubes pendant 60 min. dans le bain-marie et les agiter de temps en temps.

5.2.1.6. — Chauffer aussitôt les tubes au bain-marie bouillant pendant 1 min. et refroidir rapidement jusqu'à la température ambiante.

5.2.1.7. — Ajouter 1 ml du réactif sulfate de zinc et de cuivre, mélanger et filtrer sur papier filtre sec. Jeter les premières gouttes du filtrat. Il importe que le filtrat soit complètement limpide; repasser le filtrat éventuellement sur le même filtre.

5.2.1.8. — Introduire 5 ml du filtrat dans un tube à essai, ajouter 5 ml de la solution de métabolite de sodium et 0,1 ml du réactif B.Q.C. Laisser reposer à la température ambiante pendant 30 min.

5.2.1.9. — Mesurer, à une longueur d'onde de 610 nm, l'extinction du liquide provenant de l'échantillon par rapport au liquide provenant de l'essai à blanc.

5.2.1.10. — Répéter la détermination s'il s'avère que l'extinction du lait reconstitué dépasse celle correspondant à 20 µg de phénol de la solution d'étalonnage. Diluer dans ce cas un volume approprié du lait reconstitué obtenu d'après 5.2.1.1. avec un volume approprié de ce lait dans lequel la phosphatase a été inactivée comme indiqué sous 5.2.1.3.

5.2.2. — Droite d'étalonnage.

5.2.2.2. — Pipeter dans 5 tubes à essai respectivement 1 ml d'eau 2,5-5-7,5 et 10 ml de la solution standard de phénol et compléter avec de l'eau.

5.2.2.2. — Pipeter dans des tubes à essai respectivement 1 ml d'eau et 1 ml des solutions d'étalonnage (5.2.2.1.) afin d'obtenir une gamme d'étalonnage avec respectivement 0-5-10-15 et 20 µg de phénol.

5.2.2.3. — Ajouter à chaque tube successivement 1 ml de la solution de sulfate de cuivre, 5 ml de la solution de dilution 3 ml d'eau et 0,1 ml du réactif B.Q.C., mélanger. Laisser reposer à la température ambiante pendant 30 min.

5.2.2.4. — Mesurer, à une longueur d'onde de 610 nm, l'extinction par rapport à l'eau des éléments de la gamme d'étalonnage.

5.2.2.5. — Porter sur un diagramme les extinctions mesurées en fonction de la teneur en phénol en µg comme indiqué sous 5.2.2.2. Joindre les points par la droite la plus appropriée, et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine.

5.2.3. — Mode de calcul.

5.2.3.1. — Convertir, au moyen de la droite d'étalonnage ou au moyen d'un facteur déduit de cette droite d'étalonnage, l'extinction obtenue selon 5.2.1.9, en µg de phénol.

5.2.3.2. — L'activité phosphatasique, exprimée en µg de phénol par ml de lait reconstitué est obtenue par la formule:

$$2,4 \times P$$

dans laquelle P = le nombre de µg de phénol obtenu selon 5.2.3.1.

5.2.3.3. — Multiplier le résultat obtenu selon 5.2.3.2. par le facteur de dilution si le lait reconstitué a été dilué comme décrit sous 5.2.1.10.

5.2.4. — Interprétation du résultat.

La phosphatase est considérée comme absente si l'activité phosphatasique est égale ou inférieure à 4 µg de phénol par ml de lait reconstitué.

6. — *Stabilisateurs* (\*).

7. — *Teneur en saccharose*.

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution d'acétate de zinc; dissoudre 21,9 g d'acétate de zinc cristallisé ( $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ ) et 3 ml d'acide acétique glacial dans de l'eau et compléter à 100 ml.

(\*) Cette méthode fera l'objet d'un complément aux présentes méthodes d'analyse.

Solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium; dissoudre 10,6 g d'hexacyanoferrate (II) de potassium cristallisé ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

Acide chlorhydrique  $6,35 \pm 0,2$  n (20-22% m/m).

Ammoniaque  $2,0 \pm 0,2$  n (3,5% m/m).

Acide acétique  $2,0 \pm 0,2$  n (12% m/m).

Appareillage.

Balance permettant d'effectuer les pesées jusqu'à 10 mg près.

Bain-marie à  $60 \pm 1^\circ C$ .

Tube de polarimètre de  $200 \pm 0,1$  mm.

Polarimètre ou saccharimètre:

- a) Polarimètre à lumière du sodium ou à lumière verte du mercure (lampe à vapeur de mercure avec prisme ou écran Wratten n° 77A) permettant une lecture d'une précision au moins égale à 0,05 degré d'angle.
- b) Saccharimètre à échelle Internationale de sucre, utilisant de la lumière blanche passant au travers d'un filtre de 15 mm d'une solution à 6% de bichromate de potassium ou bien de la lumière de sodium et permettant une lecture d'une précision au moins égale à 0,1 degré de l'échelle saccharimétrique Internationale.

#### 7.1. — Contrôle de la méthode.

Dans le but de contrôler la méthode, les réactifs et les appareils, on procédera à une double analyse comme décrite ci-dessous, en utilisant un mélange de 100 g de lait, ou de 110 g de lait écrémé et de 18,00 g de saccharose pur correspondant à 40,00 g d'un lait concentré contenant 45,0% de saccharose.

Calculer la teneur en saccharose à l'aide de la formule du paragraphe 7.2.13. en utilisant dans la formule I, pour W, F et P la quantité de lait pesée et les teneurs en matière grasse et en protéines de ce lait et, dans la formule II, pour W, le chiffre de 40,00.

La moyenne des valeurs trouvées ne doit pas différer de cette valeur (45,0%) de plus de 0,1%.

#### 7.2. — Mode opératoire.

7.2.1. — Peser dans un bécher de 100 ml exactement à 10 mg près, 40 g env. de l'échantillon convenablement mélangé. Ajouter 50 ml d'eau chaude ( $80-90^\circ C$ ) et mélanger soigneusement.

7.2.2. — Transvaser quantitativement le mélange dans un ballon jaugé de 200 ml, rincer le bécher avec des quantités successives d'eau à  $60^\circ C$  jusqu'à ce que le volume total soit de 120 à 150 ml. Mélanger et refroidir à température ambiante.

7.2.3. — Ajouter 5 ml de la solution d'ammoniaque 2 n. Mélanger de nouveau et laisser reposer pendant 15 min.

7.2.4. — Neutraliser l'ammoniaque en ajoutant une quantité équivalente de la solution diluée d'acide acétique. Déterminer au préalable exactement une quantité par titrage de la solution d'ammoniaque diluée en employant le bleu de bromothymol comme indicateur. Mélanger.

7.2.5. — Ajouter, en mélangeant doucement par rotation du ballon incliné, 12,5 ml de solution d'acétate de zinc.

7.2.6. — De la même manière que pour la solution d'acétate, ajouter 12,5 ml de solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium.

7.2.7. — Porter le contenu du ballon à  $20^\circ C$  et ajouter de l'eau (à  $20^\circ C$ ) jusqu'au trait de jauge de 200 ml.

#### Remarque.

Jusqu'à ce stade, toutes les additions d'eau ou de réactifs seront effectuées de manière à éviter la formation de bulles d'air et pour cette même raison, tous les mélanges sont effectués par rotation

du ballon plutôt que par agitation violente. Si on constate la présence de bulles d'air avant la mise au trait (200 ml) on peut les éliminer en reliant le ballon à une pompe à vide et en lui imprimant un mouvement de rotation.

7.2.8. — Boucher le ballon avec un bouchon sec et mélanger intimement en secouant énergiquement.

7.2.9. — Laisser reposer pendant quelques minutes, filtrer ensuite sur papier filtre sec. Éliminer les premiers 25 ml de filtrat.

7.2.10. — Polarisation directe.

Déterminer la rotation optique du filtrat à  $20 \pm 2^\circ \text{C}$ .

7.2.11. — Inversion.

Introduire à la pipette dans un ballon jaugé de 50 ml, 40 ml du filtrat obtenu de la façon indiquée ci-dessus. Ajouter 6,0 ml d'acide chlorhydrique 6,35 n.

Placer le ballon dans un bain-marie à  $60^\circ \text{C}$  pendant 15 min., le ballon étant immergé jusqu'à la naissance du col. Mélanger par rotation pendant les 5 premières min. au cours desquelles le contenu devra avoir atteint la température du bain. Refroidir à  $20^\circ \text{C}$  et compléter jusqu'à 50 ml avec de l'eau à  $20^\circ \text{C}$ ; mélanger et laisser reposer une heure à cette température.

7.2.12. — Polarisation après inversion.

Déterminer le pouvoir rotatoire de la solution intervertie à  $20 \pm 2^\circ \text{C}$ . (Lorsque la température du liquide dans le tube de polarisation diffère de plus de  $0,2^\circ$  de  $20^\circ \text{C}$  pendant la mesure, la correction de température indiquée au paragraphe 7.2.14. doit être appliquée).

7.2.13. — Calculer la teneur en saccharose à l'aide des formules suivantes:

$$\text{I. } v = \frac{W}{100} (1,08 F + 1,55 P)$$

$$\text{II. } S = \frac{D - 5/4 I}{Q} \times \frac{V - v}{V} \times \frac{V}{L \times W} \%$$

où:

S = Teneur en saccharose

W = Poids de l'échantillon pesé exprimé en g

F = Pourcentage de matière grasse de l'échantillon

P = Pourcentage de protéines ( $N \times 6,38$ ) de l'échantillon

V = Volume en ml auquel l'échantillon est dilué avant filtration

v = Correction exprimée en ml pour le volume du précité de défécation

D = Lecture polarimétrique directe (polarisation avant inversion)

I = Lecture polarimétrique après inversion

L = Longueur en dm du tube du polarimètre

Q = Facteur d'inversion dont les valeurs sont indiquées sous 7.2.14.

*Remarques.*

a) En pesant exactement 40,00 g de lait concentré sucré et en utilisant un polarimètre à lumière du sodium, à échelle en degrés d'angle et un tube de polarimètre de 2 dm de longueur à  $20,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$ , la teneur en saccharose des laits concentrés sucrés normaux ( $C = 9$ , voir 7.2.14.) peut être calculée à l'aide de la formule suivante:

$$S = (D - 5/4 I) (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P).$$

Si la mesure de la polarisation après inversion est effectuée à une température autre que  $20^\circ \text{C}$ , les chiffres obtenus devront être multipliés par:

$$1 + 0,0037 (T - 20).$$

b) Si le pourcentage en matière grasse (F) et le pourcentage en matière sèche (G) de l'échantillon sont connus, la teneur en saccharose peut être calculée sans le pourcentage en protéines. Si la prise d'essai est 40,00 g et si le tube de polarimètre est d'une longueur de 2 dm la formule est:

$$S = \frac{D - 5/4 I}{Q} (2,776 - 0,0025 F - 0,003 G) - 2,60.$$

7.2.14. — Valeur du facteur d'inversion Q.

Les formules suivantes donnent les valeurs précises de Q pour diverses sources de lumière avec des corrections, le cas échéant, pour la concentration et la température.

Lumière du sodium et polarimètre à échelle en degrés d'angle:

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033 (T - 20).$$

Lumière verte du mercure et polarimètre à échelle en degrés d'angle:

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C - 9) - 0,0039 (T - 20).$$

Lumière blanche avec écran au bichromate et saccharimètre avec échelle saccharimétrique internationale:

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C - 9) - 0,0095 (T - 20).$$

Dans les formules précédentes:

C = Pourcentage des sucres totaux dans la solution intervertie, d'après la lecture polarimétrique

T = Température de la solution intervertie lors de la lecture au polarimètre.

*Remarque 1.*

Le pourcentage des sucres totaux C dans la solution intervertie directe et de la variation après inversion selon la méthode habituelle, en utilisant les valeurs usuelles de rotation spécifique du saccharose, du lactose et du saccharose interverti.

La correction 0,0006 (C — 9) etc. n'est exacte que lorsque C est environ 9; pour du lait concentré normal cette correction peut être négligée, C étant alors voisin de 9.

*Remarque 2.*

Les écarts par rapport à 20° C de la température n'influencent que faiblement la lecture de la polarisation directe. Par contre des écarts de plus de 0,2° C lors de la lecture de polarisation après inversion nécessitent une correction. La correction — 0,0033 (T — 20), etc. n'est exacte que pour des températures comprises entre 18° C et 22° C.

8. — *Examen microbiologique* (\*).

9. — *Teneur en protéines.*

Réactifs.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Sulfate de potassium ( $K_2SO_4$ ).

Sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

Acide sulfurique concentré: 96% (m/m)  $H_2SO_4$ .

Solution d'hydroxyde de sodium: dissoudre 500 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans 1.000 ml d'eau.

Solution d'acide borique: dissoudre 40 g d'acide borique ( $H_3BO_3$ ) dans 1.000 ml d'eau.

Indicateur: dissoudre 2 g de rouge de méthyle et 1 g de bleu de méthylène dans 1.000 ml d'éthanol 96% (v/v).

(\*) Cette méthode fera l'objet d'un complément aux présentes méthodes d'analyse,



Acide chlorhydrique (HCl) 0,1 n.

Appareils et matières auxiliaires.

Balance analytique.

Ballon Kjeldahl de 500 ml de capacité.

Appareil pour la minéralisation Kjeldahl et pour la distillation.

Perles de verre.

9.1. — Essai en blanc: Effectuer un essai à blanc en appliquant le mode opératoire d'après 9.2. à l'exclusion de l'alinéa 9.2.2.

9.2. — Mode opératoire.

9.2.1. — Introduire successivement dans le ballon Kjeldahl quelques perles de verre, 5 g de sulfate de potassium et 1 g de sulfate de cuivre.

9.2.2. — Peser dans le ballon Kjeldahl à 1 mg près, soit directement soit par différence, ca. 2 g de l'échantillon.

9.2.3. — Ajouter 20 ml d'acide sulfurique 98,3% et mélanger.

9.2.4. — Chauffer soigneusement jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de mousse.

9.2.5. — Chauffer plus énergiquement jusqu'à ce que le liquide devienne limpide.

9.2.6. — Poursuivre le chauffage pendant 90 min.

9.2.7. — Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et ajouter 150 ml d'eau. Refroidir à nouveau jusqu'à la température ambiante.

9.2.8. — Procéder à la distillation avec l'appareil usuel. Employer 80 ml de la solution d'hydroxyde de sodium. Recueillir le distillat dans 50 ml de la solution d'acide borique additionné de 4 gouttes de l'indicateur.

9.2.9. — Titrer le distillat avec l'acide chlorhydrique 0,1 n.

9.2.10. — Calculer la teneur en protéines par la formule:

$$\frac{1,40 \times 6,38 \times (V_1 - V_0) t}{S}$$

où:

t = normalité de l'acide chlorhydrique

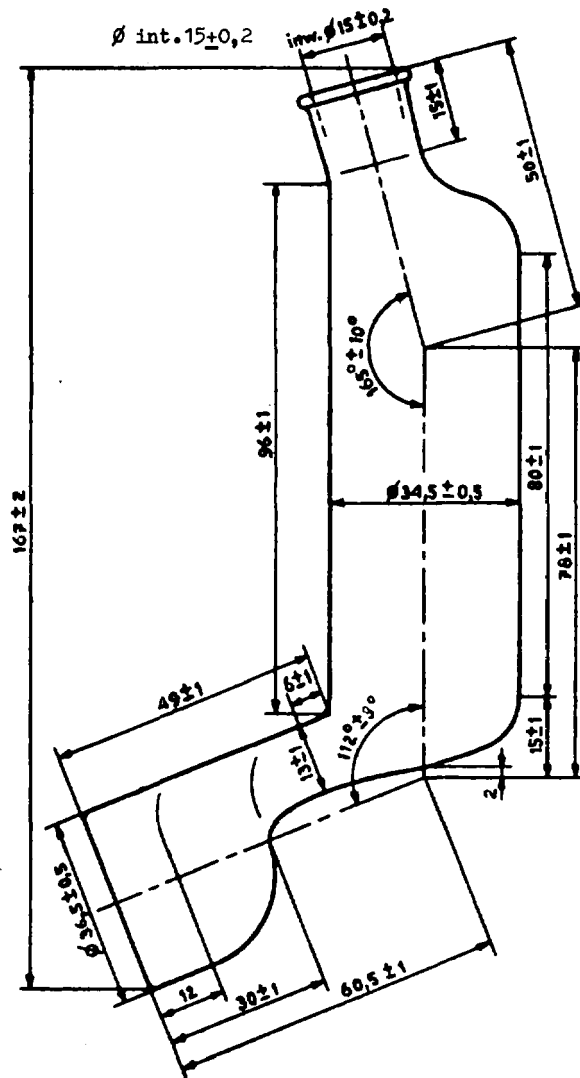
V<sub>1</sub> = volume d'acide chlorhydrique en ml utilisé au cours du dosage (9.2.9.)

V<sub>0</sub> = volume d'acide chlorhydrique en ml utilisé pour l'essai à blanc (9.1.)

S = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

Tube à extraction suivant Mojonnier concicité intérieure du col 1 : 10

Mesures en mm



Contenu du pied  $21,5 \pm 0,5$  ml

Epaisseur du verre  $1,25 \pm 0,25$  mm.

**Règlement ministériel du 18 octobre 1974 fixant les programmes détaillés des matières des examens d'admission au stage, d'admission définitive et de promotion du personnel de la carrière de l'artisan de l'aéroport de Luxembourg.**

*Le Ministre des Transports,*

Vu la loi modifiée du 8 mai 1872 sur les droits et devoirs des fonctionnaires de l'Etat;

Vu la loi du 21 mai 1964 portant réorganisation des services de l'aéroport de Luxembourg;

Vu la loi du 4 août 1970 modifiant et complétant la loi du 22 juin 1963 fixant le régime des traitements des fonctionnaires de l'Etat telle qu'elle a été modifiée dans la suite;

Vu l'article 10 du règlement grand-ducal du 9 mars 1971 déterminant les conditions d'admission, de nomination et de promotion des fonctionnaires de la carrière de l'artisan dans les administrations et services de l'Etat;

Arrête:

**Art. 1<sup>er</sup>.** Les examens prévus aux articles 2, 4 et 7 du règlement grand-ducal du 9 mars 1971 précité portent sur les matières suivantes:

a) *Concours d'admission au stage.*

*Epreuve écrite:*

- |   |        |
|---|--------|
| 1. Langue française — dictée .....  | 50 pts |
| 2. Langue allemande — reproduction .....  | 50 pts |
| 3. Arithmétique — problèmes sur les 4 opérations fondamentales, les fractions ordinaires et décimales, le calcul des surfaces et des volumes, les pourcents et intérêts ..... | 80 pts |
| 4. Technologie — notions élémentaires de la technologie se rapportant au métier du candidat .....   | 80 pts |

*Epreuve pratique et orale:*

- |   |        |
|---|--------|
| 5. Pratique professionnelle — exécution d'un travail pratique ..... | 80 pts |
|---|--------|

Total .....	340 pts
-------------	---------

b) *Examen d'admission définitive*

*Epreuve écrite:*

- |  |        |
|--|--------|
| 1. Langue française — dictée d'un texte technique ou administratif .....             | 50 pts |
| 2. Langue allemande — rédaction d'un rapport de service .....                        | 50 pts |
| 3. Notions sur les droits et devoirs des fonctionnaires .....                        | 80 pts |
| 4. Technologie — questions sur la technologie se rapportant au métier du candidat .. | 80 pts |

*Epreuve pratique:*

- |   |        |
|---|--------|
| 5. Pratique professionnelle — exécution soignée d'un travail pratique ..... | 10 pts |
|---|--------|

Total .....	330 pts
-------------	---------

c) *Examen de promotion.*

*Epreuve écrite et orale:*

- |   |         |
|---|---------|
| 1. Langue française — rapport de service .....                | 50 pts  |
| 2. Langue allemande — rapport de service .....                | 50 pts  |
| 3. Mesures préventives contre les accidents .....             | 50 pts  |
| 4. Technologie et pratique .....                              | 100 pts |
| 5. Droit public et administratif — notions élémentaires ..... | 50 pts  |

Total .....	300 pts
-------------	---------

**Art. 2.** Le présent règlement sera publié au Mémorial.

Luxembourg, le 18 octobre 1974

*Le Ministre des Transports,*

**Marcel Mart**

**Règlement ministériel du 23 octobre 1974 concernant l'application de la Convention douanière relative au matériel de bien-être destiné aux gens de mer, faite à Bruxelles le 1<sup>er</sup> décembre 1964.**

*Le Ministre des Finances,*

Vu les articles 5 et 38 de la Convention coordonnée instituant l'Union Economique Belgo-Luxembourgeoise, et approuvée par la loi du 26 mai 1965;

Vu l'article 6 de l'arrêté grand-ducal du 24 avril 1922 relatif à la mise en vigueur des dispositions légales et administratives en matière de droits d'entrée;

Vu la Convention douanière relative au matériel de bien-être destiné aux gens de mer faite à Bruxelles le 1<sup>er</sup> décembre 1964, publiée au Moniteur Belge du 9 septembre 1966 et entrée en vigueur à l'égard de la Belgique le 20 septembre 1966;

Arrête:

**Article unique.** La Convention douanière précitée du 1<sup>er</sup> décembre 1964 sera publiée au Mémorial pour être exécutée au Grand-Duché de Luxembourg à partir du 1<sup>er</sup> novembre 1974.

Luxembourg, le 23 octobre 1974

*Le Ministre des Finances,*  
**Raymond Vouel**

**CONVENTION DOUANIÈRE**  
**relative au matériel de bien-être destiné aux gens de mer et annexe, faites à Bruxelles,**  
**le 1<sup>er</sup> décembre 1964.**

**PREAMBULE**

Les Parties contractantes à la présente Convention, élaborée sous les auspices du Conseil de Coopération Douanière, à l'initiative et avec le concours de l'Organisation Internationale du Travail,

Souhaitant accroître le bien-être des gens de mer à bord des navires affectés au trafic maritime international,

Convaincues que l'adoption de dispositions douanières uniformes facilitant le transfert du matériel de bien-être et son utilisation par les gens de mer peut contribuer à y parvenir,

Sont convenues de ce qui suit:

**Chapitre 1<sup>er</sup>. — Définitions et champ d'application**

**Article 1<sup>er</sup>**

Aux fins de la présente Convention, on entend:

(a) par « matériel de bien-être », le matériel destiné aux activités de caractère culturel, éducatif, récréatif, religieux ou sportif des gens de mer et notamment les livres et imprimés, le matériel audiovisuel, les articles de sport, le matériel pour la pratique des jeux ou passe-temps, les objets du culte et les vêtements sacerdotaux, dont la liste, qui n'est pas limitative, est annexée à la présente Convention.

(b) par « gens de mer », toutes les personnes transportées à bord d'un navire qui sont chargées de tâches se rapportant au fonctionnement ou au service de celui-ci en mer;

(c) par « établissements de caractère culturel ou social », les foyers, les clubs et les locaux de récréation pour gens de mer, gérés soit par des organismes officiels, soit par des organisations religieuses ou autres à but non lucratif, ainsi que les lieux du culte où sont célébrés régulièrement des offices à l'intention des gens de mer;

(d) par « droits et taxes à l'importation », les droits de douane et tous autres droits, taxes et redevances ou impositions diverses qui sont perçus à l'importation ou à l'occasion de l'importation des

marchandises, à l'exception des redevances et impositions dont le montant est limité au coût approximatif des services rendus;

(e) par « ratification », la ratification proprement dite, l'acceptation ou l'approbation;

(f) par « Conseil », l'organisation instituée par la Convention portant création d'un Conseil de Coopération Douanière, conclue à Bruxelles le 15 décembre 1950.

#### Article 2

La présente Convention vise l'importation dans le territoire d'une Partie Contractante de matériel de bien-être à l'usage des gens de mer à bord de navires étrangers affectés au trafic maritime international.

### Chapitre II. — **Facilités en faveur du matériel de bien-être utilisé ou destiné à être utilisé à bord de navires**

#### Article 3

1. Les Parties Contractantes s'engagent à accorder au matériel de bien-être, dans les cas énumérés à l'article 4 et sous réserve de réexportation, la suspension:

(a) des droits et taxes à l'importation,

(b) de toute mesure concernant les prohibitions ou restrictions, autres que celles dérivant de l'application des réglementations relatives à la moralité et à la sécurité publiques, à l'hygiène ou à la santé publiques ou fondées sur des considérations d'ordre vétérinaire ou phytopathologique.

2. Pour l'octroi de ces facilités, les Parties Contractantes, appliqueront une procédure comportant le minimum de formalités et de délais.

3. L'application des dispositions relatives aux prohibitions ou restrictions imposées dans l'intérêt de la moralité publique ne doit pas entraver la rapidité du transfert du matériel de bien-être dans les cas visés aux alinéas (a), (b) et (c) de l'article 4.

#### Article 4

Les facilités prévues à l'article 3 sont applicables au matériel de bien-être:

(a) importé dans le territoire d'une Partie Contractante pour être embarqué, en vue de son utilisation à bord, sur un navire étranger affecté au trafic maritime international qui se trouve dans un port de ce territoire;

(b) débarqué d'un navire pour être transféré, en vue de son utilisation à bord, sur un navire étranger affecté au trafic maritime international qui se trouve dans le même port ou dans un autre port du même territoire;

(c) débarqué d'un navire pour être réexporté;

(d) destiné à être réparé;

(e) appelé à recevoir ultérieurement une des destinations prévues aux alinéas (a), (b) ou (c) du présent article;

(f) débarqué d'un navire pour être utilisé temporairement à terre par l'équipage pour une durée ne dépassant pas celle de l'escale dans le port.

### Chapitre III. — **Facilités en faveur du matériel de bien-être destiné à être utilisé dans les établissements de caractère culturel ou social**

#### Article 5

Les facilités prévues à l'article 3 sont étendues, sous réserve du minimum de formalités indispensables au contrôle, au matériel de bien-être importé temporairement pour une période ne dépassant pas six mois et destiné à être utilisé dans les établissements de caractère culturel ou social.

## Chapitre IV. — Divers

### Article 6

Les dispositions de la présente Convention établissent des facilités minima. Elles ne mettent pas obstacle à l'application de facilités plus grandes que certaines Parties Contractantes accordent ou accorderaient soit par des dispositions unilatérales, soit en vertu d'accords bilatéraux ou multilatéraux.

### Article 7

Pour l'application de la présente Convention, les territoires des Parties Contractantes qui forment une union douanière ou économique peuvent être considérés comme un seul territoire.

### Article 8

Toute substitution, fausse déclaration ou manœuvre ayant pour effet de faire bénéficier indûment une personne ou un objet des facilités prévues par la présente Convention, expose le contrevenant, dans le pays où l'infraction est commise, aux sanctions prévues par les lois et règlements de ce pays et, le cas échéant, au paiement des droits et taxes à l'importation exigibles.

### Article 9

L'Annexe à la présente Convention est considérée comme faisant partie intégrante de celle-ci.

## Chapitre V. — Clauses finales

### Article 10

1. Les Parties Contractantes se réunissent lorsqu'il est nécessaire pour examiner les conditions dans lesquelles la présente Convention est appliquée afin, notamment, de rechercher les mesures propres à en assurer l'interprétation et l'application uniformes.

2. Ces réunions sont convoquées par le Secrétaire Général du Conseil, sur la demande d'une Partie Contractante, et, sauf décision contraire des Parties Contractantes, elles se tiennent au siège du Conseil.

3. Les Parties Contractantes établissent le règlement intérieur de leurs réunions. Les décisions des Parties Contractantes sont prises à la majorité des deux-tiers de celles qui sont présentes et qui prennent part au vote.

4. Les Parties Contractantes ne peuvent valablement se prononcer sur une question que si plus de la moitié d'entre elles sont présentes.

### Article 11

1. Tout différend entre Parties Contractantes en ce qui concerne l'interprétation ou l'application de la présente Convention est, autant que possible, réglé par voie de négociations directes entre les dites Parties.

2. Tout différend qui n'est pas réglé par voie de négociations directes est porté, par les parties en cause, devant les Parties Contractantes réunies dans les conditions prévues à l'article 10 de la présente Convention, qui examinent le différend et font des recommandations en vue de son règlement.

3. Les Parties au différend peuvent convenir d'avance d'accepter les recommandations des Parties Contractantes.

### Article 12

1. Tout Etat membre du Conseil et tout Etat membre de l'Organisation des Nations-Unies ou de ses institutions spécialisées peut devenir Partie Contractante à la présente Convention:

- (a) en la signant, sans réserve de ratification;
- (b) en déposant un instrument de ratification après l'avoir signée sous réserve de ratification; ou
- (c) en y adhérant.

2. La présente Convention est ouverte jusqu'au 30 septembre 1965, au siège du Conseil, à Bruxelles, à la signature des Etats visés au paragraphe 1 du présent article. Après cette date, elle sera ouverte à leur adhésion.

3. Tout Etat non membre des organisations visées au paragraphe 1 du présent article, auquel une invitation est adressée à cet effet par le Secrétaire Général du Conseil, sur la demande des Parties Contractantes, peut devenir Partie Contractante à la présente Convention en y adhérant après son entrée en vigueur.

4. Les instruments de ratification ou d'adhésion sont déposés auprès du Secrétaire Général du Conseil.

#### Article 13

1. La présente Convention entre en vigueur trois mois après que cinq des Etats mentionnés au paragraphe 1 de l'article 12 de la présente Convention l'ont signée sans réserve de ratification ou ont déposé leur instrument de ratification ou d'adhésion.

2. A l'égard de tout Etat qui signe la présente Convention sans réserve de ratification, qui la ratifie ou y adhère, après que cinq Etats ont soit signé la Convention sans réserve de ratification, soit déposé leur instrument de ratification ou d'adhésion, la présente Convention entre en vigueur trois mois après que ledit Etat a signé sans réserve de ratification ou déposé son instrument de ratification ou d'adhésion.

#### Article 14

1. La présente Convention est conclue pour une durée illimitée. Toutefois, toute Partie Contractante peut la dénoncer à tout moment après la date de son entrée en vigueur, telle qu'elle est fixée à l'Article 13 de la présente Convention.

2. La dénonciation est notifiée par un instrument écrit déposé auprès du Secrétaire Général du Conseil.

3. La dénonciation prend effet six mois après la réception de l'instrument de dénonciation par le Secrétaire Général du Conseil.

#### Article 15

1. Les Parties Contractantes, réunies dans les conditions prévues à l'article 10-ci-dessus, peuvent recommander des amendements à la présente Convention.

2. Le texte de tout amendement ainsi recommandé est communiqué par le Secrétaire Général du Conseil à toutes les Parties Contractantes, à tous les autres Etats signataires, au Secrétaire Général de l'Organisation des Nations-Unies et au Directeur Général du Bureau International du Travail.

3. Dans un délai de six mois à compter de la date de la communication de l'amendement recommandé, toute Partie Contractante peut faire connaître au Secrétaire Général du Conseil:

(a) soit qu'elle a une objection à l'amendement recommandé,

(b) soit que, bien qu'elle ait l'intention d'accepter l'amendement recommandé, les conditions nécessaires à cette acceptation ne se trouvent pas encore remplies dans son pays.

4. Aussi longtemps qu'une Partie Contractante qui a adressé la communication prévue ci-dessus au paragraphe 3 (b) n'a pas notifié son acceptation au Secrétaire Général du Conseil, elle peut, pendant un délai de neuf mois à partir de l'expiration du délai de six mois prévu au paragraphe 3 du présent article, présenter une objection à l'amendement recommandé.

5. Si une objection à l'amendement recommandé est formulée dans les conditions prévues aux paragraphes 3 et 4 du présent article, l'amendement est considéré comme n'ayant pas été accepté et reste sans effet.

6. Si aucune objection à l'amendement recommandé n'a été formulée dans les conditions prévues aux paragraphes 3 et 4 du présent article, l'amendement est réputé accepté à la date suivante:

(a) lorsqu'aucune Partie Contractante n'a adressé de communication en application du paragraphe 3 (b) du présent article, à l'expiration du délai de six mois visé à ce paragraphe 3;

(b) lorsqu'une ou plusieurs Parties Contractantes ont adressé une communication en application du paragraphe 3 (b) du présent article, à la plus rapprochée des deux dates suivantes:

(i) date à laquelle toutes les Parties Contractantes ayant adressé une telle communication ont notifié au Secrétaire Général du Conseil leur acceptation de l'amendement recommandé, cette date étant toutefois reportée à l'expiration du délai de six mois visé au paragraphe 3 du présent article si toutes les acceptations ont été notifiées antérieurement à cette expiration.

(ii) date d'expiration du délai de neuf mois visé au paragraphe 4 du présent article.

7. Tout amendement réputé accepté entre en vigueur six mois après la date à laquelle il a été réputé accepté.

8. Le Secrétaire Général du Conseil notifie le plus tôt possible à toutes les Parties Contractantes et autres Etats signataires toute objection formulée conformément au paragraphe 3 (a) du présent article, ainsi que toute communication adressée conformément au paragraphe 3 (b). Il fait savoir ultérieurement à toutes les Parties Contractantes et autres Etats signataires si la ou les Parties Contractantes qui ont adressé une telle communication élèvent une objection contre l'amendement recommandé ou l'acceptent.

9. Tout Etat qui ratifie la présente Convention ou y adhère est réputé avoir accepté les amendements entrés en vigueur à la date du dépôt de son instrument de ratification ou d'adhésion.

#### Article 16

1. Tout Etat peut, soit au moment de la signature sans réserve de ratification, de la ratification ou de l'adhésion, soit ultérieurement, notifier au Secrétaire Général du Conseil que la présente Convention s'étend à l'ensemble ou à certains des territoires dont les relations internationales sont placées sous sa responsabilité. Cette notification prend effet trois mois après la date à laquelle le Secrétaire Général la reçoit. Toutefois, la Convention ne peut devenir applicable aux territoires désignés dans la notification avant qu'elle ne soit entrée en vigueur à l'égard de l'Etat intéressé.

2. Tout Etat ayant, en application du paragraphe 1 du présent article, notifié que la présente Convention s'étend à un territoire dont les relations internationales sont placées sous sa responsabilité, peut notifier au Secrétaire Général du Conseil, conformément aux dispositions de l'article 14 de la présente Convention, que ce territoire cessera d'appliquer la Convention.

#### Article 17

1. Tout Etat peut déclarer, au moment où il signe la présente Convention, la ratifie ou y adhère, ou bien, après être devenu Partie Contractante à la Convention, notifier au Secrétaire Général du Conseil qu'il ne se considère pas lié par les dispositions de l'article 5. Cette notification prend effet trois mois après la date à laquelle le Secrétaire Général la reçoit.

2. Toute Partie Contractante qui a formulé une réserve conformément au paragraphe 1 du présent article peut, à tout moment, lever cette réserve par une notification adressée au Secrétaire Général du Conseil.

3. Aucune autre réserve à la présente Convention n'est admise.

#### Article 18

Le Secrétaire Général du Conseil notifie à toutes les Parties Contractantes ainsi qu'aux autres Etats signataires, au Secrétaire Général des Nations-Unies et au Directeur Général du Bureau International du Travail;

(a) les signatures, ratifications et adhésions visées à l'article 12 de la présente Convention;

(b) la date à laquelle la présente Convention entre en vigueur conformément à l'article 13;

(c) les dénonciations reçues conformément à l'article 14;

(d) les amendements réputés acceptés conformément à l'article 15 ainsi que la date de leur entrée en vigueur;



- (e) les notifications reçues conformément à l'article 16;
- (f) les déclarations et notifications reçues conformément à l'article 17, ainsi que la date à laquelle les réserves prennent effet ou celle à compter de laquelle elles sont levées.

#### Article 19

Conformément à l'article 102 de la Charte des Nations-Unies, la présente Convention sera enregistrée au Secrétariat des Nations-Unies à la requête du Secrétaire Général du Conseil.

En foi de quoi les soussignés à ce dûment autorisés ont signé la présente Convention.

Fait à Bruxelles, le premier décembre mil neuf cent soixante-quatre, en langues française et anglaise, les deux textes faisant également foi, en un seul exemplaire, qui sera déposé auprès du Secrétaire Général du Conseil, qui en transmettra des copies certifiées conformes à tous les Etats visés au paragraphe 1 de l'article 12 de la présente Convention.

Pour l'Afrique du Sud (Rép. d'):

Frédéric S. Steyn  
27 septembre 1965

Pour l'Allemagne (Rép. Féd. d'A):

Sous réserve de ratification  
Hubert Siegfried  
Dr Karl Zepf  
2 juin 1965

Pour l'Australie:

Sous réserve de ratification  
Ralph L. Harry  
28 septembre 1965

Pour la Côte d'Ivoire:

Sous réserve de ratification  
Koffi Aoussou  
11 juin 1965

Pour le Danemark:

Sous réserve de ratification  
Comte Eggert A. Knuth  
31 août 1965

Pour l'Espagne:

Sous réserve de ratification

Le Gouvernement espagnol déclare qu'il ne se considère pas lié par les dispositions de l'article 5 de la Convention.

José Nunez Iglesias  
27 septembre 1965

Pour le Japon:

Sous réserve de ratification  
Morio Yukawa  
16 septembre 1965

Pour le Liban:

Nagib Sadaka  
31 août 1965

Pour Madagascar:

Sous réserve de ratification:  
Armand Razafindrabe  
12 juillet 1965

Pour le Niger:

Abdon Sidikou  
8 juillet 1965

Pour la Norvège:

Otto Kildal  
10 septembre 1965

Pour la Nouvelle-Zélande:

Le Gouvernement de la Nouvelle-Zélande déclare qu'il ne se considère pas lié par les dispositions de l'article 5 de la Convention.

Le Gouvernement de la Nouvelle-Zélande déclare que les dispositions de la Convention sont étendues aux Iles Cook, Niue et Tokelau dont les relations internationales relèvent de sa responsabilité.

Donald W. Woodward  
3 juin 1965

Pour la Pologne:

Sous réserve de ratification  
Waclaw Klimas  
28 septembre 1965

Pour la Roumanie:

Sous réserve de ratification  
Constantin Popesco  
30 septembre 1965

Pour le Royaume-Uni de Grande-Bretagne et d'Irlande du Nord:

Sous réserve de ratification

Le Gouvernement du Royaume-Uni de Grande-Bretagne et d'Irlande du Nord déclare qu'il ne se considère pas lié par les dispositions de l'article 5 de la Convention.

Sir Roderick Barclay, K.C.M.G., K.C.V.O.  
4 juin 1965

Pour la Suède:

Sous réserve de ratification avec l'assentiment du Riksdag  
Fredrik Bergensträhle  
28 septembre 1965

Pour la Suisse:

Sous réserve de ratification  
André Zuber  
28 septembre 1965

Pour la Tunisie:

Slaheddine El Goulli  
14 juillet 1965

---

## ANNEXE

---

### *Liste non limitative du matériel de bien-être*

(a) Livres et imprimés, tels que:

- Livres de tous genres;
- Cours par correspondance;
- Journaux et publications périodiques;
- Brochures donnant des informations sur les services de bien-être existant dans les ports.

## (b) Matériel audio-visuel, tel que:

Appareils de reproduction du son;  
 Enregistreurs à bandes magnétiques;  
 Postes récepteurs de radiodiffusion, postes récepteurs de télévision;  
 Appareils de projection;  
 Enregistrement sur disques ou sur bandes magnétiques (cours de langues, émissions radiodiffusées, vœux, musique et divertissements);  
 Films impressionnés et développés;  
 Diapositives.

## (c) Articles de sport, tels que:

Vêtements de sport;  
 Ballons et balles;  
 Raquettes et filets;  
 Jeux de pont;  
 Matériel d'athlétisme;  
 Matériel de gymnastique.

## (d) Matériel pour la pratique des jeux ou passe-temps, tel que:

Jeux de société;  
 Instruments de musique;  
 Matériel et accessoires de théâtre d'amateurs;  
 Matériel pour la peinture artistique; la sculpture; le travail du bois, des métaux, etc.; la confection des tapis.

## (e) Objets du culte et vêtements sacerdotaux.

## (f) Parties, pièces détachées et accessoires du matériel de bien-être.

---

*Liste des Etats liés*

Etats:	Date de		Date d'entrée en vigueur
	signature (S)	ratification (R) adhésion (A)	
1. — Afrique du Sud	27. 9.1965 (S)		11.12.1965
2. — Algérie	5. 3.1969 (A)		5. 6.1969
3. — Allemagne (Rép. Féd. d'All.)	11. 7.1969 (R)		11.10.1969(1)
4. — Australie	9. 1.1967 (R)		9. 4.1967
5. — Belgique	20. 6.1966 (A)		20. 9.1966
6. — Danemark	16. 5.1966 (R)		16. 8.1966 (2)
7. — Egypte	20.10.1967 (A)		20. 1.1968
8. — Espagne	7.10.1966 (R)		7. 1.1967 (3)
9. — Finlande	17. 5.1968 (A)		17. 8.1968
10. — France	6. 7.1966 (A)		6.10.1966 (3) (4)
11. — Grèce	18. 1.1971 (A)		18. 4.1971 (3)
12. — Iran	21. 1.1970 (A)		21. 4.1970
13. — Irlande	27. 2.1967 (A)		27. 5.1967 (3)
14. — Israel	13. 9.1971 (A)		13.12.1971
15. — Italie	26. 3.1968 (A)		26. 6.1968 (3)
16. — Japon	15. 6.1968 (R)		15. 9.1968
17. — Kenia	6. 3.1967 (A)		6. 6.1967 (3)
18. — Liban	31. 8.1965 (S)		11.12.1965

19. — Madagascar (Rép. Malgache)	30. 9.1966 (R)	30.12.1966
20. — Malte	1. 7.1966 (A)	1.10.1966
21. — Niger	28. 7.1965 (S)	11.12.1965
22. — Norvège	10. 9.1965 (S)	11.12.1965
23. — Nouvelle-Zélande	3. 6.1965 (S)	11.12.1965 (3) (5)
24. — Ouganda	19. 6.1967 (A)	19. 9.1967 (3)
25. — Pakistan	27. 9.1966 (A)	27.12.1966
26. — Pays-Bas	9.11.1966 (A)	9. 2.1967 (6)
27. — Portugal	10.11.1967 (A)	10. 2.1968 (3)
28. — Roumanie	7. 3.1967 (R)	7. 6.1967
29. — Royaume-Uni de Grande-Bretagne et de l'Irlande du Nord	25. 5.1966 (R)	25. 8.1966(3) (4) (7)
30. — Sierra Leone	7. 9.1966 (A)	7.12.1966
31. — Suède	15. 2.1966 (R)	15. 5.1966
32. — Suisse	22. 8.1968 (R)	22.11.1968
33. — Tunisie	14. 7.1965 (S)	11.12.1965
34. — Yougoslavie	15. 4.1966 (A)	15. 7.1966

(1) Application également au Land Berlin.

(2) Le Groenland doit être considéré comme territoire auquel la Convention ne pourra s'appliquer qu'après notification expresse; étendu aux Iles Féroé à la date du 2 novembre 1967.

(3) Conformément à l'article 17 de la Convention, ne se considèrent pas liés par les dispositions de l'article 5 de la Convention.

(4) Etendu au Condominium des Nouvelles-Hébrides avec effet au 5 mars 1970 et sous les réserves de l'article 5 de la Convention.

(5) Etendu à la même date aux Iles de l'Archipel de Cook, aux Iles Niue et Tokelau.

(6) Etendu à la même date au Surinam et aux Antilles néerlandaises.

(7) Etendu à la même date et sous la même réserve à Jersey, à l'Île de Man et au Bailliage de Guernesey; étendu sous la même réserve avec effet au 26.11.1966, aux territoires des Iles Salomon britanniques, Dominique, Gibraltar, de Montserrat et des Seychelles; étendu sans réserve avec effet au 26.11.1966, aux territoires des Iles Caïman, Gilbert et Ellice; étendu sous la même réserve avec effet au 1.3.1968, aux territoires de Sainte-Lucie, des Iles Vierges britanniques, de Sainte-Hélène et de Saint-Vincent; étendu sans réserve, avec effet au 1.3.1968, au territoire du Honduras britannique.

**Règlement grand-ducal du 29 octobre 1974 portant modification des règlements grand-ducaux du 10 août 1972 concernant les conditions de recrutement, de formation et d'avancement des sous-officiers de carrière de l'Armée proprement dite, des sous-officiers et gendarmes et des sous-officiers et agents de police.**

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand Duc de Luxembourg, Duc de Nassau,

Vu les articles 19(4), 63 et 75 de la loi du 23 juillet 1952 concernant l'organisation militaire, telle que cette loi a été modifiée dans la suite;

Vu les règlements grand-ducaux du 10 août 1972 concernant les conditions de recrutement, de formation et d'avancement des sous-officiers de carrière de l'Armée proprement dite, des sous-officiers et des gendarmes et des sous-officiers et agents de police;

Vu l'article 27 de la loi du 8 février 1961 portant organisation du Conseil d'Etat et considérant qu'il y a urgence;

Sur le rapport de Notre Ministre de la Force publique et de la Fonction publique et après délibération du Gouvernement en Conseil;

Arrêtons:

**Art. 1<sup>er</sup>.** L'article 9 du règlement grand-ducal du 10 août 1972 concernant les conditions de recrutement, de formation et d'avancement des sous-officiers de carrière de l'armée proprement dite et

l'article 8 des règlements grand-ducaux du 10 août 1972 concernant les conditions de recrutement, d'instruction et d'avancement des sous-officiers et gendarmes et des sous-officiers et agents de police sont complétés par la disposition ci-après qui en formera l'alinéa final:

« Il leur est délivré un certificat de fin d'études par le Ministre de la Force publique ».

**Art. 2.** Notre Ministre de la Force publique est chargé de l'exécution du présent règlement qui sera publié au Mémorial.

Palais de Luxembourg, le 29 octobre 1974.

Jean

*Le Ministre de la Force publique  
et de la Fonction publique,*  
**Emile Krieps**

### **Règlement grand-ducal du 5 novembre 1974 portant désignation de six emplois à attributions particulières de la carrière moyenne du rédacteur à l'administration de l'enregistrement et des domaines.**

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau;

Vu l'article 20 de la loi du 20 mars 1970 portant réorganisation de l'administration de l'enregistrement et des domaines;

Vu l'article 27 de la loi du 8 février 1961 portant organisation du Conseil d'Etat et considérant qu'il y a urgence;

Sur le rapport de Notre Ministre des Finances et après délibération du Gouvernement en Conseil;

Arrêtons:

**Art. 1<sup>er</sup>.** Sont désignés comme emplois à attributions particulières dont les titulaires peuvent avancer hors cadre et par dépassement des effectifs prévus par l'article 3 (1) b) de la loi du 20 mars 1970 portant réorganisation de l'administration de l'enregistrement et des domaines:

- l'emploi de receveur principal chargé du bureau des successions et de la taxe d'abonnement à Luxembourg, visé à l'article 2 (3) a) du règlement grand-ducal du 6 janvier 1972 fixant l'organisation des services d'exécution de l'administration de l'enregistrement et des domaines;
- l'emploi d'inspecteur-préposé du bureau de la recette centrale à Luxembourg, visé à l'article 2 (3) a) dudit règlement grand-ducal du 6 janvier 1972;
- l'emploi d'inspecteur attaché à la division « Taxe sur la valeur ajoutée — Impôt sur les assurances » et visé à l'article 5 du règlement grand-ducal du 17 mai 1974 déterminant l'organisation de la direction de l'administration de l'enregistrement et des domaines et les attributions de son personnel;
- l'emploi d'inspecteur attaché à la division « Taxe sur la valeur ajoutée — Impôt sur les assurances » et visé à l'article 7 dudit règlement grand-ducal du 17 mai 1974;
- l'emploi d'inspecteur attaché à la division « Taxe sur la valeur ajoutée — Impôt sur les assurances » et visé à l'article 8 dudit règlement grand-ducal du 17 mai 1974;
- l'emploi d'inspecteur attaché à la division « Domaine de l'Etat » et visé à l'article 10 dudit règlement grand-ducal du 17 mai 1974.

**Art. 2.** Est abrogé le règlement grand-ducal du 12 juillet 1972 portant désignation de six emplois à attributions particulières de la carrière moyenne du rédacteur à l'administration de l'enregistrement et des domaines.

**Art. 3.** Notre Ministre des Finances est chargé de l'exécution du présent règlement, qui entrera en vigueur le jour de sa publication au Mémorial.

Palais de Luxembourg, le 5 novembre 1974  
**Jean**

*Le Ministre des Finances*

**Raymond Vouel**

**Règlement ministériel du 6 novembre 1974 portant fixation de la valeur moyenne des rémunérations en nature en matière de sécurité sociale.**

*Le Ministre du Travail et de la Sécurité sociale, de la Famille, du Logement social et de la Solidarité sociale,*

Vu les articles 7 et 173 du code des assurances sociales et l'article 24 de l'arrêté grand-ducal du 11 juin 1926 concernant le règlement général d'exécution sur l'assurance accidents obligatoire;

Vu l'article 99 de la loi du 29 août 1951 ayant pour objet la réforme de l'assurance pension des employés privés;

Vu l'article 35 de la loi du 29 avril 1964 concernant les prestations familiales;

Arrête:

**Art. 1<sup>er</sup>.** A partir du 1<sup>er</sup> janvier 1975 la valeur moyenne des rémunérations en nature dont l'énumération suit, est fixée aux taux suivants, tant pour les travailleurs masculins que pour les travailleurs féminins:

a) entretien complet:  
deux mille deux cent cinquante francs par mois ou soixante-quinze francs par journée;

b) pension complète:  
mille neuf cent quatre-vingts francs par mois ou soixante-six francs par journée;

c) pension partielle:  
mille cinquante francs par mois ou trente-cinq francs par journée.

La pension partielle consiste dans la prestation d'un seul repas principal; la simple prestation d'une collation n'est pas prise en considération.

d) logement:  
trois cent cinq francs par mois et par chambre pour toutes les localités du pays;

e) au cas où les prestations en nature sont accordées aux membres de la famille du salarié les taux sont réduits:

- 1) pour le conjoint à quatre-vingts pour cent;
- 2) pour chaque enfant de moins de six ans à trente pour cent;
- 3) pour chaque enfant âgé de six ans au moins à quarante pour cent.

**Art. 2.** Les taux prévus à l'article qui précède sont réduits à soixante-dix pour cent en ce qui concerne les travailleurs agricoles.

**Art. 3.** Le présent règlement sera publié au Mémorial.

Luxembourg, le 6 novembre 1974.

*Le Ministre du Travail et de la Sécurité sociale,  
de la Famille, du Logement social et de la Solidarité sociale,*

**Benny Berg**

**Règlement grand-ducal du 11 novembre 1974 modifiant l'arrêté grand-ducal modifié du 27 février 1931 portant règlement d'exécution de la loi du 16 juin 1930 concernant la réorganisation du crédit foncier de l'Etat.**

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau;  
Vu l'article 1<sup>er</sup> de la loi du 21 février 1856 concernant l'établissement d'une Caisse d'Épargne et l'article 54, N° 1, de la loi du 16 juin 1930 portant réorganisation du crédit foncier de l'Etat;  
Vu l'article 27 de la loi du 8 février 1961 portant organisation du Conseil d'Etat et considérant qu'il y a urgence;  
Sur le rapport de Notre Ministre des Finances et après délibération du Gouvernement en conseil;

Arrêtons:

**Art. 1<sup>er</sup>.** L'article 22 de l'arrêté grand-ducal du 27 février 1931 portant règlement d'exécution de la loi du 16 juin 1930 concernant la réorganisation du crédit foncier de l'Etat, tel qu'il a été modifié dans la suite est remplacé par les dispositions suivantes:

« Sur la proposition de la direction, le Gouvernement pourra nommer en dehors du personnel prévu par les cadres ci-dessus, des personnes ayant des connaissances spéciales en matière d'hypothèque, de procédure judiciaire, d'actuariat, de comptabilité, de sciences commerciales, économiques et financières, de mécanique et d'informatique; ces personnes auront le caractère de fonctionnaires et auront droit à la pension. Quant aux traitements, ces personnes sont classées, par assimilation, dans un des grades 1 à 17 figurant à la rubrique I. Administration générale aux annexes A et D de la loi modifiée du 22 juin 1963 fixant le régime des traitements des fonctionnaires de l'Etat. »

**Art. 2.** Notre Ministre des Finances est chargé de l'exécution du présent règlement qui sera publié au Mémorial.

Palais de Luxembourg, le 11 novembre 1974  
**Jean**

*Le Ministre des Finances,*  
**Raymond Vouel**

**Loi du 11 novembre 1974 portant abrogation de l'article 298 du code civil.**

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau,  
Notre Conseil d'Etat entendu;  
De l'assentiment de la Chambre des Députés;  
Vu la décision de la Chambre des Députés du 16 octobre 1974 et celle du Conseil d'Etat du 22 octobre 1974 portant qu'il n'y a pas lieu à second vote;

Avons ordonné et ordonnons:

**Article unique.** L'article 298 du code civil est abrogé.

Mandons et ordonnons que la présente loi soit insérée au Mémorial pour être exécutée et observée par tous ceux que la chose concerne.

Palais de Luxembourg, le 11 novembre 1974  
**Jean**

*Le Ministre de la Justice*  
**Robert Krieps**

**Loi du 11 novembre 1974 portant abrogation des articles 387 à 390 du code pénal et modifiant l'intitulé du chapitre VIII du titre VII, livre II, du code pénal.**

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau,  
Notre Conseil d'Etat entendu;  
De l'assentiment de la Chambre des Députés;  
Vu la décision de la Chambre des Députés du 16 octobre 1974 et celle du Conseil d'Etat du 22 octobre 1974 portant qu'il n'y a pas lieu à second vote;

Avons ordonné et ordonnons:

**Article unique.** Les articles 387 à 390 du Code pénal sont abrogés. L'intitulé du chapitre VIII du titre VII du livre II du Code pénal aura la teneur suivante:

Chapitre VIII. — **De la bigamie.**

Mandons et ordonnons que la présente loi soit insérée au Mémorial pour être exécutée et observée par tous ceux que la chose concerne.

Palais de Luxembourg, le 11 novembre 1974

Le Ministre de la Justice,

**Robert Krieps**

**Jean**

Doc. parl. n° 1771 sess. ord. 1973-1974; n° 1809 sess. ord. 1973-1974 et 1974-1965

**Convention de droit international privé, signée à La Haye le 12 juin 1902 et concernant les conflits de lois et de juridictions en matière de divorce et de séparation de corps, — Dénonciation par le Luxembourg.**

(Mémorial 1904, p. 557 et ss.)

Le 14 août 1974 le Luxembourg a dénoncé la Convention désignée ci-dessus, en conformité de son article 13.

La dénonciation produira ses effets à l'égard du Luxembourg, le 1<sup>er</sup> juin 1979.

A l'heure actuelle la Convention lie encore les Etats suivants:

Etats	Signature	Ratification	Entrée en vigueur
Italie	12 juin 1902	17 juillet 1905	15 septembre 1905
Portugal	12 juin 1902	2 mars 1907	1 <sup>er</sup> mai 1907
Roumanie	12 juin 1902	1 <sup>er</sup> juin 1904	30 juillet 1904

**Convention de Vienne sur les relations consulaires, faite à Vienne, le 24 avril 1963. — Adhésion des Tonga.**

(Mémorial 1971, A, p. 2123 et ss.)

Mémorial 1972, A, pp. 1072, 1153, 1389, 1466

Mémorial 1973, A, pp. 402, 416, 438, 704, 961, 1356, 1422

Mémorial 1974, A, pp. 791, 1279, 1324, 1555.)

Il résulte d'une notification du Secrétaire Général de l'Organisation des Nations Unies qu'en date du 7 janvier 1972 les Tonga ont adhéré à la Convention désignée ci-dessus.

Conformément au paragraphe 2 de son article 77, la Convention est entrée en vigueur à l'égard des Tonga le 6 février 1972.