

ENTSCHEIDUNG DER KOMMISSION

vom 8. März 1995

über TVB-Grenzwerte für bestimmte Kategorien von Fischereierzeugnissen und die anzuwendenden Analysemethoden

(95/149/EG)

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN
GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen
Gemeinschaft,

gestützt auf die Richtlinie 91/493/EWG des Rates vom
22. Juli 1991 zur Festlegung von Hygienevorschriften für
die Erzeugung und Vermarktung von Fischereierzeug-
nissen⁽¹⁾, geändert durch die Akte über den Beitritt
Österreichs, Finnlands und Schwedens, insbesondere auf
Kapitel V, Teil II Nummer 3 des Anhangs,

in Erwägung nachstehender Gründe :

Um zu verhindern, daß für den menschlichen Verzehr
ungeeignete Fischereierzeugnisse auf den Markt gelangen,
sind bei den Kontrollen gemäß der Richtlinie
91/493/EWG auch bestimmte chemische Kontrollen zur
Überprüfung des TVB-Gehalts (flüchtiger Basenstickstoff)
vorgesehen.

Es sind die für bestimmte Tierkategorien einzuhaltenden
TVB-Werte sowie die anzuwendenden Analysemethoden
festzulegen.

Die für die Kontrolle des TVB-Gehalts wissenschaftlich
anerkannten Analysemethoden müssen weiterhin als
Routineverfahren eingesetzt werden können. Es ist jedoch
angebracht, eine Referenzmethode festzulegen, die in
Zweifels- und Streitfällen angewendet werden kann.

Die in dieser Entscheidung vorgesehenen Maßnahmen
entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Veterinär-
ausschusses —

HAT FOLGENDE ENTSCHEIDUNG ERLASSEN :

Artikel 1

Unverarbeitete Fischereierzeugnisse, die den in Anhang I
aufgeführten Tierkategorien zuzuordnen sind, gelten als
ungeeignet für den menschlichen Verzehr, wenn die orga-
noleptischen Prüfungen Zweifel an ihrer Frische
aufkommen lassen und die chemische Kontrolle ergibt,
daß folgende TVB-Grenzwerte (flüchtiger Basenstickstoff)
überschritten sind :

1. 25 Milligramm Stickstoff/100 Gramm Fleisch der in
Teil A des Anhangs aufgeführten Arten ;

2. 30 Milligramm Stickstoff/100 Gramm Fleisch der in
Teil B des Anhangs aufgeführten Arten ;
3. 35 Milligramm Stickstoff/100 Gramm Fleisch der in
Teil C des Anhangs aufgeführten Arten.

Artikel 2

- (1) Als Referenzmethode für die Kontrolle des TVB-N-
Grenzwerts gilt die in Anhang II beschriebene Destilla-
tion eines mit Perchlorsäure denaturierten Extrakts.
- (2) Die in Absatz 1 genannte Destillation wird in
einem Gerät durchgeführt, das dem in Anhang III darge-
stellten Prinzip entspricht.
- (3) Der TVB-Grenzwert kann nach folgenden Routine-
verfahren kontrolliert werden :
 - Mikrodifffusion nach Conway und Byrne (1933) ;
 - einfache Destillation nach Antonacopoulos (1968) ;
 - Destillation eines mit Trichloressigsäure denaturierten
Extrakts (Ausschuß des Codex Alimentarius für Fische
und Fischereierzeugnisse, 1968).
- (4) Die Probenahme umfaßt rund einhundert Gramm
Fleisch, das an mindestens drei verschiedenen Stellen des
Probeobjektes entnommen und durch Zerkleinern
gemischt wird.

Artikel 3

Die Mitgliedstaaten empfehlen den amtlichen Laborato-
rien, die in Artikel 2 Nummer 1 genannte Referenzme-
thode als Routineverfahren anzuwenden. In Zweifels-
oder Streitfällen bezüglich der Ergebnisse eines Routine-
verfahrens darf zur Bestätigung der Ergebnisse nur die
Referenzmethode eingesetzt werden.

Artikel 4

Diese Entscheidung ist an alle Mitgliedstaaten gerichtet.

Brüssel, den 8. März 1995

Für die Kommission

Franz FISCHLER

Mitglied der Kommission

⁽¹⁾ ABl. Nr. L 268 vom 24. 9. 1991, S. 15.

ANHANG I

TIERKATEGORIEN, FÜR DIE EIN TVB-GRENZWERT FESTGELEGT WIRD

- A. *Sebastes* sp.
Helicolenus dactylopterus
Sebastichthys capensis
- B. Arten der Familie der PLEURONECTIDEN (mit Ausnahme des Heilbutts: *Hippoglossus* sp.)
- C. *Salmo salar*
Arten der Familie der MERLUCCIIDEN
Arten der Familie der GADIDEN

ANHANG II

BESTIMMUNG DER KONZENTRATION VON FLÜCHTIGEM BASENSTICKSTOFF (TVB-) IN FISCH UND FISCHEREIERZEUGNISSEN: REFERENZMETHODE

1. Zweck und Anwendungsbereich

Bei diesem Verfahren handelt es sich um eine Referenzmethode zur Bestimmung der Konzentration von flüchtigem Basenstickstoff (TVB = Total Volatile Base Nitrogen) in Fisch und Fischereierzeugnissen. Diese Methode ist bei TVB-Konzentrationen von 5 mg/100 g bis mindestens 100 mg/100 g anwendbar.

2. Begriffsbestimmung

TVB-Konzentration bedeutet hier den Stickstoffgehalt des nach dem beschriebenen Verfahren bestimmten flüchtigen Basenstickstoffs. Die Konzentration wird in mg/100 g angegeben.

3. Kurzbeschreibung

Der flüchtige Basenstickstoff wird mit einer Lösung von 0,6 Mol Perschlorsäure aus einer Probe extrahiert. Nach Alkalisierung wird der Extrakt wasserdampfdestilliert und die flüchtigen Basenanteile in einer Säurevorlage absorbiert. Die TVB-Konzentration wird durch Titrierung der absorbierten Basen bestimmt.

4. Reagenzien

Sofern nicht anders angegeben, sind analysenreine Reagenzien zu verwenden. Das Wasser muß entweder destilliert oder demineralisiert sein und die gleiche Reinheit aufweisen. Sofern nichts anderes bestimmt ist, ist unter einer „Lösung“ eine wäßrige Lösung zu verstehen.

4.1. Perschlorsäurelösung = 6 g/100 ml.

4.2. Natriumhydroxydlösung = 20 g/100 ml.

4.3. Salzsäure-Standardlösung 0,05 Mol/l (0,05 Normallösung).

Hinweis: Bei Verwendung eines automatischen Destilliergeräts ist die Titrierung mit einer Salzsäure-Standardlösung von 0,01 Mol/l (0,01 N) durchzuführen.

4.4. Borsäurelösung = 3 g/100 ml.

4.5. Schaumverhüter Silikon.

4.6. Phenolphthaleinlösung = 1 g/100 ml 95prozentiges Ethanol.

4.7. Indikatorlösung (*Tasbiro-Mischindikator*)

2 g Methylrot und 1 g Methylenblau werden in 1 000 ml 95prozentigem Ethanol gelöst.

5. Geräte und Zubehör

5.1. *Fleischbackmaschine* zur Herstellung einer ausreichend homogenen Fischprobe.

5.2. *Hochgeschwindigkeitsmischer* mit Drehzahlen von 8 000 min⁻¹ bis 45 000 min⁻¹.

5.3. *Faltenfilter*, 150 mm Durchmesser, Schnellfilterung.

5.4. 5-ml-Bürette, 0,01-ml-Graduierung.

5.5. Gerät für die Wasserdampfdestillation

Das Gerät muß für die Regelung unterschiedlicher Dampfmengen ausgelegt sein und über eine bestimmte Zeit konstante Dampfmengen erzeugen können. Es muß gewährleistet sein, daß die bei Zugabe der alkalisierenden Substanzen freiwerdenden Basen nicht entweichen können.

6. Durchführung

Achtung: Beim Arbeiten mit der extrem korrosiven Perchlorsäure müssen entsprechende Vorsichtsmaßnahmen getroffen werden.

Die Proben sollten, sofern möglich, unmittelbar nach ihrem Eintreffen gemäß Nummer 6.1 zubereitet werden.

6.1. Zubereitung der Probe

Die zu untersuchende Probe wird in einer Fleischhackmaschine (5.1) sorgfältig zerkleinert. Es werden genau 10 g ($\pm 0,1$ g) der zerkleinerten Probe in einen geeigneten Behälter eingewogen, mit 90,0 ml der Perchlorsäurelösung (4.1) versetzt, 2 Minuten mit dem Mischer (5.2) gemischt und gefiltert.

Der so gewonnene Extrakt kann mindestens 7 Tage lang bei Temperaturen zwischen rund 2 °C und 6 °C aufbewahrt werden.

6.2. Wasserdampfdestillation

Es werden 50,0 ml des nach Nummer 6.1 gewonnenen Extrakts in das Dampfdestilliergerät (5.5) gegeben. Damit später überprüft werden kann, ob der Extrakt ausreichend alkalisiert ist, werden einige Tropfen Phenolphthaleinlösung (4.6) hinzugegeben. Nach Zugabe einiger Tropfen Silikon-Schaumverhüter wird der Extrakt mit 6,5 ml Natriumhydroxydlösung (4.2) versetzt und umgehend mit der Wasserdampfdestillation begonnen. Die Wasserdampfdestillation wird so eingestellt, daß innerhalb von 10 Minuten rund 100 ml Destillat entstehen.

Das Abblrohr wird in eine Vorlage mit 100 ml Borsäurelösung (4.4) eingetaucht, der 3 bis 5 Tropfen Indikatorlösung (4.7) zugesetzt wurden. Nach genau 10 Minuten ist die Destillation beendet. Das Abblrohr wird aus der Vorlage entfernt und mit Wasser gespült. Die flüchtigen Basen in der Vorlagelösung werden durch Titrierung mit der Salzsäure-Standardlösung (4.3) bestimmt.

Der Ph-Wert des Endpunkts sollte bei 5,0 ($\pm 0,1$) liegen.

6.3. Titrierung

Die Analysen sind zweimal durchzuführen. Die angewandte Methode wurde korrekt durchgeführt, wenn die Differenz zwischen beiden Analysen nicht mehr als 2 mg/100 g beträgt.

6.4. Blindtest

Es wird ein Blindtest gemäß Nummer 6.2 durchgeführt. Anstelle des Extrakts werden 50,0 ml Perchlorsäurelösung (4.1) verwendet.

7. Berechnung des TVB-Gehalts

Nach Titrierung der Vorlagelösung mit Salzsäurelösung (4.3) wird die TVB-Konzentration anhand folgender Gleichung berechnet:

$$\text{TVB (in mg/100 g Probe)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

V_1 = Volumen von 0,01 Mol Salzsäurelösung (in ml) für die Probe

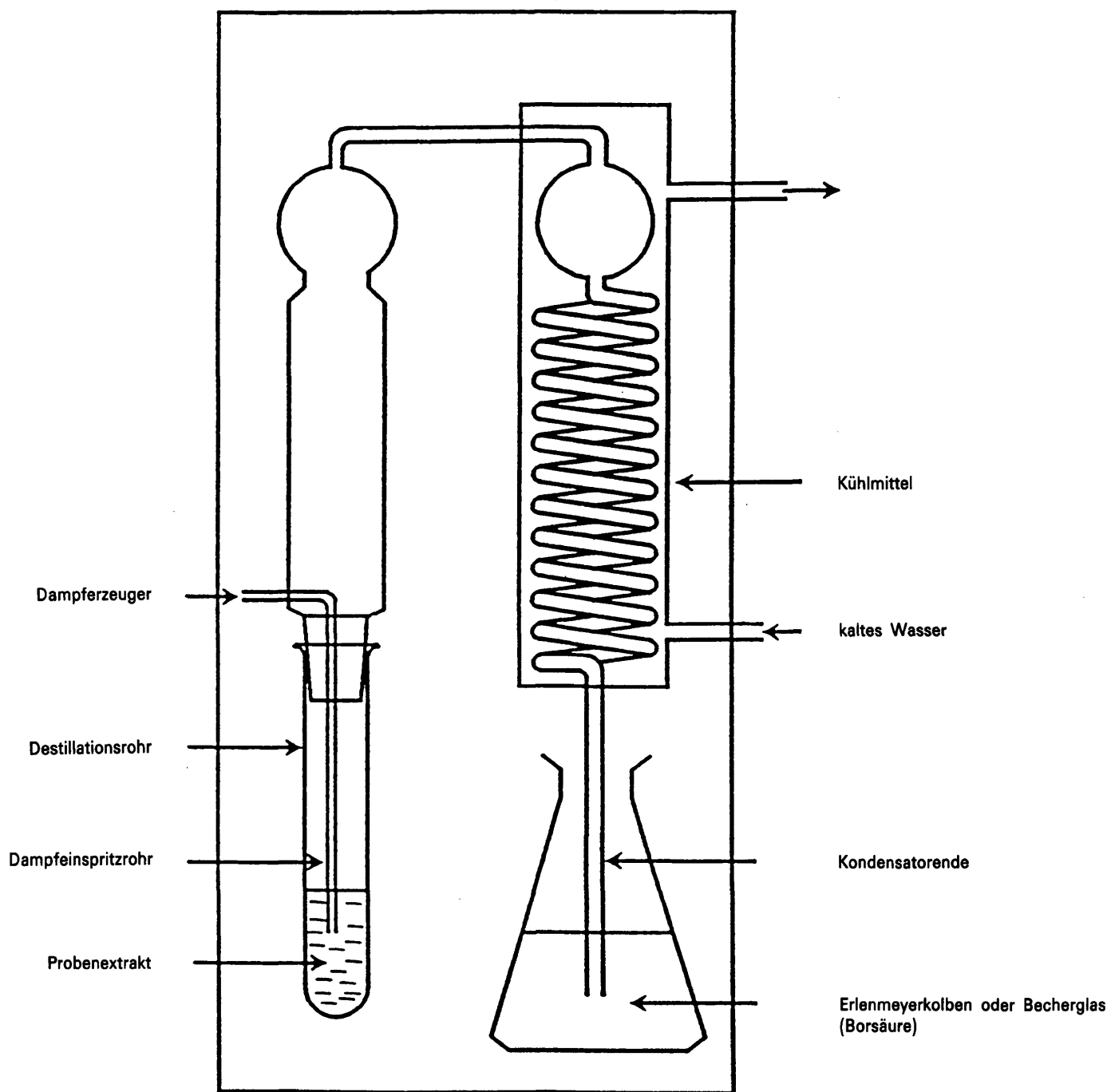
V_0 = Volumen von 0,01 Mol Salzsäurelösung (in ml) für die Blindprobe

M = Gewicht der Probe in Gramm.

Anmerkungen

- Die Analysen sind zweimal durchzuführen. Die angewandte Methode ist zuverlässig, wenn die Differenz zwischen beiden Analysen nicht mehr als 2 mg/100 g beträgt.
- Die Geräte werden durch Destillieren einer NH_4Cl -Lösungsmenge überprüft, die 50 mg TVB/100 g entspricht.
- Standardabweichung der Wiederholbarkeit: $S_r = 1,20$ mg/100 g
Standardabweichung der Wiederholbarkeit: $S_r = 2,50$ mg/100 g

ANHANG III

**Wasserdampfdestillation**