

31995D0149

L 97/84

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ

29.4.1995

ROZHODNUTÍ KOMISE

ze dne 8. března 1995,

o mezních hodnotách celkového těkavého zásaditého dusíku (TVB-N) pro určité skupiny produktů rybolovu a o použitelných metodách analýzy

(95/149/EHS)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

Článek 2

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

s ohledem na směrnici Rady 91/493/EHS ze dne 22. července 1991 o hygienických předpisech pro produkci a uvádění produktů rybolovu na trh⁽¹⁾, a zejména na kapitolu V část II bod 3 přílohy uvedené směrnice,

vzhledem k tomu, že kontroly stanovené ve směrnici 91/493/EHS za účelem předcházení uvádění produktů rybolovu nevhodných pro lidskou spotřebu na trh mohou zahrnovat určité chemické kontroly včetně kontroly celkového těkavého zásaditého dusíku (dále jen „TVB-N“);

vzhledem k tomu, že je nutné stanovit hodnoty TVB-N, které nesmějí být pro určité skupiny druhů překročeny, a určit použitelné metody analýzy;

vzhledem k tomu, že metody analýzy vědecky uznávané pro kontrolu TVB-N musí být možné nadále běžně používat, ale je vhodné určit referenční metodu, kterou lze použít v případech pochybností o výsledcích nebo v případě sporu;

vzhledem k tomu, že opatření tohoto rozhodnutí jsou v souladu se stanoviskem Stálého veterinárního výboru,

PŘIJALA TOTO ROZHODNUTÍ:

Článek 1

Nezpracované produkty rybolovu ze skupin druhů uvedených v příloze I se považují za nevhodné pro lidskou spotřebu, pokud organoleptické hodnocení vyvolá pochybnosti o jejich čerstvosti a chemická kontrola zjistí překročení těchto hodnot TVB-N:

1. 25 miligramů dusíku/100 gramů masa pro druhy podle bodu A přílohy I;
2. 30 miligramů dusíku/100 gramů masa pro druhy podle bodu B přílohy I;
3. 35 miligramů dusíku/100 gramů masa pro druhy podle bodu C přílohy I.

1. Referenční metoda použitelná pro kontrolu hodnot TVB-N je metoda destilace extraktu denaturovaného kyselinou chloristou podle přílohy II.

2. Destilace podle odstavce 1 se musí provést za použití přístroje, který odpovídá obrázku v příloze III.

3. Běžné metody použitelné ke kontrole hodnot TVB-N jsou tyto.

— mikrodifusní metoda popsaná Conwayem a Byrnem (1933),

— metoda přímé destilace popsaná Antonacopoulosem (1968),

— destilace extraktu denaturovaného kyselinou trichloroctovou (Výbor *Codex Alimentarius* pro ryby a produkty rybolovu, 1968).

4. Vzorek musí sestávat přibližně ze sta gramů masa odebraného nejméně ze tří různých míst a smíchaného semletím.

Článek 3

Členské státy doporučí úředním laboratorům běžné použití referenční metody podle čl. 2 odst. 1. V případě pochybností nebo v případě sporu o výsledky analýzy provedené jednou z běžných metod lze k ověření výsledků použít pouze referenční metodu.

Článek 4

Toto rozhodnutí je určeno členským státům.

V Bruselu dne 8. března 1995

Za Komisi
Franz FISCHLER
člen Komise

(¹) Úř. věst. L 268, 24.9.1991, s. 15.

PŘÍLOHA I

SKUPINY DRUHŮ, PRO KTERÉ JE STANOVENA MEZNÍ HODNOTA TVB-N

- A. *Sebastes* spp.
Helicolenus dactylopterus
Sebastichus capensis
- B. Druhy čeledi *Pleuronectidae* (s výjimkou halibuta: *Hippoglossus* spp.)
- C. *Salmo salar*
Druhy čeledi *Merlucciidae*
Druhy čeledi *Gadidae*

PŘÍLOHA II

STANOVENÍ KONCENTRACE TĚKAVÝCH DUSÍKATÝCH ZÁSAD (TVB-N) U RYB A PRODUKTŮ RYBOLOVU: REFERENČNÍ POSTUP

1. Účel a oblast působnosti

Tato metoda popisuje referenční postup pro zjištění koncentrace těkavých dusíkatých zásad (Total-volatile-Base-N: TVB-N) v rybách a produktech rybolovu. Tento postup lze uplatnit na koncentrace TVB-N od 5 mg/100 g do přinejmenším 100 mg/100 g.

2. Definice

Koncentrací TVB-N se rozumí obsah dusíku těkavých dusíkatých zásad určený popsáním postupem. Koncentrace se vyjadřuje v mg/100 g.

3. Stručný popis

Těkavé dusíkaté zásady se extrahují ze vzorku roztokem 0,6 M kyseliny chloristé. Po alkalizaci je extrakt podroben parní destilaci a těkavé zásadité složky se jímají kyselým jímáčem. Koncentrace TVB-N se stanoví titrací najímané zásady.

4. Chemikálie

Není-li stanoveno jinak, použijí se chemické látky na úrovni činidel. Použitá voda musí být buď destilovaná nebo demineralizovaná nebo přinejmenším téže čistoty. Není-li stanoveno jinak, rozumí se „roztokem“ vodný roztok.

4.1 Roztok kyseliny chloristé = 6 g/100 ml.

4.2 Roztok hydroxidu sodného = 20 g/100 ml.

4.3 Standardní roztok kyseliny chlorovodíkové 0,05 mol/l (0,05 N).

Poznámka: Při použití automatického destilačního zařízení se musí titrace provádět standardním roztokem kyseliny chlorovodíkové 0,01 mol/l (0,01 N).

4.4 Roztok kyseliny borité = 3 g/100 ml.

4.5 Silikonové činidlo zabraňující pění.

4.6 Fenolftaleinový roztok = 1 g/100 ml 95 % ethanolu.

4.7 Indikační roztok (smíšený indikátor *Tashiro*)

2 g methyl-červeně a 1 g methylen-modři se rozpustí v 1 000 ml 95 % ethanolu.

5. Přístroje a příslušenství

5.1 Mlýnek na maso k přípravě dostatečně homogenního mletého masa.

5.2 Vysokorychlostní míšič s otáčkami mezi 8 000/min a 45 000/min.

5.3 Rýhovaný filtr o průměru 150 mm, rychle filtrující.

5.4 Pipeta 5 ml dělená po 0,01 ml.

5.5 Přístroj pro destilaci parou

Přístroj musí být schopen regulovat různá množství páry a produkovat stálé množství páry po danou dobu. Musí zajišťovat nemožnost úniku volných zásad vznikajících při přidávání alkalizujících látek.

6. Provedení

Upozornění: při práci s kyselinou chloristou, která je silně žíravá, se musí pracovat opatrně a musí být přijata preventivní opatření.

Vzorky mají být, pokud možno, připraveny podle bodu 6.1 co nejdříve po jejich doručení.

6.1. Příprava vzorku

Vzorek k analýze se pečlivě umele na masovém stroju podle bodu 5.1. Přesně 10 g $\pm$ 0,1 g mletého vzorku se zváží ve vhodné nádobce, smísí s 90,0 ml roztoku kyseliny chloristé podle bodu 4.1, homogenizuje dvě minuty v mísiči podle bodu 5.2. a pak filtruje.

Takto získaný extrakt lze uchovávat alespon sedm dní při teplotě přibližně 2 °C - 6 °C.

6.2. Destilace parou

50,0 ml extraktu získaného podle bodu 6.1 se vloží do přístroje pro destilaci parou podle bodu 5.5. Pro pozdější kontrolu dostatečné alkalizace extraktu se přidá několik kapek fenolftaleinu podle bodu 4.6. Po přidání několika kapek silikonového čidla proti pění se k extraktu přidá 6,5 ml roztoku hydroxidu sodného podle bodu 4.2 a okamžitě se zahájí destilace parou.

Destilace parou se řídí tak, aby bylo za 10 minut vytvořeno asi 100 ml destilátu. Destilační výtoková trubice je ponořena do jímače se 100 ml roztoku kyseliny borité podle bodu 4.4, kam se přidají tři až pět kapek indikačního roztoku podle bodu 4.7. Přesně po deseti minutách se destilace ukončí. Destilační odtoková trubice se odstraní z jímače a omyje vodou. Těkavé zásady obsažené v jímaném roztoku se určí titrací standardním roztokem kyseliny chlorovodíkové podle bodu 4.3.

Hodnota pH konečného bodu má být 5,0 % $\pm$ 0,1.

6.3. Titrace

Vyžaduje se dvojité analýza. Použitá metoda je správná, pokud rozdíl mezi výsledky nepřesahuje 2 mg/100 g.

6.4. Slepý pokus

Slepý pokus se provádí podle bodu 6.2.

Místo extraktu se použije 50,0 ml roztoku kyseliny chloristé podle bodu 4.1.

7. Výpočet TVB-N

Titrací získaného roztoku kyselinou chlorovodíkovou podle bodu 4.3 se koncentrace TVB-N vypočte podle této rovnice:

$$\text{TVB-N (vyjádřeno v mg/100 g vzorku)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

V_1 = objem 0,01 M roztoku kyseliny chlorovodíkové v ml na vzorek;

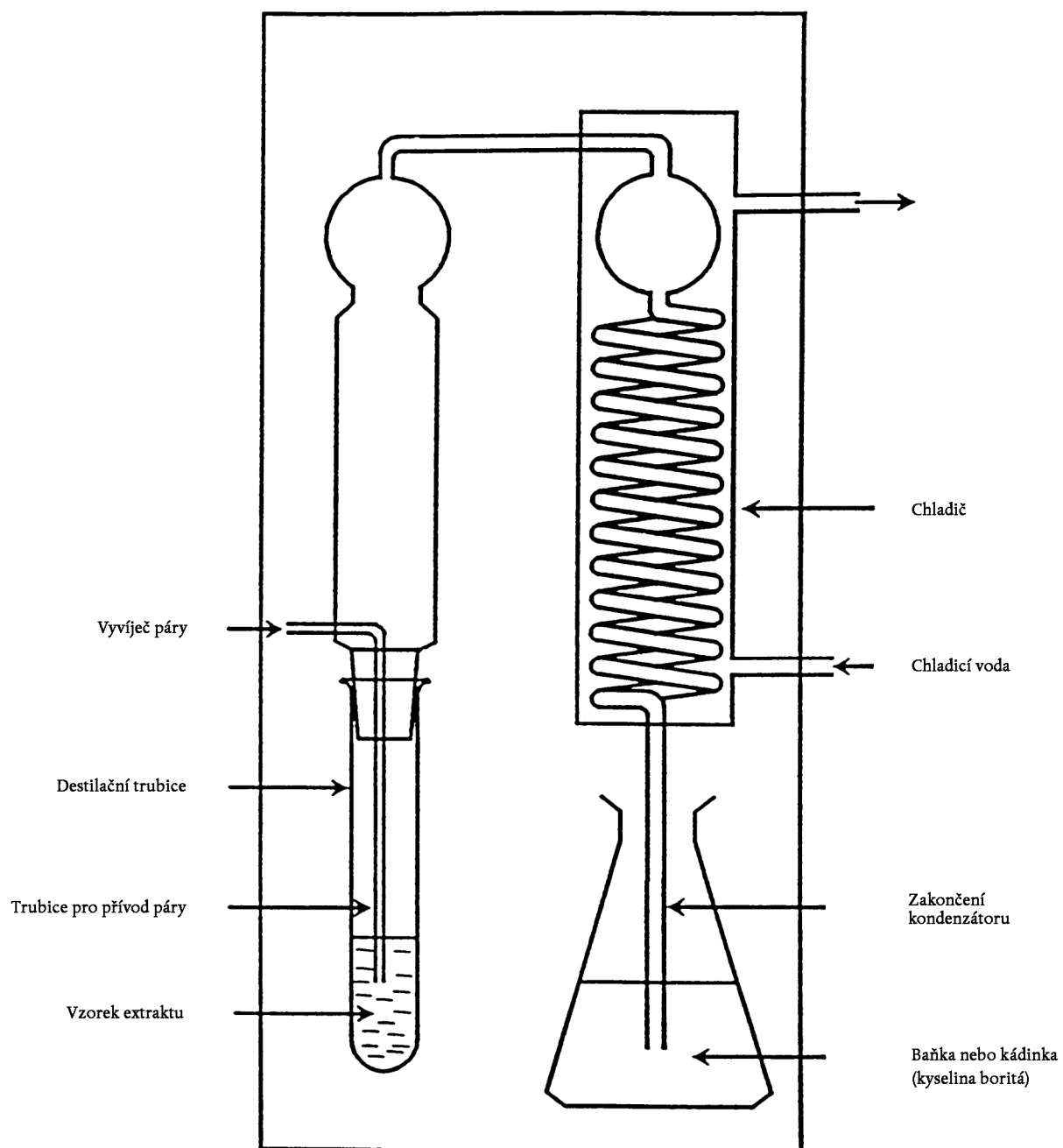
V_0 = objem 0,01 M roztoku kyseliny chlorovodíkové v ml na slepý pokus;

M = hmotnost vzorku v g

Poznámky

1. Vyžaduje se dvojité analýza. Použitá metoda je správná, pokud rozdíl mezi výsledky nepřesahuje 2 mg/100 g.
 2. Kontrola zařízení destilací roztoků NH_4Cl rovnocenný 50 mg TVB/100 g.
 3. Standardní odchylka reprodukovatelnosti $S_1 = 1,20$ mg/100 g.
Standardní odchylka srovnatelnosti $S_g = 2,50$ mg/100 g.
-

PŘÍLOHA III



Destilační přístroj TVB-N