

## KOMMISSIONENS BESLUTNING

af 8. marts 1995

om fastsættelse af grænseværdierne for TVB-N (Total Volatile Basic Nitrogen) for visse kategorier af fiskerivarer samt de analysemetoder, der skal anvendes

(95/149/EF)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv 91/493/EØF af 22. juli 1991 om sundhedsmæssige betingelser for produktion og afsætning af fiskerivarer<sup>(1)</sup>, ændret ved akten vedrørende Østrigs, Finlands og Sveriges tiltrædelse, særlig bilaget, kapitel V, punkt II.3, og

ud fra følgende betragtninger:

Ved de kontrolforanstaltninger, der er fastsat i direktiv 91/493/EØF for at undgå markedsføring af fiskerivarer, der er uegnede til menneskeføde, kan anvendes visse kemiske kontrolforanstaltninger, herunder kontrol af TVB-N (Total Volatile Basic Nitrogen);

det er nødvendigt at fastsætte de niveauer, der skal overholdes med hensyn til TVB-N for visse artskategorier, samt de analysemetoder, der skal anvendes;

det skal være muligt fortsat at anvende videnskabeligt anerkendte analysemetoder til rutinemæssig kontrol af TVB-N, men det er hensigtsmæssigt at fastsætte en referencemetode, som kan anvendes, dersom der er tvivl om resultaterne, eller disse bestrides;

de i denne beslutning fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Den Stående Veterinærkomité —

VEDTAGET FØLGENDE BESLUTNING:

#### Artikel 1

Ikke forarbejdede fiskerivarer af de i bilag I anførte artskategorier anses for uegnede til menneskeføde, når en kemisk kontrol — efter at der ved den organoleptiske bedømmelse er rejst tvivl om deres friskhed — viser, at følgende grænser for TVB-N (Total Volatile Basic Nitrogen) er overskredet:

1) 25 milligram nitrogen pr. 100 gram fiskekød for de i punkt A i bilag I anførte arter

2) 30 milligram nitrogen pr. 100 gram fiskekød for de i punkt B i bilag I anførte arter

3) 35 milligram nitrogen pr. 100 gram fiskekød for de i punkt C i bilag I anførte arter.

#### Artikel 2

1. Som referencemetode ved kontrol af grænsen for TVB-N anvendes destillation af et proteinfrit perchlorsyretrakt som beskrevet i bilag II.

2. Den i stk. 1 omhandlede destillation skal foretages ved hjælp af et apparat, der fungerer som vist på principskitsen i bilag III.

3. Følgende rutinemetoder kan anvendes til at kontrollere grænsen for TVB-N:

— den af Conway og Byrne (1933) beskrevne mikrodiffraktionsmetode

— den af Antonacopoulos (1968) beskrevne metode til direkte destillation

— metode til destillation af et proteinfrit trichloreddikesyretrakt (Codex Alimentariuskomitéen for Fisk og Fiskerivarer (1968)).

4. Til analysen benyttes ca. 100 gram fiskekød, der er udtaget mindst tre forskellige steder i prøven og blandet i en kødhakkemaskine.

#### Artikel 3

Medlemsstaterne anbefaler de officielle laboratorier rutinemæssigt at anvende den referencemetode, der er omhandlet i artikel 2, stk. 1. I tvivlstilfælde, eller hvis resultaterne af en analyse udført efter en af rutinemetoderne bestrides, må alene referencemetoden anvendes til verifikation af resultaterne.

#### Artikel 4

Denne beslutning er rettet til medlemsstaterne.

Udfærdiget i Bruxelles, den 8. marts 1995.

På Kommissionens vegne

Franz FISCHLER

Medlem af Kommissionen

(<sup>1</sup>) EFT nr. L 268 af 24. 9. 1991, s. 15.

## BILAG I

## ARTSKATEGORIER, FOR HVILKE DER ER FASTSAT EN GRÆNSEVÆRDI FOR TVB-N

- A. *Sebastes* sp.  
*Helicolenus dactylopterus*  
*Sebastichthys capensis*
- B. Arter tilhørende familien PLEURONECTIDAE (med undtagelse af helleflynder: *Hippoglossus* sp.)
- C. *Salmo salar*  
Arter tilhørende familien MERLUCCIIDAE  
Arter tilhørende familien GADIDAE

## BILAG II

## BESTEMMELSE AF KONCENTRATIONEN AF FLYGTIGE NITROGENBASER (TVB-N) I FISK OG FISKERIVARER: EN REFERENCEMETODE

## 1. Formål og anvendelsesområde

Der beskrives en referencemetode til at identificere nitrogenkoncentrationen i flygtige nitrogenbaser (Total Volatile Basic Nitrogen: TVB-N) i fisk og fiskerivarer. Metoden kan anvendes for TVB-N-koncentrationer fra 5 mg pr. 100 g til i hvert fald 100 mg pr. 100 g.

## 2. Definition

Ved TVB-N-koncentration forstås her det gennemsnitlige nitrogenindhold af flygtige nitrogenbaser bestemt ved den beskrevne metode. Koncentrationen angives i mg pr. 100 g.

## 3. Kort beskrivelse

De flygtige nitrogenbaser ekstraheres af en prøve med 0,6 M perchlorsyre. Ekstraktet gøres basisk og underkastes dampdestillation, idet de flygtige basebestanddele absorberes i en syreopløsning. TVB-N-koncentrationen bestemmes ved titrering af de absorberede baser.

## 4. Kemikalier

Medmindre andet udtrykkeligt angives, skal der anvendes analyserene kemikalier. Vandet skal enten være destilleret eller demineraliseret og af mindst tilsvarende renhed. Medmindre andet er angivet, er en »opløsning« en vandig opløsning.

4.1. Perchlorsyreopløsning = 6 g pr. 100 ml.

4.2. Natriumhydroxidopløsning = 20 g pr. 100 ml.

4.3. Standardsaltsyreopløsning 0,05 mol/l (0,05 N).

*Anmærkning:* Når der anvendes et automatisk destillationsapparat, bør titreringen foretages med en standard saltsyreopløsning på 0,01 mol/l (0,01 N).

4.4. Borsyreopløsning = 3 g pr. 100 ml.

4.5. Skumhindrende middel (silicone).

4.6. Phenolphthaleinopløsning = 1 g pr. 100 ml 95 % ethanol.

4.7. Indikatoropløsning (*Tashiro blandet indikator*)

2 g methylrødt og 1 g methylenblåt opløses i 1 000 ml 95 % ethanol.

## 5. Udstyr

5.1. En *kødbakkemaskine*, hvormed der kan fremstilles tilstrækkeligt homogent finthakket fiskekød.

5.2. En *højhastighedsblender* med et omdrejningstal på mellem 8 000 min<sup>-1</sup> og 45 000 min<sup>-1</sup>

5.3. *Foldefilter*, diameter 150 mm, til hurtigfiltrering.

5.4. 5 ml *burette* med 0,01 ml inddeling.

### 5.5. Apparatur til dampdestillation.

Apparaturet skal kunne indstilles til forskellige dampmængder og producere en konstant mængde damp i et vist tidsrum. Det skal være sådant indrettet, at de frie baser, der dannes, når analysen gøres basisk, ikke kan slippe bort.

### 6. Udførelse

*Advarsel:* Når der arbejdes med perchlorsyre, som er stærkt ætsende, skal der udvises den nødvendige forsigtighed og træffes passende sikkerhedsforanstaltninger.

Prøverne bør — hvis det overhovedet er muligt — forberedes som beskrevet under punkt 6.1 snarest muligt efter ankomsten til laboratoriet.

#### 6.1. Prøveforberedelse

Analyseprøven hakkes omhyggeligt i en kødhakkemaskine som beskrevet i punkt 5.1. 10 g  $\pm$  0,1 g af den hakkede prøve afvejes nøjagtigt i en egnet beholder og blandes med 90,0 ml perchlorsyreopløsning som nævnt i punkt 4.1; der homogeniseres i to minutter i en blender som beskrevet i punkt 5.2 og filtreres. Det herved fremkomne ekstrakt kan opbevares i mindst syv dage ved en temperatur på ca. 2 - 6 °C.

#### 6.2. Dampdestillation

50,0 ml af ekstraktet fra punkt 6.1 anbringes i et dampdestillationsapparat som beskrevet i punkt 5.5. Med henblik på en senere kontrol af, at ekstraktet er tilstrækkeligt alkalisk, tilsættes nogle dråber phenolphthalein som beskrevet i punkt 4.6. Efter tilsætning af nogle få dråber siliconebaseret skumhindrende middel tilsættes der 6,5 ml natriumhydroxidopløsning som beskrevet i punkt 4.2 til ekstraktet, og dampdestillationen påbegyndes straks.

Dampdestillationen reguleres således, at der produceres ca. 100 ml destillat inden for ti minutter. Destillationsafgangsrøret udmunder i et forlag med 100 ml borsyreopløsning som beskrevet i punkt 4.4, hvortil der er sat 3-5 dråber indikatoropløsning som beskrevet i punkt 4.7. Efter nøjagtigt ti minutter afsluttes destillationen. Destillationsafgangsrøret tages op af forlaget og skylles med vand. Indholdet af flygtige baser i forlagsopløsningen bestemmes ved titrering med standardsaltsyreopløsning som beskrevet i punkt 4.3.

Endepunktet bør ligge ved et pH på 5,0  $\pm$  0,1.

#### 6.3. Titrering

Der skal foretages dobbeltbestemmelse. Metoden er korrekt udført, hvis forskellen mellem de to bestemmelser ikke er større end 2 mg pr. 100 g.

#### 6.4. Blindprøve

Der udføres en blindprøve efter samme fremgangsmåde som i punkt 6.2.

I stedet for ekstraktet anvendes en 50,0 ml perchlorsyreopløsning som beskrevet i punkt 4.1

### 7. Beregning af TVB-N

Efter titrering af forlagsopløsningen med saltsyre som beskrevet i punkt 4.3 beregnes TVB-N-koncentrationen således:

$$\text{TVB-N (i mg pr. 100 g prøve)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

$V_1$  = ml 0,01 M saltsyreopløsning for prøven

$V_0$  = ml 0,01 M saltsyreopløsning for blindprøven

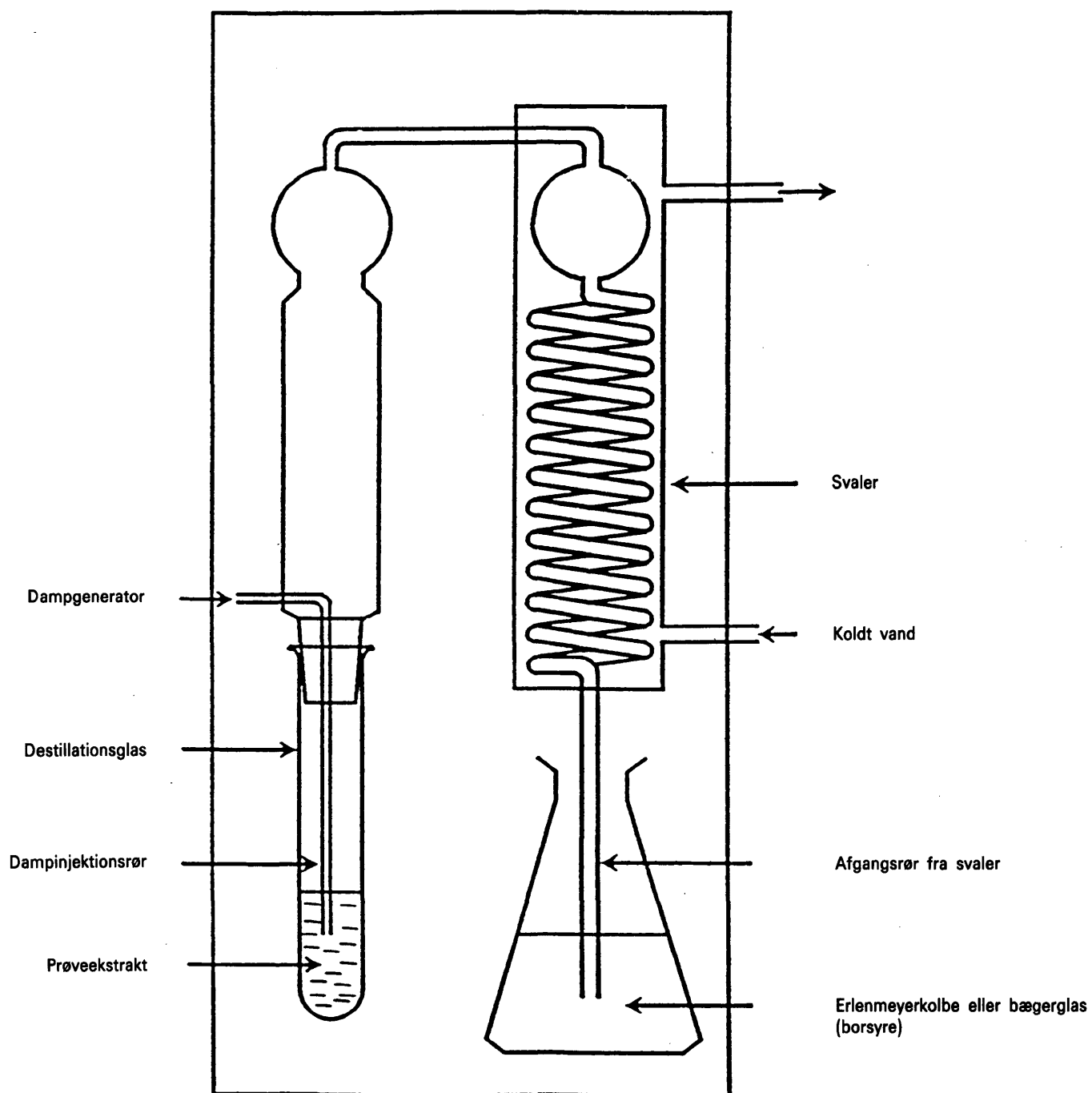
$M$  = prøvens vægt i g.

#### Bemærkninger

- Der skal foretages dobbeltbestemmelse. Metoden er korrekt udført, hvis forskellen mellem de to bestemmelser ikke er større end 2 mg pr. 100 g.
- Udstyret kontrolleres ved at destillere en  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -opløsning svarende til 50 mg TVB-N pr. 100 g.
- Standardafvigelse for reproducerbarhed  $S_r$  = 1,20 mg pr. 100 g.

Standardafvigelse for sammenlignelighed  $S_R$  = 2,50 mg pr. 100 g.

## BILAG III



Apparatur til dampdestillation