

## KOMMISSIONENS BESLUT

av den 8 mars 1995

om fastställande av gränsvärdena i TVB-N (totala mängden om flyktiga kvävebaser) för vissa kategorier av fiskprodukter och de analysmetoder som skall användas

(95/149/EG)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR FATTAT DETTA BESLUT

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen,

med beaktande av rådets direktiv 91/493/EEG av den 22 juli 1991 om fastställande av hygienkrav för produktionen och marknadsföringen av fiskprodukter<sup>(1)</sup>, ändrat genom Anslutningsakten för Österrike, Finland och Sverige, särskilt kapitel V, avdelning II punkt 3 i bilagan och

med beaktande av följande:

De kontroller som föreskrivs i direktiv 91/493/EEG och som syftar till att undvika att fiskprodukter som är otjänliga som livsmedel släpps ut på marknaden kan innebära krav på vissa kemiska kontroller, däribland särskild kontroll av TVB-N (totala mängden flyktiga kvävebaser).

Det är nödvändigt att fastställa nivåer, som inte skall överskridas, på TVB-N för vissa kategorier av arter samt de analysmetoder som skall användas.

De vetenskapligt erkända analysmetoder som används för TVB-N-kontroller måste kunna användas rutinmässigt även i fortsättningen, men det är lämpligt att fastställa en referensmetod som kan användas vid tvivel om resultaten eller vid tvister.

De åtgärder som föreskrivs i detta beslut är förenliga med yttrandet från Ständiga veterinärmedicinska kommittén.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

*Artikel 1*

Om den organoleptiska bedömningen föranleder tvivel om produkternas färskhet betraktas de obearbetade fiskeprodukter som tillhör de kategorier av arter som avses i bilaga I som otjänliga som livsmedel om den kemiska kontrollen visar att följande gränsvärden i TVB-N (totala mängden flyktiga kvävebaser) har överskridits:

1. 25 milligram kväve/100 gram fiskkött för de arter som avses i punkt A i bilaga I.

2. 30 milligram kväve/100 gram fiskkött för de arter som avses i punkt B i bilaga I.

3. 35 milligram kväve/100 gram fiskkött för de arter som avses i punkt C i bilaga I.

*Artikel 2*

1. Den referensmetod som skall användas för kontroll av gränsvärdet i TVB-N är destillationsmetoden med ett extrakt som har gjorts proteinfritt med den perklorosyra som avses i bilaga II.

2. Den destillation som avses i punkt 1 skall utföras med en apparat som motsvarar skissen i bilaga III.

3. De rutinmetoder som kan användas för kontroll av gränsvärdet i TVB-N är följande:

— Den av Conway och Byrne (1933) beskrivna mikrodifusionsmetoden,

— den direkta destillationsmetod som beskrivits av Antonacopoulos (1968),

— destillation av ett extrakt som gjorts proteinfritt med triklorättiksyra (Codex Alimentariuskommittén för fisk och fiskprodukter (1968).

4. Provet skall utgöras av cirka 100 gram fiskkött som tagits på minst tre olika ställen och som malts samman.

*Artikel 3*

Medlemsstaterna skall rekommendera de officiella laboratorierna att rutinmässigt använda den referensmetod som anges i artikel 2.1. Vid tvivel eller tvister om de resultat som har erhållits vid en analys med en av rutinmetoderna får endast referensmetoden användas för att kontrollera resultaten.

*Artikel 4*

Detta beslut riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 8 mars 1995.

*På kommissionens vägnar*

Franz FISCHLER

*Ledamot av kommissionen*

<sup>(1)</sup> EGT nr L 268, 24.9.1991, s. 15.

## BILAGA I

## KATEGORIER AV ARTER FÖR VILKA ETT GRÄNSVÄRDE I TVB-N ÄR FASTSTÄLLT

- A. *Sebastes* sp.  
*Helicolenus dactylopterus*  
*Sebastichthys capensis*
- B. Arter tillhörande familjen PLEURONECTIDAE (med undantag av helgeflundra: *Hippoglossus* sp.)
- C. *Salmo salar*  
Arter tillhörande familjen MERLUCCIIDAE  
Arter tillhörande familjen GADIDAE

## BILAGA II

FASTSTÄLLANDE AV HALTEN FLYKTIGA KVÄVEBASER (TVB-N) HOS FISKAR OCH  
PRODUKTER PÅ FISKBAS: REFERENSMETOD

## 1. Syfte och tillämpningsområde

Denna metod beskriver en referensmetod som möjliggör fastställande av halten kväve i flyktiga kvävebaser (TVB-N) hos fiskar och produkter baserade på fisk. Denna metod tillämpas på de halter TVB-N som befinner sig mellan 5 mg/100 g och minst 100 mg/100g.

## 2. Definition

Med halten TVB-N avses den halt av kväve i flyktiga kvävebaser som fastställs enligt den beskrivna metoden. Den uttrycks i mg/100 g.

## 3. Kort beskrivning

De flyktiga kvävebaserna fås från ett extrakt av ett prov med hjälp av en 0,6 perklorlösning. Efter alkalisering får extraktet genomgå ångdestillation och de flyktiga grundbeståndsdelarna absorberas av en syra-recipient. Halten TVB-N fastställs genom titrering av de absorberade baserna.

## 4. Kemiska produkter

Om inget annat anges skall sedvanliga kemiska produkter användas som reagensmedel. Det vatten som används skall destilleras, avmineraliseras och ha minst samma renhetsgrad. Om inget annat anges, avses med "lösning" en vattenlösning.

4.1. perklorsyralösning = 6 g/100 ml.

4.2. kaustiksodalösning = 20 g/100 ml.

4.3. standardlösning av saltsyra 0,05 mol/l (0,05 N).

Anmärkning: När en automatisk destillationsapparat används skall titreringen göras med en standardlösning av saltsyra 0,01 mol/l (0,01 N).

4.4. borsyrelösning = 3 g/100 ml.

4.5. skumhämmande silikonemulsion

4.6. fenolftaleinlösning = 1 g/100 ml 95 % etanol

4.7. indikatorlösning (*Tasbiro Mixed Indicator*)

2 g metylrött och 1 g metylenblått upplöses i 1 000 ml 95 % etanol.

## 5. Instrument och tillbehör

5.1. En köttkvarn som ger en tillräckligt homogen fiskfärs.

5.2. Blandare med mycket hög hastighet, antalet varv mellan 8 000 min<sup>-1</sup> och 45 000 min<sup>-1</sup>.

5.3. Veckat filter 150 mm i diameter med snabbfiltrering.

5.4. 5 ml byrett med 0,01 ml-gradering.

### 5.5. Apparat för ångdestillation

Denna apparat skall kunna reglera olika kvantiteter ånga och producera en konstant kvantitet under en given tidsperiod. Den skall vara konstruerad på ett sådant sätt att de fria baserna inte kan försvinna under tillsättningen av alkaliska ämnen.

## 6. Utförande

*Observera:* I samband med hanteringen av perklorosyran som är starkt frätande, skall de försiktighetsåtgärder och förebyggande åtgärder som är nödvändiga vidtagas. Så långt möjligt bör proverna förberedas i enlighet med punkt 6.1 snarast möjligt efter ankomsten.

### 6.1. Beredning av provet

Det prov som skall analyseras skall noggrant hackas sönder i en köttkvarn i enlighet med punkt 5.1. Väg noggrant upp  $10 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  av hacket i en lämplig behållare, blanda med 90,0 ml perklorosyrelösning i enlighet med punkt 4.1, homogenisera under två minuter i en blandare enligt punkt 5.2, filtrera därefter. Det på detta sätt erhållna extraktet kan förvaras under minst 7 dagar vid en temperatur av mellan  $2^\circ\text{C}$  och  $6^\circ\text{C}$ .

### 6.2. Ångdestillation

Placera 50,0 ml av det extrakt som har erhållits i enlighet med punkt 6.1 i en ångdestillationsapparat i enlighet med punkt 5.5. För en sista kontroll om alkaliseringen av extraktet räcker, tillsätt ytterligare några droppar fenoltalein i enlighet med punkt 4.6. Efter det att några droppar skumhämmande silikonemulsion har tillsatts skall till extraktet tillsättas 6,5 ml kaustiksodalösning i enlighet med punkt 4.2 varefter ångdestillationen omedelbart inleds.

Reglera ångdestillationen på ett sådant sätt att cirka 100 ml destillat bildas under en period av tio minuter. Sänk ned slutstycket med destillatet i en behållare innehållande 100 ml av en borsyrelösning i enlighet med punkt 4.4 till vilken 3-5 droppar av den indikatorlösning som beskrivs under punkt 4.7 tillsätts.

Efter exakt tio minuter är destillationen avslutad. Tag upp slutstycket ur behållaren och skölj det under vatten. Bestäm de flyktiga baser som finns i lösningen i behållaren genom titrering i en standardlösning av saltsyra i enlighet med punkt 4.3. Ph-värdet i slutfasen bör vara  $5,0 \pm 0,1$ .

### 6.3. Titrering

Analyserna bör genomföras två gånger. Den använda metoden är riktig om skillnaden mellan de båda analyserna inte överstiger  $2 \text{ mg}/100 \text{ g}$ .

### 6.4. Blankprov

Utför ett blankprov i enlighet med punkt 6.2. I stället för extraktet används 50,0 ml perklorosyralösning i enlighet med punkt 4.1.

## 7. Beräkning av TVB-N

Beräkna halten TVB-N genom titrering av saltsyralösningen i behållaren i enlighet med punkt 4.3 genom tillämpning av följande ekvation:

$$\text{TVB-N (uttryckt i mg/100 g per prov)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

$V_1$  = volym saltsyralösning 0,01 M i ml per prov

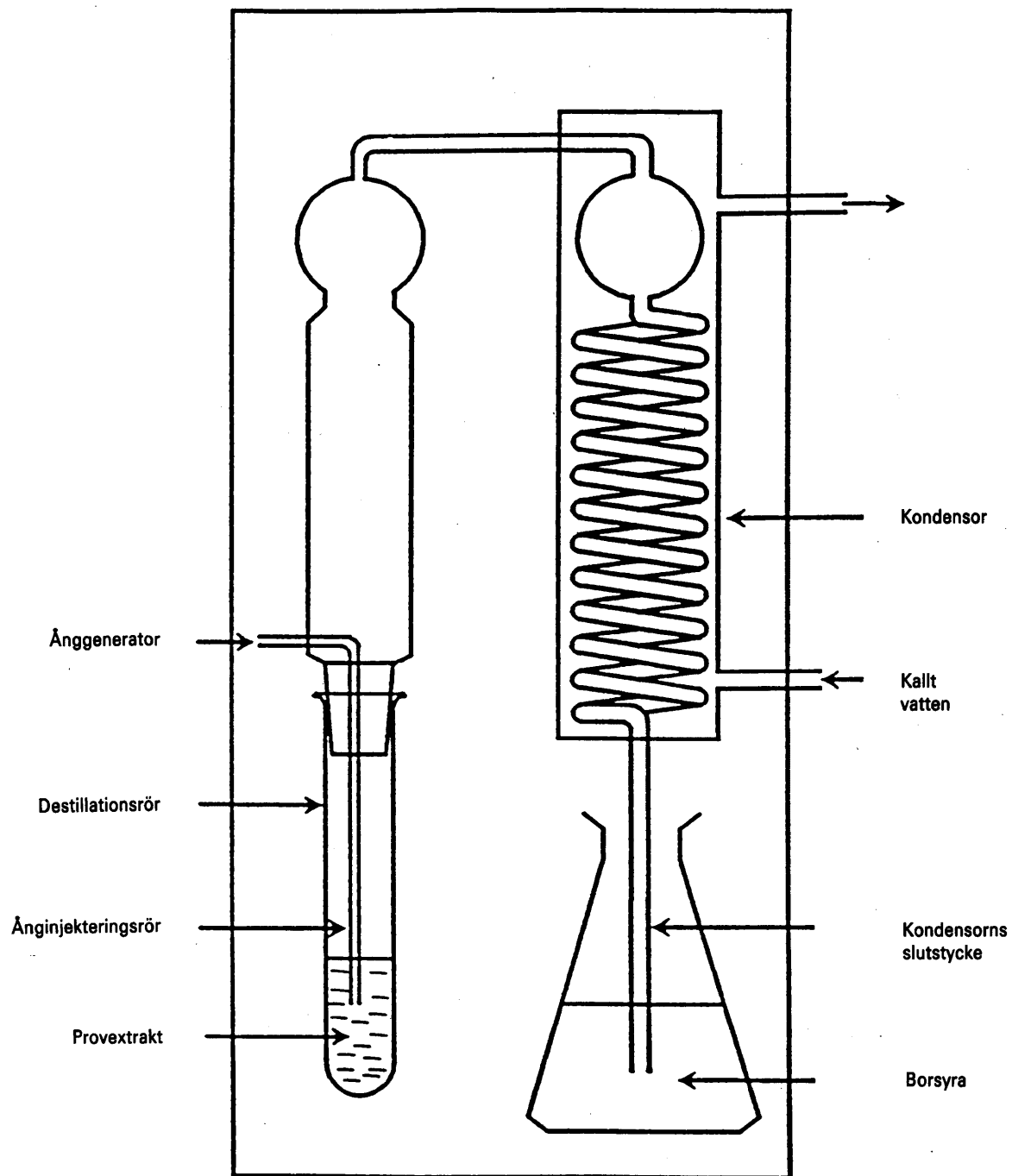
$V_0$  = volym saltsyralösning 0,01 M i ml per blankprov

M = vikt per prov i g.

### Fotnoter

- Analyserna skall utföras två gånger. Den metod som tillämpas är riktig om skillnaden mellan de båda analyserna inte överstiger  $2 \text{ mg}/100 \text{ g}$ .
- Kontrollera utrustningen genom att destillera  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -lösningar motsvarande  $50 \text{ mg TVB-N}/100 \text{ g}$ .
- Standardavvikelse av reproducerbarhet  $S_r = 1,20 \text{ mg}/100 \text{ g}$ .  
Standardavvikelse av jämförbarhet  $S_R = 2,50 \text{ mg}/100 \text{ g}$ .

## BILAGA III



Ångdestillationsapparat