

## ÁKVÖRÐUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR

frá 8. mars 1995

um viðmiðunarmörk fyrir heildarmagn rokgjarns köfnunarefnis (TVB-N) fyrir tiltekna flokka fiskafurða og þær greiningaraðferðir sem ber að nota

(95/149/EB)

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA  
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins,

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 91/493/EBE frá 22. júlí 1991 um hollustuhætti við framleiðslu og markaðssetningu fiskafurða <sup>(1)</sup>, einkum 3. lið II. þáttar V. kafla viðaukans,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

Eftirlitið sem kveðið er á um í tilskipun 91/493/EBE til að koma í veg fyrir að fiskafurðir, sem eru óhæfar til manneldis, verði markaðssettar getur tekið til ákveðins efnafræðilegs eftirlits, þar með talið greiningar á heildarmagni rokgjarns köfnunarefnis (TVB-N).

Nauðsynlegt er að setja mörk fyrir TVB-N sem ekki má fara yfir að því er varðar tiltekna tegundaflokka og tilgreina greiningaraðferðirnar sem notast skal við.

Greiningaraðferðir, sem eru vísindalega viðurkenndar til greiningar á TVB-N, skulu notaðar áfram kerfisbundið en hyggilegt er að tilgreina tilvísunaraðferð sem leyfilegt er að nota þegar vafi leikur á niðurstöðunum eða ágreiningur kemur upp.

Ráðstafanirnar sem kveðið er á um í þessari ákvörðun eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um dýraheilbrigði.

SAMÞYKKT ÁKVÖRÐUN ÞESSA:

1. gr.

Ef skynmat gefur til kynna að vafi leiki á um ferskleika óunninna fiskafurða í tegundaflokkunum sem eru tilgreindir í I. viðauka skulu þær taldar óhæfar til manneldis þegar efnafræðilegt eftirlit sýnir að farið hefur verið fram úr eftirfarandi mörkum fyrir TVB-N:

1. 25 millígrömm af köfnunarefni í 100 grömmum af fiskkjöti fyrir tegundirnar sem um getur í A-lið I. viðauka;
2. 30 millígrömm af köfnunarefni í 100 grömmum af fiskkjöti fyrir tegundirnar sem um getur í B-lið I. viðauka;

3. 35 millígrömm af köfnunarefni í 100 grömmum af fiskkjöti fyrir tegundirnar sem um getur í C-lið I. viðauka.

2. gr.

1. Tilvísunaraðferðin, sem ber að nota til að kanna hvort TVB-N er innan markanna, er aðferð þar sem eimaður er prótínlaus perklórsýruútdráttur eins og lýst er í II. viðauka.

2. Við eiminguna sem um getur í 1. mgr. skal nota búnað sem er í undirstöðuatriðum í samræmi við skýringarmyndina í III. viðauka.

3. Kerfisbundnu aðferðirnar sem nota má til að kanna hvort TVB-N er innan markanna eru eftirfarandi:

- örsveimaaðferð sem Conway og Byrne lýstu (1933),
- bein eimingaraðferð sem Antonacopoulos lýsti (1968),
- aðferð til að eima prótínlausan tríklórsýruútdrátt (Codex Alimentarius-nefndin um fisk og fiskafurðir (1968)).

4. Sýnið skal vera um 100 grömm af fiskkjöti sem er tekið á að minnsta kosti þremur mismunandi stöðum og blandað saman í kjötkvörn.

3. gr.

Aðildarríkin skulu mæla með því við opinberar rannsóknarstofur að þær noti kerfisbundið tilvísunaraðferðina sem um getur í 1. mgr. 2. gr. Þegar um vafa er að ræða eða ágreiningur er um niðurstöður greiningar, sem er gerð með einni af kerfisbundnu aðferðunum, skal einungis nota tilvísunaraðferðina til að meta niðurstöðurnar.

4. gr.

Ákvörðun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 8. mars 1995.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Franz FISCHLER

framkvæmdastjóri.

<sup>(1)</sup> Stjtið. EB nr. 268, 24. 9. 1991, bls 15.

## I. VIÐAUKI

## TEGUNDAFLOKKAR SEM Hafa ÁKVEDIN VIÐMIÐUNARMÖRK FYRIR TVB-N

- A. Karfategundir (*Sebastes* spp.)  
Svartgóma (*Helicolenus dactylopterus*)  
Höfðakarfi (*Sebastichthys capensis*)
- B. Tegundir af flyðruætt (*Pleuronectidae*)(að flyðru (*Hippoglossus* spp.) undanskilinni)
- C. Berglax (*Salmo salar*)  
Tegundir af lýsingaætt (*Merlucciidae*)  
Tegundir af þorskaætt (*Gadiade*)

## II. VIÐAUKI

## ÁKVÖRDUN Á STYRK ROKGJARNIS KÖFNUNAREFNISBASA (TVB-N) Í FISKI OG FISKAFURÐUM : TILVÍSUNARAÐFERÐ

1. **Markmið og notkunarsvið**

Hér er lýst tilvísunaraðferð til að greina styrk köfnunarefnis í rokgyörnum köfnunarefnisbasa („Total Volatile Base Nitrogen: TVB-N“) í fiski og fiskafurðum. Þessa aðferð má nota fyrir styrkleika frá 5 mg/100 g upp í að minnsta kosti 100 mg/100 g.
2. **Skilgreining**

Styrkur TVB-N merkir hér magn köfnunarefnis í rokgyörnum köfnunarefnisbasa sem er ákvarðað með tilgreindu aðferðinni. Styrkurinn er tilgreindur í mg/100 g.
3. **Stutt lýsing**

Rokgyörnu köfnunarefnisbasarnir eru dregnir út úr sýninu með 0,6 M perklórsýrulausn. Útdrátturinn er gerður basískur og látinn í gufueimingu og rokgyörnu basaþættirnir eru sogaðir upp með sýrulausn. Styrkur TVB-N er ákvarðaður með títrun á uppsogaða basanum.
4. **Kemísk efni**

Greiningarhrein hvarfefni skulu notuð nema annað sé tekið fram. Vatnið, sem er notað, skal annaðhvort vera eimað eða steinefnalaust og hafa að minnsta kosti sama hreinleika. „Lausn“ merkir vatnslaun nema annað sé tekið fram.

  - 4.1. Perklórsýrulausn = 6 g/100 ml.
  - 4.2. Natríumhýdroxíðlausn = 20 g/100 ml.
  - 4.3. Stöðluð saltsýrulausn 0,05 mól/l (0,05 N).

*Aths:* Þegar sjálfvirk eimingartæki eru notuð skal títra með staðlaðri saltsýrulausn 0,01 mól/l (0,01 N).
  - 4.4. Bórsýrulausn = 3 g/100 ml.
  - 4.5. Silíkon-froðueyðingarefni.
  - 4.6. fenólfalínlausn = 1 g/100 ml 95% etanól.
  - 4.7. Litvísalausn (*Tashiro-blandaður litvísir*)  
2 g af metýlrauðu og 1 g af metýlbláu leyst upp í 1 000 ml af 95% etanóli.
5. **Tæki og búnaður**
  - 5.1. Kjötkvörn sem framleiðir nægilega jafnblandað fiskhakk.
  - 5.2. Hraðblandari með snúningshraða milli 8 000 mín<sup>-1</sup> og 45 000 mín<sup>-1</sup>.
  - 5.3. Fellingarsía, 150 mm í þvermál, fyrir hraða síun.
  - 5.4. Mælípípa, 5 ml, kvörðuð með 0,01 ml einingum.

### 5.5. Gufueimingartæki

Tækið verður ráða við mismikið gufumagn og það þarf að geta framleitt stöðugt magn gufu á tilteknum tíma. Það verður að vera nægilega öruggt til að fjálsir basar sleppi ekki á meðan beiskjuefnum er bætt út í.

### 6. Framkvæmd

*Aðvörun:* Þegar unnið er með perklórsýru, sem er mjög ætandi, þarf að gera viðeigandi varúðar- og forvarnarráðstafanir.

Sé þess nokkur kostur skal útbúa sýnin í samræmi við lið 6.1. eins skjótt og auðið er eftir að þau berast.

#### 6.1. Sýnið útbúið

Sýnið, sem greina á, skal hakkað vandlega í kjötkvörn eins og lýst er í lið 5.1. Nákvæmlega 10 g +/- 0,1g af hakkaða sýninu eru vegin í hentugu íláti og blandað með 90,0 ml af perklórsýrulausn eins og lýst er í lið 4.1, gert einsleitt í tvær mínútur í blandara eins og lýst er í lið 5.2. og síð.

Útdráttinn sem þannig fæst má geyma í að minnsta kosti sjö daga við hitastig á bilinu um 2 °C til 6 °C.

#### 6.2. Gufueiming

50,0 ml af útdráttinum, sem fenginn er samkvæmt lið 6.1, eru settir í gufueimingartæki eins og um getur í lið 5.5. Til að unnt sé að kanna seinna hvort útdrátturinn er nægilega basískur er bætt við fáeinum dropum af fenólftalín sem er tilgreint í lið 4.6. Eftir að nokkrir dropar af silíkon-froðueyðandi efni hafa verið settir út í er bætt við útdráttinn 6,5 ml af natríumhýdroxíðlausn eins og um getur í lið 4.2 og gufueiming hefst þá um leið.

Gufueimingunni er stjórnað þannig að framleiddir eru um 100 ml af eimuðum vökva á innan við 10 mínútum. Frárennslisrör gufuþéttisins er á kafi í viðtökuflátinu í 100 ml bórsýrulausn eins og um getur í lið 4.4 en út í hana hefur verið bætt fimm dropum af litvísalausn sem er lýst í lið 4.7. Eimingunni lýkur eftir nákvæmlega 10 mínútur. Frárennslisrör gufuþéttisins er tekið úr viðtökuflátinu og þvegið með vatni. Rokgjörnu basarnir í lausninni í viðtökuflátinu eru ákvarðaðir við títrun með staðlaðri saltsýrulausn eins og um getur í lið 4.3.

Lokasýrustigið skal vera 5,0 +/- 0,1.

#### 6.3. Títrun

Tvöfaldrar greiningar er krafist. Aðferðin er rétt ef mismunurinn á greiningunum tveimur er ekki meiri en 2 mg/100 g.

#### 6.4. Núllpróf

Núllpróf fer fram eins og lýst er í lið 6.2.

Í stað útdráttarins eru notaðir 50 ml af perklórsýrulausn eins og lýst er í lið 4.1.

### 7. Útreikningur á TVB-N

Með því að títra lausnina í viðtökuflátinu með saltsýrulausn eins og um getur í lið 4.3 er styrkur TVB-N reiknaður með eftirfarandi jöfnu:

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

$V_1$  = rúmmál 0,01 M saltsýrulausnar í ml fyrir sýnið

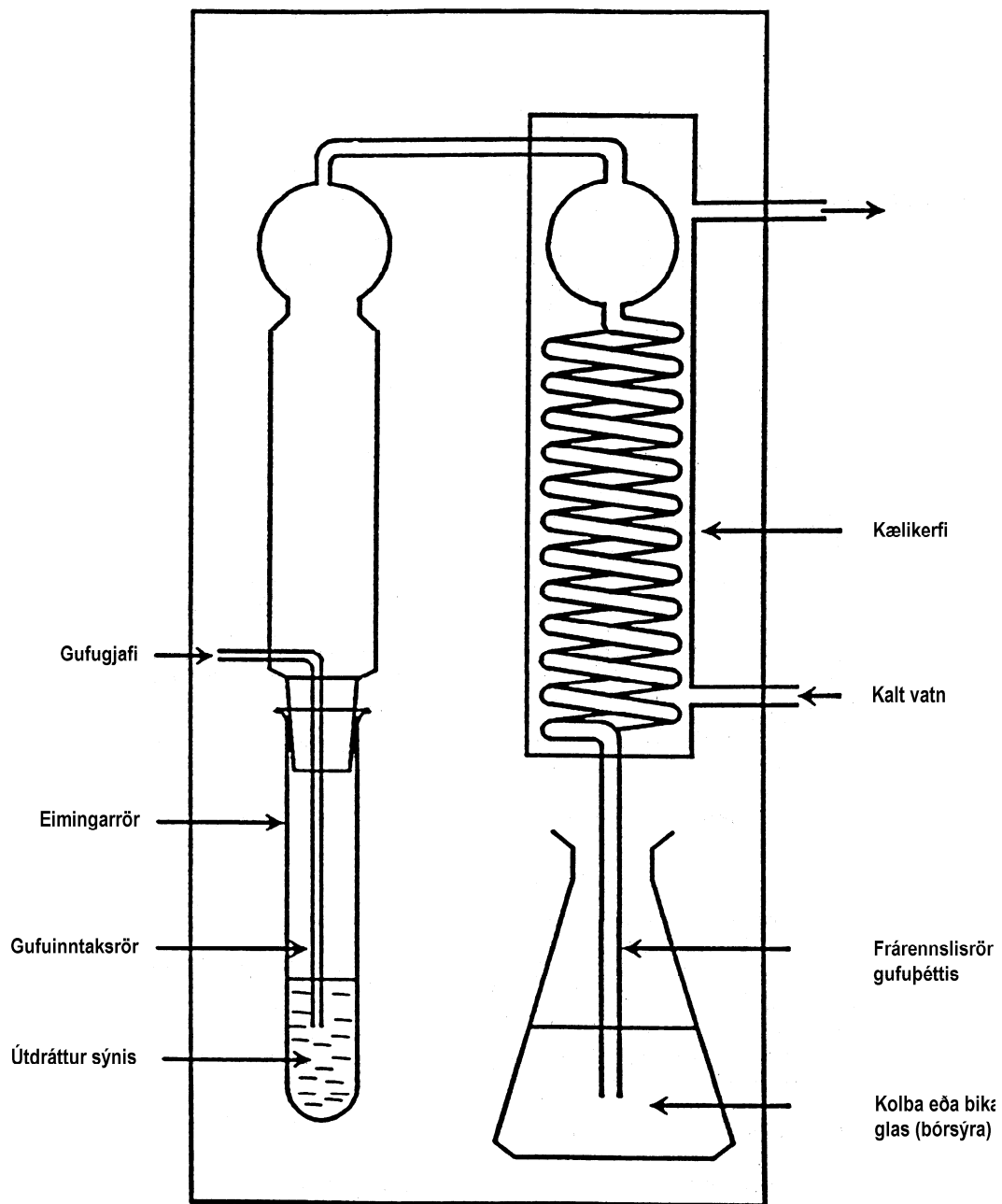
$V_0$  = rúmmál 0,01 M saltsýrulausnar í ml fyrir núllprófið

M = þyngd sýnis í grömmum.

#### Athugasemdir

1. Tvöfaldrar greiningar er krafist. Aðferðin er rétt ef mismunurinn á greiningunum tveimur er ekki meiri en 2 mg/100 g.
2. Prófið tækin með því að eima  $\text{NH}_4\text{Cl}$  lausnir sem jafngilda 50 mg TVB-N /100 g.
3. Staðalfrávik endurtakanleika  $S_r = 1,20$  mg/100 g.  
Staðalfrávik samanburðar  $S_R = 2,50$  mg/100 g.

## III. VIÐAUKI



TVB-N gufueimingarbúnaður