

РЕШЕНИЕ 95/ 149/ЕО НА КОМИСИЯТА

от 8 март 1995 година

за определяне на пределно **допустимите стойности** на общото количество летливи азотсъдържащи **базични** вещества (TVB-N) за някои видове рибни продукти и специфициране на аналитичните методи, които трябва да се използват

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като има предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като има предвид Директива 91/493/ЕИО на Съвета от 22 юли 1991 г. относно определяне на здравните условия за производството и предлагането на пазара на рибни продукти¹, и по-специално глава V, точка II.3 от приложението към нея,

като взе предвид, че предвидените проверки в Директива 91/493/ЕИО с оглед предпазване на пускането на пазара на рибни продукти, които не са подходящи за консумация от хора, може да включват известни химически проби, включително проверка на общото количество летливи азотсъдържащи базични вещества (TVB-N);

като взе предвид, че е необходимо да се определят пределните равнища на TVB-N, които не трябва да се надвишават при някои категории биологични видове, както и да се специфицират методите за анализ, които трябва да се прилагат;

като взе предвид, че аналитичните методи, които са научно признати за контрол на TVB-N, трябва да продължат да се използват като рутинна практика, но е препоръчително да се посочи референтен метод, който да може да се използва в случай на колебание по отношение на резултатите или при наличието на различни спорове;

като взе предвид, че предвижданите мерки в тази директива са в съответствие със становището на Постоянния ветеринарен комитет,

ПРИЕ НАСТОЯЩОТО РЕШЕНИЕ:

Член 1

Непреработени рибни продукти, принадлежащи към категории биологични видове, изброени в приложение I, се смятат неподходящи за консумация от хора, когато органолептичната преценка е предизвикала съмнения по отношение на тяхната

¹ ОВ № 268, 24.9.1991 г., стр. 15.

свежест, а химическите проби показват, че са надвишени следните TVB-N пределни стойности:

1. 25 милиграма азот/100 г сурово месо от биологичните видове, споменати в буква А на приложение I;
2. 30 милиграма азот/100 г сурово месо от биологичните видове, споменати в буква Б на приложение I;
3. 35 милиграма азот/100 г сурово месо от биологичните видове, споменати в буква В на приложение I;

Член 2

1. Референтният метод, който трябва да се използва за проверка на пределните стойности TVB-N, е метод, включващ дестилация на депротеинизиран екстракт чрез перхлорна киселина, описана в приложение II.

2. Дестилацията, посочена в параграф 1, трябва да се извърши с апаратура, която принципино съответства на диаграмата в приложение III.

3. Рутинните методи, които могат да се използват за проверка на пределните стойности TVB-N, са както следва:

- микродифузионен метод, описан от Конвей и Бирн (1933 г.),
- метод за директна дестилация, описан от Антонакопулос (1968 г.),
- дестилация на депротеинизиран екстракт чрез трихлороцетна киселина (Codex Alimentarius на Комисията по риба и рибни продукти – 1968 г.).

4. Пробата трябва да съдържа около 100 г сурово месо, взето от поне 3 различни места и смесено чрез смилане.

Член 3

Държавите-членки препоръчват на официалните лаборатории да използват, в качеството на рутинен метод, референтния метод, описан в член 2, параграф 1. В случай на съмнение или когато има спорове по отношение на резултатите от анализа, получени чрез един от рутинните методи, задължително трябва да се приложи референтният метод за проверка на резултатите.

Член 4

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 8 март 1995 година.

За Комисията:

ПРИЛОЖЕНИЕ I

КАТЕГОРИИ БИОЛОГИЧНИ ВИДОВЕ, ЗА КОИТО СЕ ОПРЕДЕЛЯТ ПРЕДЕЛНИ СТОЙНОСТИ НА TVB-N

A. *Sebastes* spp.

Helicolenus dactylopterus

Sebastichthys capensis.

Б. Видове, принадлежащи към семейство *Pleuronectidae* (с изключение на камбала:
Hippoglossus spp.)

В. Биологични видове "Сьомга",
принадлежащи към семейство *Merlucciidae*;
принадлежащи към семейство *Gadidae*.

ПРИЛОЖЕНИЕ II

ОПРЕДЕЛЯНЕ КОНЦЕНТРАЦИЯТА НА ЛЕТЛИВИ АЗОТСЪДЪРЖАЩИ БАЗИЧНИ ВЕЩЕСТВА (TVB-N) В РИБАТА И РИБНИТЕ ПРОДУКТИ: РЕФЕРЕНТНА ПРОЦЕДУРА (МЕТОД)

1. 1. Цел и сфера на приложение.
2. Този метод описва референтната процедура за определяне концентрацията на летливи азотсъдържащи базични вещества (TVB-N) в рибата и рибните продукти. Тази процедура се прилага при концентрации на (TVB-N) от 5 мг/100г до 100 мг/100г.
3. 2. Дефиниция.

Концентрацията на TVB-N тук трябва да се разбира в смисъл, че съдържанието на азот в летливи азотсъдържащи базични вещества, определена чрез описаната процедура. Концентрацията се изразява в мг/100г.

3. Кратко описание.

Летливите азотсъдържащи базични вещества се извличат от пробата чрез разтвор на 0,6 М перхлорна киселина. След алкализация екстрактът се подлага на парова дестилация и летливите алкални компоненти биват абсорбирани от киселинен

приемник. Концентрацията на TVB-N се определя чрез титруване на абсорбираните основи.

4. Химикали.

Ако друго не е посочено, за анализа следва да се използват химически чисти реактиви. Използваната вода трябва да бъде или дестилирана, или деминерализирана, или поне със същата чистота. Ако не е посочено друго, под “разтвор” трябва да се разбира воден разтвор.

4.1. Разтвор на перхлорна киселина = 6 г/10 мл.

4.2. Разтвор на натриев хидроксид = 20 г/100 мл.

4.3. Стандартен разтвор на солна киселина 0,05 mol/l (0,05 N).

Забележка: Когато се използва апаратура за автоматична дестилация, титруването се осъществява със стандартен разтвор на солна киселина 0,01 mol/l (0,01 N).

4.4. Разтвор на борна киселина = 3 г/100 мл.

4.5. Силиконов антипенител.

4.6. Разтвор на фенолфталеин = 1 г/100мл 95% етанол.

4.7. Индикаторен разтвор (Смесен индикатор на Таширо): 2 г метил-рот и 1 г метиленово синьо се разтварят в 1000 мл 95% етанол.

5. Инструменти и аксесоари.

5.1. Месомелачка, която да произвежда достатъчно хомогенна рибна кайма.

5.2. Високоскоростен смесител с обороти между 8000/мин и 45000/ мин.

5.3. Нагънат филтър, диаметър 150 мм, бързо филтруващ.

5.4. Бюрета с вместимост 5 мл, разграфена на 0,01 мл.

5.5. Апаратура за парова дестилация. Апаратът трябва да може да регулира различни количества пара и да произвежда постоянно количество пара за определен период от време. Той трябва да гарантира, че при добавяне на алкализирани вещества отделящите се свободни основи не могат да изчезнат.

6. Изпълнение

Повишено внимание при процедурата: Когато се работи с перхлорна киселина, която е силно корозионна, необходимо е да се внимава и да се вземат предпазни

мерки. Пробите трябва, ако възможно е възможно, да се приготвят в съответствие с параграф 6.1., колкото е възможно по-скоро след тяхното пристигане.

6.1. Приготвяне на пробите.

Пробата, която ще се анализира, трябва да се смели внимателно с месомелачка, както е описано в точка 5.1. Например $10 \text{ г} \pm 0,1 \text{ г}$ от смляната проба се претеглят в подходящ съд, смесени с 90,0 мл разтвор на перхлорна киселина, както е посочено в точка 4.1., хомогенизират се за 2 минути със смесител, както е описано в точка 5.2., и после се филтруват. Така полученият екстракт може да се съхранява най-много 7 дни при температура между 2°C и 6°C .

6.2. Парова дестилация.

50,0 мл от получения екстракт съгласно точка 6.1. се поставят в апарат за парова дестилация, както е описан в точка 5.5. При по-късна проверка дали е достатъчна алкализацията на екстракта, добавят се няколко капки от фенолфталейн, както е описано в точка 4.6. След добавката на няколко капки силиконов антипенител, към екстракта се прибавят 6,5 мл от разтвор на натриев хидроксид, както е описано в точка 4.2., и паровата дестилация започва незабавно. Паровата дестилация се регулира така, че за 10 минути да се получат около 100 мл от дестилата. Дестилационната отвеждаща епруветка е потопена в приемник с 100 мл разтвор на борна киселина, както е описано в точка 4.4., към която се добавят от 3 до 5 капки от индикаторния разтвор, както е описано в точка 4.7. Точно след 10 минути дестилацията приключва. Дестилационната отвеждаща епруветка се изважда от приемника и се измива с вода. Летливите алкални основи, съдържащи се в разтвора в приемника се отчитат чрез титруване със стандартен разтвор на солна киселина, както е описано в точка 4.3.

В еквивалентния пункт равнището на рН трябва да бъде $5,0 \pm 0,1$.

6.3. Титруване

Изисква се повторно аналитично титруване. Приложеният метод е верен, ако разликата между първото и второто филтруване не е повече от 2 мг/100 г.

6.4. Празна проба

А се взема, както е описано в точка 6.2. Вместо екстракт се използват 50,0 мл разтвор на перхлорна киселина, както е описано в точка 4.1.

7. Изчисляване на TVB-N чрез титруване на разтвора в приемника със солна киселина, както е в точка 4.3.

Концентрацията на TVB-N се изчислява по следното уравнение:

$$\text{TVB-N (изразено в мг/100 г проба)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

Където:

V_1 = Обемът на 0,01 М разтвор на солна киселина в мл за проба;

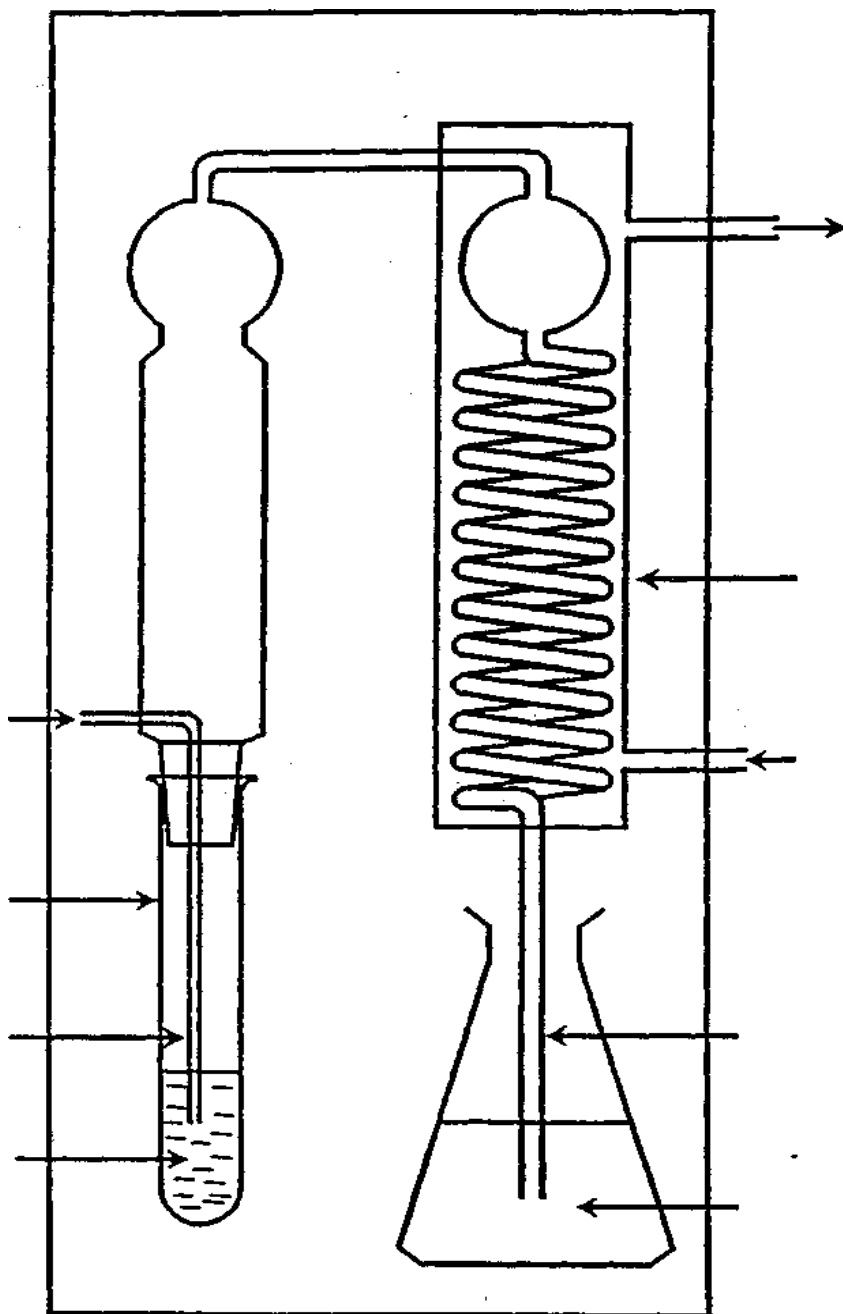
V_0 = Обемът на 0,01 М разтвор на солна киселина в мл за празна проба;

M = Теглото на пробата в грамове.

Забележки:

1. Изисква се повторен (дублиращ) анализ. Приложеният метод е верен, ако разликата между дубликатите не е повече от 2 мг/ 100г.
2. Проверка на апаратурата чрез дестилиращи разтвори на амониев хлорид / NH_4Cl /, равняващ се на 50 мг TVB-/100г.
3. Стандартно отклонение при повтаряемостта $S_r = 1,20$ мг/100г.
Стандартно отклонение при сравняемостта $S_R = 2,50$ мг/100 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ III



TVB-N АПАРАТУРА

Обозначения към фигурата: паров генератор хладник
 дестилационна епруветка студена вода
 тръба за парова инжекция край на кондензатора
 проба от екстракта колба или Бехерова чаша (с борна
 киселина)

