

MINISTERIE VAN SOCIALE ZAKEN,
VOLKSGEZONDHEID EN LEEFMILIEU

N. 2000 — 1836

[C — 2000/22575]

10 JULI 2000. — Ministerieel besluit tot vaststelling van de grenswaarden voor totale vluchtige-basestikstof (TVB-N) voor bepaalde categorieën vis en de te gebruiken analysemethoden

De Minister van Consumentenzaken, Volksgezondheid en Leefmilieu,

Gelet op de wet van 15 april 1965 betreffende de keuring van en de handel in vis, gevogelte, konijnen en wild en tot wijziging van de wet van 5 september 1952 betreffende de vleeskeuring en de vleeshandel, inzonderheid op artikel 3, gewijzigd bij de wet van 13 juli 1981 en op artikel 4, gewijzigd bij de wetten van 13 juli 1981 en 22 april 1982;

Gelet op het koninklijk besluit van 30 april 1976 betreffende de keuring van en de handel in vis, inzonderheid op artikel 6, gewijzigd bij de koninklijke besluiten van 26 maart 1982 en 12 maart 2000, en op artikel 50bis, gewijzigd bij de koninklijke besluiten van 26 maart 1982, 30 december 1992 en 12 maart 2000;

Gelet op de richtlijn 91/493/EEG van de Raad van 22 juli 1991 tot vaststelling van gezondheidsvoorschriften voor de productie en het in de handel brengen van vis, gewijzigd bij besluit 95/1/EG van 1 januari 1995 en de richtlijnen 95/71/EG van 22 december 1995, 96/23/EG van 29 april 1996 en 97/79/EG van 18 december 1997;

Gelet op de beschikking 95/149/EG van de Europese Commissie van 8 maart 1995 tot vaststelling van de grenswaarden voor TVB-N (totale vluchtige-basestikstof) voor bepaalde categorieën vis en de te gebruiken analysemethoden;

Gelet op het advies van de Raad voor veterinaire keuring, gegeven op 25 april 2000;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, vervangen bij de wet van 4 juli 1989 en gewijzigd bij de wet van 4 augustus 1996;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid gemotiveerd door de omstandigheid dat de reglementering inzake de keuring van en de handel in vis zonder verwijl in overeenstemming moet worden gebracht met de bepalingen van de bovenvermelde beschikking 95/149/EG van de Europese Commissie van 8 maart 1995 die reeds van toepassing is,

Besluit :

Artikel 1. Voor de niet verwerkte vis van de hiernavermelde soorten, zijn de grenswaarden voor TVB-N vastgesteld als volgt :

- *Sebastes* spp, *Helicolenus dactylopterus* en *Sebastichthys capensis* : 25 mg stikstof/100 g vlees;
- de soorten behorende tot de familie van de *Pleuronectidae* (met uitzondering van de heilbot : *Hippoglossus* sp.) : 30 mg/100 g vlees;
- *Salmo salar*, de soorten behorende tot de familie van de *Merlucciidae* en de familie van de *Gadidae* : 35 mg/100 g vlees.

Art. 2. Voor de bepaling van het gehalte aan TVB-N in vis wordt de in bijlage beschreven referentieprocedure toegepast.

Voor de controle op het gehalte aan TVB-N kunnen de volgende routine-methoden worden gebruikt :

- de microdiffusiemethode, beschreven door Conway en Byrne (1933);
- de directe destillatiemethode, beschreven door Antonacopoulos (1968);
- de methode voor de destillatie van een met trichloorazijnzuur eiwitvrij gemaakt extract {Comité van de Codex Alimentarius voor vis en visserijproducten (1968)}.

Voor de monsterneming volstaat ongeveer honderd gram vlees, dat op ten minste drie verschillende plaatsen van het monster wordt weggenomen en vervolgens wordt fijngemalen en vermengd.

Art. 3. Dit besluit treedt in werking de dag waarop het in het *Belgisch Staatsblad* wordt bekendgemaakt.

Brussel, 10 juli 2000.

De Minister van Consumentenzaken,
Volksgezondheid en Leefmilieu,

Mevr. M. AELVOET

MINISTÈRE DES AFFAIRES SOCIALES,
DE LA SANTÉ PUBLIQUE ET DE L'ENVIRONNEMENT

F. 2000 — 1836

[C — 2000/22575]

10 JUILLET 2000. — Arrêté ministériel fixant les valeurs limites en azote basique volatil total (ABVT) pour certaines catégories de poisson et les méthodes d'analyse à utiliser

La Ministre de la Protection de la consommation, de la Santé publique et de l'Environnement,

Vu la loi du 15 avril 1965 concernant l'expertise et le commerce du poisson, des volailles, des lapins et du gibier et modifiant la loi du 5 septembre 1952 relative à l'expertise et au commerce des viandes, notamment l'article 3, modifié par la loi du 13 juillet 1981 et l'article 4, modifié par les lois des 13 juillet 1981 et 22 avril 1982;

Vu l'arrêté royal du 30 avril 1976 relatif à l'expertise et au commerce du poisson, notamment l'article 6, modifié par les arrêtés royaux des 26 mars 1982 et 12 mars 2000, et l'article 50bis, modifié par les arrêtés royaux des 26 mars 1982, 30 décembre 1992 et 12 mars 2000;

Vu la directive 91/493/CEE du Conseil du 22 juillet 1991 fixant les règles sanitaires régissant la production et la mise sur le marché des produits de la pêche, modifiée par la décision 95/1/CE du 1^{er} janvier 1995 et les directives 95/71/CE du 22 décembre 1995, 96/23/CE du 29 avril 1996 et 97/79/CE du 18 décembre 1997;

Vu la décision 95/149/CE de la Commission européenne du 8 mars 1995 fixant les valeurs limites en azote basique volatil total (ABVT) pour certaines catégories de poisson et les méthodes d'analyse à utiliser;

Vu l'avis du Conseil d'expertise vétérinaire, donné le 25 avril 2000;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1^{er}, remplacé par la loi du 4 juillet 1989 et modifié par la loi du 4 août 1996;

Vu l'urgence, motivée par la circonstance que la réglementation relative à l'expertise et au commerce du poisson doit être mise en concordance sans délai avec les dispositions de la décision précitée de la Commission européenne du 8 mars 1995, 95/149/CE qui est déjà d'application,

Arrête :

Article 1^{er}. Pour le poisson non transformé des espèces mentionnées ci-après, les limites en ABVT sont fixées comme suit :

- *Sebastes* spp, *Helicolenus dactylopterus* et *Sebastichthys capensis* : 25 mg d'azote/100 g de chair;
- les espèces appartenant à la famille des *Pleuronectidae* (à l'exception du flétan : *Hippoglossus* sp.) : 30 mg/100 g de chair;
- *Salmo salar*, les espèces appartenant à la famille des *Merlucciidae* et à la famille des *Gadidae* : 35 mg d'azote/100 g de chair.

Art. 2. Pour la détermination de la teneur en ABVT chez le poisson, la procédure de référence décrite en annexe est applicable.

Les méthodes de routine utilisables pour le contrôle de la teneur en ABVT sont les suivantes :

- la méthode de microdiffusion décrite par Conway et Byrne (1933);
- la méthode de distillation directe décrite par Antonacopoulos (1968);
- la méthode de distillation d'un extrait déprotéinisé par l'acide trichloracétique {Comité du Codex Alimentarius pour les poissons et les produits de la pêche (1968)}.

Le prélèvement doit consister en une centaine de grammes de chair environ, prélevés à au moins trois endroits différents de l'échantillon et mélangés par broyage.

Art. 3. Le présent arrêté entre en vigueur le jour de sa publication au *Moniteur belge*.

Bruxelles, le 10 juillet 2000.

La Ministre de la Protection de la consommation,
de la Santé publique et de l'Environnement,

Mme M. AELVOET

Bijlage

Referentieprocedure voor de bepaling van het gehalte van vluchtige stikstofbasen (TVB-N) in vis

1. Doel en toepassingsgebied

De hier beschreven methode is een referentieprocedure voor de bepaling van het gehalte aan stikstof in de vorm van vluchtige stikstofbasen (totale vluchtige-basestikstof : TVB-N) in vis. Deze procedure is bruikbaar voor een TVB-N van 5 mg/100 g tot 100 mg/100 g.

2. Definitie

Onder gehalte aan TVB-N wordt hier verstaan het volgens de beschreven procedure bepaalde gehalte aan stikstof in de vorm van vluchtige stikstofbasen. Het gehalte wordt uitgedrukt in mg/100 .

3. Korte beschrijving

De vluchtige stikstofbasen worden uit het monster geëxtraheerd met een 0,6 M perchloorzuuroplossing. Na alkaliseren wordt op het extract stoomdestillatie uitgevoerd en worden de vluchtige basen in een opvangvat met zuur geabsorbeerd. Het gehalte aan TVB-N wordt door titratie van de geabsorbeerde basen bepaald.

4. Reagentia

Tenzij anders vermeld dienen de gebruikte reagentia p.a. te zijn. Het gebruikte water moet worden gedestilleerd of gedemineraleerd en minimaal dezelfde zuiverheid hebben. Tenzij anders vermeld wordt met "oplossing" een oplossing in water bedoeld.

4.1. Perchloorzuuroplossing : 6 g/100 ml.

4.2. Natriumhydroxideoplossing : 20 g/100 ml.

4.3. Gestelde zoutzuuroplossing : 0,05 mol/l (0,05 N).

NB : Wanneer een automatisch destillatieapparaat wordt gebruikt, moet worden getitreerd met een gestelde zoutzuuroplossing van 0,01 mol/l (0,01 N).

4.4. Boorzuuroplossing : 3 g/100 ml.

4.5. Siliconeantischuimmiddel.

4.6. Fenoltaleïneoplossing : 1 g/100 ml 95 % ethanol.

4.7. Indicatoroplossing (Tashiro-indicatormengsel)

2 g methylrood en 1 g methyleenblauw wordt opgelost in 1.000 ml 95 % ethanol.

5. Apparatuur

5.1. Een vleesmolen waarmee een voldoende homogeen visgehakt kan worden gemaakt.

5.2. Snelle mixer met 8 000 tot 45 000 toeren per minuut.

5.3. Vouwfilter, diameter 150 mm, snel filtrerend.

5.4. Buret, 5 ml, schaalverdeling 0,01 ml.

5.5. Stoomdestillatieapparaat

Het apparaat moet op verschillende hoeveelheden stoom kunnen worden ingesteld en gedurende een bepaalde tijd een constante hoeveelheid stoom produceren. Het moet zodanig zijn geconstrueerd dat bij de toevoeging van base om te alkaliseren de ontstane vrije basen niet kunnen ontsnappen.

6. Uitvoering

Waarschuwing : Bij het werken met perchloorzuur, dat zeer agressief is, moeten de nodige preventieve maatregelen worden genomen en moet de nodige voorzichtigheid worden betracht.

De monsters moeten indien enigszins mogelijk zo spoedig mogelijk na hun aankomst volgens punt 6.1 worden voorbereid.

6.1. Monstervoorbereiding :

Het te analyseren monster moet in een vleesmolen conform aan punt 5.1 grondig worden fijngemalen. In een geschikte houder wordt 10 g ± 0,1 g van het gemalen monster nauwkeurig afgewogen, gemengd met 90,0 ml perchloorzuuroplossing conform aan punt 4.1, gedurende 2 minuten gehomogeniseerd in een mixer conform aan punt 5.2 en vervolgens gefiltreerd.

Het op deze wijze verkregen extract kan gedurende minimaal 7 dagen bij een temperatuur van ongeveer 2 tot 6 °C worden bewaard. worden bewaard.

6.2. Stoomdestillatie

Van het volgens punt 6.1 verkregen extract wordt 50,0 ml in een apparaat voor stoomdestillatie conform aan punt 5.5 gebracht. Om later te kunnen controleren of het extract voldoende gealkaliseerd is, worden enkele druppels fenoltaleïneoplossing conform aan punt 4.6 toegevoegd. Nadat enkele druppels siliconeantischuimmiddel zijn toegevoegd, wordt 6,5 ml natriumhydroxideoplossing conform aan punt 4.2 aan het extract toegevoegd en wordt onmiddellijk begonnen met de stoomdestillatie.

De stoomdestillator wordt zodanig ingesteld dat binnen tien minuten ongeveer 100 ml destillaat wordt opgevangen. De uitlaatbuis wordt ondergedompeld in een opvangvat met 100 ml boorzuuroplossing conform aan punt 4.4, waaraan 3 tot 5 druppels indicatoroplossing conform aan punt 4.7 zijn toegevoegd. Na precies tien minuten wordt de destillatie gestopt. De uitlaatbuis wordt uit het opvangvat gehaald en met water afgespoeld. De vluchtige basen in de oplossing in het opvangvat worden bepaald door titratie met een gestelde zoutzuuroplossing conform aan punt 4.3. Het eindpunt van de titratie moet liggen bij pH 5,0 ± 0,1.

6.3. Titratie

De bepaling moet in duplo worden uitgevoerd. De methode is correct toegepast als het verschil tussen de duplo's niet groter is dan 2 mg/100 g.

6.4. Blanco

Een blinde bepaling, uitgevoerd zoals beschreven bij punt 6.2. In plaats van het extract wordt 50,0 ml perchloorzuuroplossing conform aan punt 4.1 gebruikt.

7. Berekening van de TVB-N

Na titratie van de oplossing in het opvangvat met de zoutzuuroplossing conform aan punt 4.3 wordt de concentratie TVB-N als volgt berekend :

$$\text{TVB-N (uitgedrukt in mg/100 g monster)} = \frac{(V1 - V0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

V_1 = volume 0,01 M zoutzuuroplossing in ml voor het monster.

V_0 = volume 0,01 M zoutzuuroplossing in ml voor de blanco.

M = gewicht van het monster in g.

Opmerkingen :

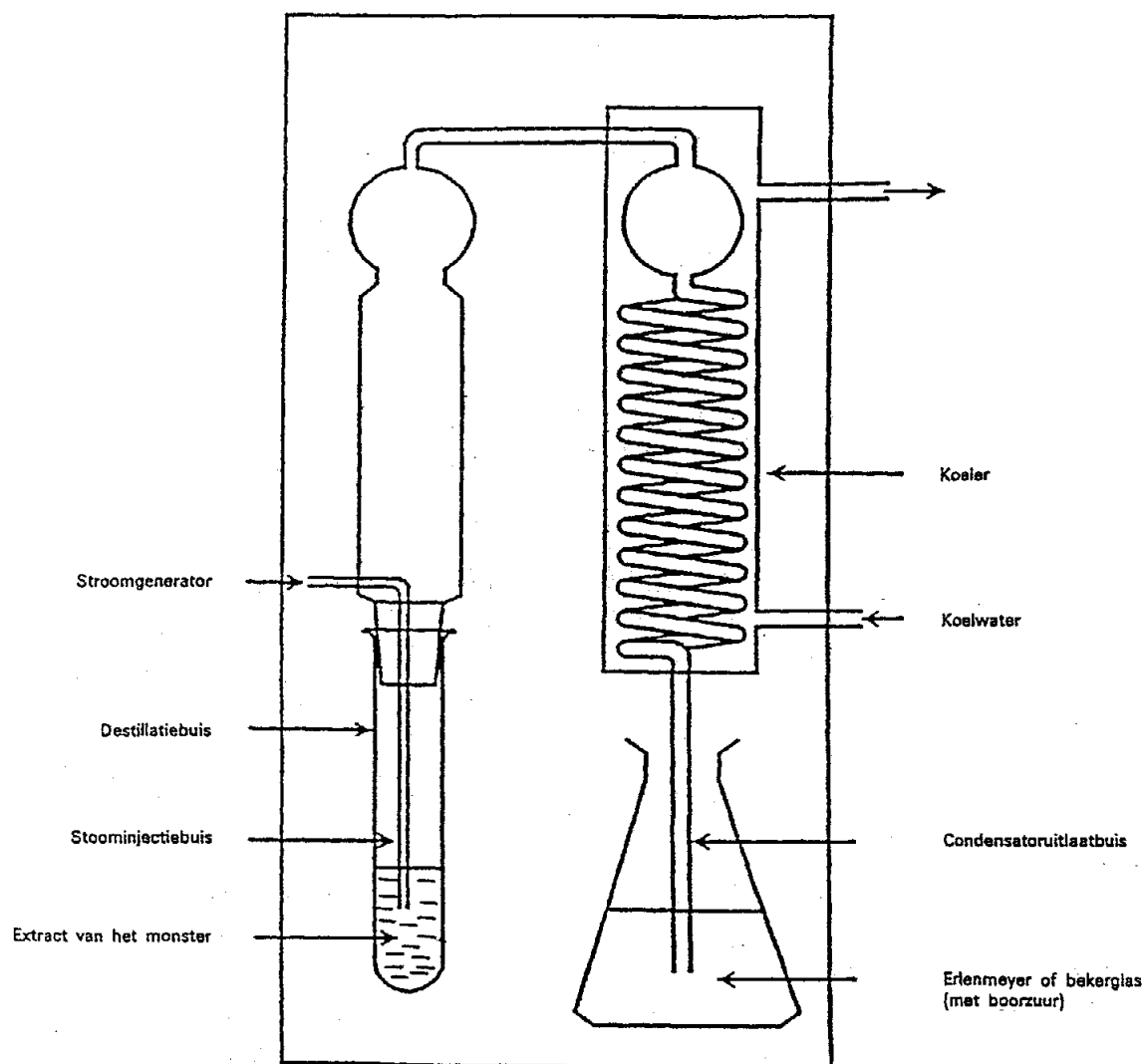
1. De analyse moet in duplo worden uitgevoerd. De methode is correct toegepast als het verschil tussen de duplo's niet groter is dan 2 mg/100 g.

2. Controleer de opstelling door NH_4Cl -oplossingen te destilleren die overeenkomen met een TVB-N van 50 mg/100 g.

3. Standaardafwijking (reproduceerbaarheid) : $S_r = 1,20$ mg/100 g;

Standaardafwijking (vergelijkbaarheid) : $S_R = 2,50$ mg/100 g.

De destillatie wordt uitgevoerd met behulp van een apparaat dat aan de beginselen van het volgende apparaat beantwoordt :



Gezien om te worden gevoegd bij het ministerieel besluit van 10 juli 2000.

De Minister van Consumentenzaken, Volksgezondheid en Leefmilieu,

Mevr. M. AELVOET

Annexe

Procédure de référence pour la détermination de la teneur en bases azotiques volatiles (ABVT) chez le poisson

1. Objet et champ d'application

La présente méthode décrit une procédure de référence permettant d'identifier la teneur en azote des bases azotiques volatiles (azote basique volatil total : ABVT) chez le poisson. Cette procédure s'applique aux teneurs en ABVT comprises entre 5 mg/100 g et 100 mg/100 g.

2. Définition

Par teneur en ABVT, il faut entendre la teneur en azote des bases azotiques volatiles déterminée par la procédure décrite. Elle s'exprime en mg/100 g.

3. Brève description

Les bases azotiques volatiles sont extraites d'un échantillon à l'aide d'une solution d'acide perchlorique 0,6. Après alcalinisation, l'extrait est soumis à une distillation par la vapeur et les constituants basiques volatils sont absorbés par un récepteur acide. La teneur en ABVT est déterminée par titrage des bases absorbées.

4. Produits chimiques

Sauf indication contraire, utiliser des produits chimiques convenant comme réactifs. L'eau utilisée doit être soit distillée, soit déminéralisée, et au moins de la même pureté. Sauf indication contraire, il faut entendre par « solution » une solution aqueuse.

4.1. Solution d'acide perchlorique : 6 g/100 ml.

4.2. Solution de soude caustique : 20 g/100 ml.

4.3. Solution standard d'acide chlorhydrique : 0,05 mol/l (0,05 N).

Note : Avec un appareil de distillation automatique, le titrage doit se faire avec une solution standard d'acide chlorhydrique de 0,01 mol/l (0,01 N).

4.4. Solution d'acide borique : 3 g/100 ml.

4.5. Agent anti-moussant au silicone

4.6. Solution de phénolphaléine : 1 g/100 ml d'éthanol à 95 %.

4.7. Solution indicateur (Tashiro Mixed Indicator)

Dissoudre 2 g de rouge de méthyle et 1 g de bleu de méthylène dans 1.000 ml d'éthanol à 95 %.

5. Instruments et accessoires

5.1. Un hachoir à viande qui donne un hachis de poisson suffisamment homogène.

5.2. Mélangeur très rapide, nombre de tours compris entre 8.000 et 45.000 tours par minute.

5.3. Filtre plissé de 150 mm de diamètre à filtrage rapide.

5.4. Burette de 5 ml, graduée jusqu'à 0,01 ml.

5.5. Appareil pour la distillation à la vapeur

Cet appareil doit pouvoir régler différentes quantités de vapeur et en produire une quantité constante en une période de temps donnée. Il doit être conçu de telle sorte que pendant d'adjonction de substances alcalinisantes, les bases libres ne puissent s'échapper.

6. Exécution

Avertissement : Lors de la manipulation d'acide perchlorique, qui est très corrosif, prendre les précautions et les mesures de prévention nécessaires.

Dans toute la mesure du possible, les échantillons doivent être préparés conformément au point 6.1 aussi rapidement que possible après leur arrivée.

6.1. Préparation de l'échantillon

Hacher soigneusement l'échantillon à analyser dans un hachoir à viande conforme au point 5.1. Peser précisément 10 g \pm 0,1 g de l'échantillon haché dans un récipient approprié, mélanger à 90,0 ml de solution d'acide perchlorique conforme au point 4.1, homogénéiser pendant 2 minutes dans un mélangeur conforme au point 5.2 puis filtrer.

L'extrait ainsi obtenu peut être conservé pendant au moins 7 jours à une température comprise environ entre 2 et 6 °C.

6.2. Distillation à la vapeur

Mettre 50,0 ml de l'extrait obtenu conformément au point 6.1 dans l'appareil de distillation à la vapeur conforme au point 5.5. Pour vérifier une dernière fois si l'alcalinisation de l'extrait est suffisante, ajouter plusieurs gouttes de phénolphaléine conforme au point 4.6. Après avoir ajouté quelques gouttes d'agent anti-moussant au silicone, ajouter à l'extrait 6,5 ml de solution de soude caustique conforme au point 4.2 et commencer immédiatement la distillation à la vapeur.

Régler la distillation à la vapeur de telle sorte qu'il soit produit environ 100 ml de distillat en l'espace de 10 minutes. Submerger le tube de sortie du distillat dans un récepteur contenant 100 ml d'une solution d'acide borique conforme au point 4.4, à laquelle 3 à 5 gouttes de la solution indicateur décrite au point 4.7 ont été ajoutées. Au bout de dix minutes précises, la distillation est terminée. Enlever le tube de sortie du distillat du récepteur et le rincer à l'eau. Déterminer les bases volatiles contenues dans la solution du récepteur par titrage dans une solution standard d'acide chlorhydrique conforme au point 4.3.

Le pH du point final doit être de 5,0 \pm 0,1.

6.3. Titrage

Les analyses doivent être effectuées en double. La méthode appliquée si la différence entre les deux analyses ne dépasse pas 2 mg/100 g.

6.4. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc conformément au point 6.2. A la place de l'extrait, utiliser 50,0 ml de solution d'acide perchlorique conforme au point 4.1.

7. Calcul de l'ABVT

Calculer la teneur en ABVT par tirage de la solution d'acide chlorhydrique conforme au point 4.3 contenue dans le récepteur en appliquant l'équation suivante :

$$\text{ABVT (exprimé en mg/100 g d'échantillon)} = \frac{(V1 - V0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

V1 = volume de la solution d'acide chlorhydrique 0,01 M en ml utilisée pour l'échantillon.

V0 = volume de la solution d'acide chlorhydrique 0,01 M en ml utilisée pour l'essai à blanc.

M = poids de l'échantillon en g.

Remarques :

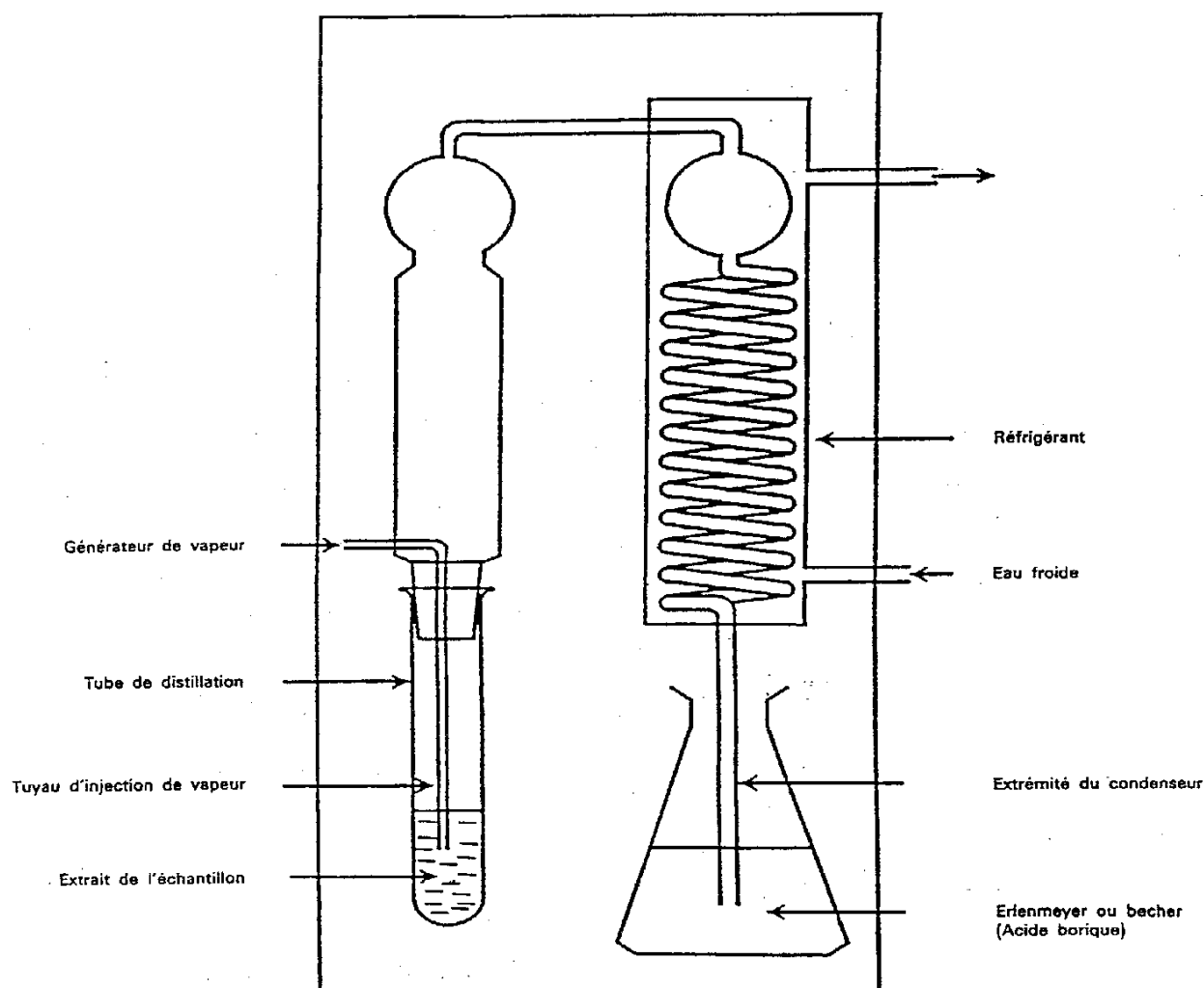
1. Les analyses doivent être effectuées en double. La méthode est correcte si la différence entre les deux analyses ne dépasse pas 2 mg/100g.

2. Vérifier l'équipement en distillant des solutions de NH₄CL équivalent à 50 mg d'ABVT/100 g.

3. Déviation standard de la reproductibilité Sr = 1,20 mg/100 g;

Déviation standard de la comparabilité Sr = 2,50 mg/100 g.

La distillation doit être réalisée à l'aide d'un appareil répondant aux principes du schéma suivant :



Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 10 juillet 2000.