

NORMA TÉCNICA NICARAGÜENSE DE VALORES LIMITES DE NITRÓGENO BÁSICO Y VOLÁTIL TOTAL NBVT Y MÉTODO DE ANÁLISIS PARA PRODUCTOS PESQUEROS

NTN 03 008 – 98

Publicada en La Gaceta Diario Oficial N°. 9 del 14 de enero de 1999

La Norma Técnica Nicaragüense 03 008-98 ha sido preparada por el Comité Técnico de Normas COMITÉ TÉCNICO NACIONAL DE HACCP y en su estudio participaron las siguientes personas:

1. OBJETO

La presente norma establece los valores límites de Nitrógenos Básicos Volátil Total NBVT, TMA e Histamina para productos pesqueros y los métodos de análisis que deben utilizarse.

2. DEFINICIONES

2.1 Concentración de NBVT. Es el contenido de nitrógeno de bases nitrogenadas volátiles determinado mediante el procedimiento descrito, la concentración se expresa en mg/100g.

2.2 Autoridad Competente. La Unidad HACCP, del Ministerio de Agricultura y Ganadería.

3. ESPECIFICACIONES Y CARACTERÍSTICAS

3.1 Los productos pesqueros no transformados que pertenezcan a las categorías de especies mencionadas en el Anexo I se considerarán impropios para el consumo humano cuando, habiéndose el examen organoléptico suscitado dudas sobre su frescor, el análisis químico demuestre que se han superado los límites de NBVT siguientes:

- a) 2.5 miligramos de nitrógeno/100 gramos de carne en el caso de las especies mencionadas en la letra A del Anexo I;
- b) 30 miligramos de nitrógeno/100 gramos de carne en el caso de las especies mencionadas en la letra B del Anexo I;
- c) 30 miligramos de nitrógeno /100 gramos de carne en el caso de las especies mencionadas en la letra C del Anexo I.

3.2 Métodos

3.2.1 El método de referencia que deberá utilizarse para el control del límite de NBVT será el de destilación de un extracto desproteinizado mediante ácido perclórico descrito en el Anexo II.

3.2.2 La destilación contemplada en el apartado 1 deberá realizarse con ayuda de un aparato que se ajuste al modelo que figura en el Anexo III.

3.2.3 Los métodos de rutina que podrán utilizarse para el control del límite de NBVT serán los siguientes:

- Método de microdifusión descrito por Conway y Byrne (1933);
- Método de destilación directa descrito por Antonacopoulos (1968);
- Método de destilación de un extracto desproteinizado mediante ácido tricloroscético (Comité del Codex Alimentarius para los pescados y productos de la pesca, 1968).

3.2.4 La muestra deberá consistir en un centenar de gramos de carne procedentes por lo menos de tres lugares diferentes, mezclados mediante trituración.

3.3 La autoridad competente recomendará a los laboratorios oficiales la utilización del método de referencia mencionado en el inciso 3.2.1 del acápite 3.2 para los análisis de rutina. En caso de duda o de litigio sobre los resultados de análisis realizados de acuerdo con los métodos de rutina, deberá utilizarse exclusivamente el método de referencia para la comprobación de los resultados.

4. CONTROL SANITARIO E INSPECCIÓN DE LAS CONDICIONES DE PRODUCCIÓN

4.1 Pruebas Químicas. Se tomarán muestras que se someterán a pruebas de laboratorios para comprobar los siguientes parámetros:

a) TBVN (Total Nitrógeno Básico Volátil) y TMA-N (Nitrógeno de Trimetilamina): Los valores de estos parámetros deberán precisarse por categorías de especies.

b) Histamina

Se tomarán nueve muestras de cada lote:

- Su valor medio deberá ser inferior a 100 ppm;
- Dos de las muestras podrán tener un valor superior a 100 ppm e inferior a 200 ppm;
- Ninguna de las muestras podrán tener un valor superior a 200 ppm.

Estos niveles máximos se aplicarán únicamente a los pescados de las familias de los Escómbridos y Clupeidos. No obstante, los pescados de dichas familias que hayan sido sometidos a un tratamiento de maduración enzimática en salmuera podrán presentar un contenido histamínico más elevado, pero sin superar el doble de los valores indicados anteriormente. Las pruebas se llevarán a cabo con métodos fiables y científicamente reconocidos, como el método de cromatografía de alta resolución en fase líquida (HPLC).

5. REFERENCIAS

a) Decisión de la Comunidad de 8 de marzo de 1995 por la que establecen los valores límites de Nitrógeno básico volátil total NBVT de determinadas categorías de productos pesqueros y los métodos de análisis que deben utilizarse.

b) Directiva del Consejo del 22 de julio de 1991 por la que se fijan las normas sanitarias aplicables a la producción y a la puesta en el mercado de los productos pesqueros.

ANEXO I

CATEGORÍAS DE ESPECIES PARA LAS QUE SE FIJA UN VALOR LIMITE DE TVB-N

A. *Sebastes* sp
Helicolenus dactylopterus
Sebastichchys capensis

B. Especies que pertenezcan a la familia de los PLEURONECTIDAE (excepto el (Ictán: *Hippoglossus* sp).

C. *Salmo wlar*
Especies que pertenezcan a la familia de los MERIUCIIDAE
Especies que pertenezcan a la familia de los GADIDAE

ANEXO II

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE BASES NITROGENADAS VOLÁTILES (NBVT) EN PESCADOS Y PRODUCTOS DE LA PESCA PROCEDIMIENTO DE REFERENCIA

1. OBJETIVO Y ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método describe un procedimiento de referencia para determinar la concentración de nitrógeno de bases nitrogenada volátiles (nitrógeno básico volátil total: NBVT) en pescados y productos de la pesca. Este procedimiento se aplica a concentraciones de NBVT comprendidas entre 5 mg/100 g y al menos 100 mg/100 g.

2. DESCRIPCIÓN BREVE

Las bases nitrogenadas volátiles se extraen de la muestra mediante una solución 0.6 de ácido perclórico. Una vez alcalinizado, el extracto se somete a destilación al vapor y los componentes básicos volátiles se absorben mediante un receptor ácido. La concentración de NBVT se determina mediante valoración de las bases absorbidas.

3. PRODUCTOS QUÍMICOS

A menos que se indique lo contrario, se utilizarán productos químicos con una pureza de grado reactivo. Se utilizará agua destilada o desmineralizada que tenga al menos la misma pureza. De no indicarse o contrario, se entenderá por “solución” una solución acuosa.

3.1 Solución de ácido perclórico -6 g /100 ml

3.2 Solución de hidróxido de sodio -20 g/100 ml

3.3 Solución patrón de ácido clorhídrico 0.05 mol/1 (0.05 N)

NB: Cuando se utilice un aparato de destilación automática, la valoración se realizará con una solución patrón de ácido clorhídrico 0.001 mol/1 (0.01 N)

3.4 Solución de ácido bórico -3 g/100 ml.

3.5 Agente antiespumante de silicona.

3.6 Solución de fenoláltalina -1 g/100 ml de etanol 95%

3.7 Solución indicadora (indicador Tashiro mezclado).

Disolver 2 g de rojo de metilo y 1 g de azul de metileno en 1000 ml de etanol 95%.

4. INSTRUMENTOS Y ACCESORIOS

4.1 Un triturador de carne para obtener un picadillo de pescado suficientemente homogéneo.

4.2 Un mezclador de alta velocidad (entre 8000 y 45000 revoluciones por minutos).

4.3 Un filtro de pliegues de 150 mm de diámetro de filtrado rápido.

4.4 Una bureta de 5 ml, graduada en 0.01 ml.

4.5 Un aparato de destilación al vapor. El aparato debe poder regular varias cantidades de vapor y producir un volumen constante de vapor durante un período de tiempo determinado. Así mismo, debe garantizar que durante la adición de sustancias de alcalinización las bases libres resultantes no puedan escapar.

5. REALIZACIÓN

Advertencia: Cuando se trabaje con ácido perclórico, que es extremadamente corrosivo, deberán tomarse las precauciones necesarias.

Siempre que sea posible, las muestras se prepararán de acuerdo con el punto a del inciso 4.3 tan pronto como se reciban.

5.1 Preparación de la Muestra. Triturar cuidadosamente la muestra que vaya a analizarse con un triturador como el que se indica en el punto a) del inciso 4.2. Pesar exactamente 10 g (+/- 0.1g) de carne triturada en un recipiente adecuado, mezclar con 90.0 ml de solución de ácido perclórico como la indicada en el punto a) del inciso 4.1 homogeneizar durante 2 minutos mediante un mezclador como el mencionado en el punto 5.2 y filtrar a continuación. El extracto así obtenido puede guardarse durante al menos 7 días a una temperatura comprendida entre °C y 6°C aproximadamente.

5.2 Destilación al Vapor. Poner 50.0 ml del extracto obtenido según el punto a) del inciso 4.3 en un aparato de destilación al vapor como el indicado en el punto e) del inciso 4.2. Añadir varias gotas de feolítalcina como la indicada en el punto f) del inciso 4.1 para comprobar posteriormente que el extracto esté suficientemente alcalinizado. Tras añadir algunas gotas de agente antiespumante de silicona, añadir al extracto 6.5 ml de solución de hidróxido de sodio como la mencionada en el punto b) del inciso 4.1 e iniciar inmediatamente la destilación al vapor.

Regular la destilación de modo que se produzcan unos 100 ml de destilado en 10 minutos. Sumergir el tubo de salida en un recipiente con 100 ml de solución de ácido bórico como la indicada en el punto d) del inciso 4.1 a la que se le habrán añadido de 3 a 5 gotas de la solución indicadora mencionada en el punto g) del inciso 4.1. Al cabo de 10 minutos exactos, cortar la destilación. Retirar el tubo de salida del recipiente y lavarlo con agua. Determinar mediante valoración con una solución patrón de ácido clorhídrico como la mencionada en el punto c) del inciso 4.1 las bases volátiles contenidas en la solución receptora.

El pH del punto final deberá ser 5.0 (+/- 0.1).

5.3 Valoración. Es necesario hacer dos veces los análisis. El método aplicado será correcto si la diferencia entre los dos análisis no es superior a 2 mg/100 g.

Prueba en Blanco. Realizar una prueba en blanco tal como se indica en el punto b) del inciso 4.3. En lugar del extracto utilizar 50.0 ml de solución de ácido perclórico como la indicada en el punto a) del inciso 3.1.

6. CÁLCULO DEL NBVT

La concentración de NBVT se calcula con la ecuación siguiente, tras la valoración de la solución receptora con ácido clorhídrico como el indicado en el punto c) del inciso 4.1.

Notas:

1. Es necesario hacer los análisis dos veces. El método aplicado será correcto si la diferencia entre los dos análisis no es superior a 2 mg/100g.
2. Comprobar el equipo destilando soluciones de NH_4Cl equivalentes a 50 mg NBVT/100 g
3. Desviación típica de la reproducibilidad: $S_1 = 1.20 \text{ mg/100 g}$.
4. Desviación típica de la comparabilidad: $S_1 = 2.50 \text{ mg/100 g}$.