

يقرر ما يأتي:

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90 - 39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج تحديد نسبة الهستامين في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية إجباريا.

المادة 2 : لتحديد نسبة الهستامين في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية ، فإن مخابر مراقبة الجودة و قمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق .

كما يجب أن يستعمل المخبر عند الأمر بإجراء خبرة، هذا المنهج.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية.

حرر بالجزائر في 12 جمادى الثانية عام 1427 الموافق 8 يوليو سنة 2006.

الهاشمي جعوب

الملحق

منهج لتحديد نسبة الهستامين في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية.

1. موضوع :

يبين هذا المنهج معايرة الهستامين في سمك التونة أو السردين أو الاسقمري أو البلم أو أي منتج بحري طازج أو مجمد أو معالج بالدخان مجفف أو معالج على طريقة آبرت (appertisé) أو تعرض لأي معالجة أخرى.

الهستامين عبارة عن أمين ناتج عن هدم الهستيدين بنزع الكربون. يمكن أن يؤدي تواجدها في السمك، بنسب أعلى من 10مغ/100غ إلى تسممات.

2. المبدأ :

تذوب الهستامين في حمض ثلاثي كلوروأستيك ، تتركب مع الأورتوفتال ألدهيد، تفصل بواسطة



قرار مؤرخ في 12 جمادى الثانية عام 1427 الموافق 8 يوليو سنة 2006، يجعل منهج تحديد الهستامين في منتوجات الصيد البحري بواسطة كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية إجباريا.

إن وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 176-06 المؤرخ في 27 ربيع الثاني عام 1427 الموافق 25 مايو سنة 2006 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة الجودة و قمع الغش، المعدل و المتمم،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 02-453 المؤرخ في 17 شوال عام 1423 الموافق 21 ديسمبر سنة 2002 الذي يحدد صلاحيات وزير التجارة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 04 - 189 المؤرخ في 19 جمادى الأولى عام 1425 الموافق 7 يوليو سنة 2004 الذي يحدد تدابير حفظ الصحة و النظافة المطبقة على منتوجات الصيد البحري و تربية المائيات،

تذوب 174,2 مغ من K_2HPO_4 في لتر واحد من ماء ذو نقاوة عالية،

- محلول العابر في الكروماتوغرافيا : 40 % من أسيتونتريل و 60 % من محلول K_2HPO_4 تركيزه 1 ميليمولارية،

- مرشحة 5 ميكرومتر،

- ورق ترشيح ذو طيات رقم 127

5. طريقة العمل :

1.5 تحضير مصفى (défécate) ثلاثي كلورواستيك :

تسحق و تجانس عينة ممثلة تزن 200 غ تقريبا وتقطع العينة للتجربة مباشرة.

1.1.5 حالة السمك الطازج و المجمد :

تجانس 100 غ من العينة مع 50 ملل من الماء في جهاز للسحق ثم تضاف 50 ملل من محلول ثلاثي كلورواستيك (TCA) 20 % يخلط من جديد ثم يرشح في ورق ترشيح ذو طيات رقم 127.

2.1.5 حالة السمك المعلب :

نفس الطريقة السابقة بأخذ 50 غ من اللحم المقطر، 50 ملل من الماء و 50 ملل من محلول ثلاثي كلورواستيك (TCA) 20 % .

3.1.5 حالة السمك نصف المعلب :

نفس الطريقة ، بأخذ 40 غ من لحم السمك و 100 ملل من الماء و 50 ملل من محلول ثلاثي كلورواستيك (TCA) 20 % .

2.5 تفاعل التركيب مع أورتوفتال ألدهيد :

يخفف جزء صغير من الرشاحة الى 10/1 في ماء خال من المواد المعدنية ثم يرشح في مرشحة 5 ميكرومتر.

يمكن إجراء بقية التفاعل يدويا أو بواسطة محضر - محقن ذاتي.

تقطع 100 ميكرومتر من المحلول المخفف الى 10/1 و يضاف إليه 900 ميكرومتر من الماء ذو نقاوة عالية ثم نجعل المحلول قاعدي بإضافة 200 ميكرومتر من NaOH (2 نظامية) ثم يضاف 100 ميكرومتر من محلول

الكروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية على أطوار معكوسة، ثم يكشف عنها بواسطة القياس الفلوريومتري.

3. التجهيزات :

- جهاز سحق،

- ميزان،

- مضخة إيزوقراطية لكروماتوغرافيا في طور سائل،

- محقنة من نوع RHEODYNE ذات حلقة حقن لـ 20 ميكرومتر،

- عمود C18 (20 سم × 4 مم) : سيليس كروية 5 ميكرومتر مدخلة C18 مع احتمال إضافة عمود مسبق،

- كاشف فليورومتري ذو تدفق مستمر مع خلية لـ 20 ميكرومتر،

- مسجل مكامل،

- احتمال استعمال محضر ذاتي - محقن أوماتيكي.

4. الكواشف :

محلول حمض ثلاثي كلورواستيك (TCA) 20 %،

- ثنائي كلور هيدرات الهستامين (184,07 ميليمولارية)،

- محلول الهستامين ذو تركيز 3,33 مغ/ملل،

يذوب 165,6 مغ من ثنائي كلور هيدرات الهستامين في 100 ملل من ثلاثي كلورواستيك (TCA) 10 %،

يخفف إلى 3/1 ثم إلى 100/1

- محلول أورتوفتال ألدهيد (OPA) تركيزه 10 مغ/ملل في الميثانول،

- محلول الصودا 2 نظامية،

- محلول حمض الكلوريدريك 3 نظامية،

- أسيتونتريل للكروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية،

- محلول تركيزه 1 ميليمولارية من ثنائي البوتاسيوم هيدروجينوفوسفات (K_2HPO_4)،

6. التعبير عن النتائج :**1.6 الحساب :**

نسبة الهستامين المعبر عنها بالمليغرام لـ 100 غ من العينة هي :

$$\text{هـ} = \frac{6,66 \times \text{م}}{\text{م ن}} \text{ سمك طازج أو مجمد}$$

$$\text{هـ} = \frac{10 \times \text{م}}{\text{م ن}} \text{ سمك معلب}$$

$$\text{هـ} = \frac{15,83 \times \text{م}}{\text{م ن}} \text{ سمك نصف معلب}$$

حيث :

م ن : مساحة منحني الهستامين للعينة النموذجية،

م : مساحة منحني الهستامين للعينة المراد تحليلها،

يؤخذ كنتيجة المعدل الجبري لتحديدين، إذا توفرت شروط التكرارية.

يعبر عن النتيجة :

- بتقريب 0,5مغ (القيمة المطلقة) لنسب أقل من 10مغ/100غ،

- بتقريب 1مغ (القيمة المطلقة) لنسب أكبر من 10مغ / 100غ.

2.6 التكرارية :

يجب أن لا يتعدى الفرق بين نتيجتي تحديدين منجزين من طرف نفس المحلل 5 % من القيمة النسبية.

3.6 متبة الكشف :

- سمك طازج أو مجمد : 0,5مغ/100غ،

- سمك معلب : 0,75مغ/100غ،

- سمك نصف معلب : 1مغ / 100غ.

أورتوفتال ألدهيد (OPA) (10ملغ/ملل)، ينتظر لمدة أربع دقائق ثم يوقف التفاعل بإضافة 150ميكرو لتر من HCl (3 نظامية).

يرج الأنبوب جيدا بعد إضافة كل كاشف مع المراعاة الدقيقة لوقت التركيب أي أربع دقائق.

3.5 العبور في الكروماتوغرافيا :

- التدفق : 1ملل/دقيقة،

- المذيب العابر في الكروماتوغرافيا : 40 % من الاسيتونتريل و 60 % من محول K₂HPO₄ 1 ميليمولارية،

- الحجم المحقن : 20 ميكرو لتر،

- كشف فليورومتري : طول موجة التهيج 360 نانومتر و طول موجة الإرسال 450 نانومتر،

- تسجيل و تكامل مساحات منحنيات الهستامين،

- مدة عبور المحلول في الكروماتوغرافيا هي 6 دقائق تقريبا.

المعايرة الخارجية (بالمحضر الذاتي) :

- 100 ميكرو لتر من محلول الهستامين تركيزه 10.3,33³ملغ/ملل

- 900 ميكرو لتر من الماء،

- 200 ميكرو لتر من NaOH 2 نظامية،

- 100 ميكرو لتر من أورتوفتال ألدهيد (OPA) 10 ملغ/ملل، انتظار 4 دقائق،

- 150 ميكرو لتر من HCl نظاميته 3، العبور في كروماتوغرافيا في طور سائل ذات دقة عالية.

تحتوى 20 ميكرو لتر المحقنة على 4,6 مغ من الهستامين.

إذا كانت نسبة الهستامين ضعيفة، يجرى تفاعل التركيب على مصفى (défécate) ثلاثي كلوروأستيك (TCA) غير مخفف أو ذو تخفيف ضعيف و العكس، إذا كانت هذه النسبة مرتفعة، يخفف المصفى (défécate) بطريقة يمكن الحصول فيها على قراءة كروماتوغرافية قريبة من المحلول النموذجي.

يجرى تحديداً إثنان على نفس المصفى (défécate) المحضر.