

Tarım ve Orman Bakanlıđından:

**TÜRK GIDA KODEKSİ GIDALARDAKİ ESER ELEMENTLER VE İŞLEME
BULAŞANLARININ RESMİ KONTROLÜ İÇİN NUMUNE ALMA VE ANALİZ
METODU KRİTERLERİ TEBLİĐİ
(TEBLİĐ NO:2024/10)**

Amaç ve kapsam

MADDE 1 – (1) Bu Tebliğın amacı, gıdalardaki eser elementler ve işleme bulaşanlarının resmi kontrolü için numune alma ve analiz metodu kriterlerinin belirlenmesidir.

Dayanak

MADDE 2 – (1) Bu Tebliğ, 11/6/2010 tarihli ve 5996 sayılı Veteriner Hizmetleri, Bitki Sağlığı, Gıda ve Yem Kanununun 23 üncü, 26 ncı ve 31 inci maddeleri, 19/2/2020 tarihli ve 31044 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliđi ve 5/11/2023 tarihli ve 32360 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliđi hükümlerine dayanılarak hazırlanmıştır.

Tanımlar

MADDE 3 – (1) Bu Tebliğde geçen;

- a) Alt parti: Büyük bir partinin belirlenmiş bir kısmına numune alma metodunu uygulamak için partinin fiziksel olarak ayrılabilir ve tanımlanabilir kısmını,
 - b) Bakanlık: Tarım ve Orman Bakanlıđını,
 - c) Birincil numune: Parti veya alt partideki tek bir yerden alınan madde miktarını,
 - ç) Karşılaştırılabilir boyut veya ağırlık: %50’yi geçmeyen boyut veya ağırlık farkını,
 - d) Laboratuvar numunesi: Laboratuvar için amaçlanan paçal numunenin temsili bir kısmını veya miktarını,
 - e) Paçal numune: Partiden veya alt partiden alınan birincil numunelerin birleştirilmiş toplamını ve parti veya alt partiyi temsil eden numuneyi,
 - f) Parti: Aynı anda teslim edilen ve numuneyi alan kontrol görevlisi tarafından menşei, çeşidi, türü, toplanma alanı, ambalaj tipi, ambalajlayıcısı, göndericisi veya işaretleri gibi ortak özelliklere sahip olduđu belirlenen tanımlanabilir miktardaki gıdayı,
 - g) Şahit numune: İtirazlı durumlar için, homojenize edilmiş paçal numuneden ayrılan numuneyi,
- ifade eder.

(2) Bu Tebliğde geçen ve birinci fıkrada yer almayan tanımlar için 5996 sayılı Veteriner Hizmetleri, Bitki Sağlığı, Gıda ve Yem Kanununun 3 üncü maddesinde yer alan tanımlar geçerlidir.

Numune alma ve analiz metotları

MADDE 4 – (1) Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde yer alan kurşun, kadmiyum, cıva, inorganik kalay, inorganik arsenik, 3-monokloropropan-1,2-diol (3-MCPD), 3-MCPD yağ asidi esterleri, glisidil yağ asidi esterleri, polisiklik aromatik hidrokarbonlar (PAH) ve perklorat ve aynı Yönetmeliğın 10 uncu maddesine göre Bakanlık Talimatı oluşturulmuş akrilamid seviyelerinin kontrolü için kullanılan numune alma ve analiz metotları Ek-1’e uygun olur.

(2) Birinci fıkrada, 17/12/2011 tarihli ve 28145 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Gıda ve Yemin Resmi Kontrollerine Dair Yönetmelik hükümleri saklı kalmak kaydıyla uygulanır.

Avrupa Birliđi mevzuatına uyum

MADDE 5 – (1) Bu Tebliğ, Gıdalardaki Eser Elementler ve İşleme Bulaşanlarının Kontrolü için Numune Alma ve Analiz Metodu Kriterlerini belirleyen 28/03/2007 tarihli ve (AT) 333/2007 sayılı Komisyon Tüzüğü dikkate alınarak Avrupa Birliđi mevzuatına uyum çerçevesinde hazırlanmıştır.

Yürürlükten kaldırılan tebliğ

MADDE 6 – (1) 24/02/2017 tarihli ve 29989 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7) yürürlükten kaldırılmıştır.

(2) Yürürlükten kaldırılan Tebliğe yapılan atıflar bu Tebliğe yapılmış sayılır.

Geçiş hükümleri

GEÇİCİ MADDE 1 – (1) Bu Tebliğin yayımından önce faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında yer alan ürünlerde resmi kontroller için analiz yapan kurum ve kuruluşlar 31/12/2024 tarihine kadar bu Tebliğ hükümlerine uymak zorundadır.

(2) Bu Tebliğ hükümlerine uyum sağlanıncaya kadar, yürürlükten kaldırılan Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7) hükümlerinin uygulanmasına devam olunur.

Yürürlük

MADDE 7 – (1) Bu Tebliğ yayımı tarihinden 1 ay sonra yürürlüğe girer.

Yürütme

MADDE 8 – (1) Bu Tebliğ hükümlerini Tarım ve Orman Bakanı yürütür.

Ek-1

Bölüm A – Numune Alma Metotları

A.1. Genel Hükümler

- a) Numune, kontrol görevlisi tarafından alınır.
- b) İncelenecek olan her parti veya alt partiden ayrı ayrı numune alınır.
- c) Numune alma sırasında bulaşanların seviyelerini etkileyebilecek, analitik olarak belirlemeyi olumsuz etkileyebilecek veya paçal numuneyi temsili olmaktan çıkaracak herhangi bir değişiklikten kaçınmak için önlemler alınır.
- ç) Birincil numune mümkün olduğunca parti veya alt parti içinde farklı yerlerden alınır. Bu şekilde alınamadığı durumlarda ise mutlaka (g) bendinde belirtilen kayıtlara işlenir.
- d) Paçal numune, birincil numunelerin birleştirilmesiyle oluşturulur.
- e) Şahit numune, homojenize edilmiş paçal numuneden ayrılır.
- f) Her numune, kontaminasyona, kabın iç duvarına adsorbsiyon nedeniyle analit kaybına ve taşıma sırasında hasara karşı yeterli koruma sağlayan temiz, inert bir kaba konulur. Numunenin taşıma veya depolama sırasında bileşiminde meydana gelebilecek herhangi bir değişiklikten kaçınmak için gerekli tüm önlemler alınır.

PAH analizi için numune alınması sırasında, numunenin PAH içeriğini değiştirebilecekleri için mümkünse plastik kaplardan kaçınılmalıdır. Mümkün olduğu kadar numuneyi ışıktan yeterince koruyan, inert, PAH içermeyen cam kaplar kullanılır. Bunun pratik olarak mümkün olmadığı durumlarda, en azından numunenin plastikten doğrudan temasından kaçınılmalıdır (örneğin katı numuneler söz konusu olduğunda, numune kaba yerleştirilmeden önce alüminyum folyoya sarılır).

g) Resmi kontrol için alınan her numune, Gıda ve Yemin Resmi Kontrollerine Dair Yönetmelik hükümlerine uygun olarak mühürlenir ve etiketlenir.

Her numune için, temsil ettiği parti veya alt partiyi açıkça tanımlayacak (parti numarası ile ilişkilendiren) şekilde kayıt tutulur. Bu kayıta numune alma tarihi, yeri ve analizi yapacak kişiye yardımcı olacak diğer bilgiler de yer almalıdır.

A.2. Numune Alma Planları

a) Partilerin alt partilere bölünmesi

Büyük partiler, alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla alt partilere bölünür. Tahıllar gibi dökme sevkiyatlarda ticareti yapılan ürünler için Tablo 1 uygulanır. Diğer ürünler için Tablo 2 uygulanır. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alındığında, alt parti ağırlığı tablolarda verilen alt parti ağırlığını en fazla %20 oranında geçebilir.

b) Birincil numunelerin sayısı

Takviye edici gıda, baharat veya otlar, kurutulmuş mantar, alg veya likenler dışındaki gıdalar için paçal numune, örneğin numunenin 1 paket veya birimden oluşması gibi mümkün olmayan durumlar hariç, en az 1 kilogram veya 1 litre olur.

Takviye edici gıda, baharat veya otlar, kurutulmuş mantar, alg veya likenler için paçal numune en az 100 gram veya 100 mililitre olur.

Takviye edici gıda dışındaki gıdalar için parti veya alt partiden alınacak minimum birincil numune sayısı Tablo 3'e uygun olur.

Dökme sıvı ürünler söz konusu olduğunda parti veya alt parti, numune alma işleminden hemen önce manuel veya mekanik yöntemlerle mümkün olduğu kadar ve ürünün kalitesini etkilemeyecek şekilde iyice karıştırılmalıdır. Bu durumda, belirli bir parti veya alt parti içerisinde kirletici maddelerin homojen bir dağılımının olduğu varsayılır. Bu nedenle paçal numuneyi oluşturmak için bir parti veya alt partiden alınacak birincil numunelerin sayısı üç olacaktır.

Takviye edici gıda dışındaki gıdalarda parti veya alt partinin ayrı paketlerden veya birimlerden oluşması halinde, paçal numuneyi oluşturmak için alınacak paket veya birim sayısı (birincil numuneler) Tablo 4a'ya uygun olur.

Birincil numuneler benzer ağırlık/hacimde olur. Takviye edici gıda, baharat veya otlar, kurutulmuş mantar, alg veya likenler dışındaki gıdalar için, birincil numunenin ağırlığı/hacmi en az 100 gram veya 100 mililitre olur ve bunun sonucunda en az yaklaşık 1 kilogram veya 1 litre paçal numune elde edilir.

Baharat veya kurutulmuş otlar, kurutulmuş mantar, alg veya liken için, birincil numunenin ağırlığı/hacmi en az 35 gram veya 35 mililitre olur ve bunun sonucunda en az 100 gram veya 100 mililitrelik paçal numune elde edilir.

İnorganik kalay için maksimum limitler her bir teneke kutunun içeriğine uygulanır, ancak pratik nedenlerden dolayı paçal numune alma yaklaşımı kullanılabilir. Kutulardan oluşan paçal numune için yapılan testin sonucu, maksimum inorganik kalay limitinden az ancak buna yakın ise ve bireysel kutuların maksimum limiti aşabileceğinden şüpheleniliyorsa, daha fazla araştırma yapılır.

Takviye edici gıda için birincil numunelerin minimum sayısı ve boyutu Tablo 4b'ye uygun olur.

A.2'de belirtilen numune alma metodunun kabul edilemez ticari sonuçlar nedeniyle (örn. ambalaj formları, partinin hasar görmesi) uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda veya A.2'de belirtilen numune alma metodunun uygulanması pratik olarak imkansız olduğunda, parti veya alt partiyi yeterince temsil etmesi ve tamamen belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durum, A.1.g maddesine göre kaydedilir.

Tablo 1 - Dökme sevkiyatlarda ticareti yapılan ürünler için partinin alt partilere bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Alt partinin ağırlığı veya sayısı
≥ 1500	500 ton
> 300 ve < 1500	3 alt parti
≥ 100 ve ≤ 300	100 ton
< 100	–

Tablo 2 - Dökme sevkiyatlarda ticareti yapılmayan ürünler için partinin alt partilere bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Alt partinin ağırlığı veya sayısı
≥ 15	15 – 30 ton
< 15	–

Tablo 3 – Takviye edici gıda dışındaki gıdalar için parti veya alt partiden alınması gereken en az birincil numune sayısı

Parti/Alt partinin ağırlığı veya hacmi (kg veya L)	Alınması gereken en az birincil numune sayısı
< 50	3
≥ 50 ve ≤ 500	5
> 500	10

Tablo 4a - Takviye edici gıda dışındaki gıdalarda parti veya alt partinin ayrı paketlerden veya birimlerden oluşması halinde, paçal numuneyi oluşturmak için alınacak paket veya birim sayısı (birincil numuneler)

Parti/Alt parti içindeki paket veya birimlerin sayısı	Alınması gereken paket veya birim sayısı
≤ 25	En az 1 paket veya birim
26 – 100	Yaklaşık %5'i, en az 2 paket veya birim
> 100	Yaklaşık %5'i, maksimum 10 paket veya birim

Tablo 4b - Takviye edici gıda için en az birincil numune sayısı ve boyutu

Parti boyutu (paket sayısı)	Numune alınacak paket sayısı (birincil numuneler)	Birincil numunenin boyutu
1-50	1	Paketin tüm içeriği
51-250	2	Paketin tüm içeriği
251-1 000	4	Numune alınan her perakende paketten paket içeriğinin yarısı
> 1 000	Maksimum 25 perakende paket olmak üzere her 1 000 perakende paket başına 4 + 1 paket	≤ 10 paket: her perakende paketten, paket içeriğinin yarısı > 10 paket: Her paketten eşit miktarda alınarak 5 paket içeriğine eşdeğer numune elde edilir
Bilinmiyor (yalnızca e-ticaret için geçerlidir)	1	Paketin tüm içeriği

c) Karşılaştırılabilir boyut veya ağırlıkta bütün balık içeren partilerden numune alınmasına ilişkin özel hükümler

Partiden alınacak birincil numunelerin sayısı Tablo 3'e uygun olur. Tüm birincil numuneleri birleştirilmesi ile oluşan paçal numune en az 1 kilogram olur (bkz. madde A.2.b).

- Numune alınacak parti küçük balıklardan (tek başına ağırlığı 1 kilogramın altında olan balıklar) oluşuyorsa, paçal numuneyi oluşturmak üzere birincil numune olarak bütün balık alınır. Paçal numune ağırlığının 3 kilogramdan fazla olacağı durumlarda birincil numuneler balığın orta kısımlarını içerebilir ve her birinin ağırlığı en az 100 gram olur ve böylece paçal numune oluşturulur. Maksimum limitin geçerli olduğu kısmın tamamı numunenin homojenizasyonu için kullanılır.

Balığın orta kısmı ağırlık merkezinin olduğu yerdir. Bu, çoğu durumda sırt yüzgecinin (balığın sırt yüzgeci olması durumunda) olduğu yerde veya solungaç açıklığı ile anüs arasında yarı yolda bulunur.

- Numune alınacak partinin daha büyük balıklar (her bir balık ağırlığı ≥ 1 kilogram) içerdiği durumlarda, birincil numune balığın orta kısmından oluşur. Her birincil numunenin ağırlığı en az 100 gramdır.

Orta büyüklükteki balıklar için (≥ 1 kilogram ve < 6 kilogram) birincil numune, balığın orta kısmında omurgadan karnına kadar bir dilim halinde alınır.

Çok büyük balıklar için (≥ 6 kilogram), birincil numune balığın orta kısmın sağ taraftaki (önden görünüm) dorso-lateral (sırt-yan) kas etinden alınır. Balığın orta kısmından böyle bir parçanın alınmasının önemli bir ekonomik zarara yol açacağı durumlarda, partinin büyüklüğünden bağımsız olarak her biri en az 350 gramlık üç birincil numune alınması yeterli kabul edilebilir veya alternatif olarak partinin büyüklüğünden bağımsız olarak her balığın kuyruk kısmına yakın kas eti ve baş kısmına yakın kas etinin eşit kısmından (175 gram) her biri en az 350 gramlık birincil numuneler yeterli kabul edilebilir.

ç) Farklı boyut ve/veya ağırlıkta bütün balık içeren çok sayıda balıktan numune alınmasına ilişkin özel hükümler

Numune oluşturma ile ilgili olarak A.2.c’de belirtilen hükümler uygulanır.

Bir boyut veya ağırlık sınıfı/kategorisinin baskın olduğu durumlarda (partinin yaklaşık %80’i veya daha fazlası), numune alma, baskın boyut veya ağırlığa sahip balıklardan gerçekleştirilir. Alınan bu numunenin bütün partiyi temsil ettiği kabul edilir.

Belirli bir boyut veya ağırlık sınıfının/kategorisinin baskın olmadığı durumlarda, numune için seçilen balığın partiyi temsil etmesi sağlanmalıdır. Bu tür durumlarda Bakanlık resmi internet sayfasında yayımlanan '*Farklı Boyut ve/veya Ağırlıktaki Bütün Balıklardan Numune Alınmasına İlişkin Kılavuz*' belgesi dikkate alınmalıdır.

d) Kara hayvanlarından numune alınmasına ilişkin özel hükümler

Domuz, sığır, koyun, keçi ve at eti ve sakatları için en az bir hayvandan 1 kilogram numune alınır. Numune miktarının 1 kilogram alınması gerektiğinde birden fazla hayvandan eşit miktarda numune alınır.

Kanatlı eti için 1 kilogramlık paçal numune elde etmek amacıyla en az üç hayvandan eşit miktarda numune alınır. Kanatlı sakatları için 300 gramlık paçal numune elde etmek amacıyla en az üç hayvandan eşit miktarda numune alınır.

Çiftlik av hayvanlarının ve yabani kara hayvanlarının et ve sakatları için en az bir hayvandan 300 gramlık numune alınır. Numune miktarının 300 gram alınması gerektiğinde birden fazla hayvandan eşit miktarda numune alınır.

A.3. Perakende Aşamasında Numune Alma

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma işlemi mümkün olduğu takdirde A.2.b’de belirtilen numune alma hükümlerine uygun olarak yapılır.

Kabul edilemez ticari sonuçlar nedeniyle (örn. ambalaj formları, partinin hasar görmesi vb.) A.2.b’de belirtilen numune alma metodunun uygulanmasının mümkün olmadığı veya yukarıda belirtilen numune alma metodunun uygulanmasının pratik olarak imkansız olduğu durumlarda, numune alınan parti veya alt partiyi yeterince temsil etmesi ve tam olarak belgelenmesi koşuluyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

Bölüm B – Numune Hazırlama ve Analiz

B.1. Laboratuvar Kalite Standartları

Laboratuvarlar 18/2/2022 tarihli ve 31754 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Gıda Kontrol Laboratuvarları Yönetmeliği hükümlerine uyarlar.

Laboratuvarlar, IUPAC/ISO/AOAC tarafından geliştirilen '(Kimyasal) Analitik Laboratuvarların Yeterlilik Testine İlişkin Uluslararası Uyumlaştırılmış Protokol (M. Thompson, S.L.R. Ellison ve R. Wood. Pure Appl. Chem., Vol.78, No.1, pp.145–196, 2006. doi:10.1351/pac200678010145)'e uygun yeterlilik testi programlarına katılım sağlamalıdır.

Laboratuvarlar, iç kalite kontrol prosedürlerinin yürürlükte olduğunu gösterebilmelidir. Bunların örnekleri 'ISO/AOAC/IUPAC Analitik Kimya Laboratuvarlarında İç Kalite Kontrolüne ilişkin Kılavuzları (M. Thompson ve R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666)'nda yer almaktadır.

Mümkün olan her durumda analizin gerçekliği, analize uygun sertifikalı referans materyaller ile tahmin edilmelidir.

B.2. Numune Hazırlama

B.2.1. Önlemler ve genel koşullar

Temel gereklilik, ikincil kontaminasyona yol açmadan temsili ve homojen bir laboratuvar numunesi elde etmektir.

Maksimum limitin geçerli olduğu kısmın tamamı numunenin homojenizasyonu için kullanılır.

Balık dışındaki ürünler için laboratuvar tarafından teslim alınan numune materyalinin tamamı laboratuvar numunesinin hazırlanmasında kullanılır.

Balıklar için laboratuvar tarafından teslim alınan numune materyalinin tamamı homojenize edilir. Homojenize paçal numuneden temsili bir kısım/miktar, laboratuvar numunesinin hazırlanması için kullanılır.

Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitlere uygunluk, laboratuvar numunelerinde belirlenen seviyeler esas alınarak değerlendirilir.

B.2.2. Özel numune hazırlama prosedürleri

B.2.2.1. Kurşun, kadmiyum, cıva, inorganik kalay ve inorganik arsenik için özel prosedürler

Analist, numune hazırlama sırasında numunelerin kontamine olmadığından emin olmalıdır. Mümkün olduğunca, numuneyle temas eden alet ve ekipman bu metalleri içermemeli ve plastikler (polipropilen, politetrafloroetilen (PTFE) vb.) gibi inert materyallerden yapılmış olmalıdır. Bunlar kontaminasyon riskini en aza indirmek için asitle temizlenmelidir. Kesici uçlar için yüksek kaliteli paslanmaz çelik kullanılabilir.

Söz konusu ürünler için kullanılacak birçok tatmin edici spesifik numune hazırlama prosedürü mevcuttur. Bu Tebliğin özel olarak kapsamadığı hususlar için CEN Standardı (Gıda Maddeleri. Elementlerin ve Kimyasal Türlerinin Belirlenmesi. Genel Hususlar ve Özel Gereklilikler) tatmin edicidir, ancak diğer numune hazırlama yöntemleri de aynı derecede geçerli olabilir.

İnorganik kalay için, özellikle çözünmeyen hidratlı Sn(IV) oksit türlerine hidroliz nedeniyle kayıpların kolaylıkla meydana geldiği bilindiğinden, tüm materyalin çözelti içine alınmasına dikkat edilmelidir.

B.2.2.2. Polisiklik aromatik hidrokarbonlar için özel prosedürler

Analist, numune hazırlama sırasında numunelerin kontamine olmadığından emin olmalıdır. Kontaminasyon riskini en aza indirmek için kaplar kullanımdan önce yüksek saflıkta aseton veya hekzanla durulanmalıdır. Numuneyle temas eden alet ve ekipmanlar mümkün olduğunca alüminyum, cam veya cilalı paslanmaz çelik gibi inert malzeme olmalıdır. Analitler polipropilen veya PTFE gibi plastiklere adsorbe olabileceğinden bu malzemelerden kaçınılmalıdır.

Kakao ve kakao türevi ürünlerdeki PAH analizi için, yağ içeriğinin belirlenmesi, kakao çekirdekleri ve türevi ürünlerin yağ içeriğinin belirlenmesine yönelik AOAC Resmi metodu 963.15'e uygun olarak gerçekleştirilir. Kullanılan yağ belirleme prosedürünün eşit (eşdeğer) bir yağ içeriği değeri sağladığının gösterilebildiği eşdeğer yağ belirleme prosedürleri uygulanabilir.

B.2.3. Numunenin laboratuvarda işlenmesi

Paçal numunenin tamamı ince bir şekilde öğütülmeli (ilgili olduğu yerde) ve tam homojenleştirme sağladığı kanıtlanmış bir işlem kullanılarak iyice karıştırılmalıdır.

B.2.4. Şahit numune

Şahit numune, paçal numunenin B.2.3'te homojen hale getirildiği halinden alınır.

B.3. Analiz Metodu

B.3.1. Tanımlar

Tekrar edilebilirlik (r): Tekrar edilebilirlik koşulları altında (yani, aynı numune, aynı kişi, aynı cihaz, aynı laboratuvar ve kısa zaman aralığı) yapılan, belirli bir olasılık dahilinde (genellikle %95) tekli analiz sonuçları arasındaki mutlak farkın geçmemesi gereken değer ($r=2,8x s_r$).

Tekrar edilebilirlik standart sapması (s_r): Tekrar edilebilirlik koşulları altında oluşturulan sonuçlardan hesaplanan standart sapma.

Tekrar edilebilirlik bağıl standart sapması (RSD_r): Tekrar edilebilirlik koşulları altında oluşturulan sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapma $[(s_r/\bar{x})x100]$.

Tekrar üretilebilirlik (R): Tekrar üretilebilirlik koşulları altında (yani, aynı materyal üzerinde farklı laboratuvarlardaki operatörler tarafından standardize analiz metodu kullanılarak elde edilen) yapılan, belirli bir olasılık dahilinde (genellikle %95) tekli analiz sonuçları arasındaki mutlak farkın geçmemesi gereken değer ($R=2,8x s_R$).

Tekrar üretilebilirlik standart sapması (s_R): Tekrar üretilebilirlik koşulları altında oluşturulan sonuçlardan hesaplanan standart sapma.

Tekrar üretilebilirlik bağıl standart sapması (RSD_R): Tekrar üretilebilirlik koşulları altında oluşturulan sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapma $[(s_R/\bar{x})x100]$.

Tespit limiti (LOD): Makul istatistiksel belirlilikle (certainty) analitin varlığını ortaya çıkarmanın mümkün olduğu ölçülebilen en küçük seviye.

Ölçüm limiti (LOQ): Makul istatistiksel belirlilikle (certainty) ölçülebilen analitin en düşük seviyesi.

HORRAT_r: Gözlemlenen RSD_r 'nin, $r=0,66xR$ varsayımı kullanılarak (modifiye) Horwitz denkleminde tahmin edilen RSD_r değerine bölünmesidir.

HORRAT_R: Gözlemlenen RSD_R 'nin, (modifiye) Horwitz denkleminde tahmin edilen RSD_R değerine bölünmesidir.

HORRAT için AOAC yayınından (*Horwitz W. ve Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095-1109*), Horwitz denklemi için ise Analyst yayınından (*M. Thompson, Analyst, 2000, p. 125 and 385-386*) detaylı bilgi edinilebilir.

Birleşik standart ölçüm belirsizliği (u): Bir ölçüm modelindeki girdi büyüklükleriyle ilişkili bireysel standart ölçüm belirsizlikleri kullanılarak elde edilen belirsizlik (International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008.).

Genişletilmiş ölçüm belirsizliği (U): Yaklaşık %95 güven düzeyi veren 2 kapsama faktörünü kullanarak hesaplanan belirsizlik ($U=2u$).

Maksimum standart ölçüm belirsizliği (U_f)

B.3.2. Genel gereklilikler

Gıda kontrolü amacıyla kullanılan analiz metotları Gıda Kontrol Laboratuvarları Yönetmeliği hükümlerine uygun olur.

Toplam kalay için analiz metotları inorganik kalay seviyelerinin kontrolü için uygundur.

Şaraptaki kurşunun analizi için Uluslararası Bağ ve Şarap Örgütü (OIV) tarafından belirlenen yöntem ve kurallar uygulanır.

Toplam arsenik analiz metotları, inorganik arsenik seviyelerinin kontrolü için tarama amacına uygundur. Toplam arsenik konsantrasyonunun inorganik arsenik için belirlenen maksimum limitin altında olması durumunda başka analiz yapılmasına gerek yoktur ve

numunenin inorganik arsenik için maksimum limite uygun olduğu kabul edilir. Toplam arsenik konsantrasyonunun inorganik arsenik için belirlenen maksimum limite eşit veya üzerinde olması durumunda, inorganik arsenik konsantrasyonunun inorganik arsenik için belirlenen maksimum limitin üzerinde olup olmadığını belirlemek için takip analizi yapılır.

B.3.3. Özel gereklilikler

B.3.3.1. Performans kriterleri

Gıdalardaki bulaşanların analizine yönelik özel metotların belirlenmediği durumlarda, seçilen metodun Tablo 5, 6 ve 7'de belirtilen özel performans kriterlerini karşılaması koşuluyla laboratuvarlar, ilgili matriks için geçerli kılınmış herhangi bir analiz metodunu seçebilir.

Uygun ve mevcut olduğunda, tamamen geçerli kılınmış metotların (yani ilgili matriks için işbirlikçi denemeye geçerli kılınmış metotlar) kullanılması tavsiye edilir. Tablo 5, 6 ve 7'de belirtilen performans kriterlerini karşılamaları koşuluyla diğer uygun geçerli kılınmış metotlarda (örneğin, ilgili matriks için kurum içi geçerli kılınmış metotlar) kullanılabilir.

Mümkün olduğunda, kurum içi geçerli kılınmış metotların geçerli kılınması, sertifikalı bir referans materyali içerir.

(a) Kurşun, kadmiyum, cıva, inorganik kalay ve inorganik arsenik analiz metotları için performans kriterleri

Tablo 5				
Parametre	Kriter			
Uygulanabilirlik	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen gıdalar			
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimlerden arındırılmış			
Tekrar edilebilirlik (Tekrarlanabilirlik) (RSDr)	HORRAT _r 2'den küçük			
Tekrar üretilebilirlik (RSDR)	HORRAT _R 2'den küçük			
Geri kazanım	C.1.2 maddesinin hükümleri uygulanır			
LOD	LOQ'nun onda üçü			
LOQ	İnorganik kalay	≤ 10 mg/kg		
	Kurşun	ML ≤ 0,02 mg/kg ise	0,02 < ML < 0,1 mg/kg ise	ML ≥ 0,1 mg/kg ise
		≤ ML	≤ ML'nin üçte ikisi	≤ ML'nin beşte biri
	Kadmiyum, cıva	ML ≤ 0,02 mg/kg ise	0,02 < ML < 0,1 mg/kg ise	ML ≥ 0,1 mg/kg ise
		≤ ML'nin beşte ikisi	≤ ML'nin beşte ikisi	≤ ML'nin beşte biri
	İnorganik arsenik ve toplam arsenik	ML ≤ 0,03 mg/kg	0,03 < ML < 0,1 mg/kg ise	ML ≥ 0,1 mg/kg ise
		≤ ML	≤ ML'nin üçte ikisi	≤ ML'nin üçte ikisi

(b) 3-monokloropropan-1,2-diol (3-MCPD), 3-MCPD yağ asidi esterleri ve glisidil yağ asidi esterlerine yönelik analiz metotları için performans kriterleri:

- Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinin Ek-1/5.2'sinde belirtilen gıdalarda 3-MCPD analiz yöntemleri için performans kriterleri

Tablo 6a	
Parametre	Kriter
Uygulanabilirlik	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinin Ek-1/5.2'sinde belirtilen gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimlerden arındırılmış
Alan körü (temiz numune)	LOD'dan az
Tekrar edilebilirlik (RSD _r)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetilen RSD _R 'nin 0,66 katı
Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetildiği şekliyle
Geri kazanım	% 75-110
Tespit limiti (LOD)	≤ 5 µg/kg (kuru madde bazında)
Ölçüm limiti (LOQ)	≤ 10 µg/kg (kuru madde bazında)

- Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinin Ek-1/5.3'ünde belirtilen gıdalarda 3-MCPD analiz metotları için performans kriterleri

Tablo 6b	
Parametre	Kriter
Uygulanabilirlik	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinin Ek-1/5.3'ünde belirtilen gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimlerden arındırılmış
Alan körü (temiz numune)	LOD'dan az
Tekrar edilebilirlik (RSD _r)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetilen RSD _R 'nin 0,66 katı
Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetildiği şekliyle
Geri kazanım	% 75-110
Tespit limiti (LOD)	≤ 7 µg/kg
Ölçüm limiti (LOQ)	≤ 14 µg/kg

- Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinin Ek-1/5.3'ünde belirtilen gıdalarda 3-MCPD olarak ifade edilen 3-MCPD yağ asidi esterleri için analiz metotlarına ilişkin performans kriterleri

Tablo 6c	
Parametre	Kriter

Uygulanabilirlik	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinin Ek-1/5.3'ünde belirtilen gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimlerden arındırılmış
Tekrar edilebilirlik (RSD _F)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetilen RSD _R 'nin 0,66 katı
Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetildiği şekliyle
Geri kazanım	%70-125
Tespit limiti (LOD)	LOQ'nun onda üçü
Ölçüm limiti (LOQ) 5.3.1 ve 5.3.2'de belirtilen gıdalar için	Sıvı ve katı yağlarda ≤ 100 µg/kg
Ölçüm limiti (LOQ) 5.3.3'te belirtilen gıdalar için	≤ ML'nin beşte ikisi

- Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinin Ek-1/5.4'ünde belirtilen gıdalarda glisidol olarak ifade edilen glisidil yağ asidi esterleri için analiz metotlarına ilişkin performans kriterleri

Tablo 6d	
Parametre	Kriter
Uygulanabilirlik	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinin Ek-1/5.4'ünde belirtilen gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimlerden arındırılmış
Tekrar edilebilirlik (RSD _F)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetilen RSD _R 'nin 0,66 katı
Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetildiği şekliyle
Geri kazanım	%70-125
Tespit limiti (LOD)	LOQ'nun onda üçü
Ölçüm limiti (LOQ) 5.4.1 ve 5.4.2'de belirtilen gıdalar için	Sıvı ve katı yağlarda ≤ 100 µg/kg
Ölçüm limiti (LOQ) 5.4.3'te belirtilen gıdalar için	≤ ML'nin beşte ikisi

(c) Polisiklik aromatik hidrokarbonlara yönelik analiz metotlarına ilişkin performans kriterleri: (Bu kriterlerin geçerli olduğu dört polisiklik aromatik hidrokarbon, benzo(a)piren, benz(a)anthrasen, benzo(b)floranthen ve krisendir.)

Tablo 7	
Parametre	Kriter
Uygulanabilirlik	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimlerden arınmış, pozitif tespitin doğrulanması
Tekrar edilebilirlik (RSD _F)	HORRAT _F 2'den küçük

Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	HORRAT _R 2'den küçük
Geri kazanım	%50-120
LOD	Dört maddenin her biri için $\leq 0,30 \mu\text{g/kg}$
LOQ	Dört maddenin her biri için $\leq 0,90 \mu\text{g/kg}$

(ç) Akrilamid analiz metotları için performans kriterleri:

Tablo 8	
Parametre	Kriter
Uygulanabilirlik	Tüm gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimlerden arındırılmış
Alan körü (temiz numune)	LOD'dan az
Tekrar edilebilirlik (RSD _f)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetilen RSD _R 'nin 0,66 katı
Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetildiği şekliyle
Geri kazanım	%75-110
Tespit limiti (LOD)	LOQ'nun onda üçü
Ölçüm limiti (LOQ)	Karşılaştırma limiti $< 125 \mu\text{g/kg}$ olan gıdalar için: \leq Karşılaştırma limitinin beşte ikisi, ancak $20 \mu\text{g/kg}$ 'dan düşük olması gerekli değildir. Karşılaştırma düzeyi $\geq 125 \mu\text{g/kg}$ olan gıdalar için: $\leq 50 \mu\text{g/kg}$

(d) Perklorat analiz metotları için performans kriterleri:

Tablo 9	
Parametre	Kriter
Uygulanabilirlik	Tüm gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimlerden arındırılmış
Tekrar edilebilirlik (RSD _r)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetilen RSD _R 'nin 0,66 katı
Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	(Modifiye) Horwitz denkleminde türetildiği şekliyle
Geri kazanım	%70-110
Tespit limiti (LOD)	LOQ'nun onda üçü
Ölçüm limiti (LOQ)	\leq ML'nin beşte ikisi

(e) Performans kriteri notları:

Horwitz denklemi ($1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ konsantrasyonları için) ve modifiye Horwitz denklemi ($C < 1,2 \times 10^{-7}$ konsantrasyonları için) analit ve matriksten bağımsız ancak çoğu rutin analiz metodu için yalnızca konsantrasyona bağlı olarak genelleştirilmiş kesinlik

denklemleridir. Horwitz denklemi için 'W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,63, 1980, 1344-1354.' kaynağı incelenebilir.

Modifiye Horwitz denklemi; $C < 1,2 \times 10^{-7}$ konsantrasyonu için:

$$RSD_R = \%22$$

Burada;

- RSD_R , tekrar üretilebilirlik koşulları altında oluşturulan sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmadır $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.
- C konsantrasyon oranıdır (yani 1 = 100g/100g, 0,001 = 1000 mg/kg). Modifiye Horwitz denklemi $C < 1,2 \times 10^{-7}$ konsantrasyonları için geçerlidir.

Modifiye Horwitz denklemi; $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ konsantrasyonları için:

$$RSDR = 2C^{(-0,15)}$$

Burada;

- RSD_R , tekrar üretilebilirlik koşulları altında oluşturulan sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmadır $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.
- C konsantrasyon oranıdır (yani 1 = 100g/100g, 0,001 = 1000 mg/kg). Modifiye Horwitz denklemi $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ konsantrasyonları için geçerlidir.

B.3.3.2. Amaca uygunluk yaklaşımı

Kurum içi geçerli kılınmış metotlar için, alternatif olarak resmi kontrole uygunluklarını değerlendirmek amacıyla 'amaca uygunluk' yaklaşımı kullanılabilir. Amaca uygunluk yaklaşımı için 'M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, p. 10 and 471-478.' yayını incelenebilir. Resmi kontrole uygun metotlar, aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanan maksimum standart ölçüm belirsizliğinden daha düşük birleştirilmiş standart ölçüm belirsizliğine (u) sahip sonuçlar üretmelidir.

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha C)^2}$$

Burada:

- U_f maksimum standart ölçüm belirsizliğidir ($\mu\text{g}/\text{kg}$).
- LOD, metodun tespit limitidir ($\mu\text{g}/\text{kg}$). LOD, ilgi konsantrasyon için B.3.3.1 maddesinde belirlenen performans kriterlerini karşılamalıdır.
- C, ilgilenilen konsantrasyondur ($\mu\text{g}/\text{kg}$).
- α , C değerine bağlı olarak kullanılacak sayısal bir faktördür. Kullanılacak değerler Tablo 10'da verilmiştir.

Tablo 10

İlgili konsantrasyona bağlı olarak formülde α için sabit olarak kullanılacak sayısal değerler

C ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1000	0,15
1 001 -10 000	0,12
$> 10 000$	0,1

Analist, 'analitik sonuçlar, ölçüm belirsizliği, geri kazanım faktörleri ve gıda ve yem mevzuatı hükümleri arasındaki ilişkiye gösteren rapor'u not eder.

Bölüm C – Sonuçların Raporlanması ve Yorumlanması

C.1. Raporlama

C.1.1. Sonuların ifadesi

Sonular, Trk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitlerle aynı birimlerde ve aynı sayıda anlamlı rakamla ifade edilir.

C.1.2. Geri kazanım hesaplamaları

Analitik metotta bir ekstraksiyon adımı uygulanırsa analitik sonuta, geri kazanım düzeltilmesi yapılmalıdır. Bu durumda geri kazanım düzeyi rapor edilmelidir.

Analitik metotta herhangi bir ekstraksiyon adımının uygulanmaması durumunda (örneğin metaller); bir sertifikalı referans materyale uygulanan analiz metodu ile elde edilen sonucun, sertifikalı referans materyal için belirlenmiş ölçüm belirsizliğini içeren konsantrasyon sınırları içerisinde kaldığının kanıtlanması (yani ölçümün yüksek doğruluğu) halinde geri kazanım düzeltilmesi yapılmadan rapor düzenlenebilir. Düzeltme yapılmadığına dair husus raporda belirtilir.

C.1.3. Ölçüm belirsizliği

Analitik sonu, yaklaşık %95'lik bir güven düzeyi veren 2 kapsama faktörü kullanılarak, x analitik sonu ve U genişletilmiş ölçüm belirsizliği olmak üzere $x \pm U$ olarak rapor edilir ($U = 2u$).

Analist, 'analitik sonular, ölçüm belirsizliği, geri kazanım faktörleri ve gıda ve yem mevzuatı hükümleri arasındaki ilişkiye gösteren rapor'u not eder.

C.2. Sonuların yorumlanması

C.2.1. Bir partinin/alt partinin kabulü

Laboratuvar numunesinin analitik sonucunun kullanılan analitik yöntemde ekstraksiyon adımı uygulanması durumunda geri kazanım için düzeltilmesi ve bu sonutan genişletilmiş ölçüm belirsizliğinin çıkartılması ($x-U$) ile elde edilen sonu Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limiti aşmaması halinde parti veya alt parti kabul edilir.

C.2.2. Bir partinin/alt partinin reddedilmesi

Laboratuvar numunesinin analitik sonucunun kullanılan analitik yöntemde ekstraksiyon adımı uygulanması durumunda geri kazanım için düzeltilmesi ve bu sonutan genişletilmiş ölçüm belirsizliğinin çıkartılması ($x-U$) ile elde edilen sonu Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen ilgili maksimum limiti aşarsa, parti veya alt parti reddedilir.