

TEBLİĞ

Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığından:

**TÜRK GIDA KODEKSİ GIDALARDA ESER ELEMENTLER VE BULAŞAN SEVİYELERİNİN RESMİ KONTROLÜ İÇİN NUMUNE ALMA, NUMUNE HAZIRLAMA VE ANALİZ METODU KRİTERLERİ
TEBLİĞİ (TEBLİĞ NO: 2017/7)**

Amaç ve kapsam

MADDE 1 – (1) Bu Tebliğin amacı; 29/12/2011 tarihli ve 28157 üçüncü mükerrer sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde listelenen gıdalarda kurşun, kadmiyum, civa, inorganik kalay, inorganik arsenik, 3-monokloropropan 1,2-diol (3-MCPD) ve polisiklik aromatik hidrokarbon (PAH) seviyelerinin resmi kontrolü için numune alma, numune hazırlama ve analiz metodu kriterlerini düzenlemektir.

Dayanak

MADDE 2 – (1) Bu Tebliğ; 29/12/2011 tarihli ve 28157 üçüncü mükerrer sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliğine dayanılarak hazırlanmıştır.

Tanımlar ve kısaltmalar

MADDE 3 – (1) Bu Tebliğde geçen;

- a) Alt parti: Numune alma metodunu uygulamak amacıyla büyük bir partiden fiziksel olarak ayrılmış ve tanımlanmış kısmı,
- b) Bakanlık: Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı,
- c) Birincil (İnkremental) numune: Parti veya alt partinin tek bir yerinden alınan materyal miktarını,
- ç) CEN: Avrupa Standartlar Komitesini,
- d) Laboratuvar numunesi: Laboratuvar için hazırlanmış numuneyi,
- e) OIV: Uluslararası Bağcılık ve Şarapçılık Örgütünü,
- f) Paçal numune: Parti veya alt partiden alınan birincil numunelerin tamamının birleştirilmesi ile elde edilen ve parti ve alt partileri temsil eden numuneyi,
- g) Parti: Numuneyi alan kontrol görevlisi tarafından orijin, çeşit, paketleyici veya gönderici firma, ambalaj tipi, işleme gibi özelliklerinin aynı olduğu ve balık söz konusu olduğunda balık boyutunun benzer olduğu ve bir seferde teslim edilen gıdanın tanımlanabilir miktarını,
- ğ) PTFE: Politetrafloretileni,
- h) Şahit numune: İtirazlı durumlar için, paçal numunedan ayrılan numuneyi, ifade eder.

Numune alma

MADDE 4 – (1) Gıdalarda kurşun, kadmiyum, civa, inorganik kalay, inorganik arsenik, 3-MCPD ve PAH seviyelerinin resmi kontrolü için; Ek-1’de yer alan hükümlere göre numune alınır.

Numune hazırlama ve analiz metodu kriterleri

MADDE 5 – (1) Gıdalarda kurşun, kadmiyum, civa, inorganik kalay, inorganik arsenik, 3-MCPD ve PAH seviyelerinin resmi kontrolü için; Ek-2’de yer alan hükümlere göre numune hazırlanır ve analiz metodu kriterleri sağlanır.

Avrupa Birliği mevzuatına uyum

MADDE 6 – (1) Bu Tebliğ, Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma ve Analiz Metotlarını Belirleyen 28/3/2007 tarihli ve (AT) 333/2007 sayılı Avrupa Birliği Komisyon Tüzüğüne uyum çerçevesinde hazırlanmıştır.

Yürürlükten kaldırılan tebliğ

MADDE 7 – (1) 14/2/2014 tarihli ve 28913 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Kurşun, Kadmiyum, Civa, İnorganik Kalay, 3-Monokloropropan 1,2-Diol ve Polisiklik Aromatik Hidrokarbon Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2014/2) yürürlükten kaldırılmıştır.

Uyum zorunluluğu

GEÇİCİ MADDE 1 – (1) Halen faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında yer alan ürünlerde resmi kontroller için analiz yapan kurum ve kuruluşlar 31/12/2017 tarihine kadar bu Tebliğ hükümlerine uymak zorundadır. Bu Tebliğ hükümlerine uyum sağlayıncaya kadar, yürürlükten kaldırılan Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Kurşun, Kadmiyum, Civa, İnorganik Kalay, 3-Monokloropropan 1,2-Diol ve Polisiklik Aromatik Hidrokarbon Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2014/2) hükümlerinin uygulanmasına devam olunur.

Yürürlük

MADDE 8 – (1) Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

MADDE 9 – (1) Bu Tebliğ hükümlerini Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanı yürütür.

Ekler için tıklayınız

NUMUNE ALMA USUL VE ESASLARI

1) Genel hükümler

a) Numune, kontrol görevlisi tarafından alınır.

b) İncelenecek olan her parti veya alt partiden ayrı ayrı numune alınır.

c) Numune hazırlama ve numune alma aşamalarında bulaşanların seviyelerini etkileyebilecek, analitik olarak belirlemeyi olumsuz etkileyebilecek veya paçal numunelerin partiyi temsilini etkileyecek herhangi bir değişikliğin önlenmesi için gerekli tedbirler alınır.

ç) Birincil numune mümkün olduğunca parti veya alt parti içinde farklı yerlerden alınır. Bu şekilde alınmadığı durumlarda ise mutlaka (h) bendinde belirtilen kayıtlara işlenir.

d) Paçal numune, birincil numunelerin birleştirilmesiyle oluşmalıdır.

e) Paçal numunenin partiyi temsil ettiğinden emin olunmalıdır.

f) Her bir alt parti fiziksel olarak ayrılabilir ve tanımlanabilir olmalıdır.

g) Şahit numune, homojenize edilmiş paçal numuneden ayrılır. Şahit numuneye ilişkin hükümler Bakanlıkça belirlenir.

ğ) Numunelerin taşınması ve depolanması sırasında numunenin içeriğini değiştirecek her türlü değişiklikten koruyacak tüm gerekli önlemler alınır. Numuneler, taşıma esnasında bulaşmayı, numune kabının iç duvarına yapışması ile analit kaybını ve numunenin zarar görmesini önleyecek nitelikteki temiz ve numune ile etkileşmeyecek olan kaplara konmalıdır. PAH analizleri için numune alınması sırasında; numunenin PAH içeriğini değiştireceği için, plastik kapların kullanılmasından kaçınılmalıdır. Numune ile etkileşmeyecek nitelikte, numuneyi ışıktan yeterince koruyacak PAH içermeyen cam kaplar kullanılmalıdır. Bunun pratik olarak uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda, en azından numunenin plastiklerle doğrudan etkileşimi önlenmelidir (örneğin katı haldeki numunelerde, numunenin alüminyum folyoya sarıldıktan sonra numune kabı içerisine yerleştirilmesiyle).

h) Resmi kontroller için alınan her numune, alındığı yerde mühürlenir. Her numune için, temsil ettiği partiyi açıkça tanımlayacak şekilde parti ve varsa alt parti numarasına referans verilerek kayıt tutulur. Bu kayıta numune alma tarihi, yeri ve analizi yapacak kişiye yardımcı olacak diğer bilgiler de yer almalıdır.

2) Numune alma planları

a) Partinin alt partilere bölünmesi

1) Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, büyük partiler, alt partilere bölünür. Tahıllar gibi dökme partilerde satışa sunulan 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

1) Numunenin sadece bir birimden veya paketten oluşması gibi durumlar haricinde paçal numune en az 1 kg ya da 1 L olmalıdır.

2) Parti veya alt partiden alınması gereken en az birincil numune sayısı, Tablo-3'e uygun olmalıdır.

3) Dökme sıvı ürünler için, parti veya alt parti numune almadan önce mümkün olduğunca uzun süre, ürün kalitesini etkilemeyecek şekilde, elle veya mekanik olarak iyice karıştırılmalıdır. Bu durumda, parti veya alt parti içinde bulaşanların homojen bir dağılım gösterdiği varsayılır. Bu nedenle, paçal numuneyi oluşturmak için parti veya alt partiden üç adet birincil numune alınması yeterlidir.

4) Birincil numuneler benzer ağırlıkta/hacimde olmalıdır. Bir birincil numunenin ağırlığı/hacmi, en az yaklaşık 1 kg ya da 1 L paçal numune oluşturacak şekilde, en az 100 g

ya da 100 mL olmalıdır. Bu metottan farklı uygulamalar, Ek-1'in 1 inci maddesinin (h) bendinde belirtildiği şekilde kayıt edilmelidir.

Tablo-1

Dökme Partilerde Satışa Sunulan Ürünler İçin Partinin Alt Partilere Bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı
≥ 1500	500 ton
> 300 ve < 1500	3 alt parti
≥ 100 ve ≤ 300	100 ton
< 100	-

Tablo-2

Diğer Ürünler İçin Partinin Alt Partilere Bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı
≥ 15	15 – 30 ton
< 15	-

Tablo-3

Parti veya Alt Partiden Alınması Gereken En Az Birincil Numune Sayısı

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

5) Parti veya alt partinin ayrı ayrı paketler ya da birimlerden oluştuğu durumda, paçal numuneyi oluşturmak için alınması gereken paket veya birimlerin sayısı Tablo-4'de verilmiştir.

Tablo-4

Parti veya Alt Parti Ayrı Ayrı Paketler ya da Birimlerden Oluşuyorsa, Paçal Numuneyi Oluşturmak İçin Alınması Gereken Paket veya Birimlerin (Birincil numunelerin) Sayısı

Parti/Alt parti içindeki birimlerin ya da paketlerin sayısı	Alınması gereken paket veya birim sayısı
≤ 25	En az 1 paket ya da birim
26 – 100	En az 2 paket ya da birimde, yaklaşık %5
> 100	Maksimum 10 paket ya da birimde, yaklaşık %5

6) İnorganik kalay için maksimum limitler her bir konserve kutusunun içeriğine uygulanır. Ancak pratik sebeplerden dolayı paçal numune yaklaşımını kullanmak gereklidir. Eğer konserve kutuların paçal numunesi için analiz sonucu inorganik kalayın maksimum limitinden daha az ancak bu limite yakın ise ve ayrı ayrı kutuların maksimum limiti geçtiğinden şüphe duyuluyor ise bu durumda ilave araştırmalar yapılması gereklidir.

7) Bu bölümde sözü edilen numune alma metodunun ambalajlama şekli, partiye zarar verilmesi gibi kabul edilemez ticari sonuçlar sebebiyle uygulanamaması durumunda ya da yukarıda sözü edilen numune alma metodunu uygulamanın pratikte mümkün olmadığı durumlarda; parti veya alt partiyi yeterince temsil etmesi ve tamamen belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

c) Büyük partiler halinde gelen büyük balıklardan numune alınması için özel hükümler

1) Numune alınacak parti veya alt partinin büyük balıklar (her bir balığın ağırlığı ortalama 1 kg'dan fazla olan) içermesi ve parti veya alt parti ağırlığının 500 kg'dan fazla olması durumunda; birincil numune, balığın orta kısmını içermelidir. Her bir birincil numune ağırlığı en az 100 g olmalıdır.

3) Perakende aşamasında numune alma

a) Perakende aşamasında numune alma, mümkün olduğunca Ek - 1'in 2 inci maddesinin (b) bendindeki numune alma hükümlerine uygun yapılır.

b) Ambalajlama şekli, partiye zarar verilmesi gibi kabul edilemez ticari sonuçlar sebebiyle, Ek-1'in 2 inci maddesinin (b) bendinde sözü edilen numune alma metodunun uygulanamaması durumunda ya da yukarıda sözü edilen numune alma metodunu uygulamanın pratikte mümkün olmadığı durumlarda; parti veya alt partiyi yeterince temsil etmesi ve tamamen belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

ANALİZ METODU KRİTERLERİ VE NUMUNE HAZIRLAMA USUL VE ESASLARI

1) Laboratuvar kalite standartları

Laboratuvarlar, 17/12/2011 tarihli ve 28145 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Gıda ve Yemin Resmî Kontrollerine Dair Yönetmelikte laboratuvarlar için belirtilen hükümlere uymak zorundadır.

2) Numune hazırlama

a) Numune hazırlama esnasında alınması gereken önlemler aşağıda belirtilmiştir.

1) Öncelikli amaç, ikincil bir bulaşmaya sebep olmadan homojen ve tüm partiyi temsil eden bir laboratuvar numunesi oluşturmaktır.

2) Laboratuvar tarafından alınan numune materyallerinin hepsi laboratuvar numunesinin ve şahit numunenin hazırlanması için kullanılır.

3) Analiz sonuçları, 29/12/2011 tarihli ve 28157 üçüncü mükerrer sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitlerin birimi cinsinden verilir.

b) Özel numune hazırlama prosedürleri aşağıda belirtilmiştir.

1) Kurşun, kadmiyum, civa, inorganik kalay ve inorganik arsenik için özel prosedürler

1.1. Analizi yapacak olan kişi numuneleri hazırlama işlemi esnasında bulaşma olmadığından emin olmalıdır.

1.2. Mümkünse; numuneler ile temas eden araç gereçler PTFE, polipropilen plastikler gibi inert malzemeden yapılmış olmalı ve tespit edilecek metali içermemelidir. Bulaşma riskini azaltmak için asitle temizlenebilir nitelikte olmalıdır. Kesme aracı olarak yüksek kalitede paslanmaz çelik kullanılabilir.

1.3. Söz konusu ürünlerde kullanılacak özel numune hazırlama prosedürleri mevcuttur. Bu Tebliğ kapsamında tarif edilmeyen durumlar için, Gıdalar– Elementler ve diğer kimyasal türlerinin değerlendirilmesi–Performans Kriterleri ve Özel Gereklilikler adlı CEN standardına karşılık gelen TS EN 13804; 2013 Gıdalar - Eser elementlerin tayini - Performans ölçütleri, genel hususlar ve numune hazırlama adlı Türk Standardı veya uluslararası geçerliliği olan diğer numune hazırlama metotları kullanılabilir.

1.4. İnorganik kalayda, özellikle çözünmeyen hidrat kalay Sn (IV) oksit çeşitlerinin hidrolizi sebebiyle kolaylıkla kayıplar oluşabileceğinden; numunedeki kalayın hepsinin çözeltiye geçtiğinden emin olunmalıdır.

2) Polisiklik aromatik hidrokarbonlar (PAH) için özel prosedürler

2.1. Analizi yapacak olan kişi numuneleri hazırlama işlemi esnasında bulaşma olmadığından emin olmalıdır. Numune kapları bulaşma riskini azaltmak amacıyla kullanım öncesi yüksek saflıkta aseton ya da hekzan ile durulanmalıdır. Mümkünse; numunelerle temas eden araç gereçler alüminyum, cam ya da cilalı paslanmaz çelik gibi inert malzemeden yapılmış olmalıdır. Analitler, PTFE ya da polipropilen gibi plastik malzemelerin yüzüne tutunacağından bu materyaller kullanılmamalıdır.

2.2. Kakao ve kakao türevi ürünlerde PAH analizi için; kakao ve kakao türevi ürünlerin yağ içeriği tayini, kakao çekirdeği ve türevi ürünlerin yağ içeriğinin belirlenmesinde kullanılan AOAC 963.15 yöntemiyle uygun şekilde gerçekleştirilir. Kullanılan prosedürün aynı (eş değer) yağ içeriği değerini sağladığı ispat edilebiliyorsa eş değer yağ tayini prosedürleri de kullanılabilir.

c) Laboratuvara gelen numunenin işlenmesi

Paçal numunenin tamamı, tam bir homojenizasyonu sağlayacak bir işlem kullanarak gerektiğinde ince öğütülerek iyice karıştırılmalıdır.

3) Analiz metodu kriterleri

a) Tanımlar

1) r : Tekrar edilebilirlik: Aynı numune, aynı kişi, aynı cihaz, aynı laboratuvar gibi tekrar edilebilirlik koşulları altında yapılan, belirli bir olasılık dahilinde (genellikle %95) iki analiz sonucu arasındaki mutlak farkın geçmemesi gereken değeri ($r = 2,8 \times s_r$),

2) s_r : Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapmayı,

3) RSD_r : Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmayı [$(s_r / \bar{x}) \times 100$],

4) R : Tekrar üretilebilirlik: Aynı numunede, standart metot kullanılarak, farklı kişiler, farklı cihaz veya farklı laboratuvar gibi tekrar üretilebilirlik koşullarında yapılan, belirli bir olasılık dahilinde (genellikle %95) iki analiz sonucu arasındaki mutlak farkın geçmemesi gereken değeri ($R = 2,8 \times sR$),

5) s_R : Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapmayı,

6) RSD_R : Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmayı [$(s_R / \bar{x}) \times 100$],

7) LOD (Tespit limiti): Uygun bir istatistiksel belirsizlikle analitin varlığını ortaya çıkarmanın mümkün olduğu en küçük ölçüm içeriğini,

Tespit limiti, sayısal olarak kör hesaplamalar ortalamasının standart sapmasının üç katını ($n > 20$),

8) LOQ (Ölçüm limiti): Uygun bir istatistiksel belirsizlikle ölçülebilen analitin en az miktarını,

Ölçüm limiti, tespit limiti dolaylarındaki bir konsantrasyon aralığında hem doğruluk hem de kesinlik değeri değişmiyorsa, sayısal olarak kör hesaplamalar ortalamasının standart sapmasının on katını ($n \geq 20$),

9) $HORRAT_r$: Tekrar edilebilirlik testinden elde edilen RSD_r 'nin $r = 0,66 \times R$ kabul edilerek Horwitz (modifiye) denkleminde elde edilen RSD_r 'ye bölünmesiyle bulunan değeri,

10) $HORRAT_R$: Tekrar üretilebilirlik testinden elde edilen RSD_R 'nin Horwitz (modifiye) denkleminde hesaplanan RSD_R 'ye bölünmesiyle bulunan değeri,

11) u : Bir ölçüm modeli içindeki girdi miktarlarıyla ilişkili bireysel standart ölçüm belirsizliklerinin kullanılmasıyla elde edilen birleştirilmiş standart ölçüm belirsizliğini,

12) U : Kapsama faktörü olarak yaklaşık %95'lik bir güven aralığını veren "2" katsayısının kullanıldığı, genişletilmiş ölçüm belirsizliğini ($U = 2u$),

13) U_f : Maksimum standart ölçüm belirsizliğini ifade eder.

b) Genel hükümler

1) Gıda kontrol amaçlı kullanılan analiz metotları, aşağıda verilen kriterlere göre karakterize olmalıdır:

a) Doğruluk.

b) Uygulanabilirlik (matriks ve çalışma aralığı).

c) Tespit limiti.

ç) Ölçüm limiti.

d) Kesinlik.

e) Tekrar edilebilirlik.

f) Tekrar üretilebilirlik.

g) Geri kazanım.

ğ) Seçicilik.

h) Duyarlılık.

ı) Doğrusallık.

i) Ölçüm belirsizliği.

j) Diğer gerekli kriterler.

2) Toplam kalay için uygulanan analiz metotları, inorganik kalay limitinin resmi kontrolü için uygundur.

3) Şarapta kurşun analizi için, OIV tarafından yayımlanan metotlar ve kurallar uygulanır.

4) Toplam arsenik için uygulanan analiz metotları, inorganik arsenik limitlerinin resmi kontrolü için tarama amacıyla uygundur. Eğer toplam arsenik konsantrasyonu, inorganik arsenik maksimum limitinin altında ise, başka testler gerekli değildir ve örnek inorganik arsenik için maksimum limit ile uyumlu olarak kabul edilir. Toplam arsenik konsantrasyonu inorganik arsenik için maksimum limit seviyesindeyse veya maksimum limitin üzerine çıkarsa, inorganik arsenik konsantrasyonun inorganik arsenik için maksimum limitin üzerinde olup olmadığını belirlemek için takip testi yapılır.

c) Özel hükümler

1) Kurşun, kadmiyum, civa, inorganik kalay, inorganik arsenik analiz metodları için performans kriteri,

Gıdalarda bulaşanların belirlenmesi için, özel bir metodun bulunmadığı durumlarda; laboratuvar Tablo 5–7’de verilmiş olan spesifik performans kriterlerine uygun ilgili matriks için geçerli kılınmış herhangi bir metot seçebilir.

Uygun ve mümkün ise tamamen geçerli kılınmış metotların (örneğin ilgili matriks için ortak denemelerle geçerli kılınmış metotlar) kullanılması tavsiye edilmektedir. Tablo 5–7’de verilmiş olan spesifik performans kriterlerini karşılaması şartıyla, diğer uygun geçerli kılınmış metotlar da (örneğin ilgili matriks için laboratuvar içi geçerli kılınmış metotlar) kullanılabilir.

Mümkünse laboratuvar içi geçerli kılınmış metotlar için geçerli kılma, sertifikalı bir referans materyal kullanılarak yapılmalıdır.

Tablo-5

Kurşun, Kadmiyum, Civa, İnorganik Kalay ve İnorganik Arsenik Analiz Metotları İçin Performans Kriteri

Parametre	Kriter				
Uygulama alanı	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde yer alan gıdalar				
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimden bağımsız olmalıdır.				
Tekrar edilebilirlik (RSD _r)	HORRAT _r değeri 2'nin altında olmalıdır.				
Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	HORRAT _R değeri 2'nin altında olmalıdır.				
Geri kazanım	Ek- 2'nin 4 üncü maddesinin (b) bendinde yer alan hükümler uygulanır.				
LOD	LOQ'nün onda üçü				
LOQ	İnorganik kalay	≤10 mg/kg			
	Kurşun	maksimum	0,01<	0,02<	maksimum

		limit $\leq 0,01$ mg/kg ise;	maksimum limit $\leq 0,02$ mg/kg ise;	Maksimum limit $< 0,1$ mg/kg ise;	limit $\geq 0,1$ mg/kg ise;
		\leq maksimum limit	\leq maksimum limitin üçte ikisi	\leq maksimum limitin beşte ikisi	\leq maksimum limitin beşte biri
Kadmiyum, civa, inorganik arsenik		maksimum limit $< 0,100$ mg/kg ise;		maksimum limit $\geq 0,100$ mg/kg ise;	
		\leq maksimum limitin beşte ikisi		\leq maksimum limitin beşte biri	

Tablo-6
3-MCPD Analiz Metotları İçin Performans Kriteri

Parametre	Kriter
Uygulama alanı	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde yer alan gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimden bağımsız
Kör	LOD'un altında
Tekrar edilebilirlik (RSD_r)	Horwitz (modifiye) denkleminde hesaplanan $RSD_R \times 0,66$
Tekrar üretilebilirlik (RSD_R)	Horwitz (modifiye) denkleminde hesaplanan
Geri kazanım	%75-110
LOD	≤ 5 μ g/kg (Kuru madde bazında)
LOQ	≤ 10 μ g/kg (Kuru madde bazında)

Tablo-7*
Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlar Analiz Metotları İçin Performans Kriteri

Parametre	Kriter
Uygulama alanı	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde yer alan gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimden bağımsız, pozitif tespit doğrulaması
Tekrar edilebilirlik (RSD_r)	HORRAT _r değeri 2'nin altında olmalıdır.
Tekrar üretilebilirlik (RSD_R)	HORRAT _R değeri 2'nin altında olmalıdır.
Geri kazanım	%50-120

LOD	$\leq 0,30 \mu\text{g/kg}$ (Dört maddenin her biri için)
LOQ	$\leq 0,90 \mu\text{g/kg}$ (Dört maddenin her biri için)

*Bu kriterlerin uygulanacağı dört adet polisiklik aromatik hidrokarbon, benzo(a)piren, benz(a)antrasen, benzo(b)floranten ve krizendir.

Notlar:

Horwitz denklemi ($1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ konsantrasyonlar için) ve modifiye Horwitz denklemi ($C < 1,2 \times 10^{-7}$ konsantrasyonlar için); analite ve matrikse bağlı olmayan, yalnızca analit konsantrasyonuna bağlı olarak değişen ve birçok rutin analiz metodu için geçerli olan genel kesinlik denklemleridir.

$C < 1,2 \times 10^{-7}$ konsantrasyonlar için modifiye Horwitz denklemi:

$$\text{RSD}_R = \%22$$

Burada:

- RSD_R : Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmayı $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$
- C : Konsantrasyon oranını (örneğin $1=100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001=1000 \text{ mg}/\text{kg}$) ifade eder. Modifiye Horwitz denklemi $C < 1,2 \times 10^{-7}$ konsantrasyonlara uygulanır.

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

$$\text{RSD}_R = 2C^{(-0,15)}$$

Burada:

- RSD_R : Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmayı $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$
- C : Konsantrasyon oranını (örneğin $1=100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001=1000 \text{ mg}/\text{kg}$) ifade eder. Horwitz denklemi $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ konsantrasyonlara uygulanır.

2) Amaca uygunluk yaklaşımı

2.1. Laboratuvar içi geçerli kılınmış metotların resmi kontroller için uygunluğunu değerlendirmek amacıyla, alternatif olarak “amaca uygunluk” yaklaşımı kullanılabilir. Resmi kontroller için uygun metotlar, aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanan maksimum standart ölçüm belirsizliğinden daha düşük birleştirilmiş standart ölçüm belirsizliğiyle (u) sonuçlar üretmelidir.

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

2.2. Burada;

U_f : Maksimum standart ölçüm belirsizliğini ($\mu\text{g}/\text{kg}$),

LOD: Metodun tespit limitini ($\mu\text{g}/\text{kg}$), (LOD, konsantrasyon için ek-2'nin 3 üncü maddesinin (c) bendi 1 inci fıkrasında verilen performans kriterlerini karşılamalıdır.)

C: İlgili konsantrasyonu ($\mu\text{g}/\text{kg}$),

α : C değerine bağlı olarak kullanılan sabit, sayısal bir faktörü, ifade eder.

2.3. α sabiti için kullanılan değerler Tablo – 8’de verilmiştir.

Tablo-8**Farklı Konsantrasyonlar İçin Formülde Verilen “a” Sabitinin sayısal Değerleri**

C (µg/kg)	a
≤50	0,2
51 – 500	0,18
501– 1000	0,15
1001– 10000	0,12
>10000	0,1

4) Raporlama**a) Sonuçların açıklanması**

Sonuçlar Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitlerle aynı birim cinsinden ve aynı anlamlı rakam sayısı ile açıklanır.

b) Geri kazanım hesabı

1) Analitik metot içinde bir ekstraksiyon basamağı uygulandı ise analitik sonuç geri kazanıma göre düzeltilir. Bu durumda, geri kazanım oranı raporlanır.

2) Uygulanan analitik metot içerisinde herhangi bir ekstraksiyon basamağı yok ise (örneğin metaller için) uygun sertifikalı referans materyalin kullanıldığına dair bir kanıt sağlanıyorsa ve sertifikalı konsantrasyon yüksek doğrulukta belirsizliğe ulaşmayı sağlıyor ve böylece metot sapmıyorsa; analiz sonucu geri kazanım için düzeltilmeden raporlanabilir. Sonucun geri kazanım için düzeltilmeden raporlandığı durumların belirtilmesi gerekir.

c) Ölçüm belirsizliği

1) Analitik sonuçlar $x \pm U$ olarak raporlanır. Burada x analitik sonucu, U ise kapsama faktörü olarak yaklaşık %95’lik bir güven aralığını veren “2” katsayısının kullanıldığı, genişletilmiş ölçüm belirsizliğini ifade eder ($U=2u$).

2) Analitik sonucun yasal limitlere uygunluk değerlendirmesi, bir ekstraksiyon basamağı uygulandı ise geri kazanıma göre düzeltilmiş olan sonuçtan ölçüm belirsizliğinin çıkarılmasıyla elde edilen sonuca göre yapılır.

5) Sonuçların değerlendirilmesi**a) Bir partinin veya alt partinin kabulü**

1) Kullanılan analitik metotta bir ekstraksiyon işlemi var ise geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılmak suretiyle laboratuvar numunesi analiz sonucu, Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitleri aşmıyorsa kabul edilir.

b) Bir partinin veya alt partinin reddedilmesi

1) Kullanılan analitik metotta bir ekstraksiyon işlemi var ise geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılmak suretiyle laboratuvar numunesi analiz sonucu, Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitleri aşmıyorsa reddedilir.