

NUMUNE ALMA

(1) - Genel hükümler

a) Numune, kontrol görevlisi tarafından alınmalıdır.
 b) İncelenecek olan her parti veya alt partiden ayrı ayrı numune alınmalıdır.
 c) Numune alma ve numune hazırlama aşamalarında erusik asit içeriğini, dolayısıyla analitik belirlemeyi veya paçal numunenin partiyi temsil edebilirliğini etkileyecek herhangi bir değişikliği engellemek için gerekli önlemler alınmalıdır.

ç) Birincil numuneler mümkün olduğunca parti veya alt parti içinde farklı yerlerden alınmalıdır. Bu şekilde alınmadığı durumlarda ise (h) bendinde belirtilen kayıtlara mutlaka işlenmelidir.

d) Paçal numune, birincil numunelerin birleştirilmesiyle oluşturulmalıdır.

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

f) Paçal numunenin, alındığı parti veya alt partiyi temsil ettiğinden emin olunmalıdır.

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

ğ) Numunelerin taşınması ve depolanması sırasında numune içeriğini her türlü değişiklikten koruyacak gerekli tüm önlemler alınmalıdır. 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.

h) Resmî kontroller için alınan her numune alındığı yerde mühürlenmelidir. Her numune için, temsil ettiği partiyi açıkça tanımlayacak şekilde kayıt tutulmalıdır. Bu kayıta parti numarası, numune alma tarihi, yeri ve analizi yapacak kişiye yardımcı olacak diğer ilave bilgiler de yer almalıdır.

(2) - Numune alma planı

a) Partinin alt partilere bölünmesi

1) Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, büyük partiler alt partilere bölünmelidir. Dökme partilerde satışa sunulan türünler için alt parti sayısı veya ağırlığı Tablo-1'e göre belirlenir. Diğer ürünler için alt parti sayısı veya ağırlığı Tablo-2'ye göre belirlenir. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alındığında; alt parti ağırlığı, Tablo-1'de ve Tablo-2'de verilen alt parti ağırlığını en fazla %20 oranında geçebilir.

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	Alt partilere bölünmez

Tablo-2

Diğer Ürünler İçin Partinin Alt Partilere Bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı
> 15	15-30 ton
< 15	Alt partilere bölünmez

b) Birincil numunelerin sayısı, ağırlığı ve hacmi

1) Numunenin tekli paketler ya da birimlerden oluştuğu durumlar dışında paçal numune en az 1 kg veya 1 litre olmalıdır.

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

3) Dökme sıvı ürünler için, parti veya alt parti numune almadan hemen önce mümkün olduğunca uzun süre ve ürün kalitesini etkilemeyecek şekilde elle veya mekanik olarak iyice karıştırılmalıdır. Bu durumda, verilen 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 numunelerin ağırlıkları veya hacimleri birbirine yakın miktarlarda olmalıdır. En az 1 kg veya 1 litre hazırlanacak olan paçal numuneyi oluşturacak birincil numunelerin birisinin ağırlığı, en az 100 g veya 100 mL olmalıdır.

5) Bu metottan farklı uygulamalar, 1 inci maddenin (h) bendinde belirtildiği şekilde kayıt edilmelidir.

Tablo-3

Parti veya Alt Partiden Alınması Gereken Minimum Birincil Numune Sayısı

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

6) Parti veya alt partinin tekli paketler ya da birimlerden oluştuğu durumlarda, paçal numuneyi oluşturmak için alınması gereken paket veya birimlerin sayısı Tablo-4'te verilmiştir.

Tablo-4

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

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

7) Ambalajlama şekli, partiye zarar verilmesi gibi kabul edilemez ticari sonuçlar sebebiyle, 2 nci maddede sözü edilen numune alma metodunun uygulanamaması durumunda ya da 2 nci maddede sözü edilen numune alma metodunu uygulamanın pratikte mümkün olmadığı durumlarda; parti veya alt partiyi yeterince temsil etmesi ve 1 inci maddenin (h) bendine uygun belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

c) Perakende aşamasında numune alma

1) Perakende aşamasında numune alma, mümkün olduğunca 2 nci maddenin (b) bendinde belirtilen numune alma hükümlerine uygun yapılmalıdır.

2) Ambalajlama şekli, partiye zarar verilmesi gibi kabul edilemez ticari sonuçlar sebebiyle, 2 nci maddede sözü edilen numune alma metodunun uygulanamaması durumunda ya da 2 nci maddede sözü edilen numune alma metodunu uygulamanın pratikte mümkün olmadığı durumlarda; parti veya alt partiyi yeterince temsil etmesi ve 1 inci maddenin (h) bendine uygun belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

NUMUNE HAZIRLAMA VE ANALİZ METOTLARI

(1) - Laboratuvar kalite standartları

a) Laboratuvarlar, 17/12/2011 tarihli ve 28145 sayılı Resmî Gazete'de yayımlanan Gıda ve Yemin Resmî Kontrollerine Dair Yönetmeliğin laboratuvarlar için belirtilen hükümlerine uymak zorundadır.

b) Laboratuvar yeterliliğini ulusal ve uluslararası kabul edilen yeterlilik testleri veya laboratuvarlar arası çalışmalara sürekli ve başarılı katılım ile kanıtlanmalıdır.

c) Laboratuvarlar iç kalite kontrol prosedürlerini uluslararası geçerliliği olan prosedürlere uygun olarak sağlamalıdır.

ç) Mümkün olduğu her durumda uygun sertifikalı referans materyallerle metod doğruluğu kontrol edilmelidir.

(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 tamamı laboratuvar numunesinin ve şahit numunenin hazırlanması için kullanılır.

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

b) Laboratuvara gelen numunenin işlenmesi

1) Paçal numunenin tamamı, tam homojenizasyonun sağladığından emin olunacak öğütme (eğer uygunsa) ve iyice karıştırma içeren bir süreç kullanılarak homojen hale getirilmelidir.

(3) - Analiz metodu performans 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, aynı metod kullanılarak, farklı kişiler tarafından tekrar üretilebilirlik koşullarında yapılan, belirli bir olasılık dahilinde (genellikle %95) iki analiz sonucu arasındaki mutlak farkın geçmemesi gereken değeri ($R = 2,8 \times s_R$),

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,

7.1. Tespit limiti, sayısal olarak kör numune ölçümlerinin ortalamasının standart sapmasının üç katına eşittir ($n > 20$).

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

8.1. Eğer tespit limiti civarındaki bir derişim aralığında doğruluk ve kesinlik sabit ise, ölçüm limiti sayısal olarak kör numune ölçümlerinin ortalamasının standart sapmasının altı veya on katına eşittir ($n > 20$).

9) u: Bir ölçüm modeli içindeki bileşenlerin bireysel standart ölçüm belirsizliklerinin kullanılmasıyla elde edilen birleştirilmiş standart ölçüm belirsizliğini,

10) U: Kapsama faktörü olarak "2" katsayısının kullanılmasıyla yaklaşık %95'lik bir güven aralığı veren, genişletilmiş ölçüm belirsizliğini,

11) U_f : Maksimum standart ölçüm belirsizliğini, ifade eder.

b) Genel hükümler

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

1.1. Doğruluk,

1.2. Uygulanabilirlik (matriks ve çalışma aralığı),

1.3. Tespit limiti,

1.4. Ölçüm limiti,

1.5. Kesinlik,

1.6. Tekrar edilebilirlik,

1.7. Tekrar üretilebilirlik,

1.8. Geri kazanım,

1.9. Seçicilik,

1.10. Duyarlılık,

1.11. Doğrusallık,

1.12. Ölçüm belirsizliği,

1.13. Diğer gerekli kriterler.

c) Özel hükümler

1) Performans kriterleri

1.1. Gıdalarda bulaşanların belirlenmesi için, özel bir metodun bulunmadığı durumlarda; laboratuvar ilgili matriks için Tablo-5'te verilmiş olan spesifik performans kriterlerine uygun ve geçerli kılınmış herhangi bir metot seçebilir.

1.2. Uygun ve mümkün ise tamamen geçerli kılınmış metotların (örneğin ilgili matriks için ortak denemelerle geçerli kılınmış metotlar) kullanılması tavsiye edilmektedir. Tablo-5'te verilmiş olan spesifik performans kriterlerini karşılması şartıyla, diğer uygun geçerli kılınmış metotlar da (örneğin ilgili matriks için laboratuvar içi geçerli kılınmış metotlar) kullanılabilir.

1.3. Diğer ayrıntılar ise performans kriterleri notları başlığı altında verilmiştir.

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

Tablo-5

Erusik Asit 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)	Modifiye Horwitz denkleminde elde edilen RSD _r değerinin 0,66 katı
Tekrar üretilebilirlik (RSD _R)	Modifiye Horwitz denkleminde elde edilen değer 2 katı
Geri kazanım	% 95-105
LOD	≤1 g/kg
LOQ	≤5 g/kg

1.5. Performans kriterleri notları:

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:

$$RSD_R = \%22$$

Burada:

-RSD_R: Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağlı

standart sapmayı $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

-C: Konsantrasyon oranını (örneğin 1=100 g/100 g, 0,001=1000 mg/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:

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

Burada:

-RSD_R: Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağlı

standart sapmayı $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.

-C: Konsantrasyon oranını (örneğin 1=100 g/100 g, 0,001=1000 mg/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 belirsizliği (u) olan sonuçlar üretmelidir.

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

2.2. Burada;

U_f: Maksimum standart ölçüm belirsizliğini (µg/kg),

LOD: Metodun tespit limitini (µg/kg), (LOD, ilgilenilen konsantrasyon için 3 üncü maddenin (c) bendinin (1) numaralı alt bendinde verilen performans kriterlerini karşılamalıdır.)

C: Konsantrasyonu,

α: C değerine bağlı olarak kullanılacak olan sabit, sayısal bir faktörü

ifade eder.

2.3. α sabiti için kullanılan değerler Tablo-6'da verilmiştir.

Tablo-6

Farklı Konsantrasyonlar İçin Formülde Verilen "α" Sabitinin sayısal Değerleri

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

(4) - Raporlama

a) Sonuçların açıklanması

1) Sonuçlar Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitlerle aynı birim cinsinden ve aynı sayıda anlamlı rakam kullanılarak 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 ve uygun sertifikalı referans materyalin kullanıldığına dair bir kanıt var ise ve sertifikalı konsantrasyon yüksek doğrulukta belirsizliğe ulaşmayı sağlıyor ve böylece metot sapma içermiyor ise; analiz sonucu geri kazanım düzeltilmesi yapılmadan raporlanabilir. Sonucun geri kazanım düzeltilmesi yapılmadan raporlandığı durumların belirtilmesi gerekir.

c) Ölçüm belirsizliği

1) Analitik sonuçlar $x \pm U$ olarak raporlanır. Burada x analitik sonucu, U ise kapsama faktörü olarak "2" katsayısının kullanıldığı ve yaklaşık %95'lik bir güven aralığını veren 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 yorumlanması

a) Bir partinin veya alt partinin kabulü

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