

Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlıđından:

**TÜRK GIDA KODEKSİ GIDALARDA ESER ELEMENTLER VE BULAŞAN SEVİYELERİNİN RESMİ KONTROLÜ İÇİN NUMUNE ALMA, NUMUNE HAZIRLAMA VE ANALİZ METODU KRİTERLERİ TEBLİĐİ (TASLAK)**

**Amaç ve kapsam**

**MADDE 1 –** (1) Bu Tebliğın amacı; 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**

**MADDE 3 –** (1) Bu Tebliğın uygulanmasında;

- a) Alt parti: Numune alma metodunu uygulamak amacıyla büyük bir partiden fiziksel olarak ayrılmış ve tanımlanmış kısmı,
- b) Bakanlık: Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlıđını,
- 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, işaretleme gibi özelliklerinin aynı olduđu belirlenen ve bir seferde teslim edilen gıdanın tanımlanabilir miktarını,
- ğ) PTFE: Politetrafloretileni,
- h) Şahit numune: İtirazlı durumlar için, paçal numuneden 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 Birliđi mevzuatına uyum**

**MADDE 6 –** (1) Bu Tebliğ, Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma ve Analiz Metotlarını Belirleyen 29/3/2007 tarihli ve 333/2007/AK sayılı Avrupa Birliđi 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 Tebliđi (Tebliđ No:2014/2) yürürlükten kaldırılmıştır.

**Uyum zorunluluđu**

**GEÇİCİ MADDE 1 –** (1) Halen faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında yer alan ürünlerde resmi kontroller için analiz yapan kurum ve kuruluşlar bir yıl içerisinde

bu Tebliğ hükümlerine uymak zorundadırlar.

**Yürürlük**

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

**Yürütme**

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

## Ek-1

### 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 aşağıdaki kriterlere uyulur.

1) Numune alınacak partinin gıda güvenilirliğini etkileyecek herhangi bir değişiklikten sakınılır.

2) Bulaşanların numunelerdeki kalıntı seviyelerinin değişmesi ihtimalinden dolayı, paçal numunelerin partiyi temsilini etkileyecek etmenlerden sakınılması için gerekli önlemler alınır.

ç) Birincil numune mümkün olduğunca parti veya alt parti içinde farklı yerlerden alınır. Bu şekilde alınamadığı durumlarda ise mutlaka 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; plastik kaplar, 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 kayıt tutulur. Bu kayıttan 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) Paçal numune en az 1 kg ya da 1 L olmalıdır. Ancak numunenin sadece bir birimden veya paketten oluşması gibi durumlarda bu şart aranmaz.

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
$\geq 1500$	500 ton
$> 300$ ve $< 1500$	3 alt parti
$\geq 100$ ve $\leq 300$	100 ton
$< 100$	-

**Tablo-2**  
**Diğer Ürünler İçin Partinin Alt Partilere Bölünmesi**

Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı
$\geq 15$	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
$\geq 50$ ve $\leq 500$	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
$\leq 25$	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) fıkrasındaki numune alma hükümlerine uygun yapılır.

b) Ambalajlama şekli, partiye zarar verilmesi gibi kabul edilemez ticari sonuçlar sebebiyle, ek-1'in 2 inci maddesinin (b) fıkrasında 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.

## **Ek-2**

### **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 Resmi Kontrollerine Dair Yönetmelik'te 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 kullanılmalıdır.

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 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 çalkalanmalıdır. 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 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, aynı metot 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,

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

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

Ölçüm limiti, hem doğruluk hem de kesinliğin uygun olduğu tespit limiti dolaylarındaki bir konsantrasyon aralığında sayısal olarak kör hesaplamalar ortalamasının standart sapmasının on katına eşittir ( $n \geq 20$ ).

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 bileşenlerin 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,

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.

- 1) Doğruluk,
- 2) Uygulanabilirlik (matriks ve çalışma aralığı),
- 3) Tespit limiti,
- 4) Ölçüm limiti,
- 5) Kesinlik,
- 6) Tekrar edilebilirlik,
- 7) Tekrar üretilebilirlik,
- 8) Geri kazanım,
- 9) Seçicilik,
- 10) Duyarlılık,
- 11) Doğrusallık,
- 12) Ölçüm belirsizliği,
- 13) Diğer gerekli kriterler.

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

(3) Şarıpta 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 konsantrasyonunun inorganik arsenik için maksimum limitin üzerinde olup olmadığını belirlemek için takip test yapılır.

#### **c) Özel hükümler**

1) Kurşun, kadmiyum, civa, inorganik kalay, inorganik arsenik analiz metotları 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 <sub>T</sub> )	HORRAT <sub>T</sub> değeri 2'nin altında olmalıdır.					
Tekrar üretilebilirlik (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> 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 limit ≤0,01 mg/kg ise;	0,01 < maksimum limit ≤0,02 mg/kg ise;	0,02 ≤ maksimum limit <0,1 mg/kg ise;	maksimum limit >0,1 mg/kg ise;	
		≤maksimum limit	maksimum limitin üçte ikisi	maksimum limitin beşte ikisi	maksimum limitin beşte biri	
	Kadmiyum, civa, inorganik arsenik	maksimum limit <0,100 mg/kg ise;		maksimum limit ≥ 0,100 mg/kg ise;		
		≤maksimum limitin beşte ikisi		≤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 <sub>T</sub> )	Horwitz (modifiye) denkleminde hesaplanan RSD <sub>R</sub> × 0,66
Tekrar üretilebilirlik (RSD <sub>R</sub> )	Horwitz (modifiye) denkleminde hesaplanan



Geri kazanım	% 75–110
LOD	≤5 µg/kg (Kuru madde bazında)
LOQ	≤10 µg/kg (Kuru madde bazında)

**Tablo-7\***

**Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlar Analiz Metotları İçin Performans Kriteri**

<b>Parametre</b>	<b>Kriter</b>
Uygulama alanı	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde yer alan gıdalar
Spesifiklik	Matriks veya spektral girişimden bağımsız, pozitif tespit doğrulaması
Tekrar edilebilirlik (RSD <sub>T</sub> )	HORRAT <sub>T</sub> değeri 2'nin altında olmalıdır.
Tekrar üretilebilirlik (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> değeri 2'nin altında olmalıdır.
Geri kazanım	% 50-120
LOD	≤0,30 µg/kg (Dört maddenin her biri için)
LOQ	≤0,90 µg/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:**

RSD<sub>R</sub>: %22

Burada:

-RSD<sub>R</sub> : Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl 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<sub>R</sub>:  $2C^{(-0,15)}$

Burada:

-RSD<sub>R</sub> : Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl 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 belirsizliğiyle (u) sonuçlar üretmelidir.

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

## 2.2. Burada;

U<sub>f</sub> : Maksimum standart ölçüm belirsizliğini (µg/kg),

LOD: Metodun tespit limitini (µg/kg), (LOD, konsantrasyon için ek-2'nin 3 üncü maddesinin (c) bendi 1 inci fıkrasında verilen performans kriterlerini karşılamalıdır.)

C: Konsantrasyonu,

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 “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

Sonuçlar Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitlerle aynı birim cinsinden 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 (metaller için) uygun sertifikalı referans materyalin kullanıldığına dair bir kanıt sağlanıyorsa ve sertifikalı konsantrasyon yüksek doğruluktaki 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 deęerlendirmesi, bir ekstraksiyon basamaęı uygulandı ise geri kazanıma gre dzeltilmiř olan sonutan lm belirsizlięinin ıkarılmasıyla elde edilen sonuca gre yapılır.

**5) Sonuların yorumlanması**

a) Bir partinin veya alt partinin kabul

1) Kullanılan analitik metotta bir ekstraksiyon iřlemi var ise geri kazanım ve lm belirsizlięi hesaba katılmak suretiyle laboratuvar numunesi analiz sonucu, Trk Gıda Kodeksi Bulařanlar Ynetmelięinde belirtilen maksimum limitleri ařmıyorsa kabul edilir.

b) Bir partinin veya alt partinin reddedilmesi

1) Kullanılan analitik metotta bir ekstraksiyon iřlemi var ise geri kazanım ve lm belirsizlięi hesaba katılmak suretiyle laboratuvar numunesi analiz sonucu, Trk Gıda Kodeksi Bulařanlar Ynetmelięinde belirtilen maksimum limitleri ařıyorsa reddedilir.