

**GIDA MADDELERİNDE OKRATOKSİN A SEVİYESİNİN
RESMİ KONTROLÜ İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI TEBLİĞİ
(Tebliğ No: 2004/47)**

(13-01-2005 tarih ve 25699 sayılı R.G.)

Amaç

Madde 1- Bu Tebliğin amacı okratoksin A seviyesinin resmi kontrolü için bazı gıda maddelerinden numune alma metotlarını belirlemektir.

Kapsam

Madde 2- Bu Tebliğ, bazı gıda maddelerinde bulunan okratoksin A seviyesinin resmi kontrolleri için numune alma metodunu ve resmi kontrollerde kullanılan analiz metotları için numune hazırlanması ve kriterlerini kapsar.

Hukuki dayanak

Madde 3- Bu Tebliğ, 16/11/1997 tarihli ve 23172 mükerrer sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan “Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği” ne göre hazırlanmıştır.

Tanımlar

Madde 4- Bu Tebliğde geçen;

Parti: Aynı koşullarda ve zamanda üretilen aynı boy, tip ve ambalajdaki ürün örneklerini veya ambalajlı ürün topluluğunu,

Alt parti: Numune alma metodunu uygulamak için büyük partinin fiziksel olarak tanımlanabilen parçasını,

İnkremental numune: Parti veya alt partinin tek bir yerinden alınan materyal miktarını,

Paçal numune: Parti veya alt partiden alınan inkremental numunelerin hepsinin birleştirilmesi ile elde edilen numuneyi,

Laboratuvar numunesi: Paçal numunedan laboratuvar için ayrılan homojenize edilmiş numuneyi,

Şahit numune: Paçal numunedan itirazlı durumlar için ayrılan homojenize edilmiş numuneyi,

ifade eder.

Genel hükümler

Madde 5- Numune alma işlemi sırasında dikkat edilmesi gereken hususlar aşağıda belirtilmiştir.

- a) Numune, gıda kontrolörü/gıda denetçisi tarafından alınmalıdır.
- b) İncelenecek olan her partiden ayrı ayrı numune alınmalıdır. Bu Tebliğin 7inci maddesinde geçen hükümlere uygun olarak büyük partiler, numuneleri ayrıca alınacak olan alt partilere bölünmelidir. Fiziksel olarak ayrılmış her bir alt parti için alınan numune, ayrı analiz edilmelidir ve ayrı rapor düzenlenmelidir.
- c) Numunelerinin alınması, hazırlanması taşınması, ve depolanması esnasında, okratoksin A miktarını değiştirecek, analitik tayini olumsuz yönde etkileyecek veya paçal numunelerin temsilini önleyecek her türlü değişiklikten koruyacak önlemler alınmalıdır.
- d) İnkremental numune mümkün olduğunca parti veya alt parti içinde çeşitli yerlerden alınmalıdır. Bu şekilde alınmadığı durumlarda ise bu maddenin (h) bendinde belirtildiği gibi kayıtlara işlenmelidir.
- e) Paçal numune inkremental numunelerin birleştirilip iyice karıştırılması ile elde edilir. Paçal numune karıştırıldıktan sonra, bu Tebliğin 7 nci maddesi (a) bendinde geçen diğer hükümlere uygun olarak eşit alt numunelere bölünmelidir. Karıştırma işlemi, her bir alt numunenin bütün parti veya alt partiden parçalar içermesini sağlamak için gereklidir.
- f) Şahit numune homojenize edilmiş alt numunelerden alınmalıdır.
- g) Resmi kontroller için alınan her numune, alındığı yerde mühürlenmelidir. Her numune için, numunenin açık şekilde tespitini sağlayacak kayıt tutulmalıdır. Bu kayıtta numune alma tarihi, yeri ve analizi yapacak kişiye yardımcı olacak diğer bilgiler de yer almalıdır.
- h) Bazı gıda maddelerinde okratoksin A seviyesinin resmi kontrolünde kullanılan analiz metotları için numune hazırlama ve kriterler EK-4’e uygun olmalıdır.

Açıklayıcı hükümler

Madde 6- Numune alma ile ilgili açıklayıcı hükümler aşağıda belirtilmiştir.

a) Farklı tipteki partiler:

Gıda maddelerinin ticareti toptan olarak yığın halinde konteynır içerisinde yada perakende olarak torba, çanta, perakende ambalajlar vs. içinde yapılabilir. Numune alma metodu farklı şekillerde piyasaya sürülen ürünlerin hepsine uygulanabilir.

Bu Tebliğin 7 nci maddesinde geçen diğer hükümlere ters düşmeyecek şekilde, aşağıdaki formül; torba, çanta, perakende ambalajlar v.b. küçük ambalajlarda ticareti yapılan partilerden numune alınmasında bir kılavuz olarak kullanılabilir.

$$\text{Numune alma sıklığı (SF)} \quad n = \frac{\text{Parti ağırlığı} \times \text{İnkremental numune ağırlığı}}{\text{Paçal numunenin ağırlığı} \times \text{Birim ambalaj ağırlığı}}$$

- Ağırlık : Kg cinsinden olmalıdır.
- SF : Numune alma sıklığı, inkremental numunenin alınması gereken her n'inci çuval veya paketi belirtir ve hesaplanacak olan n değerinin ondalık rakamlı bulunabilecek sonucu en yakın tam sayıya yuvarlanmalıdır.

b) İnkremental numune ağırlığı:

İnkremental numunenin ağırlığı, aksi belirtilmediği sürece ortalama 100 g olmalıdır. Perakende ambalajlı partilerde inkremental numune ağırlığı perakende ambalaj ağırlığına bağlıdır.

c) Perakende satış noktalarındaki gıda maddelerinden numune alınması sırasında bu tebliğde yer alan numune alma metodu kullanılabilir. Bu metodun uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda partiyi temsil eden uygun bir numune alma metodu kullanılabilir.

Özel hükümler

Madde 7- Tahıl, tahıl ürünleri ve kuru üzüm için numune alma metodunun genel incelemesi aşağıda belirtilmiştir.

- a) Tahıl ve kuru üzüm için parti ağırlığına ve ürüne bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi EK-1'de yer alan Tablo-1'e uygun olmalıdır.
- b) Parti büyüklüğü 50 ton ve daha fazla olan tahıl ve tahıl ürünleri ve parti büyüklüğü 15 ton ve daha fazla olan kuru üzümünden numune alma metodu EK-2'ye uygun olmalıdır.
- c) Parti büyüklüğü 50 tonun altında olan tahıl ve tahıl ürünlerinden ve parti büyüklüğü 15 tonun altında olan kuru üzümünden numune alma metodu EK-3'e uygun olmalıdır.
- d) Toptan satış aşamasında numune almada sözkonusu numune alma metodu uygulanabiliyorsa kullanılması, mümkün olmadığı durumlarda partiyi temsil eden uygun bir numune alma metodu kullanılması gerekir.
- e) Paçal numunede tespit edilen okratoksin A miktarının maksimum limitlere uyması durumunda parti kabul edilir, Paçal numunede tespit edilen okratoksin A miktarının maksimum limitleri aşması durumunda parti red edilir

Avrupa Birliğine uyum

Madde 8- Bu Tebliğ , 2002/26/EC sayılı "Gıda Maddelerinde Okratoksin A Seviyesinin Resmi Kontrolü için Numune Alma ve Analiz Metotları " Komisyon Direktifi dikkate alınarak Avrupa Birliği'ne uyum çerçevesinde hazırlanmıştır.

Denetim

Madde 9- Bu Tebliğe ait hükümler; 27/5/2004 tarihli ve 5179 sayılı "Gıdaların Üretimi, Tüketimi ve Denetlenmesine Dair Kanun Hükmünde Kararnamenin Değiştirilerek Kabulü Hakkında Kanun"a göre Tarım ve Köyşleri Bakanlığınca denetlenir.

Geçici Madde 1- Halen faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında yer alan ürünlerden resmi kontroller için numune alan ve analizi yapan kurum ve kuruluşlar 1 yıl içerisinde bu Tebliğ hükümlerine uymak zorundadırlar.

Yürürlük

Madde 10- Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

Madde 11- Bu Tebliğ hükümlerini Tarım ve Köyşleri Bakanı yürütür.

EK-1

İnkremental numune sayısı ve partinin alt partilere bölünmesi

Tablo- 1

Parti ağırlığına ve ürüne bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi

Ürün	Parti ağırlığı (ton)	Alt partilerin ağırlığı veya sayısı	İnkremental numune sayısı	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
Tahıllar ve tahıl ürünleri	≥1500	500 ton	100	10
	>300 ve <1500	3 alt parti	100	10
	≥50 ve ≤ 300	100 ton	100	10
	<50	-	10-100 ⁽¹⁾	1-10
Kuru üzüm (kuşüzümü, kuru üzüm, sultani kuru üzüm)	≥ 15	15-30 ton	100	10
	< 15	-	10-100 ⁽²⁾	1-10
⁽¹⁾ parti ağırlığına bağlı (bakınız Tablo 2)				
⁽²⁾ parti ağırlığına bağlı (bakınız Tablo 3)				

Tablo-2

Parti ağırlığına bağlı olarak tahıllardan alınması gereken inkremental numune sayısı

Partinin Ağırlığı (ton)	İnkremental Numune Sayısı
≤1	10
> 1 - ≤ 3	20
> 3 - ≤ 10	40
> 10 - ≤ 20	60
> 20 - ≤ 50	100

Tablo- 3

Parti ağırlığına bağlı olarak kuru üzümlerden alınması gereken inkremental numune sayısı

Partinin Ağırlığı (ton)	İnkremental numune sayısı
-------------------------	---------------------------

≤ 0.1	10
$>0.1 - \leq 0.2$	15
$>0.2 - \leq 0.5$	20
$>0.5 - \leq 1.0$	30
$>1.0 - \leq 2.0$	40
$>2.0 - \leq 5.0$	60
$>5.0 - \leq 10.0$	80
$>10.0 - \leq 15.0$	100

EK-2

Parti büyüklüğü 50 ton ve daha fazla olan tahıl ve tahıl ürünleri ve parti büyüklüğü 15 ton ve daha fazla olan kuru üzümünden numune alma metodu:

- Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, her parti, EK-1'de yer alan Tablo-1'e göre alt partilere bölünmelidir. Parti ağırlığı her zaman alt partilerin ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alınarak, ayrılan alt partinin ağırlığı ile hesaplanan alt parti ağırlığı arasındaki fark, maksimum %20'yi geçmemelidir.
- Her alt partiden ayrı ayrı numune alınmalıdır.
- İnkremental numune sayısı 100 adettir.
- Paçal numune ağırlığı inkremental numunelerin birleştirilmesiyle elde edilen 10 kg ağırlığındaki numunedir.
- Partinin hasar görmesinden (ambalaj tipi, nakliye şekli, vb.) kaynaklanan ticari nedenlerden dolayı, yukarıda belirtilen numune alma metodlarının uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda, alınacak numunenin partiyi tam temsil etmesi şartıyla bir alternatif numune alma metodu kullanılabilir. Ancak bu durumun tam olarak tanımlanması ve numune alma formunda açıkça belirtilmesi gerekir.
- Parti ve alt partilerden alınan paçal numune iyice karıştırıldıktan sonra uygun bir öğütücüde öğütülmeli ve homojen karışım elde edilmelidir. Homojen hale gelmiş paçal numune iki eşit parçaya bölünür (A ve B) ve ayrı ayrı ışık geçirmeyen ambalajlara alınarak numune (A) laboratuvara gönderilir. Numune (B) ise şahit numune olarak uygun ortamda muhafaza edilir.

EK-3

Parti büyüklüğü 50 tonun altında olan tahıl ve tahıl ürünlerinden ve parti büyüklüğü 15 tonun altında olan kuru üzümünden numune alma metodu :

- İnkremental numune sayısı, partinin ağırlığına bağlı olup minimum 10 ile maksimum 100 arasındadır.
- Alınacak inkremental numune sayısının belirlenmesinde EK-1'de yer alan Tablo-2 ve Tablo-3'te verilen rakamlar kullanılır.

- Paçal numune ağırlığı inkremental numunelerin birleştirilmesiyle elde edilen ve parti büyüklüğüne göre 1-10 kg aralığında değişen numune ağırlığıdır
- Partinin hasar görmesinden (ambalaj tipi, nakliye şekli, vb.) kaynaklanan ticari nedenlerden dolayı, yukarıda belirtilen numune alma metodlarının uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda, mümkün olabildiğince temsili olması ve tamamıyla tanımlanması ve belgelendirilmesi şartıyla, bir alternatif numune alma metodu kullanılabilir. Ancak yapılan bu farklı uygulamanın kayıtlarda belirtilmesi gerekmektedir
- Parti ve alt partilerden alınan paçal numune iyice karıştırıldıktan sonra uygun bir öğütücüde öğütülmeli ve homojen karışım elde edilmelidir. Homojen hale gelmiş paçal numune iki eşit parçaya bölünür (A ve B) ve ayrı ayrı ışık geçirmeyen ambalajlara alınarak numune (A) laboratuvara gönderilir. Numune (B) ise şahit numune olarak uygun ortamda muhafaza edilir.

EK-4

Gıda maddelerinde okratoksin A seviyesinin resmi kontrollerinde kullanılan analiz metotları için numune hazırlama metotları kriterleri

1- Ön Koşullar

Okratoksin A dağılımı çok fazla homojen olmadığından numuneler, çok dikkatle hazırlanmalı ve özellikle homojenize işlemine azami özen gösterilmelidir.

Laboratuvar tarafından alınan materyallerin hepsi test materyalinin hazırlanması için kullanılır.

2. Laboratuvara alınan numunenin muamelesi

Tam homojenizasyonun sağlanması için belirlenen bir metot kullanılarak her bir laboratuvar numunesi çok iyi şekilde öğütülür ve karıştırılır.

3. Şahit numune

Şahit numune, aksine bir durum olmadıkça homojenize edilmiş materyalden alınmalıdır.

4. Laboratuvarda kullanılan analiz metodu ve laboratuvar kontrolü

a) Laboratuvarlarca en yaygın kullanılan tanımlar aşağıda verilmektedir.

Tekrarlanabilirlik ve aynı sonucun elde edilebilirliği laboratuvarlarca en yaygın kullanılan parametrelerdir.

r (tekrarlanabilirlik): aynı numune, aynı uygulayıcı, aynı cihaz, aynı laboratuvar ve kısa zaman aralığında iki ayrı test sonucu arasında belirli bir olasılık içerisinde, yaklaşık olarak % 95 olması beklenen mutlak farkı ifade eder.

$r = 2.8 \times s_r$ olur.

s_r : tekrarlanabilir koşullar altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma

RSD_r : tekrarlanabilir koşullar altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma, [$(S_r/X) \times 100$],

X : çalışmaya konu olan analiz sonuçlarının ortalamasını göstermektedir.

R: aynı numune, aynı metod farklı uygulayıcı ve farklı laboratuvar koşullarında elde edilen ters sonuçları arasında belirli bir olasılık içerisinde yaklaşık olarak %95 olması beklenen mutlak farkı ifade eder. $R = 2.8 \times S_R$ olur.

S_R : aynı sonucun elde edilebildiği koşullar altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapmayı göstermektedir.

RSD_R : aynı sonucun elde edilebildiği koşullar altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapmayı $[(S_R/X) \times 100]$ göstermektedir.

b) Spesifik Şartlar

Gıda maddelerinde okratoksin A seviyesinin tayini için hiçbir spesifik metod belirlenmediğinde, laboratuvarlar aşağıdaki kriterleri karşıladığı takdirde herhangi bir metodu uygulayabilirler.

Seviye ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Okratoksin A		
	RSD_r (%)	RSD_R (%)	Geri Alma (%)
< 1	≤ 40	≤ 60	50-120
1-10	≤ 20	≤ 30	70-110

– Çalışılan konsantrasyonda verilen kesinlik değerleri, uygulanan metotların tespit limitleri olarak belirtilemez.

– Kesinlik değerler Horwitz eşitliğinden hesaplanır:

$$RSD_R = 2^{(1-0.5 \log C)}$$

- RSD_R , aynı sonucun elde edilebildiği koşullar altında oluşan sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapmadır. $[(S_R/X) \times 100]$
- C, konsantrasyon oranı (1=100 g/100 g, 0.001=1000 mg/kg)

Bu eşitlik analit ve matriksden bağımsız fakat çoğu rutin analiz metotları için yalnızca konsantrasyonuna bağlı olan genelleştirilmiş kesin değer eşitliğidir.

c) Geri almanın hesaplanması

Analitik sonuçlar geri alma için düzeltilerek veya düzeltilmeyerek rapor edilir. Rapor etme şekli ve validasyon raporunda belirlenmelidir.