

GIDALARDAKİ MİKOTOKSİN SEVİYELERİNİN RESMİ KONTROLLERİ İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

(1) Genel Hükümler

- a) Numune, kontrol görevlisi tarafından alınır.
- b) İncelenecek olan her partiden ayrı numune alınır. Farklı mikotoksinler için özel numune alma hükümlerine göre, büyük partiler ayrı numune almak için alt partilere bölünür.
- c) Numune hazırlama ve numune alma aşamalarında;
- 1) Mikotoksin içeriğini, dolayısıyla analitik hesaplamayı veya paçal numunenin partiyi temsil edebilirliğini,
- 2) Numune alınacak partinin gıda güvenilirliğini etkileyecek herhangi bir değişiklikten korumak için gerekli önlemler alınır. Ayrıca numuneyi alan kişinin güvenliğini sağlamak için de tüm tedbirler alınır.
- ç) Birincil numune mümkün olduğunca parti veya alt parti içinde farklı yerlerden alınır. Bu şekilde alınmadığı durumlarda ise (g) bendinde belirtilen kayıtlara işlenir.
- d) Paçal numune, birincil numunelerin birleştirilmesiyle oluşur.
- e) Şahit numune, homojenize edilmiş paçal numuneden ayrılır. Şahit numuneye ilişkin hükümler Bakanlıkça belirlenir.
- f) Numunelerin taşınması ve depolanması sırasında numunenin bileşimini değiştirebilecek her türlü etkiden koruyacak gerekli tüm önlemler alınır. Numuneler, taşıma esnasında bulaşmayı ve numunenin zarar görmesini önleyecek nitelikteki temiz ve numune ile etkileşmeyecek olan kaplara konur.
- g) Resmi kontroller için alınan her numune, alındığı yerde mühürlenir. Her numune için, temsil ettiği partiyi açıkça tanımlayacak şekilde kayıt tutulur. Bu kayıta numune alma tarihi, yeri ve analizi yapacak kişiye yardımcı olacak diğer bilgiler de yer alır.

(2) Farklı Tipte Partiler

Gıdalar dökme olarak, konteynerler/kaplar içinde ya da çuval, kutu, perakende paketler gibi tek pakette piyasaya arz edilebilir. Piyasaya arz edilen farklı formlardaki tüm gıdalar için, bu numune alma metodu uygulanabilir.

Bu Tebliğin eklerinde yer alan özel hükümlere aykırılık teşkil etmeksizin, aşağıdaki formül; çuval, kutu, perakende paketler gibi paketlenmiş olarak piyasaya arz edilen partilerden numune alınması için bir rehber olarak kullanılabilir.

$$\text{Numune alma sıklığı (n)} = \frac{\text{Partinin ağırlığı} \times \text{Birincil numunenin ağırlığı}}{\text{Paçal numunenin ağırlığı} \times \text{Tek paketin ağırlığı}}$$

Ağırlık : kg olarak

Numune alma sıklığı : Birincil numunenin alınması gereken her (n) inci paket (Hesaplama sonucundaki kesirli sayılar; en yakın tam sayıya yuvarlanırlar.)

TAHIL VE TAHIL ÜRÜNLERİ İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, tahıl ve tahıl ürünlerinde; Fusarium toksinleri, Okratoksin A, Aflatoksin B1 ve toplam aflatoksin seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Birincil Numunenin Ağırlığı:

Bu ekte özel bir tanımlama yapılmadı ise, birincil numune yaklaşık 100 g olmalıdır.

Perakende paketlerde, birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına bağlıdır. Perakende paketler 100 g'dan daha büyük ise; paçal numunenin ağırlığı 10 kg'dan daha fazla olacaktır. Tek bir perakende paketin ağırlığı 100 g'dan çok daha fazla ise, bu durumda her bir perakende paketten 100 g'lık bir birincil numune alınır. Ancak, söz konusu numune alma metodunun taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçların doğmasına sebep olduğu durumlarda, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Örneğin; 500 g ya da 1 kg'lık perakende paketlerde piyasaya arz edilen değerli bir ürün için paçal numune ağırlığının Çizelge-1 ve Çizelge-2'ye uygun olması koşuluyla, paçal numune yine aynı çizelgelere belirtilenden daha az sayıdaki birincil numunelerin karıştırılmasıyla oluşturulabilir.

Perakende paketler 100 g'dan küçük ise ve paket ağırlığının 100 g'dan farkı çok büyük değil ise, tek bir perakende paket bir birincil numune olarak düşünülür ve bu durumda paçal numunenin ağırlığı 10 kg'dan daha az olur. Tek bir perakende paketin ağırlığı 100 g'dan çok daha az ise, her bir birincil numune 100 g ağırlığa mümkün olduğunca yakın olacak şekilde iki veya daha fazla perakende paketten oluşur.

(2) Tahıl ve Tahıl Ürünlerinden Numune Alma Metoduna Genel Bakış:

Çizelge-1 Parti ağırlığına ve ürüne bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi

Ürün	Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numune ağırlığı (kg)
Tahıl ve tahıl ürünleri	> 300 ve < 1500	3 alt parti	100	10
	≥ 50 ve ≤ 300	100 ton	100	10
	< 50	–	3 – 100 (*)	1 – 10

(*): Parti ağırlığına bağlıdır (Bu ekteki Çizelge-2'ye bakınız)

(3) Parti Büyüklüğü 50 Ton ve Daha Fazla Olan Tahıl ve Tahıl Ürünlerinden Numune Alma Metodu:

a) Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, her parti Çizelge-1'e göre alt partilere bölünür. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alındığında, alt parti ağırlığı Çizelge-1'de verilen alt parti ağırlığını en fazla % 20 oranında geçebilir. Partinin fiziksel olarak alt partilere ayrılmadığı durumlarda, partiden en az 100 adet birincil numune alınır. 500 tondan büyük partiler için birincil numune sayısı Ek-12'nin 2 inci maddesine göre yapılır.

b) Her alt partiden ayrı numune alınır.

c) Birincil numune sayısı : 100 adet

Paçal numune ağırlığı : 10 kg

ç) Taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı bu numune alma metodunun uygulanması mümkün olmaz ise, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Silo veya ambarlarda depolanan büyük miktardaki tahıl partileri bu duruma örnek verilebilir.

(4) Parti Büyüklüğü 50 Ton Altında Olan Tahıl ve Tahıl Ürünlerinden Numune Alma Metodu:

Tahıl ve tahıl ürünlerinde 50 ton altındaki partiler için, 1-10 kg'lık paçal numuncyi meydana getiren, parti ağırlığına göre değişen, 10-100 adet birincil numuneden oluşan bir numune alma planı uygulanabilir. Ayrıca 0,5 ton ve daha küçük partiler için, daha az sayıda birincil numune alınabilir. Ancak tüm bu birincil numunelerin birleştirilmesiyle oluşan paçal numune en az 1 kg olmalıdır. Alınacak birincil numune sayısını belirlemek amacıyla Çizelge-2 kullanılabilir.

Çizelge-2 Parti ağırlığına bağlı olarak tahıl ve tahıl ürünlerinden alınması gereken birincil numune sayısı

Parti ağırlığı (ton)	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
≤ 0,05	3	1
> 0,05 – ≤ 0,5	5	1
> 0,5 – ≤ 1	10	1
>1 – ≤ 3	20	2
>3 – ≤ 10	40	4
>10 – ≤ 20	60	6
>20 – ≤ 50	100	10

(5) Perakende Aşamasında Numune Alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla perakende aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durumda paçal numune en az 1 kg olmalıdır.

Numune alacak kısım çok küçük ve 1 kg'lık paçal numune oluşturmak imkânsız ise, paçal numunenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir.

(6) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

a) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

b) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

Ek-3

KURU İNCİR DIŞINDAKİ KURU ÜZÜM DÂHİL TÜM KURUTULMUŞ MEYVELER VE BUNLARIN TÜREVLERİ İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot; kuru incir dışındaki kurutulmuş meyvelerde, Aflatoksin B1 ve toplam aflatoksinlerin; kuru üzümde (kuş üzümü, sultan üzümü, kuru üzüm) ise Okratoksin A seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Birincil Numunenin Ağırlığı:

Bu ekte özel bir tanımlama yapılmadı ise, birincil numune yaklaşık 100 g olmalıdır.

Perakende paketlerde, birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına bağlıdır.

100 g'dan daha büyük perakende paketlerde paçal numunenin ağırlığı 10 kg'dan daha fazla olacaktır. Tek bir perakende paketin ağırlığı 100 g'dan çok daha fazla ise, bu durumda her bir perakende paketten 100 g'lık bir birincil numune alınır. Ancak, söz konusu numune alma metodunun taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçların doğmasına sebep olduğu durumlarda, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Örneğin; 500 g ya da 1 kg'lık perakende paketlerde piyasaya arz edilen değerli bir ürün için paçal numune ağırlığının Çizelge-1 ve Çizelge-2'ye uygun olması koşuluyla, paçal numune yine aynı çizelgelerde belirtilenden daha az sayıdaki birincil numunelerin karıştırılmasıyla oluşturulabilir.

Perakende paketler 100 g'dan küçük ise ve paket ağırlığının 100 g'dan farkı çok büyük değil ise, tek bir perakende paket bir birincil numune olarak düşünülür ve bu durumda paçal numunenin ağırlığı 10 kg'dan daha az olur. Tek bir perakende paketin ağırlığı 100 g'dan çok daha az ise, her bir birincil numune 100 g ağırlığa mümkün olduğunca yakın olacak şekilde iki veya daha fazla perakende paketten oluşur.

(2) İncir Dışındaki Kurutulmuş Meyvelerden Numune Alma Metoduna Genel Bakış:

Çizelge-1 Parti ağırlığına ve ürüne bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi

Ürün	Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numune ağırlığı (kg)
Kurutulmuş meyve	≥ 15	15 – 30 ton	100	10
	< 15	-	10 – 100(*)	1 – 10

(*) Parti ağırlığına bağlıdır (Bu bölümdeki Çizelge – 2'ye bakınız)

(3) Parti Büyüklüğü 15 Ton ve Daha Fazla Olan İncir Dışındaki Kurutulmuş Meyvelerden Numune Alma Metodu:

a) Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, her parti Çizelge-1'e göre alt partilere bölünür. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alındığında, alt parti ağırlığı Çizelge-1'de verilen alt parti ağırlığını en fazla % 20 oranında geçebilir.

b) Her alt partiden ayrı numune alınır.

c) Birincil numune sayısı : 100 adet

Paçal numune ağırlığı : 10 kg

ç) Taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı sözü edilen numune alma metodunun uygulanması mümkün olmaz ise, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

(4) Parti Büyüklüğü 15 Ton Altında Olan İncir Dışındaki Kurutulmuş Meyvelerden Numune Alma Metodu:

İncir dışındaki kurutulmuş meyvelerde 15 ton altındaki partiler için; 1-10 kg'lık paçal numuneyi meydana getiren, parti ağırlığına göre değişen ve 10-100 adet birincil numuneden oluşan bir numune alma planı uygulanabilir.

Alınacak birincil numune sayısını belirlemek amacıyla Çizelge-2 kullanılabilir.

Çizelge-2 Parti ağırlığına bağlı olarak kurutulmuş meyvelerden alınması gereken birincil numune sayısı

Parti ağırlığı (ton)	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
$\leq 0,1$	10	1
$> 0,1 - \leq 0,2$	15	1,5
$> 0,2 - \leq 0,5$	20	2
$> 0,5 - \leq 1,0$	30	3
$> 1,0 - \leq 2,0$	40	4
$> 2,0 - \leq 5,0$	60	6
$> 5,0 - \leq 10,0$	80	8
$> 10,0 - \leq 15,0$	100	10

(5) Perakende Aşamasında Numune Alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla perakende aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durumda paçal numune en az 1 kg olmalıdır.

Numune alınacak kısım çok küçük ve 1 kg'lık paçal numune oluşturmak imkânsız ise, paçal numunenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir.

(6) Vakum Paketler İçinde Piyasaya Arz Edilen Kuru İncir Dışındaki Kurutulmuş Meyveler için Özel Numune Alma Hükümleri:

Parti büyüklüğü 15 ton ve daha fazla ise; 10 kg'lık bir paçal numune oluşturacak en az 25 adet birincil numune alınır. Parti büyüklüğü 15 tondan daha az ise; Çizelge-2'de belirtilen parti ağırlığına uygun bir paçal numune ağırlığını oluşturacak şekilde Çizelge-2'de bahsedilen birincil numune sayısının % 25'i alınmalıdır.

(7) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

- Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.
- Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

KURU İNCİR, YERFISTIĞI VE SERT KABUKLU MEYVELER İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, kuru incir, yerfıstığı ve sert kabuklu meyvelerde, Aflatoksin B1 ve toplam aflatoksin seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

Metot-1

KURU İNCİR İÇİN NUMUNE ALMA METODU

Bu metot, kuru incirde Aflatoksin B1 ve toplam aflatoksin seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanan numune alma metodudur.

(1) Birincil Numunenin Ağırlığı:

Bu ekte özel bir tanımlama yapılmadı ise, birincil numune yaklaşık 300 g olmalıdır.

Perakende paketlerde, birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına bağlıdır.

Perakende paketler 300 g'dan daha büyük ise; paçal numunenin ağırlığı 30 kg'dan daha fazla olacaktır. Tek bir perakende paketin ağırlığı 300 g'dan çok daha fazla ise, bu durumda her bir perakende paketten 300 g'lık bir birincil numune alınır. Ancak, söz konusu numune alma metodunun taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçların doğmasına sebep olduğu durumlarda, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Örneğin; 500 g ya da 1 kg'lık perakende paketlerde piyasaya arz edilen değerli bir ürün için paçal numune ağırlığının Çizelge-1, Çizelge-2 ve Çizelge-3'e uygun olması koşuluyla, paçal numune yine aynı çizelgelere belirtilenden daha az sayıdaki birincil numunelerin karıştırılmasıyla oluşturulabilir.

Perakende paketler 300 g'dan küçük ise ve paket ağırlığının 300 g'dan farkı çok büyük değil ise, tek bir perakende paket bir birincil numune olarak düşünülür ve bu durumda paçal numunenin ağırlığı 30 kg'dan daha az olur. Tek bir perakende paketin ağırlığı 300 g'dan çok daha az ise, her bir birincil numune 300 g ağırlığa mümkün olduğunca yakın olacak şekilde iki veya daha fazla perakende paketten oluşur.

(2) Kuru İncirlerin Numune Alma Metoduna Genel Bakış:

Çizelge-1 Parti ağırlığına ve ürtine bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi

Ürün	Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numune ağırlığı (kg)
Kuru incir	≥ 15	15 – 30 ton	100	30
	< 15	--	10 – 100(*)	≤30

(*): Parti ağırlığına bağlıdır (Bu bölümdeki Çizelge -- 2'ye bakınız)

(3) Parti Büyüklüğü 15 Ton ve Daha Fazla Olan Kuru İncirden Numune Alma Metodu:

a) Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, her parti Çizelge-1'e göre alt partilere bölünür. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alındığında, alt parti ağırlığı Çizelge-1'de verilen alt parti ağırlığını en fazla % 20 oranında geçebilir.

b) Her alt partiden ayrı numune alınmalıdır.

c) Birincil numune sayısı : 100 adet

ç) Paçal numune ağırlığı : 30 kg.

Paçal numune öğütme öncesi iyice karıştırılır ve 10 kg'lık üç eşit laboratuvar numunesine bölünür. Ancak 30 kg'lık bir numuneyi homojenize edebilecek yeterlilikte bir ekipmanın bulunması halinde ve ilave bir ayıklama ya da başka bir fiziksel işlem görcek olan kuru incirlerde üç eşit laboratuvar numunesine bölme işlemi gerekli değildir.

d) Ek-12'de belirtilen hükümlere uygun olarak, her 10 kg'lık laboratuvar numunesi yeterli homojenizasyonu sağlamak amacıyla ayrı olarak ince öğütülür ve iyice karıştırılır.

e) Taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı sözü edilen numune alma metodunun uygulanması mümkün olmaz ise, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

(4) Parti Büyüklüğü 15 Ton'un Altında Olan Kuru İncirlerden Numune Alma Metodu:

Alınacak birincil numune sayısı parti ağırlığına göre değişir ve bu sayı en az 10 adet, en fazla 100 adet olabilir.

Alınacak birincil numune sayısını ve bunu takiben paçal numunenin bölünmesini belirlemek amacıyla Çizelge-2 kullanılabilir.

Çizelge-2 Parti ağırlığına bağlı olarak alınması gereken birincil numune sayısı ve paçal numunenin bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg) (*)	Paçal numunedan ayrılacak laboratuvar numunesinin sayısı (adet)
≤ 0,1	10	3	1 (bölünmez)
> 0,1 – ≤ 0,2	15	4,5	1 (bölünmez)
> 0,2 – ≤ 0,5	20	6	1 (bölünmez)
> 0,5 – ≤ 1,0	30	9 – (<12 kg)	1 (bölünmez)
> 1,0 – ≤ 2,0	40	12	2
> 2,0 – ≤ 5,0	60	18 – (<24 kg)	2
> 5,0 – ≤ 10,0	80	24	3
> 10,0 – ≤ 15,0	100	30	3

(*): Perakende aşamasında paçal numune ağırlığı farklı olabilir. Ek-4'ün Metot-1'inin 1 inci maddesine bakınız.

a) Paçal numune ağırlığı 30 kg ve daha az ise, öğütme öncesi iyice karıştırılır ve 10 kg veya daha az miktardaki iki ya da üç eşit laboratuvar alt numunesine bölünür. Ancak 30 kg'lık bir numuneyi homojenize edebilecek yeterlilikte bir ekipmanın bulunması halinde ve ilave bir ayıklama ya da başka bir fiziksel işlem görecektir olan kuru incirlerde eşit laboratuvar numunesine bölme işlemi gerekli değildir.

Paçal numune 30 kg'dan daha az ise, paçal numune aşağıdaki tarife göre laboratuvar alt numunelerine bölünür:

<12 kg : Alt numunelere bölünmez.

>12 – ≤24 kg : 2 adet laboratuvar numunesine bölünür.

>24 kg : 3 adet laboratuvar numunesine bölünür.

b) Ek-12'de belirtilen hükümlere uygun olarak, her laboratuvar numunesi tam homojenizasyonu sağlamak amacıyla ayrı olarak ince öğütülür ve iyice karıştırılır.

c) Taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı sözü edilen numune alma metodunun uygulanması mümkün olmaz ise, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

(5) Türev Ürünler ve Bileşik Gıdalardan Numune Alma Metotları:

a) Küçük tanecikli türev ürünler (aflatoksin bulaşımının homojen dağılım gösterdiği ürünler):

1) Birincil numune sayısı 100 adet, 50 ton altındaki partiler için birincil numune sayısı parti ağırlığına bağlı olarak 10-100 adet arasında olabilir.

Çizelge-3 Parti ağırlığına bağlı olarak alınması gereken birincil numune sayısı

Parti ağırlığı (ton)	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
≤1	10	1
>1 – ≤3	20	2
>3 – ≤10	40	4
>10 – ≤20	60	6
>20 – ≤50	100	10

2) Birincil numunenin ağırlığı yaklaşık 100 g olmalıdır. Perakende aşamasında birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına göre değişir.

3) Paçal numune ağırlığı: İyice karıştırılmış 1-10 kg

b) Nispeten daha büyük tanecikli diğer türev ürünler (aflatoksin bulaşımının heterojen dağılım gösterdiği ürünler):

Bu Ek'in Metot-1'inin 3 üncü ve 4 üncü maddelerinde bahsedilen numune alma usul ve esasları uygulanır.

(6) Perakende aşamasında numune alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu Ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla perakende aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durumda paçal numune en az 1 kg olmalıdır.

Numune alınacak kısım çok küçük ve 1 kg'lık paçal numune oluşturmak imkansız ise, paçal numunenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir.

(7) Vakum Paketler İçinde Piyasaya Arz Edilen Türev Ürünler ve Kuru İncirler İçin Özel Numune Alma Hükümleri:

a) Kuru incir:

Parti büyüklüğü 15 ton ve daha fazla ise; 30 kg'lık bir paçal numune oluşturacak en az 50 adet birincil numune alınır. Parti büyüklüğü 15 tondan daha az ise; Çizelge-2'de belirtilen parti

ağırlığına uygun bir paçal numune ağırlığını oluşturacak şekilde Çizelge-2'de bahsedilen birincil numune sayısının %50'si alınmalıdır.

b) Kuru incirden türetilmiş küçük taneccikli ürünler:

Parti büyüklüğü 50 ton ve daha fazla ise; 10 kg'lık bir paçal numune oluşturacak en az 25 adet birincil numune alınır. Parti büyüklüğü 50 tondan daha az ise; Çizelge-3'de belirtilen parti ağırlığına uygun bir paçal numune ağırlığını oluşturacak şekilde Çizelge-3'de bahsedilen birincil numune sayısının %25'i alınmalıdır.

(8) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

a) Açıklama ya da başka bir fiziksel işlem görecektir olan kuru incirler için:

1) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunelerinin analiz sonuçları ortalaması ya da paçal numune analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

2) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunelerinin analiz sonuçları ortalaması ya da paçal numune analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

b) Doğrudan insan tüketimine sunulacak olan kuru incirler için:

1) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonuçlarının tamamı maksimum limitleri aşıyorsa kabul edilir.

2) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonuçlarının biri veya daha fazlası maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

c) Paçal numune 12 kg veya daha az ise:

1) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

2) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

Metot-2

YERFISTIĞI, DİĞER YAĞLI TOHUMLAR, KAYISI ÇEKİRDEKLERİ VE SERT KABUKLU MEYVELER İÇİN NUMUNE ALMA METODU

Bu metot; ycrfistiği, diğer yağlı tohumlar, kayısı çekirdekleri ve sert kabuklu meyvelerde, Aflatoxin B1 ve toplam aflatoxin seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır. Ayrıca bu metot nispeten daha büyük parçacıklı baharatlarda (fıstık veya daha büyük, örneğin hindistan cevizi ile karşılaştırılabilir parçacık büyüklüğü); Okratoksin A, Aflatoxin B1 ve toplam aflatoxin seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Birincil Numunenin Ağırlığı:

Bu ekte özel bir tanımlama yapılmadı ise, birincil numune yaklaşık 200 g olmalıdır.

Perakende paketlerde, birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına bağlıdır.

Perakende paketler 200 g'dan daha büyük ise; paçal numunenin ağırlığı 20 kg'dan daha fazla olacaktır. Tek bir perakende paketin ağırlığı 200 g'dan çok daha fazla ise, bu durumda her bir perakende paketten 200 g'lık bir birincil numune alınmalıdır. Ancak, söz konusu numune alma metodunun taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçların doğmasına sebep olduğu durumlarda, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Örneğin; 500 g ya da 1 kg'lık perakende paketlerde

piyasaya arz edilen değerli bir ürün için paçal numune ağırlığının Çizelge-1, Çizelge-2 ve Çizelge-3'e uygun olması koşuluyla, paçal numune yine aynı çizelgelerde belirtilenden daha az sayıdaki birincil numunelerin karıştırılmasıyla oluşturulabilir.

Perakende paketler 200 g'dan küçük ise ve paket ağırlığının 200 g'dan farkı çok büyük değil ise, tek bir perakende paket bir birincil numune olarak düşünülür ve bu durumda paçal numunenin ağırlığı 20 kg'dan daha az olur. Tek bir perakende paketin ağırlığı 200 g'dan çok daha az ise, her bir birincil numune 200 g ağırlığa mümkün olduğunca yakın olacak şekilde iki veya daha fazla perakende paketten oluşur.

(2) Yerfıstığı, Diğer Yağlı Tohumlar, Kayısı Çekirdekleri ve Sert Kabuklu Meyvelerden Numune Alma Metoduna Genel Bakış:

Çizelge-1 Parti ağırlığına ve ürüne bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi

Ürün	Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numune ağırlığı (kg)
Yerfıstığı, antepfıstığı, diğer yağlı tohumlar, kayısı çekirdekleri ve diğer sert kabuklu meyveler	≥ 500	100 ton	100	20
	>125 ve <500	5 alt parti	100	20
	≥ 15 ve ≤125	25 ton	100	20
	< 15	--	10 – 100 (*)	≤20

(*): Parti ağırlığına bağlıdır (Bu bölümdeki Çizelge-2'ye bakınız)

(3) Parti Büyüklüğü 15 Ton ve Daha Fazla Olan Yerfıstığı, Diğer Yağlı Tohumlar, Kayısı Çekirdekleri ve Sert Kabuklu Meyvelerden Numune Alma Metodu:

a) Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, her parti Çizelge-1'e göre alt partilere bölünür. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alındığında, alt parti ağırlığı Çizelge-1'de verilen alt parti ağırlığını en fazla % 20 oranında geçebilir.

b) Her alt partiden ayrı numune alınmalıdır.

c) Birincil numune sayısı : 100 adet

ç) Paçal numune ağırlığı : 20 kg

Paçal numune öğütme öncesi iyice karıştırılır ve 10 kg'lık iki eşit laboratuvar numunesine bölünür. Ancak 20 kg'lık bir numuneyi homojenize edebilecek yeterlilikte bir ekipmanın bulunması halinde ve ilave bir ayıklama ya da başka bir fiziksel işlem görecektir olan yerfıstığı, diğer yağlı tohumlar, kayısı çekirdekleri ve sert kabuklu meyvelerde iki eşit laboratuvar numunesine bölme işlemi gerekli değildir.

d) Ek-12'de belirtilen hükümlere uygun olarak, her 10 kg'lık laboratuvar numunesi yeterli homojenizasyonu sağlamak amacıyla ayrı olarak incc öğütülmeli ve iyice karıştırılmalıdır.

e) Taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı sözü edilen numune alma metodunun uygulanması mümkün olmaz ise, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

(4) Parti Büyüklüğü 15 Ton Altında Olan Yerfıstığı, Diğer Yağlı Tohumlar, Kayısı Çekirdekleri ve Sert Kabuklu Meyvelerden Numune Alma Metodu:

Alınacak birincil numune sayısı parti ağırlığına göre değişir ve bu sayı en az 10 adet, en fazla 100 adet olabilir.

Alınacak birincil numune sayısını ve bunu takiben paçal numunenin bölünmesini belirlemek amacıyla aşağıdaki Çizelge-2 kullanılabilir.

Çizelge-2 Parti ağırlığına bağlı olarak alınması gereken birincil numune sayısı ve paçal numunenin bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg) (*)	Paçal numuneden ayrılacak laboratuvar numunesinin sayısı (adet)
≤ 0,1	10	2	1 (bölünmez)
> 0,1 – ≤ 0,2	15	3	1 (bölünmez)
> 0,2 – ≤ 0,5	20	4	1 (bölünmez)
> 0,5 – ≤ 1,0	30	6	1 (bölünmez)
> 1,0 – ≤ 2,0	40	8 – (<12 kg)	1 (bölünmez)
> 2,0 – ≤ 5,0	60	12	2
> 5,0 – ≤ 10,0	80	16	2
> 10,0 – ≤ 15,0	100	20	2

(*): Perakende aşamasında paçal numune ağırlığı farklı olabilir. Ek-4 metot-2 (1) maddesine bakınız.

a) Paçal numune ağırlığı 20 kg ve daha az ise, öğütme öncesi iyice karıştırılır ve gerekliyse 10 kg veya daha az miktardaki iki eşit laboratuvar alt numunesine bölünür. 20 kg'lık bir numuneyi öğütecek ve homojenize edebilecek yeterlilikte bir ekipmanın bulunması halinde ve ilave bir ayıklama ya da başka bir fiziksel işlem görecektir olan yerfıstığı, diğer yağlı tohumlar, kayısı çekirdekleri ve sert kabuklu meyvelerde iki eşit laboratuvar alt numunesine bölme işlemi gerekli değildir.

Paçal numune 20 kg'dan daha az ise, paçal numune aşağıdaki tarife göre laboratuvar alt numunelerine bölünür:

<12 kg ise: Alt numunelere bölünmez

>12 kg ise: 2 adet laboratuvar numunesine bölünür.

b) Ek-12'de belirtilen hükümlere uygun olarak, her laboratuvar numunesi tam homojenizasyonu sağlamak amacıyla ayrı ayrı ince öğütülür ve iyice karıştırılır.

c) Taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı sözü edilen numune alma metodunun uygulanması mümkün olmaz ise, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

(5) Bitkisel Yağlar Dışındaki Türev Ürünler ve Bileşik Gıdalardan Numune Alma Metotları:

a) Küçük taneçikli türev ürünler (aflatoksin bulaşımın homojen dağılım gösterdiği un, yer fıstığı ezmesi, vb.):

1) Birincil numune sayısı : 100 adet; 50 tonun altındaki partiler için birincil numune sayısı parti ağırlığına bağlı olarak 10-100 adet arasında olabilir.

Çizelge-3 Parti ağırlığına bağlı olarak alınması gereken birincil numune sayısı

Parti ağırlığı (ton)	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
≤ 1	10	1
$> 1 - \leq 3$	20	2
$>3 - \leq 10$	40	4
$>10 - \leq 20$	60	6
$>20 - \leq 50$	100	10

2) Birincil numunenin ağırlığı yaklaşık 100 g olmalıdır. Perakende aşamasında birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına göre değişir.

3) Paçal numune ağırlığı : İyice karıştırılmış 1-10 kg

b) Nispeten daha büyük tanecikli diğer türev ürünler (afلاتoksin bulaşımının heterojen dağılım gösterdiği ürünler):

Yerfıstığı, diğer yağlı tohumlar, kayısı çekirdekleri ve sert kabuklu meyveler için Metot-2'in 3 üncü ve 4 üncü maddelerinde bahsedilen numune alma usul ve esasları uygulanır.

(6) Perakende aşamasında numune alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla perakende aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durumda paçal numune en az 1 kg olmalıdır.

(7) Vakum Paketler İçinde Piyasaya Arz Edilen Türev Ürünler ve Yerfıstığı, Diğer Yağlı Tohumlar, Kayısı Çekirdekleri, Sert Kabuklu Meyveler İçin Özel Numune Alma Hükümleri:

a) Antepfıstığı, yerfıstığı ve Brezilya fıstığı:

Parti büyüklüğü 15 ton ve daha fazla olan partiler için, 20 kg'lık bir paçal numune oluşturacak en az 50 adet birincil numune alınır. Parti büyüklüğü 15 tondan daha az olan partiler için, Çizelge-2'de belirtilen parti ağırlığına uygun olarak, paçal numune ağırlığı aynı olmak şartıyla Çizelge-2'de bahsedilen birincil numune sayısının % 50'si alınır.

b) Antepfıstığı ve Brezilya fıstığı dışındaki sert kabuklu meyveler, kayısı çekirdekleri, diğer yağlı tohumlar:

Parti büyüklüğü 15 ton ve daha fazla olan partiler için, 20 kg'lık bir paçal numune oluşturacak en az 25 adet birincil numune alınır. Parti büyüklüğü 15 tondan daha az olan partiler için, Çizelge-2'de belirtilen parti ağırlığına uygun olarak, paçal numune ağırlığı aynı olmak şartıyla Çizelge-2'de bahsedilen birincil numune sayısının % 25'i alınır.

c) Küçük tanecikli yerfıstığı, kayısı çekirdekleri ve sert kabuklu meyvelerden türetilmiş ürünler: Parti büyüklüğü 50 ton ve daha fazla olan partiler için, 10 kg'lık bir paçal numune oluşturacak en az 25 adet birincil numune alınır. Parti büyüklüğü 50 tondan daha az olan partiler için,

Çizelge-3'de belirtilen parti ağırlığına uygun bir paçal numune ağırlığı oluşturacak Çizelge-3'de bahsedilen birincil numune sayısının % 25'i alınır.

(8) Bir partinin veya alt partinin kabulü:

a) Ayıklama ya da başka bir fiziksel işlem görecek olan yerfıstığı, diğer yağlı tohumlar, kayısı çekirdekleri ve sert kabuklu meyveler için:

1) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunelerinin analiz sonuçları ortalaması ya da paçal numune analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

2) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunelerinin analiz sonuçları ortalaması ya da paçal numune analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

b) Doğrudan insan tüketimine sunulacak olan yerfıstığı, diğer yağlı tohumlar, kayısı çekirdekleri ve sert kabuklu meyveler için:

1) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonuçlarının hiç birisi maksimum limitleri aşıyorsa kabul edilir.

2) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonuçlarının biri veya her ikisi maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

c) Paçal numune 12 kg veya daha az ise:

1) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

2) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

BAHARAT İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, nispeten daha büyük tanecik boyutlu baharatlar dışındaki (mikotoksinlerin heterojen dağılımı) baharatlar için Okratoksin A, Aflatoksin B1 ve toplam aflatoksin seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Birincil Numunenin Ağırlığı:

Bu ekte özel bir tanımlama yapılmadı ise, birincil numune yaklaşık 100 g olmalıdır.

Perakende paketlerde, birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına bağlıdır.

Perakende paketler 100 g'dan büyük ise; paçal numunenin ağırlığı 10 kg'dan daha fazla olacaktır. Tek bir perakende paketin ağırlığı 100 g'dan çok daha büyük ise, bu durumda her bir perakende paketten 100 g'lık bir birincil numune alınır. Ancak, söz konusu numune alma metodunun taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçların doğmasına sebep olduğu durumlarda, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Örneğin; 500 g ya da 1 kg'lık perakende paketlerde piyasaya arz edilen değerli bir ürün için paçal numune ağırlığının Çizelge-1 ve Çizelge-2'ye uygun olması koşuluyla, paçal numune yine aynı çizelgelerde belirtilenden daha az sayıdaki birincil numunelerin karıştırılmasıyla oluşturulabilir.

Perakende paketler 100 g'dan küçük ve paket ağırlığının 100 g'dan farkı çok büyük değilse, tek bir perakende paket bir birincil numune olarak düşünülür ve bu durumda paçal numunenin ağırlığı 10 kg'dan daha az olur. Tek bir perakende paketin ağırlığı 100 g'dan çok daha az ise, bir birincil numune 100 g ağırlığa mümkün olduğunca yakın olacak şekilde iki veya daha fazla perakende paketten oluşur.

(2) Baharat İçin Numune Alma Metoduna Genel Bakış:

Çizelge-1 Parti ağırlığına ve ürüne bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi

Ürün	Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numune ağırlığı (kg)
Baharatlar	≥ 15	25 ton	100	10
	< 15	-	5 – 100 (*)	0,5 – 10

(*): Parti ağırlığına bağlıdır (Bu bölümdeki Çizelge – 2'ye bakınız)

(3) Parti Büyüklüğü 15 Ton ve Daha Fazla Olan Baharat İçin Numune Alma Metodu:

a) Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, her parti Çizelge-1'e göre alt partilere bölünür. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alındığında, alt parti ağırlığı Çizelge-1'de verilen alt parti ağırlığını en fazla % 20 oranında geçebilir.

b) Her alt partiden ayrı ayrı numune alınmalıdır.

c) Birincil numune sayısı : 100 adet

Paçal numune ağırlığı : 10 kg

ç) Taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı sözü edilen numune alma metodunun

uygulanması mümkün olmaz ise, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

(4) Parti Büyüklüğü 15 Ton Altında Olan Baharat İçin Numune Alma Metodu:

Parti büyüklüğü 15 ton altındaki baharat partileri için; 0,5-10 kg'lık paçal numuneyi meydana getiren, parti ağırlığına göre değişen 5-100 adet birincil numuneden oluşan bir numune alma planı uygulanabilir.

Alınacak birincil numune sayısını belirlemek amacıyla aşağıdaki Çizelge-2 kullanılabilir.

Çizelge-2 Parti ağırlığına bağlı olarak baharat için alınması gereken birincil numune sayısı

Parti ağırlığı (ton)	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
≤ 0,01	5	0,5
> 0,01 – ≤ 0,1	10	1
> 0,1 – ≤ 0,2	15	1,5
> 0,2 – ≤ 0,5	20	2
> 0,5 – ≤ 1,0	30	3
> 1,0 – ≤ 2,0	40	4
> 2,0 – ≤ 5,0	60	6
> 5,0 – ≤ 10,0	80	8
> 10,0 – ≤ 15,0	100	10

(5) Perakende Aşamasında Numune Alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, perakende aşamasında mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durumda paçal numune en az 0,5 kg olmalıdır.

Numune alınacak kısım çok küçük ve 0,5 kg'lık paçal numune oluşturmak imkânsız ise, paçal numunenin ağırlığı 0,5 kg'dan daha az olabilir.

(6) Vakum Paketler İçinde Piyasaya Arz Edilen Baharat İçin Özel Numune Alma Hükümleri:

Parti büyüklüğü 15 ton ve daha fazla olan partiler için, 10 kg'lık bir paçal numune oluşturacak en az 25 adet birincil numune alınır. Parti büyüklüğü 15 tondan daha az olan partiler için, parti ağırlığına uygun olarak, paçal numune ağırlığı aynı kalmak şartıyla Çizelge-2'de bahsedilen birincil numune sayısının % 25'i alınır.

(7) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

a) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

b) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

Ek-6

SÜT VE SÜT ÜRÜNLERİ (BEBEK SÜTÜ VE DEVAM SÜTÜ DÂHİL BEBEK FORMÜLLERİ VE DEVAM FORMÜLLERİ) İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, süt ve süt ürünlerinde (bebek sütü ve devam sütü dâhil bebek formülleri ve devam formülleri), bebeklere yönelik özel tıbbi amaçlı diyet gıdalarda (süt ve süt ürünleri) Aflatoksin M1 seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Bebek Sütü ve Devam Sütü Dahil Bebek Formülleri ve Devam Formülleri, Süt ve Süt Ürünleri İçin Numune Alma Metodu:

Paçal numune en az 1 kg ya da 1 L olmalıdır ancak numunenin sadece bir şişeden oluşması gibi durumlarda bu mümkün olmayabilir.

Partiden alınması gereken en az birincil numune sayısı Çizelge-1'de verildiği şekilde olmalıdır. Belirlenen birincil numune sayısı söz konusu ürünün piyasaya arz şekliyle doğrudan ilgilidir. Dökme sıvı türlerinde; parti, numune almadan önce elle veya mekanik olarak mümkün olduğunca iyi karıştırılmalı ve bu işlem, mümkün olduğunca ürünün kalitesini etkilememelidir. Bu durumda parti içinde Aflatoksin M1'in homojen dağıldığı varsayılır. Bu yüzden paçal numuneyi oluşturmak için bir partiden üç adet birincil numune almak yeterlidir.

Çoğunlukla bir şişe veya paket içinde bulunan birincil numuneler benzer ağırlıkta olmalıdır. Bir birincil numunenin ağırlığı en az 100 g olmalıdır ve paçal numune en az 1 kg ya da 1 L olmalıdır. Bu metottan farklı uygulamalar, Ek-1'in 1 inci maddesinin (g) bendinde belirtildiği şekilde kayıt edilmelidir.

Çizelge-1 Partiden alınması gereken en az birincil numune sayısı

Piyasaya Arz Şekli	Partinin ağırlığı ya da hacmi (kg veya L)	Alınması gereken en az birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin en az ağırlığı ya da hacmi (kg veya L)
Dökme	-	3 – 5	1
Şişe/ Paket	≤ 50	3	1
Şişe/ Paket	50 – 500	5	1
Şişe/ Paket	>500	10	1

(2) Perakende Aşamasında Numune Alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, perakende aşamasında mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

Numune alınacak kısım çok küçük ve 1 kg'lık paçal numune oluşturmak imkânsız ise, paçal numunenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir.

(3) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

a) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği (veya karar limiti) hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

b) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği (veya karar limiti) hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

KAHVE, KAHVE ÜRÜNLERİ, MEYAN KÖKÜ VE MEYAN KÖKÜ EKSTRAKTI İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, kavrulmuş kahve çekirdeği, öğütülmüş kavrulmuş kahve, çözünebilir kahve, meyan kökü ve meyan kökü ekstraktında Okratoksin A seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Birincil Numunenin Ağırlığı:

Bu ekte özel bir tanımlama yapılmadı ise, birincil numune yaklaşık 100 g olmalıdır.

Perakende paketlerde, birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına bağlıdır.

Perakende paketler 100 g'dan büyük ise; paçal numunenin ağırlığı 10 kg'dan daha fazla olacaktır. Tek bir perakende paketin ağırlığı 100 g'dan çok daha büyük ise, bu durumda her bir perakende paketten 100 g'lık bir birincil numune alınır. Ancak, söz konusu numune alma metodunun taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçların doğmasına sebep olduğu durumlarda, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Örneğin; 500 g ya da 1 kg'lık perakende paketlerde piyasaya arz edilen değerli bir ürün için paçal numune ağırlığının Çizelge-1 ve Çizelge-2'ye uygun olması koşuluyla, paçal numune yine aynı çizelgelerde belirtilenden daha az sayıdaki birincil numunelerin karıştırılmasıyla oluşturulabilir.

Perakende paketler 100 g'dan küçük ve pakete ağırlığının 100 g'dan farkı çok büyük değilse, tek bir perakende paket bir birincil numune olarak düşünülür ve bu durumda paçal numunenin ağırlığı 10 kg'dan daha az olur. Tek bir perakende paketin ağırlığı 100 g'dan çok daha az ise, her bir birincil numune 100 g ağırlığa mümkün olduğunca yakın olacak şekilde iki veya daha fazla perakende paketten oluşur.

(2) Kavrulmuş Kahve Çekirdeği, Öğütülmüş Kavrulmuş Kahve, Çözünebilir Kahve, Meyan Kökü ve Meyan Kökü Ekstraktı İçin Numune Alma Metoduna Genel Bakış:

Çizelge-1 Parti ağırlığına ve ürüne bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi

Ürün	Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numune ağırlığı (kg)
Kavurulmuş kahve çekirdeği, öğütülmüş kavrulmuş kahve,	≥ 15	15 – 30 ton	100	10
çözünebilir kahve, meyan kökü ve meyan kökü ekstraktı	< 15	–	10 – 100 (*)	1 – 10
(*) : Parti ağırlığına bağlı (Bu bölümdeki Çizelge – 2'ye bakınız)				

(3) Parti Büyüklüğü 15 Ton ve Daha Fazla Olan Kavrulmuş Kahve Çekirdeği, Öğütülmüş Kavrulmuş Kahve, Çözünebilir Kahve, Meyan Kökü ve Meyan Kökü Ekstraktı İçin Numune Alma Metodu:

a) Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla, her parti Çizelge-1'e göre alt partilere bölünür. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate

alındığında, alt parti ağırlığı Çizelge-1’de verilen alt parti ağırlığını en fazla % 20 oranında geçebilir.

b) Her alt partiden ayrı numune alınmalıdır.

c) Birincil numune sayısı : 100 adet

ç) Paçal numune ağırlığı :10 kg

d) Taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı sözü edilen numune alma metodunun uygulanması mümkün olmaz ise, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla, alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

(4) Parti Büyüklüğü 15 Ton Altında Olan Kavrulmuş Kahve Çekirdeği, Öğütülmüş Kavrulmuş Kahve, Çözünebilir Kahve, Meyan Kökü ve Meyan Kökü Ekstraktı İçin Numune Alma Metodu:

Parti büyüklüğü 15 tonun altındaki kavrulmuş kahve çekirdeği, öğütülmüş kavrulmuş kahve, çözünebilir kahve, meyan kökü ve meyan kökü ekstraktı partileri için; 1-10 kg’lık paçal numuneyi meydana getiren, parti ağırlığına göre değişen 10-100 adet birincil numunedan oluşan bir numune alma planı uygulanabilir.

Alınacak birincil numune sayısını belirlemek amacıyla aşağıdaki Çizelge-2 kullanılabilir.

Çizelge-2 Parti ağırlığına bağlı olarak kavrulmuş kahve çekirdeği, öğütülmüş kavrulmuş kahve, çözünebilir kahve, meyan kökü, meyan kökü ekstraktından alınması gereken birincil numune sayısı

Parti ağırlığı (ton)	Birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
$\leq 0,1$	10	1
$> 0,1 - \leq 0,2$	15	1,5
$> 0,2 - \leq 0,5$	20	2
$> 0,5 - \leq 1,0$	30	3
$> 1,0 - \leq 2,0$	40	4
$> 2,0 - \leq 5,0$	60	6
$> 5,0 - \leq 10,0$	80	8
$> 10,0 - \leq 15,0$	100	10

(5) Vakum Paketler İçinde Piyasaya Arz Edilen Kavrulmuş Kahve Çekirdeği, Öğütülmüş Kavrulmuş Kahve, Çözünebilir Kahve, Meyan Kökü ve Meyan Kökü Ekstraktı İçin Özel Numune Alma Metotları:

Parti büyüklüğü 15 ton ve daha fazla olan partiler için, 10 kg’lık bir paçal numune oluşturacak en az 25 adet birincil numune alınır. Parti büyüklüğü 15 tondan daha az olan partiler için, parti ağırlığına uygun olarak paçal numune ağırlığı aynı kalmak şartıyla Çizelge-2’de bahsedilen birincil numune sayısının % 25’i alınır.

(6) Perakende Aşamasında Numune Alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla perakende

aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durumda paçal numune en az 1 kg olmalıdır.

Numune alınacak kısım çok küçük ve 1 kg'lık paçal numune oluşturmak imkânsız ise, paçal numuncenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir.

(7) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

- a) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.
- b) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

ŞIRA, ŞARAP VE MEYVE SULARI İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, üzüm suyu, üzüm şırası ve şarapta, Okratoksin A'nın ve meyve suları, meyve nektarı, distile alkollü içkiler, elma şarabı/şırası ve elma suyu içeren veya elmadan türetilmiş diğer fermente içeceklerde patulin seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Numune Alma Metodu:

Paçal numune en az 1 L olmalıdır ancak numunenin sadece bir şişeden oluşması gibi durumlarda bu mümkün olmayabilir.

Partiden alınması gereken en az birincil numune sayısı Çizelge-1'de verildiği şekilde olmalıdır. Belirlenen birincil numune sayısı söz konusu ürünün piyasaya arz şekliyle doğrudan ilgilidir. Dökme sıvı türlerinde; parti, numune almadan önce elle veya mekanik olarak mümkün olduğunca iyi karıştırılmalı ve bu işlem, mümkün olduğunca ürünün kalitesini etkilememelidir. Bu durumda parti içinde Okratoksin A ve patulinin homojen dağıldığı varsayılır.

Bu yüzden paçal numuneyi oluşturmak için bir partiden üç adet birincil numune almak yeterlidir.

Çoğunlukla bir şişe veya paket içinde bulunan birincil numuneler benzer ağırlıkta olmalıdır. Bir birincil numunenin ağırlığı en az 100 g olmalıdır ve paçal numune en az 1 L olmalıdır. Bu metottan farklı uygulamalar, Ek-1'in 1 inci maddesi (g) bendinde belirtildiği şekilde kayıt edilmelidir.

Çizelge-1 Partiden alınması gereken en az birincil numune sayısı

Piyasaya Arz Şekli	Partinin hacmi (L)	Alınması gereken en az birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin en az hacmi (L)
Dökme (meyve suyu, elma şarabı, distile alkollü içkiler, şarap)	–	3	1
Şişe/paket (meyve suyu, elma şarabı, distile alkollü içkiler)	≤ 50	3	1
Şişe/paket (meyve suyu, elma şarabı, distile alkollü içkiler)	50 – 500	5	1
Şişe/paket (meyve suyu, elma şarabı, distile alkollü içkiler)	>500	10	1
Şişe/paket şarap	≤ 50	1	1
Şişe/paket şarap	50 – 500	2	1
Şişe/paket şarap	>500	3	1

(2) Perakende Aşamasında Numune Alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla perakende aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Numune alınacak kısım çok küçük ve 1 L'lik paçal numune oluşturmak imkânsız ise, paçal numunenin hacmi 1 L'den daha az olabilir.

(3) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

- a) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.
- b) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

Ek-9

KATI ELMA ÜRÜNLERİ NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, bebek ve küçük çocuklar için katı elma ürünleri dâhil katı elma ürünlerinde patulin seviyelerinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Numune Alma Metotları:

Numunenin bir tek paket olması gibi mümkün olmayan durumlar dışında paçal numune en az 1 kg olmalıdır.

Partiden alınması gereken en az birincil numune sayısı Çizelge-1'de verildiği şekilde olmalıdır. Birincil numuneler benzer ağırlıkta olmalıdır. Bir birincil numunenin ağırlığı en az 100 g olmalıdır ve paçal numune en az 1 kg olmalıdır. Bu metottan farklı uygulamalar, Ek-1'in 1 inci maddesinin (g) bendinde belirtildiği şekilde kayıt edilmelidir.

Çizelge-1 Partiden Alınması Gereken En Az Birincil Numune Sayısı

Partinin ağırlığı (kg)	Alınması gereken en az birincil numune sayısı (adet)	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
<50	3	1
50 – 500	5	1
>500	10	1

Parti tek paketlerden oluşuyorsa; paçal numuneyi oluşturmak için alınması gereken paket sayısı aşağıdaki çizelgede verilmektedir.

Çizelge-2 Bireysel Paketlerden Oluşan Partide Paçal Numuneyi Oluşturmak İçin Alınması Gereken Paketlerin (Birincil Numunelerin) Sayısı

Parti içindeki birimlerin ya da paketlerin sayısı	Alınması gereken paket veya birim sayısı	Paçal numunenin ağırlığı (kg)
1 – 25	1 paket ya da birim	1
26 – 100	En az 2 paket ya da birimde, yaklaşık %5	1
>100	En fazla 10 paket ya da birimde, yaklaşık %5	1

(2) Perakende Aşamasında Numune Alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla perakende aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Numune alınacak kısım çok küçük ve 1 kg'lık paçal numune oluşturmak imkânsız ise, paçal numunenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir.

(3) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

- Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.
- Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

BEBEK GIDALARI İLE İŞLENMİŞ TAHIL BAZLI BEBEK VE KÜÇÜK ÇOCUK EK GIDALARI İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, bebek gıdaları ve işlenmiş tahıl bazlı küçük çocuk ek gıdalarında, aflatoksinler, Okratoksin A ve Fusarium toksinlerinin; beb kler i in  zel olarak tasarlanmıř  zel tıbbi ama lı diyet gıdalarda (s t ve s t  r nleri haricindeki) aflatoksinler ve Okratoksin A'nın; beb kler ve k  k  ocuk ek gıdaları kapsamındaki tahıl bazlı olmayan ek gıdalarda patulin seviyelerinin resmi kontrol  i in uygulanır.

Bebek ve k  k  ocuklar i in katı elma  r nleri ve elma suyunda, patulin seviyelerinin resmi kontrol  i in Ek-9'da yer alan numune alma metodu uygulanır.

(1) Numune Alma Metotları:

- a) Bebek ve k  k  ocuklar i in  retilmiř gıdalardan Ek-2'nin 4  nc  maddesinde tarif edilen metoda g re numune alınır. Bundan dolayı alınması gereken birincil numune sayısı Ek-2'nin 4  nc  maddesi  izelge-2'ye g re, en az 10, en fazla 100 adet olmak  zere parti ağırlığına baėlı olmalıdır.  ok k  k partiler i in (< 0,5 ton), daha az sayıda birincil numune alınabilir, ama t m birincil numunelerin birleřtirilmesiyle oluřan pa al numune en az 1 kg olmalıdır.
- b) Birincil numunenin ağırlığı yaklaşık 100 g olmalıdır. Perakende paketlerdeki partilerde, birincil numunenin ağırlığı perakende paketin ağırlığına baėlı olmalıdır. Parti b y kl ė 0,5 tona eřit ve daha az miktardaki  ok k  k partilerde; birincil numuneler en az 1 kg'lık pa al numuneyi oluřturacak ağırlıkta olmalıdır. Bu metottan farklı uygulamalar, Ek-1'in 1 inci maddesinin (g) bendinde belirtildiėi Őekilde kayıt edilmelidir.
- c) Pa al numunenin ağırlığı : İyice karıřtırılmıř 1-10 kg

(2) Perakende Ařamasında Numune Alma:

Perakende ařamasında gıdalardan numune alma m mk n olduėunca Ek-10'da bahsedilen h k mlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun m mk n olmadıėı durumlarda, m mk n olduėu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi Őartıyla perakende ařamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

Numune alınacak kısım  ok k  k ve 1 kg'lık pa al numune oluřturmak imk nsiz ise, pa al numunenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir.

(3) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabul :

- a) Geri kazanım ve  l m belirsizliėi hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.
- b) Geri kazanım ve  l m belirsizliėi hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri ařıyorsa reddedilir.

Ek-11

BİTKİSEL YAĞLAR İÇİN NUMUNE ALMA METOTLARI

Bu metot, bitkisel yağlarda mikotoksinlerin, özellikle Aflatoksin B1, toplam aflatoksin ve zearalenon seviyelerinin resini kontrolü için uygulanır.

(1) Numune Alma Metotları:

a) Birincil numune ağırlığı, en az yaklaşık 100 g (mL) olmalıdır. Dökme bitkisel yağ gibi seviyatın cinsine bağlı olarak yaklaşık 350 mL'lik en az üç adet birincil numune alınır. Birincil numunelerden oluşan paçal numune en az 1 kg (L) olmalıdır.

b) Partiden alınacak en az birincil numune sayısı Çizelge-1'de verilmektedir. Numune almanın hemen öncesinde parti elle ya da mekanik olarak mümkün olduğunca iyi bir şekilde karıştırılır. Böylece verilen partide aflatoksinin homojen dağıldığı kabul edilebilir. Bu nedenle paçal numuneyi oluşturmak için partiden üç adet birincil numune almak yeterlidir.

Çizelge-1 Partiden alınacak en az birincil numune sayısı

Piyasaya sunuş şekli	Partinin ağırlığı (kg) Partinin hacmi (L)	En az birincil numune sayısı
Yığın (*)	–	3
Paket	≤ 50	3
Paket	> 50 – ≤ 500	5
Paket	> 500	10

(*): Alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmediği durumda, bitkisel yağların büyük miktardaki yığın seviyatları/partileri Çizelge-2'de gösterildiği gibi alt partilere bölünmelidir.

Çizelge-2 Parti ağırlığına bağlı olarak partinin alt partilere bölünmesi

Ürün	Parti ağırlığı (ton)	Alt parti sayısı ya da ağırlığı	En az birincil numune sayısı (adet)	En az paçal numune ağırlığı (kg)
Bitkisel yağ	≥ 1500	500 ton	3	1
	> 300 ve < 1500	3 alt parti	3	1
	≥ 50 ve ≤ 300	100 ton	3	1
	< 50	–	3	1

(2) Perakende Aşamasında Numune Alma:

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma mümkün olduğunca bu ekte bahsedilen hükümlere uygun olarak yapılmak zorundadır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, perakende aşamasında mümkün olduğu kadar temsili olması, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durumda paçal numune en az 1 kg olmalıdır.

Numune alınacak kısım çok küçük ve 1 kg'lık paçal numune oluşturmak imkânsız ise, paçal numunenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir.

(3) Bir Partinin veya Alt Partinin Kabulü:

a) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

b) Geri kazanım ve ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

ÇOK BÜYÜK PARTİLERDEN VEYA PARTİNİN HER YERİNDEN NUMUNE ALMANIN MÜMKÜN OLMADIĞI DEPOLANAN VEYA SEVK EDİLEN PARTİLERDEN NUMUNE ALMA METODU

(1) Genel İlkeler:

Partinin taşınma ve depolanma şekli partinin her yerinden birincil numune alınmasına imkân vermiyorsa, bu partilerden numune alımı tercihen parti akışı olduğu sırada yapılır. Buna dinamik numune alımı denir.

Gıdaların depolandığı büyük depolardan numune alınırken, depolanan partinin her yerinden numune almayı sağlayan (otomatik) depo ekipmanı kurmak için gıda işletmecileri teşvik edilmelidir.

Numune alma prosedürleri bu ekte öngörüldüğü şekilde uygulanıyorsa, gıda işletmecisi veya onun temsilcisi numune alma prosedürü hakkında bilgilendirilmelidir. Numune alma prosedürü gıda işletmecisi veya onun temsilcisi tarafından uygun görülmezse, gıda işletmecisi veya temsilcisi maliyeti kendilerine ait olmak üzere Bakanlığın partinin her yerinden numune almasını sağlar.

Numune alınan kısmın miktarı; numune alınacak partinin en az % 10'u olması şartıyla partiden numune alınır. Aynı sınıf veya tanımdaki gıda partisinin bir kısmından numune alınacaksa ve bu mevzuat hükümlerini sağlamadığı belirlenirse, daha detaylı değerlendirme partinin geri kalan kısmının uygun olmadığı hakkında bir delil olmadığını göstermiyorsa, tüm partinin etkilendiği kabul edilir.

Oldukça büyük partilerden veya partinin hepsinden numune alınımının mümkün olmadığı şekilde depolanan veya taşınan partilerden numune almak için, bu ekin diğer bölümlerindeki (örneğin birincil numunenin ağırlığı gibi) ilgili hükümler uygulanır.

(2) Çok Büyük Partilerden Alınacak Birincil Numune Sayısı:

Parti büyüklüğü > 500 ton olan büyük partilerden numune alınırken, birincil numune sayısı=100 birincil numune+√ton olmalıdır. Ancak parti 1500 tondan küçük ve Ek-2 Çizelge-1'e uygun şekilde fiziksel olarak ayrılabiliriyorsa, birincil numune sayısı Ek-2'ye uygun olarak alınmalıdır.

(3) Gemi İle Taşınan Büyük Partiler:

a) Gemi ile taşınan büyük partilerden dinamik numune alma:

Gemideki büyük partilerden, tercihen ürün akışı gerçekleşirken dinamik olarak numune alınır. Parti fiziksel olarak ayrılabiliriyorsa, numune alma gemideki her bir yük taşımaya mahsus iç bölüm için yapılır. Ancak bu bölümler birinden diğerine parça parça tahliye edilirken depo yerlerine taşınmasından sonra başlangıçtaki fiziksel ayırım bir süre sonra kaybolur. Bu nedenle numune alma başlangıçtaki fiziksel ayırımın veya depo yerlerine nakliye edilmesinden sonraki ayırımına dayanılarak yapılır.

Bir geminin boşaltılması (tahliyesi) birkaç gün sürebilir. Normalde numune alma; tahliyenin tüm süresi boyunca düzenli aralıklarla gerçekleştirilir. Ancak numune alımı için kontrol görevlisinin tahliyenin süresince orada bulunması her zaman mümkün ve uygun olmaz. Bu nedenle partinin bir kısmından (numune alınan kısım) numune alınır. Birincil numune (inkremental) sayısına; numune alınan kısmın büyüklüğü dikkate alınarak karar verilir.

Resmi numune otomatik olarak alınsa bile, kontrol görevlisi hazır bulunmalıdır. Ancak otomatik numune alımı numune alımı sırasında değiştirilmeyen önceden ayarlanmış

parametreler ile gerçekleşiyorsa ve birincil numuneler herhangi bir hileyi önciyen mühürlü kutu içerisine toplanıyorsa, o zaman kontrol görevlisi; sadece numune alımının başlangıcında, numune kutularının değiştirildiği her sefer ve numune alımının sonunda gereklidir.

b) Gemi ile taşınan partilerden statik numune alma:

Numune; statik yöntemle alınacaksa, yukarıdan ulaşılabilir depolama tesisleri (silolar) için öngörülen aynı prosedür uygulanır (bkz. Madde 5-a).

Numune; partinin/ambarın yukarıdan ulaşılabilir kısmından alınır. Birincil numune sayısına; numune alınan kısmın büyüklüğü dikkate alınarak karar verilir.

(4) Ambarlarda Depolanan Büyük Partilerden Numune Alma:

Numune; partinin ulaşılabilir kısmından alınır. Birincil numune sayısına; numune alınan kısmın büyüklüğü dikkate alınarak karar verilir.

(5) Depolama Tesislerinden (Silolar) Numune Alma:

a) Yukarıdan içine kolaylıkla girilebilen silolardan numune alma:

Numune; partinin ulaşılabilir kısmından alınır. Birincil numune sayısına; numune alınan kısmın büyüklüğü dikkate alınarak karar verilir.

b) Yukarıdan içine girilemeyen silolardan (kapalı silolardan) numune alma:

1) Münferit büyüklüğü 100 tondan büyük olan ve yukarıdan içine girilemeyen silolar (kapalı silolar)

Bu tarz silolarda depolanan gıdadan statik yöntemle numune alınmaz. Bu nedenle silodaki gıdadan numune alınması gerekiyorsa ve gönderilen malın (sevkiyatın) hareketi mümkün değilse, gıda işletmecisi ile fikir birlikteliği yapılarak, gıda akış halinde olduğu zaman numune alımı mümkün olduğundan, kontrol görevlisini silo kısmen veya tamamen boşaltılacağı zaman haber edilir.

2) Münferit büyüklüğü 100 tondan küçük olan ve yukarıdan içine girilemeyen silolar (kapalı silolar)

Bu ekin (1) genel ilkeler hükmünün (numune alınan kısım en az %10) aksine, numune alma prosedürü 50-100 kg miktarındaki kutuya tahliyesini ve numunenin buradan alımını içerir. Paçal numunenin büyüklüğü tüm partiyi temsil eder ve birincil numunenin sayısı numune alımı için kutuya boşaltılan gıdamın miktarına bağlıdır.

(6) Kapalı Büyük Konteynırların İçindeki Dağınık Gıdadan Numune Alma:

Bu tür partilerden çoğunlukla boşaltıldıkları zaman numune alınır. Kimi hallerde ithalat ve kontrol noktasında boşaltma mümkün değildir. Bu nedenle numune alımı bu tip konteynırların boşaltılması sırasında yapılır. Gıda işletmecisi konteynırın boşaltıldığı yeri ve zamanı kontrol görevlisine bildirmek zorundadır.

Ek-13

KIRMIZI MAYA MONASCUS PURPUREUS İLE FERMENTE EDİLMİŞ PİRİNÇ BAZLI GIDA TAKVİYELERİNDE NUMUNE ALMA METODU

Bu metod, kırmızı maya *Monascus purpureus* ile fermente edilmiş pirinç bazlı gıda takviyelerinde sitrininin maksimum limitinin resmi kontrolü için uygulanır.

(1) Numune Alma Prosedürü ve Numune Büyüklüğü:

Numune alma prosedürü, kırmızı maya *Monascus purpureus* ile fermente edilmiş pirinç bazlı gıda takviyelerinin perakende paket başına genellikle 30 ila 120 kapsül içeren perakende paketlerde piyasaya arz edildiği varsayımına dayanır.

Parti büyüklüğü (Perakende paketlerin sayısı)	Numune alınacak perakende paket sayısı	Numune büyüklüğü
1-50	1	Tüm kapsüller
51-250	2	Tüm kapsüller
251-1000	4	Numune alınacak her perakende paketteki kapsüllerin yarısı
>1000	4+(en fazla 25 paket toleransı ile her 1000 paket için 1 paket)	Numune alınacak paket sayısı 10 ve 10'dan küçük ise numune alınacak her perakende paketteki kapsüllerin yarısı Numune alınacak paket sayısı 10'dan büyük ise 5 perakende paketin içeriğine eşdeğer miktarda her paketten eşit şekilde kapsül

**GIDALARDAKİ MİKOTOKSİN LİMİTLERİNİN RESMİ KONTROLÜNDE
KULLANILAN ANALİZ METOTLARI VE NUMUNE HAZIRLAMAYA İLİŞKİN
KRİTERLER**

(1) Genel:

a) Önlemler: Genel olarak mikotoksinlerin dağılımı homojen olmadığı için, numuneler büyük bir dikkatle homojenize edilmelidir. Laboratuvara ulaşan numunenin tamamı homojenize edilmelidir. Aflatoksinler ultraviyole ışıktan etkilendiği için, analiz sırasında mümkün olduğunca gün ışığından kaçınılmalıdır.

b) Bütün haldeki sert kabuklu meyvelerin kabuk/çekirdek oranının hesaplanması: Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde aflatoksinler için belirlenen limitler yenilebilir kısımlar içindir. Yenilebilir kısımlarda aflatoksin limiti aşağıdaki yollarla hesaplanabilir:

1) Kabuklu numunenin tamamının kabuğu soyulur, bu durumda analiz sonucu yenilebilir kısma ait olacaktır.

2) Numune hazırlama işlemi ve analiz, numunenin kabuğuyla birlikte yapılır ise numune alma metodu ve analiz metodu için kabuk/iç oranı dikkate alınır. Paçal numunedeki iç oranı, bütün haldeki sert kabuklu meyvedeki kabuk/iç oranı için aşağıda verilen yöntemle uygun bir faktör oluşturularak hesaplanır.

Partiden veya paçal numuneden yaklaşık 100 adet bütün haldeki sert kabuklu meyve rastgele ayrılır ve laboratuvar numunesi ile birlikte gönderilir. Laboratuvarında, her laboratuvar numunesi için kabuk/iç oranı, bütün haldeki kabuklu numunenin tartılması, kabuğunun ayrılması ve kabuk ve iç kısımlarının ayrı ayrı tartılması yoluyla hesaplanır. Bu oran, numune hazırlama ve analiz süresince numunedeki iç miktarını, dolayısıyla yenilebilir kısımdaki aflatoksin miktarını belirlemek için kullanılacaktır.

Kabuk/iç oranı laboratuvarında her çeşit örnek için ayrı olarak belirlenir ve daha sonraki analizler için bu oranlar kullanılabilir. Ancak, yasal limitlere aykırı olduğu görülen bir numunedeki, o numune için tekrar önceden ayrılmış yaklaşık 100 adet sert kabuklu meyve kullanılarak ayrıca kabuk/iç oranı belirlenerek hesaplama yapılmalıdır.

(2) Laboratuvara Gelen Numunenin İşlenmesi:

Laboratuvara gelen paçal numune veya usulüne uygun olarak ayrılan alt numuneler, öğütülür ve iyice karıştırılarak homojenize edilir. Öğütmenin gerekli olmadığı durumlarda ise; homojenizasyonun en iyi şekilde sağlanmasına dikkat edilmelidir.

Maksimum limitler kuru madde bazında uygulanıyorsa, homojenize edilmiş numunedeki yeterli bir parça ayrılıp; kuru madde içeriğini doğru biçimde tespit ettiği gösterilmiş bir metot kullanılarak ürünün kuru madde içeriği belirlenir.

(3) Şahit Numune:

İtiraz durumunda şahit numune, laboratuvarında homojenize edilmiş paçal numunedeki alınır.

(4) Laboratuvar Kontrol Gereksinimleri ve Laboratuvar Tarafından Kullanılan Analiz Metotları:

a) Tanımlar:

Laboratuvar tarafından gereksinim duyulan ve en çok kullanılan tanımlar şunlardır:

- Tekrar edilebilirlik (r): 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 ($r = 2,8 \times s_r$),
- Tekrar edilebilirlik standart sapması (s_r): Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapmayı,
- Tekrar edilebilirlik bağıl standart sapması (RSD_r): Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmayı [$(\frac{s_r}{\bar{x}}) \times 100$],
- Tekrar üretilebilirlik (R): 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 ($R = 2,8 \times s_R$),
- Tekrar üretilebilirlik standart sapması (s_R): Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapmayı,
- Tekrar üretilebilirlik bağıl standart sapması (RSD_R): Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmayı [$(\frac{s_R}{\bar{x}}) \times 100$],

b) Genel Hükümler:

Gıda kontrol amaçlı kullanılan doğrulama 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

c) Özel Hükümler:

1) Doğrulama metotları için özel hükümler

1.1. Performans Kriterleri:

Uygun ve mümkün ise tamamen geçerli kılınmış doğrulama metotlarının (örneğin ilgili matriks için ortak denemelerle geçerli kılınmış metotlar) kullanılması tavsiye edilmektedir. Aşağıda verilmiş olan spesifik performans kriterlerini karşılama şartıyla, diğer uygun geçerli kılınmış doğrulama metotları da (örneğin ilgili matriks için laboratuvar içi geçerli kılınmış metotlar) kullanılabilir.

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

Çizelge-1 Aflatoksin için Performans Kriterleri:

Kriter	Konsantrasyon aralığı (µg/kg)	Tavsiye edilen değer (%)	İzin verilen en fazla değer
Kör	Hepsi	Önemsiz	–
Geri kazanım – Aflatoksin M ₁	0,01 – 0,05	60 – 120	
	>0,05	70 – 110	
Geri kazanım – Aflatoksin B ₁ , B ₂ , G ₁ ,G ₂	<1,0	50 – 120	
	1 – 10	70 – 110	
	>10	80 – 110	
Tekrar üretilebilirlik RSD _R	Hepsi	Horwitz eşitliğinden elde edilen değer	2 x Horwitz eşitliğinden elde edilen değer
Tekrar edilebilirlik RSD _R , aynı konsantrasyondaki tekrar üretilebilirlik RSD _R nin 0,66 katı olarak hesaplanabilir.			

Bu değerler hem tek başına B₁ ve hem de (B₁+B₂+G₁+G₂) toplamına uygulanacak değerlerdir. Her bir aflatoksin dikkate alınarak toplam aflatoksinin (B₁+B₂+G₁+G₂) rapor edildiği durumda her birinin analitik sisteme etkileri bilinmelidir.

Çizelge-2 Okratoksin A için Performans Kriterleri:

Limit (µg/kg)	Okratoksin A		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Geri kazanım (%)
<1	≤40	≤60	50 – 120
≥1	≤20	≤30	70 – 110

Çizelge-3 Patulin için Performans Kriterleri:

Limit (µg/kg)	Patulin		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Geri kazanım (%)
<20	≤30	≤40	50 – 120
20-50	≤20	≤30	70 – 105
>50	≤15	≤25	75 – 105

Çizelge-4 Deoksinivalenol için Performans Kriterleri:

Limit (µg/kg)	Deoksinivalenol		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Geri kazanım (%)
>100 – ≤500	≤20	≤40	60 – 110
>500	≤20	≤40	70 – 120

Çizelge-5 Zeralenon için Performans Kriterleri:

Limit (µg/kg)	Zeralenon		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Geri kazanım (%)
≤50	≤40	≤50	60 – 120
>50	≤25	≤40	70 – 120

Çizelge-6 Fumonisin B₁ ve B₂ için Performans Kriterleri:

Limit (µg/kg)	Fumonisin B ₁ ve B ₂		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Geri kazanım (%)
≤500	≤30	≤60	60 – 120
>500	≤20	≤30	70 – 110

Çizelge-7 T-2 ve HT-2 Toksini için Performans Kriterleri:

Limit (µg/kg)	T-2 ve HT-2 toksini		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Geri kazanım (%)
15-250	≤30	≤50	60 – 130
>250	≤25	≤40	60 – 130

Çizelge-8 Sitrinin için Performans Kriterleri:

Limit (µg/kg)	Sitrinin			
	RSD _r (%)	Tavsiye edilen RSD _R (%)	İzin verilen en fazla RSD _R (%)	Geri kazanım (%)
Hepsi	0,66x RSD _R	Horwitz eşitliğinden elde edilen değer	2 x Horwitz eşitliğinden elde edilen değer	70-120

Notlar:

- Kesinlik değerleri ilgili konsantrasyona göre verildiğinden, kullanılan metotların tespit limitleri Çizelge 1 ilâ Çizelge 8’de belirtilmemiştir.

- 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.

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

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

Burada:

-RSD_R: Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmayı $\left[\left(\frac{S_R}{\bar{x}} \right) \times 100 \right]$.

-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.

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

$$RSD_R = \% 22$$

Burada:

-RSD_R: Tekrar üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan bağıl standart sapmayı $\left[\left(\frac{S_R}{\bar{x}} \right) \times 100 \right]$

-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.

Horwitz eşitliği; analite ve matrikse bağlı olmayan, yalnızca analit konsantrasyonuna bağlı olarak değişen ve birçok rutin analiz metodu için geçerli olan genel bir kesinlik denklemdir.

1.2. Amaca uygunluk yaklaşımı:

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.

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

Burada;

Uf : Maksimum standart ölçüm belirsizliği(µg/kg)

LOD : Metodun tespit limiti(µg/kg)

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

C : Konsantrasyonu (µg/kg)

ifade eder. Bir analitik metot; bu eşitlikle bulunan maksimum standart belirsizlikten (Uf) daha düşük ölçüm belirsizliği sağlıyorsa; bu metodun kullanılması, Madde (4).c.1.1.'de verilen performans kriterlerini karşılayan metotların kullanılması kadar uygun olacaktır.

Çizelge 9 Maksimum Standart Belirsizlik (U_f) Formülünde Verilen “α” Sabitinin, Farklı Konsantrasyonlar için Numerik Değerleri

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

2) Yarı kantitatif tarama metotları için özel hükümler

2.1. Kapsam

İmmüno tanımlama veya reseptör bağlamaya (ELİSA, dipsticks, yan akışlı cihaz, immüno sensörler gibi) dayalı biyoanalitik metotları ve kromatografi veya kütle spektrometresi (ortam-MS gibi) ile direkt tespite dayalı fizikokimyasal metotları kapsar.

Diğer metotlar (İnce Tabaka Kromatografisi gibi) da oluşan sinyal söz konusu mikotoksinler ile doğrudan ilişkili ise, bu kapsamda değerlendirilir ve aşağıda tanımlanan kurallar uygulanır.

Bu özel hükümler, ölçüm sonucu sayısal değer olan ve normal istatistik kullanılan metotlara uygulanır. Örneğin ölçüm çubuğundan alınan bağlı yanıt, LC-MS'den alınan sinyal gibi.

Bu özel hükümler farklı geçerli kılma yaklaşımlarına ihtiyaç duyan sayısal değer vermeyen metotlara uygulanmaz. Örneğin sadece çizgi bulunması veya bulunmaması gibi. Bu metotlar için özel hükümler (4).c.3.3. te bulunmaktadır.

Bu bölüm; laboratuvarlar arası geçerli kılma vasıtasıyla tarama metotlarının geçerli kılınması, bir tarama metodunun tek bir laboratuvar geçerli kılması ve laboratuvarlar arası çalışmalar vasıtasıyla geçerli kılınan bir metodun performansının doğrulanması yöntemlerini tanımlar.

2.2. Tanımlar

- **Tarama hedef konsantrasyonu (THK):** bir numunedeki mikotoksinin tespiti için ilgilenilen konsantrasyonu ifade eder. Yasal limit ile uygunluğun test edilmesi amaçlanıyorsa, THK maksimum limite eşit olmalıdır. Diğer taraftan, maksimum limitin belirlenmediği durumlarda, THK laboratuvar tarafından önceden tanımlanmalıdır.

- **Tarama metodu:** Belirlenen güven aralığında, taranan hedef konsantrasyonu (THK) aşan mikotoksin seviyelerindeki numunelerin seçilmesi için kullanılan metodu ifade eder. Mikotoksin taramada; %95 güven aralığı amaçlanmaktadır. Tarama analizi sonucu 'negatif' veya 'şüpheli'dir. Bu metotlar; maliyet açısından avantaj sağlayacak şekilde yüksek miktarda numune çalışılmasına imkan sağlar. Böylece tüketiciler için yüksek maruziyete ve sağlık riskine yol açabilecek yeni olayların keşfedilmesinin şansını artırır. Bu metotlar biyoanalitik, LC-MS veya HPLC metotlarına dayanır. Eşik değerini (cut-off) aşan numunelerin analiz sonuçları; orijinal numunenin doğrulama metodu ile yeniden analiz edilmesi ile doğrulanmalıdır.

- **Negatif numune:** Numunedeki mikotoksin içeriği % 95 güven aralığında THK'dan küçük olan numuneyi ifade eder. Bir diğer ifadeyle; bu numunelerin negatif olarak raporlanması % 5 olasılıkla hatalıdır.

- **Yanlış negatif numune:** Numunedeki mikotoksin içeriği THK'dan büyük olmasına rağmen negatif olarak belirlenen numuneyi ifade eder.

- **Şüpheli numune (pozitif tarama):** Eşik değerini aşan ve THK'dan büyük değerde mikotoksin içerebilen numuneyi ifade eder. Herhangi bir şüpheli sonuç; kesin tanımlama ve mikotoksin miktarı için bir doğrulama analizini kullanmayı gerekli hale getirir.

- **Yanlış şüpheli numune:** şüpheli olarak tanımlanan negatif numuneyi ifade eder.

- **Doğrulama metotları:** İlgilenilen seviyede mikotoksin için eşdeğer tanımlama yapabilen ve miktar verebilen tam ya da tamamlayıcı bilgi sağlayan metotları ifade eder.

- **Eşik değer:** Numunelerin şüpheli olarak sınıflandırılmasını sağlayan seviye için tarama metodu ile elde edilen yamıt, sinyal ya da konsantrasyondur. Eşik değer, ölçüm değişkenliği dikkate alınarak geçerli kılma sırasında belirlenir.

Negatif kontrol (kör matriks) numunesi: Yeterli duyarlılığa sahip doğrulama metodu kullanılarak daha önceden belirlenmiş tarama sonucunda mikotoksin olmayan numuneyi ifade eder. Kör numune sağlanamıyorsa, en düşük analit değerine sahip numune, amaca uygun tarama metodu sonucuna izin veren değerine kadar kullanılabilir. Numunede var olan analit değeri THK'nın beşte birini aşmıyorsa, numune analit yönünden temiz sayılır. Bu değer, bir doğrulama metodu ile ölçülebilirse, geçerli kılma değerlendirmesi olarak dikkate alınır.

Pozitif kontrol numunesi: Tarama hedef konsantrasyonunda mikotoksin içeren numuneyi ifade eder. Örneğin: Sertifikalı referans madde, içeriği bilinen referans madde (yeterlilik testi numunesi gibi) veya bunların dışında doğrulama metodu ile yeterince karakterize edilen numune. Bunların olmaması halinde, farklı limitlerde bulaşan içeren numune karışımı veya bulaşan limiti kesinlikle onaylanmış ise laboratuvarında hazırlanmış ve yeterince karakterize edilmiş spike numune kullanılabilir.

2.3. Geçerli kılma prosedürü

Geçerli kılmanın amacı; tarama metodunun amaca uygunluğunun gösterilmesidir. Bu eşik değer, yanlış negatif ve yanlış şüpheli oranının belirlenmesi ile yapılır. Duyarlılık, seçicilik ve kesinlik gibi performans kriterleri bu iki parametre içerisinde saklıdır.

Tarama metotları, tek bir laboratuvarında veya laboratuvarlar arasında geçerli kılınabilir. Belli bir mikotoksin/ matriks/ THK kombinasyonu için laboratuvarlar arası geçerli kılma verileri halihazırda varsa metot performansının doğrulanması yeterlidir.

2.3.1. Tek laboratuvarında yapılan başlangıç geçerli kılması:

Mikotoksinler:

Geçerli kılma; kapsamda yer alan her bir mikotoksin için yapılmalıdır. Bazı mikotoksinler (örneğin aflatoksin B1, B2, G1 & G2; fumonisin B1 & B2 gibi) için birleşik yanıt veren biyo-analitik metotların kullanılması halinde, uygulanabilirlik ispatlanmalıdır ve analizin yetersiz kaldığı kısımlar metot kapsamında bahsedilmelidir. İstenmeyen çapraz reaksiyon (örneğin immüno bazlı metotla DON için DON-3-glikosid, 3-veya 15-asetil-DON) hedef mikotoksinin yanlış negatif oranını arttırdığı düşünülmez. Ancak yanlış şüpheli oranını artırabilir. Bu istenmeyen artış; mikotoksinlerin kesin tanımlanması ve miktarının ölçülmesi için doğrulama analizleri ile azalacaktır.

Matriksler:

Başlangıç geçerli kılması; her bir ürün için veya çoklu ürüne uygulanabilir olduğu bilinen bir metot varsa her bir ürün grubu için yapılır. Daha sonra temsili ve ilgili bir ürün; Çizelge 10'da yer alan ilgili gruptan seçilir.

Numune seti:

Geçerli kılma için gerekli olan en az farklı numune sayısı; 20 adet homojen negatif kontrol numune ve 20 adet homojen THK seviyesinde mikotoksin içeren pozitif kontrol numunesidir. Bu numuneler; 5 farklı güne yayılmış, ara kesinlik (RSD_R) koşullarında analiz edilmelidir. İsteğe bağlı olarak; diğer miktarlarda mikotoksin içeren ilave 20 adet numune; farklı mikotoksin konsantrasyonlarını ne kadar ayırdığını anlamak için geçerli kılma setine ilave edilebilir.

Konsantrasyon:

Rutin uygulamada her bir THK için geçerli kılma yapılmalıdır.

2.3.2. Birden fazla laboratuvarında ortaklaşa yapılan başlangıç geçerli kılması:

Birden fazla laboratuvarın ortaklaşa yaptığı geçerli kılma; uluslararası tanımlanan protokol (örneğin ISO 5725: 1994 veya IUPAC Uluslararası Uyumlaştırılmış Protokolü) denemelerine göre, en az sekiz farklı laboratuvarından elde edilen geçerli kılma verilerine ihtiyaç vardır. Diğer taraftan; tek laboratuvarında yapılan geçerli kılma ile karşılaştırılacak olursa tek fark; her bir ürün/limit için 20 ve üzeri numune; katılımcı laboratuvarlar arasında her laboratuvara en az iki numune düşecek şekilde eşit olarak bölünebilir.

2.4. Eşik değerin ve kör numunelerin yanlış şüpheli oranın belirlenmesi:

Negatif ve pozitif kontrol numuneleri için ilgili yanıtlar, gerekli parametrelerin hesaplanmasında esas alınır.

Mikotoksin konsantrasyonu ile orantılı bir yanıt için tarama metotlarında aşağıdaki formül uygulanır.

$$Eşik\ deęer = R_{THK} - t\ deęeri_{(0,05)} \times SD_{THK}$$

R_{THK} : Pozitif kontrol numunelerinin ortalama yanıtı (THK'da)

t-deęeri : % 5 yanlış negatif sonuçların bir oranı için tek yönlü t-deęeri

SD_{THK} : Standart sapma

Benzer şekilde; mikotoksin konsantrasyonu ile ters orantılı bir yanıt için tarama metotlarında aşağıdaki formül uygulanır.

$$Eşik\ deęer = R_{THK} - t\ deęeri_{(0,05)} \times SD_{THK}$$

Eşik değerinin tespiti için bu özel t-değeri kullanılarak, yanlış negatif sonuç oranı % 5 olarak varsayılır.

Amaç değerlendirmesi için uygunluk

Negatif kontrol numune sonuçları, yanlış şüpheli sonuçlara karşılık gelen oranı tahmin etmek için kullanılır. t-değeri, eşik değerin üzerinde bulunan ve böylece yanlışlıkla şüpheli olarak sınıflandırılan negatif kontrol numunesi sonucuna karşılık gelen sonuçtan hesaplanır.

$$t \text{ değeri} = \frac{\text{eşik değer} - \text{ortalama}_{kör}}{SD_{kör} \text{ tarama yöntemleri için mikotoksin konsantrasyon ile orantılı bir tepki}}$$

veya

$$t \text{ değer} = \frac{\text{ortalama}_{kör} - \text{eşik değer}}{SD_{kör} \text{ tarama yöntemleri için mikotoksin konsantrasyon ile ters orantılı bir tepki}}$$

Deneylelerden hesaplanan srbestlik drecessinc dayanarak elde edilen t-değerinden, tek yönlü dağılım için yanlış şüpheli numunelerin olasılığı ya hesaplanabilir (örneğin dağılım çizelgesi fonksiyonu TDIST) ya da t-dağılım çizelgesinden alınabilir.

Tek yönlü t-dağılımının karşılaştırmalı değeri yanlış şüpheli sonuçları belirler.

Bu kavram Analitik ve Biyoanalitik Kimyada bir örnekle (örneğin DOI 10.1007/s00216-013-6922-1) ayrıntılı bir şekilde açıklanmaktadır.

2.5. Metot kapsamının genişletilmesi

2.5.1. Diğer mikotoksinlerde kapsam genişletilmesi

Var olan tarama metodu kapsamına yeni mikotoksinler eklenirse, metodun uygunluğunu göstermek için geçerli kılma tünden yapılır.

2.5.2. Diğer ürün kapsamının genişletilmesi

Tarama metodu biliniyorsa veya diğer ürünlere uygulanabileceği düşünülüyorsa, bu ürünlerin geçerli kılmanın doğrulanması gerekir. Ürün; başlangıç geçerli kılması hali hazırda yapılmış ürün grubuna (bkz. Çizelge 10) ait yeni bir ürün ise, sınırlı ilave geçerli kılma yeterlidir. Bunun için, 10 homojen negatif kontrol ve 10 homojen pozitif kontrol (THK'da) numunesinin ara kesinlik koşulları altında analiz edilmesi gerekir. Pozitif kontrol numunelerinin hepsinin eşik değerin üzerinde olması gerekir. Bu kriterin sağlanmadığı durumlarda tam bir geçerli kılma yapılması gerekir.

2.6. Birden fazla laboratuvarın ortaklaşa yaptığı geçerli kılınmış metotlarının doğrulanması

Birden fazla laboratuvarın ortaklaşa yaptığı başarılı geçerli kılınması yapılmış tarama metotları için, metot performansı doğrulanmalıdır. Bunun için, en az 6 negatif ve 6 pozitif kontrol (THK'da) numunesinin analiz edilmesi gerekir. Pozitif kontrol numunelerinin hepsinin eşik değerin üzerinde olması gerekir. Bu kriterin sağlanmadığı durumlarda, ortaklaşa çalışmalarla sağlanan spesifikasyonların (standart özelliklerin) neden elde edilemediğinin tanımlanması için, laboratuvarın sebep sonuç analizi gerçekleştirmesi gerekir. Sadece düzeltici tedbirlerin alınmasından sonra laboratuvar, kendi içinde metot performansını yeniden doğrular. Ancak laboratuvar ortaklaşa çalışmalardan elde edilen sonuçları doğrulama kapasitesine sahip değilse, tek bir laboratuvar onayında kendi eşik değerini belirlemeye ihtiyaç duyacaktır.

2.7. Sürekli metot doğrulanması / devam eden metot geçerli kılması

Başlangıç geçerli kılmasından sonra, taranan numunelerin her bir partisinde en az 2 pozitif kontrol numunesi ile ilave geçerli kılma verisi elde edilir. Pozitif kontrol numunesinin biri bilinen numunedir, (Örneğin, başlangıç geçeli kılmasında kullanılan numune). Diğeri ise; aynı ürün grubundan farklı bir üründür. Ancak sadece bir ürün analiz edilirse, diğer ürün olarak bu

ürünün farklı numunesi kullanılır. Negatif kontrol numunesinin ilavesi isteğe bağlıdır. İki pozitif kontrol numunesinden elde edilen sonuçlar var olan geçerli kılma serisine ilave edilir. Eşik değer en az yılda bir kez yeniden hesaplanır ve metodun geçerliliği yeniden değerlendirilir. Sürekli metod doğrulamasından elde edilen faydalar;

Taranan numune partisi için kalite kontrol

Metodun kullanıldığı laboratuvar koşullarında, metodun sağlamlığı hakkında bilginin sağlanması

Metodun farklı ürünlere uygulanabilirliğinin ispatı

Zamanla kademeli sapma olması halinde eşik değerlerin düzeltilmesine izin vermesi

2.8. Geçerli kılma raporu

Geçerli kılma raporu aşağıdakileri içerir;

- THK hakkında bir beyan / açıklama

- Elde edilen eşik değer hakkında bir beyan / açıklama

Not: Eşik değer; THK'daki anlamlı rakamla aynı sayıda olması gerekir. Eşik değerini hesaplanmasında kullanılan sayısal değerler THK'dan en az bir fazla anlamlı sayıda olması gerekir.

- Yanlış şüpheli oranın hesaplanması hakkında bir beyan / açıklama

- Yanlış şüpheli oranın nasıl oluştuğu hakkında bir beyan / açıklama

Not: Eğer metod amaç ile uyumlu ise hesaplanan yanlış şüpheli oranı, doğrulamaya tabi olan kör numunelerin sayısını gösterir.

Çizelge-10 Tarama metodlarının onayı için ürün grupları

Ürün gurupları	Ürün kategorileri	Ürün kategorisini temsil eden tipik temsili
Yüksek su içerikli	Meyve suları	Elma suyu, üzüm suyu
	Alkollü içecekler	Şarap, bira, elma şarabı
	Kök ve yumru sebzeler	Taze zencefil
	Tahıl veya meyve bazlı püreler	Küçük çocuklar için püreler
Yüksek yağ içerikli	Sert kabuklu meyve	Ceviz, fındık, kestane
	Yağlı tohumlar ve bunların ürünleri	Kolza tohumu, Ayçiçeği, pamuk tohumu, soya, yarfıstığı, susam ve benzeri
	Yağlı meyveler ve bunların ürünleri	Yağlar ve ezmeleler (örneğin fıstık ezmesi)
Yüksek nişasta ve/veya protein içerikli ve düşük su ve düşük yağ içerikli	Tane tahıl ve bunların ürünleri	Buğday, çavdar, arpa, mısır, pirinç, yulaf, kepekli ekmek, beyaz ekmek, kraker, kahvaltılık tahıllar, makarna
	Diyet gıda	Bebekler ve küçük çocuklar için hazırlanan kuru tozlar
Yüksek asit içerikli ve yüksek su içerikli (1)	Turuncgil ürünleri	
Zor ve benzersiz ürünler (2)		Kakao çekirdekleri ve bunların ürünleri, kurutulmuş hindistacevizi ve bunların ürünleri, kahve, çay, baharat, meyanköktü
Yüksek şeker ve düşük su içerikli	Kuru meyveler	İncir, üzüm, kuş üzümü, kuru üzüm

Süt ve süt ürünleri	Süt	İnek, keçi ve manda sütü
	Peynir	İnek, keçi peyniri
	Süt ürünleri (örneğin; süt tozu)	Yoğurt, krema

(¹) Ekstraksiyon basamağındaki pH değışikliklerinin stabil hale getirilmesinde tampon çözelti kullanılırsa, bu ürün grubu, “yüksek su içerikli” ürün grubu ile birleştirilebilir.

(²) “Zor ve benzersiz ürünler”, çok sık analiz ediliyorsa, tümünden onaylanmaları gerekir. Eğer arasıra analiz ediliyorsa, onaylama sadece spayk kör ekstraktlar kullanarak raporlama seviyelerinin kontrolüne indirgenebilir.

Çizelge-11 Yanlış negatif oran için tek yönlü t-değerleri (% 5)

Serbestlik derecesi	Tekrar sayısı	t-değeri (%5)
10	11	1,812
11	12	1,796
12	13	1,782
13	14	1,771
14	15	1,761
15	16	1,753
16	17	1,746
17	18	1,74
18	19	1,734
19	20	1,729
20	21	1,725
21	22	1,721
22	23	1,717
23	24	1,714
24	25	1,711
25	26	1,708
26	27	1,706
27	28	1,703
28	29	1,701
29	30	1,699
30	31	1,697
40	41	1,684
60	61	1,671
120	121	1,658
∞	∞	1,645

3) Kalitatif tarama metodlarının (sayısal sonuç vermeyen metodların) gereklilikleri

İkili analiz metodları için onay kılavuzlarının geliştirilmesi hâlihazırda bazı standardizasyon kuruluşlarının (AOAC, ISO gibi) konusudur. AOAC tarafından hazırlanan güncel kılavuz, bu alanda en güncel doküman olarak kabul edilebilir. Bu nedenle ikili sonuçlar (örneğin; dip-stick analiziyle görsel muayene) veren metodlar bu kılavuza

göre geçerli kılınması gerekir.

ç) Ölçüm belirsizliğinin tahmini, geri kazanımın hesaplanması ve sonuçların raporlanması
Ölçüm belirsizliğinin tahmini ve geri kazanımın belirlenmesi için ayrıntılı bilgi ilgili raporda (http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf) yer almaktadır.

1) Doğrulama metodları

Analitik sonuçlar aşağıdaki şekilde raporlanmalıdır:

1.1. Geri kazanım için düzeltilen geri kazanım oranı belirtilmelidir. Ancak geri kazanım oranı % 90-110 arasında ise, geri kazanımın düzeltilmesine gerek yoktur.

1.2. $x \pm U$

x: Analiz sonucu

U: Genişletilmiş ölçüm belirsizliği (%95'lik güven aralığı veren kapsama faktörü 2 kullanılarak elde edilen)

Hayvansal orijinli gıdalar için ölçüm belirsizliği dikkate alındığında uluslararası standartlara uyumlu karar limiti (CC α) kullanılabilir.

Ancak analiz sonuçları önemli ölçüde (>%50) maksimum limitten düşükse veya yüksekse (örneğin; maksimum limitten 5 kat) bu durumda uygun kalite prosedürleri uygulanır ve analizler sadece yasal hükümlere uygunluğun kontrolü amacıyla kullanılır. Analiz sonuçları geri kazanım düzeltilmesi yapılmadan raporlanabilir ve bu durumlarda geri kazanım oranı ve ölçüm belirsizliği göz ardı edilebilir.

Bir partinin kabul veya red edilmesinde, analitik sonucun mevcut yorumlama kuralları resmi kontrol numunesinden elde edilen analitik sonuca uygulanır. Şahit numunenin analizinde ulusal kurallar uygulanır.

2) Tarama metodları

Tarama sonucu; "uygun" veya "uygunsuzluğundan şüphelenen" olarak ifade edilmesi gerekir. "Uygunsuzluğundan şüphelenen"; eşik değeri aşan ve THK'dan daha yüksek miktarda mikotoksin içeren numuneyi ifade eder.

Her şüpheli sonuç; mikotoksinin kesin tanımlanması ve miktarı için doğrulama analizini gerektirir.

"Uygun"; numunedeki mikotoksin içeriğinin %95 güven aralığında (numunelerin uygunsuz olarak hatalı raporlanma olasılığı %5) THK'dan küçük olmasını ifade eder.

Analitik sonuç; belirlenmiş THK limiti ile birlikte "<THK limiti" olarak raporlanır.

d) Laboratuvar kalite standartları

Laboratuvarlar, 11/06/2010 tarihli ve 5996 sayılı Veteriner Hizmetleri, Bitki Sağlığı, Gıda ve Yem Kanununda belirtilen resmi kontroller ile ilgili hükümlere uymak zorundadır.