

**BELİRLİ GIDALARDA NİTRAT
LİMİTİNİN RESMÎ KONTROLÜ İÇİN
NUMUNE ALMA, NUMUNE HAZIRLAMA
VE ANALİZ METODU KRİTERLERİ
TEBLİĞİ**

Yetki Kanunu: Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği

Yayımlandığı R.Gazete: 15.08.2011-28026

Tebliğ No: 2011/33

Amaç

MADDE 1 – (1) Bu Tebliğin amacı belirli gıdalarda bulunan nitrat limitinin resmi kontrolü için gıdalardan numune alma, numune hazırlama ve analiz metodu kriterlerini belirlemektir.

Kapsam

MADDE 2 – (1) Bu Tebliğ, belirli gıdalarda bulunan nitrat limitinin resmi kontrolü için numune alma metodunu ve resmi kontrollerde kullanılan analiz metotları için numune hazırlanmasını ve kriterlerini kapsar.

Dayanak

MADDE 3 – (1) Bu Tebliğ, 16/11/1997 tarihli ve 23172 sayılı (1. Mükerrer) Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği’ne göre hazırlanmıştır.

Tanımlar

MADDE 4 – (1) Bu Tebliğ’de geçen;

- a) Alt parti: Seçilen bir kısım üzerinde numune alma metodunu uygulamak amacıyla büyük bir partinin tanımlanan kısmını,
- b) Bakanlık: Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığını,
- c) Birincil numune/İnkremental numune/Birim: Parti veya alt partinin tek bir yerinden alınan materyal miktarını,
- ç) Laboratuvar numunesi: Laboratuvar için hazırlanmış numuneyi,
- d) Örtü altı alan: Aynı zamanda hasat edilecek olan ve aynı yetiştirme safhasında, tek bir çeşit ıspanak ya da marul

içeren; plastik, polietilen tünel, camekân gibi bir politünel ya da sera ile örtülmüş bir arazinin belirlenmiş alanını,

e) Paçal numune: Parti veya alt partiden alınan birincil numunelerin tamamının birleştirilmesi ile elde edilen numuneyi,

f) Parti: Numuneyi alan kontrol görevlisi tarafından en fazla iki hektarlık bir alan içinde çeşit ya da toprak tipi, orijin, ambalajlayıcı, ambalaj tipi, işaretleme, sevkiyatı yapan gibi özelliklerinin aynı olduğu belirlenen ve bir seferde teslim edilen ya da aynı zamanda hasat edilecek olan gıda ürününün tanımlanabilir miktarını,

g) Şahit numune: İtirazlı durumlar için, paçal numuneden ayrılan numuneyi,

ğ) Tarla: Aynı yetiştirme safhasında tek bir çeşit ıspanak ya da marul içeren; aynı toprak tipi ve zirai uygulamalara sahip bir arazinin belirlenmiş alanını,

ifade eder.

Numune alma

MADDE 5 – (1) Belirli gıdalarda bulunan nitrat limitinin resmi kontrolü için; bu Tebliğin EK-1’inde yer alan hükümlere göre numune alınır.

Numune hazırlama ve analiz metodu kriterleri

MADDE 6 – (1) Belirli gıdalarda bulunan nitrat limitinin resmi kontrolü için; bu Tebliğin EK – 2’sinde yer alan hükümlere göre numune hazırlanır ve analiz edilir.

Avrupa Birliği’ne uyum

MADDE 7 – (1) Bu Tebliğ, 1882/2006/EC sayılı Belirli Gıdalarda Bulunan Nitrat Limitinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma ve Analiz Metotlarını Belirleyen Komisyon Tüzüğü dikkate alınarak Avrupa Birliği’ne uyum çerçevesinde hazırlanmıştır.

Yürürlükten kaldırılan mevzuat

MADDE 8 – (1) Bu Tebliğin yayımı tarihinden itibaren, 18/12/2008 tarihli ve 27084 sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Belirli Gıda Maddelerinde Nitrat Seviyesinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma,

Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği
yürürlükten kaldırılmıştır.

Yürürlük

MADDE 9 – (1) Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

MADDE 10 – (1) Bu Tebliğ hükümlerini Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanı yürütür.

EK – 1

Numune Alma

(1) - Genel Hükümler

- a) Numune, kontrol görevlisi tarafından alınır.
- b) İncelenecek olan her partiden ayrı ayrı numune alınır. Parti büyüklüğü 30 tondan fazla ya da üç hektardan daha büyük partiler ayrı ayrı numune almak için alt partilere bölünür.
- c) Numune hazırlama ve numune alma aşamalarında aşağıdaki kriterlere uyulmalıdır.
 - 1) Numune alınacak partinin gıda güvenilirliğini ya da bütünlüğünü etkileyecek herhangi bir değişiklikten sakınılmalıdır,
 - 2) Numune hazırlama sırasında ıspanak veya marulda toprak bulunması gibi nitrat limitini, dolayısıyla analitik hesaplamayı veya paçal numunenin partiyi temsil edebilirliğini etkileyecek herhangi bir değişiklikten sakınmak için gerekli önlemler alınmalıdır. Ayrıca numuneyi alan kişinin güvenliğini sağlamak için de tüm tedbirler alınmalıdır.
- ç) Birincil numune parti veya alt parti içinde mümkün olduğunca farklı yerlerden alınır. Bu şekilde alınmadığı durumlarda ise mutlaka kayıtlara işlenir.
- d) Paçal numune, birincil numunelerin birleştirilmesiyle oluşur.
- e) Şahit numune, homojenize edilmiş paçal numuneden ayrılır. Şahit numuneye ilişkin hükümler Bakanlıkça belirlenir.
- f) Her bir alt parti; fiziksel olarak ayrılabilir ve tanımlanabilir olmalıdır.
- g) Birincil numune tek bir marul ya da ıspanak başı ya da bir avuç küçük yaprak ya da bir torba yaprak olabilir.
- ğ) Örtü altı alan veya tarla, numune alma metodunda parti olarak da nitelendirilebilir.
- h) Paçal numunenin partiyi temsil ettiğinden emin olunmalıdır.
- ı) Her numune kontaminasyon ya da herhangi bir zarara karşı yeterli korumayı sağlamak ve nem kaybını önlemek için temiz ve numune ile etkileşmeyecek olan mühürlü opak plastik torbalara konur. Numune, alındıktan sonra yirmi dört saat içinde laboratuvara gönderilir, taşıma ve depolama esnasında soğukta muhafaza edilir. Bunun mümkün olmadığı durumlarda ise, numune yirmi dört saat içinde derin dondurucuda dondurulur ve en fazla altı

haftaya kadar bu şekilde muhafaza edilir. Numunelerin taşınması ve depolanması sırasında numunenin içeriğini değişimden koruyacak önlemler alınır.

i) Resmi kontroller için alınan her numune, alındığı yerde mühürlenir ve tanımlanır. Her numune için, temsil ettiği partiyi açıkça tanımlayacak şekilde kayıt tutulur. Bu kayıta numune alma tarihi, saati ve yeri; numunenin türü, yetiştiricisi, üretim metodu, yüklemeden sorumlu gıda işletmecisi ve analizi yapacak kişiye yardımcı olacak diğer bilgiler yer alır.

(2) - Farklı Tipte Partiler

Gıdalar dökme olarak ya da çuval, torba ve sandıklar içeren konteynerlerde/kapılarda ya da tekli perakende paketlerde satışa sunulabilir. Piyasaya sunulan farklı formlardaki tüm gıdalar için, bu numune alma metodu uygulanabilir.

(3) - Numune Alma Metodu

Birincil numune mümkün olduğunca parti veya alt parti içinde farklı yerlerden alınmalıdır.

a) Örtü Altı Alan/ Tarlada numune alma

Bakanlık tarlada hasat edilecek duruma gelen ıspanak ya da marul numunesi alınmasını gerekli kıldıysa, numune alma aşağıdaki şekilde yapılmalıdır.

Birincil numuneler, tarla ya da örtü altı alanı temsil etmeyeceği aşkar alanlardan alınmaz. Farklı marul ya da ıspanak çeşitleri içeren ya da farklı zirai uygulamalara maruz kalmış farklı toprak tipleri olan ya da farklı zamanlarda hasat edilecek olan alanlar, ayrı parti ya da tarla olarak tanımlanır. Tarla, üç hektardan daha büyük ise; iki hektarlık alt partilere bölünür ve her alt partiden ayrı ayrı numune alınır.

Birincil numuneler, tarla boyunca W ya da X şekil modelinde yürüyerek toplanır. Örtü altı alan ya da dar yataklardan hasat edilen ekinler, paçal numuneyi oluşturmak için çeşitli yataklardan W ya da X şekil modelinde hasat edilir ve toplanır.

Bitkiler mutlaka yer seviyesinde kesilir.

Numune en az on adet bitki içermeli ve bu on adet bitkinin paçal numunesi en az 1 kg ağırlığında olmalıdır. Sadece pazarlanabilir büyüklükteki birimlerden numune alınır. Her birimden toprak, yenilmeyen dış kısım ve zarar görmüş yapraklar uzaklaştırılır.

b) Parti büyüklüklerine göre satış noktalarında ıspanak, marul, bebek gıdaları ve işlenmiş tahıl bazı bebek ve küçük çocuk ek gıdalarından numune alma

Numune alma metodu, parti büyüklüğü 25 ton veya daha küçük partilere uygulanır.

Daha büyük partiler için parti, fiziksel olarak alt partilere ayrılabilir; 25 ton'luk alt partilere bölünür. Parti ağırlığının her zaman 25 tonun katları olmadığı dikkate alındığında, alt parti ağırlığı sözü edilen alt parti ağırlığını en fazla %20 oranında geçebilir. Bu durum, alt parti ağırlığının 15 ton ile 30 ton arasında değişen ağırlıklara sahip olabileceği anlamına gelmektedir. Parti fiziksel olarak alt partilere ayrılmaz ya da ayrılamaz ise, numune partiden alınır.

Paçal numune en az 1 kg olmalıdır ancak numunenin sadece tek bir baş ya da paketten oluşması gibi

durumlarda bu şart aranmaz.

Partiden alınması gereken minimum birincil numune sayısı Tablo – 1’de verilmiştir.

Tablo – 1

Partiden alınması gereken minimum birincil numune sayısı

Parti ağırlığı (kg)	Alınması gereken minimum birincil numune sayısı	Paçal numunenin minimum ağırlığı(kg)
<50	3	1
50 – 500	5	1
> 500	10	1

Parti tekli paketlerden oluşuyorsa, paçal numuneyi oluşturmak için alınması gereken paket sayısı için aşağıdaki Tablo – 2 kullanılır.

Tablo – 2

Tekli Paketlerden Oluşan Partide Paçal Numuneyi Oluşturmak İçin

Alınması Gereken Paketlerin (Birincil Numunelerin) Sayısı

Parti içindeki birim ya da paket sayısı	Alınması gereken paket veya birim sayısı	Paçal numunenin minimum 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

Uygunluğu kontrol edilecek olan her parti veya alt partiden ayrı ayrı numune alınır. Ancak, taşıma ve ambalajlama şekilleri gibi nedenlerle partinin zarar görmesinden kaynaklanabilecek istenmeyen ticari sonuçlardan dolayı yukarıda sözü edilen numune alma metodunun uygulanması mümkün olmaz ise; paçal numunenin, numunenin alındığı partiyi yeterince temsil etmesi, tamamen tanımlanması ve belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Partiden tek bir numune alınması durumunda, pozisyon tercihen rastgele seçilmelidir ancak bu fiziksel olarak mümkün değilse, partinin ulaşılabilir bölümlerinden rastgele bir pozisyondan alınır.

(4) – Perakende Aşamasında Numune Alma

Perakende aşamasında numune alma, mümkün olduğunca EK – 1’in (3) üncü bölümündeki numune alma hükümlerine uygun yapılmalıdır.

Yukarıda sözü edilen numune alma hükümlerini uygulamak mümkün olmaz ise, paçal numunenin,

numunenin alındığı partiyi yeterince temsil etmesi şartıyla, perakende aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir.

Numune alınacak kısım çok küçük ve 1 kg'lık paçal numune oluşturmak imkansız ise, paçal numunenin ağırlığı 1 kg'dan daha az olabilir. Aynı durumda bebek gıdaları ve işlenmiş tahıl bazlı bebek ve küçük çocuk ek gıdaları için ise, paçal numunenin ağırlığı 0.5 kg olabilir.

(5) – Parti veya alt partinin uygunluk değerlendirmesi

Geri alma ve genişletilmiş ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.

Geri alma ve genişletilmiş ölçüm belirsizliği hesaba katılmak suretiyle; laboratuvar numunesi analiz sonucu maksimum limitleri aşıyorsa reddedilir.

EK – 2

Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri

(1) – Numune Hazırlama

a) Taze ürünlerden numune alma durumunda, eğer mümkünse numune hazırlama numune almayı takip eden yirmi dört saat içinde olmalıdır. Bunun mümkün olmadığı durumlarda, numune en fazla altı haftaya kadar dondurularak muhafaza edilir.

b) Her bir birimden toprak, yoğun topraklı ve diğer yenilmeyen dış kısım ve zarar görmüş yapraklar uzaklaştırılır. Numunelerin yıkanmasıyla nitrat içeriği düşebileceğinden; numunelerin yıkanmasına izin verilmez.

c) Belirli miktarda su ilave edilerek veya edilmeden, tüm numune homojenize edilir. Kullanılan karıştırıcı/ maseratör/ parçalayıcının boyutlarına göre, bir veya daha fazla birim homojenizasyon amacıyla birleştirilebilir. Homojenizasyon yapılmadan önce; birimlerin dondurulması ve parçalanmasıyla karıştırma işlemi kolaylaştırılabilir. Kullanılan homojenizasyon işleminin tam homojenizasyonu sağlaması gereklidir. Nitratin geri alması ve maksimum ekstraksiyonu için tam ve dikkatli bir homojenizasyon şarttır. Numuneler, tarladan ya da perakende aşamasından oluşturulup oluşturulmadığına bakılmaksızın benzer biçimde çalışılmalıdır.

ç) Analiz için, birleştirilmiş sulu çözeltiden bir ya da daha çok analitik numune alınır.

(2) – Analiz Metotları, Sonuçların Raporlanması ve Laboratuvar Kontrol Gereklilikleri

a) Tanımlar

1) r : Tekrarlanabilirlik. Aynı numune, aynı uygulayıcı, aynı cihaz, aynı laboratuvar gibi tekrarlanabilirlik koşulları altında kısa zaman aralıklarıyla yapılan iki analiz sonucu arasındaki (genellikle % 95 olan belirli bir güven aralığında $r = 2,8 \times s_r$ içinde kalması beklenen) mutlak farkı,

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

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

4) R : Laboratuvarlararası yeniden yapılabilirlik. Yeniden yapılabilirlik koşullarında, yani aynı numune, aynı metot kullanılarak, ancak farklı laboratuvarlardaki uygulayıcılar tarafından yapılan iki analiz sonucu arasındaki (genellikle % 95 olan belirli bir güven aralığında $R = 2,8 \times s_R$ içinde kalması beklenen) mutlak farkı,

5) s_R : Yeniden yapılabilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapmayı,

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

ifade eder.

b) Genel Hükümler

Gıda kontrol amaçlı kullanılan analiz metotları, aşağıda verilen kriterlerden gerekli olanlar ile geçerli kılınmalıdır:

- 1) Doğruluk
- 2) Uygulanabilirlik
- 3) Tespit sınırı
- 4) Tayin sınırı
- 5) Kesinlik
- 6) Tekrarlanabilirlik
- 7) Yeniden yapılabilirlik

- 8) Geri alma
- 9) Seçicilik
- 10) Duyarlılık
- 11) Doğrusallık
- 12) Ölçüm belirsizliği
- 13) Gerekli görülebilecek diğer kriterler

c) Özel Hükümler

1) Ekstraksiyon Prosedürü

Uygulanan ekstraksiyon prosedürüne, özel dikkat gösterilmelidir. Nitratın etkili ekstraksiyonunu garanti etmek için sıcak su ya da metanol/su (30/70) ekstraksiyon metodu gibi çeşitli ekstraksiyon prosedürleri uygulanabilir. Analitik numune, numune ekstraksiyonu öncesinde dondurulmuş ise soğuk su ekstraksiyonu kullanılabilir.

2) Performans Kriteri

Tablo 3 - Nitrat Limitini İzlemede Kullanılan Analiz Metotları İçin Performans Kriterleri

Kriter	Konsantrasyon oranı	Tavsiye edilen değer (%)	İzin verilen en yüksek değer
Geri alma	<500 mg/kg	60-120	
	≥ 500 mg/kg	90-110	
Kesinlik RSD _R	Hepsi	Horwitz eşitliğinden elde edilen değer	2 x Horwitz eşitliğinden elde edilen değer
Kesinlik RSD _r , aynı konsantrasyondaki kesinlik RSD _R nin 0,66 katı olarak hesaplanabilir.			

Notlar:

-Kesinlik değerleri, ilgili konsantrasyona göre verildiğinden; konsantrasyon aralığı yukarıda belirtilmemiştir.

-Kesinlik deęerleri Horwitz denkleminde hesaplanmalıdır:

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

Burada:

-RSD_R :Yeniden yapılabilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapmayı

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

-C :Konsantrasyon oranını (örneğin 1=100 g/100 g, 0.001 =1000 mg/kg)

ifade eder.

ç) Sonuçların Raporlanması, Ölçüm Belirsizliği ve Geri Almanın Hesaplanması

Analitik sonuçlar geri almaya göre düzeltilerek rapor edilir. Raporlama usulü ve geri alma oranları raporda yer alır.

Analitik sonucun uygunluk deęerlendirmesi, geri almaya göre düzeltilmiş olan sonuçtan ölçüm belirsizliğinin çıkarılmasıyla elde edilen sonuca göre yapılır.

Analitik sonuçlar x+/-U olarak raporlanır. Burada x analitik sonucu, U ise genişletilmiş ölçüm belirsizliğini ifade eder. (U=2u)

U deęeri, koveraj faktörü olarak yaklaşık % 95 'lik bir güven aralığını veren "2" katsayısının kullanıldığı genişletilmiş ölçüm belirsizliğini göstermektedir.

d) Laboratuvar Kalite Standartları

Laboratuvarlar, 11/06/2010 tarihli ve 5996 sayılı Veteriner Hizmetleri, Bitki Sağlığı, Gıda ve Yem Kanunu'nda belirtilen hükümlere uymak zorundadır.