

Tarım ve Orman Bakanlığından:

**TÜRK GIDA KODEKSİ BELİRLİ GIDALARDAKİ PERFLOROALKİL
BİLEŞENLERİNİN RESMÎ KONTROLÜ İÇİN NUMUNE ALMA VE ANALİZ
METODU KRİTERLERİ TEBLİĞİ**

Amaç ve Kapsam

MADDE 1- (1) Bu Tebliğin amacı, belirli gıdalardaki perfloroalkil bileşenlerinin resmî kontrolü için numune alma ve analiz metodu kriterlerini belirlemektir.

Dayanak

MADDE 2- (1) Bu Tebliğ, 19/2/2020 tarihli ve 31044 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği ve 5/11/2023 tarihli ve 32360 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği hükümlerine dayanılarak hazırlanmıştır.

Tanımlar

MADDE 3- (1) Bu Tebliğde geçen;

- a) Alt parti: Büyük bir partinin belirlenmiş bir kısmına numune alma metodunu uygulamak için fiziksel olarak ayrılabilir ve tanımlanabilir kısmını,
 - b) Bakanlık: Tarım ve Orman Bakanlığını,
 - c) Birincil numune: Parti veya alt partideki tek bir yerden alınan madde miktarını,
 - ç) Birleşik standart ölçüm belirsizliği (u): Bir ölçüm modelindeki girdi miktarlarıyla ilişkili münferit standart ölçüm belirsizlikleri kullanılarak elde edilen ve kullanılan bilgiye dayanarak ölçülene makul bir şekilde atfedilebilecek değerlerin dağılımını karakterize eden ölçüm sonucuyla ilişkili negatif olmayan bir parametreyi,
 - d) Genişletilmiş ölçüm belirsizliği (U): Yaklaşık %95 güven düzeyi veren kapsam faktörü 2 kullanılarak elde edilen değeri ($U=2u$),
 - e) Gerçeklik: Kabul edilen referans değer ile çoklu serilerle elde edilen test sonuçlarının ortalama değeri arasındaki uyumun yakınlığını ve sertifikalı referans materyalleri, zenginleştirme deneyleri ya da laboratuvarlar arası katılım çalışmalarının düzenli analizlerinden hesaplanabilen belirgin hatayı,
 - f) Karşılaştırılabilir boyut veya ağırlık: %50’yi geçmeyen boyut veya ağırlık farkını,
 - g) Kesinlik: Öngörülen koşullar altında gerçekleştirilen bağımsız test sonuçları arasındaki uyumun yakınlığını ve test sonuçlarının standart sapmasını veya varyasyon katsayısını,
 - ğ) Laboratuvar içi tekrar üretilebilirlik veya ara kesinlik (RSD_R): Belirli bir laboratuvar, bir dizi laboratuvar içi koşul altındaki kesinliği,
 - h) Laboratuvar numunesi: Laboratuvar için hazırlanan paçal numunenin temsili bir kısmını veya miktarını,
 - ı) Ölçüm limiti (LOQ): Analitin uygun istatistiksel kesinlikle ölçülebilen en düşük miktarı,
 - i) Paçal numune: Parti veya alt partiden alınan birincil numunelerin birleştirilmiş toplamını ve parti veya alt partiyi temsil eden numuneyi,
 - j) Parti: Aynı anda teslim edilen ve numuneyi alan kontrol görevlisi tarafından menşei, çeşidi, türü, toplanma alanı, ambalaj tipi, ambalajlayıcısı, göndericisi veya işaretleri gibi ortak özelliklere sahip olduğu belirlenen tanımlanabilir miktardaki gıdayı,
 - k) Şahit numune: İtirazlı durumlar için homojenize edilmiş paçal numuneden ayrılan numuneyi,
- ifade eder.

(2) Bu Tebliğde geçen ve birinci fıkrada yer almayan tanımlar için 11/6/2010 tarihli ve 5996 sayılı Veteriner Hizmetleri, Bitki Sağlığı, Gıda ve Yem Kanununun 3 üncü maddesinde yer alan tanımlar geçerlidir.

Numune alma ve analiz metotları

MADDE 4- (1) Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği ekinde yer alan perfloroalkil bileşenleri (PFAS) olan perflorooktan sülfonik asit (PFOS), perflorooktanoik asit (PFOA), perflorononanoik asit (PFNA), perflorohekzan sülfonik asit (PFHxS) limitlerinin kontrolü için kullanılan numune alma ve analiz metotları Ek-1’de yer alan şekilde gerçekleştirilir.

(2) Birinci fıkra, 17/12/2011 tarihli ve 28145 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Gıda ve Yemin Resmî Kontrollerine Dair Yönetmelik hükümleri saklı kalmak kaydıyla uygulanır.

Avrupa Birliği mevzuatına uyum

MADDE 5- (1) Bu Tebliğ, belirli gıdalardaki perfloroalkil bileşenlerinin resmî kontrolü için numune alma ve analiz metodu kriterlerini belirleyen 24/8/2022 tarihli ve (AB) 2022/1428 sayılı Avrupa Birliği Komisyon Uygulama Tüzüğü dikkate alınarak Avrupa Birliği mevzuatına uyum çerçevesinde hazırlanmıştır.

Yürürlük

MADDE 6- (1) Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

MADDE 7- (1) Bu Tebliğ hükümlerini Tarım ve Orman Bakanı yürütür.

Ek-1

Bölüm A- Numune Alma Metotları

A.1. Genel Hükümler

- a) Numune, kontrol görevlisi tarafından alınır.
- b) İncelenecek olan her parti veya alt partiden ayrı ayrı numune alınır.
- c) Birincil numune mümkün olduğunca parti veya alt parti içinde farklı yerlerden alınır. Bu şekilde alınamadığı durumlarda ise mutlaka (g) bendinde belirtilen kayıtlara işlenir.
- ç) Paçal numune, birincil numunelerin birleştirilmesiyle hazırlanır. Numunenin tek bir paketten oluştuğu veya numunenin çok yüksek bir ticari değere sahip olması gibi durumlar haricinde paçal numune en az 1 kilogram veya 1 litre olur.
- d) Şahit numune, homojenize edilmiş paçal numuneden alınır.
- e) Numune alma ve hazırlama sırasında, perfloroalkil bileşenlerinin miktarını etkileyecek, analitik belirlemeleri olumsuz etkileyecek veya paçal numuneyi temsili olmaktan çıkaracak herhangi bir değişiklikten kaçınmak için önlemler alınır.
- f) Kontrol görevlisi, floropolimer içeren veya su geçirmezliği ve leke tutmazlığını artırmak için PFAS ile işlenmiş olan kıyafet veya eldiven giymemelidir. PFAS içeren nemlendirici, kozmetik ürünleri, el kremi, güneş kremi ve benzer ürünleri numune alma gününde kullanılmamalıdır. Numune alma, depolama ve taşıma süreçlerinde kullanılan malzemeler PFAS içermemelidir. Numune, politetrafloroetilen (PTFE), poliviniliden florür (PVDF) veya diğer floropolimerlerden üretilmiş kesme tahtaları, numune kapları ve kapaklarının kaplamaları gibi herhangi bir malzemeyle temas etmemelidir.
- g) Resmi kontrol için alınan her numune, 17/12/2011 tarihli ve 28145 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Gıda ve Yemin Resmi Kontrollerine Dair Yönetmelik hükümlerine uygun olarak mühürlenir ve etiketlenir. Her numune için temsil ettiği parti veya alt partiyi açıkça tanımlayacak şekilde, numune alma tarihi ve yeri belirtilerek, analiz sonuçlarının değerlendirilmesine yardımcı olacak ek bilgiler ile birlikte kayıt tutulur.
- ğ) Numunenin taşıma veya depolama sırasında bileşiminde meydana gelebilecek herhangi bir değişiklikten kaçınmak için gerekli tüm önlemler alınır. Her numune, kontaminasyona, kabın iç duvarına adsorbsiyon nedeniyle analit kaybına ve taşıma sırasında hasara karşı yeterli koruma sağlayan, numune bütünlüğünü korumaya uygun, temiz, inert bir kaba konulur. Kullanılan kap, polipropilen, polietilen veya diğer PFAS içermeyen malzemeden yapılır. Cam kap kullanılmaz.

A.2. Numune Alma Planları

A.2.1. Partilerin alt partilere bölünmesi

Büyük partiler, alt partinin fiziksel olarak ayrılabilmesi şartıyla alt partilere bölünür. Bitkisel yağlar gibi dökme sevkiyatlarda ticareti yapılan ürünler için Tablo 1 uygulanır. Diğer ürünler için Tablo 2 uygulanır. Parti ağırlığının her zaman alt parti ağırlıklarının tam katı olamayacağı dikkate alındığında, alt parti ağırlığı tablolarda verilen alt parti ağırlığını en fazla %20 oranında geçebilir.

Tablo 1- Dökme sevkiyatlarda ticareti yapılan ürünler için partinin alt partilere bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Alt partinin ağırlığı veya sayısı
≥ 1500	500 ton
> 300 ve < 1500	3 alt parti
≥ 100 ve ≤ 300	100 ton
<100	–

Tablo 2- Dökme sevkiyatlarda ticareti yapılmayan ürünler için partinin alt partilere bölünmesi

Parti ağırlığı (ton)	Alt partinin ağırlığı veya sayısı
≥ 15	15-30 ton
< 15	-

A.2.2. Birincil numunelerin sayısı

Parti veya alt partiden alınan birincil numunelerin minimum sayısını belirlemek için Tablo 3 ve Tablo 4 uygulanır.

Dökme sıvı ürünler söz konusu olduğunda parti veya alt parti, numune alma işleminden hemen önce manuel veya mekanik yöntemlerle mümkün olduğu kadar ve ürünün kalitesini etkilemeyecek şekilde iyice karıştırılmalıdır. Bu durumda, belirli bir parti veya alt parti içerisinde bulaşanların homojen bir dağılımının olduğu varsayılır. Paçal numuneyi oluşturmak için bir parti veya alt partiden alınacak birincil numunelerin sayısı 3 olacaktır.

Parti veya alt partinin ayrı paketlerden veya birimlerden oluşması halinde, paçal numuneyi oluşturmak için alınacak paket veya birim sayısı (birincil numuneler) Tablo 4'e uygun olur.

Birincil numuneler benzer ağırlık/hacimde olur. Birincil numunelerin ağırlığı/hacmi en az 100 gram veya 100 mililitre olur, bunun sonucunda paçal numune en az yaklaşık 1 kilogram veya 1 litre olur. Bu durum mümkün olmadığında, A.3.'te belirtilen hükümler uygulanır.

Tablo 3 – Gıdanın ayrı paketlerden veya birimlerden oluşmadığı durumlarda, parti veya alt partisinden alınması gereken en az birincil numune sayısı

Parti/Alt partinin ağırlığı veya hacmi (kilogram veya litre)	Alınması gereken en az birincil numune sayısı
< 50	3
≥ 50 ve ≤ 500	5
> 500	10

Tablo 4 - Gıdanın ayrı paketlerden veya birimlerden oluştuğu durumlarda, paçal numuneyi oluşturmak için alınacak paket veya birim sayısı (birincil numuneler)

Parti/Alt parti içindeki paket veya birimlerin sayısı	Alınması gereken paket veya birim sayısı
≤ 25	En az 1 paket veya birim
26 – 100	Yaklaşık %5'i, en az 2 paket veya birim
> 100	Yaklaşık %5'i, maksimum 10 paket veya birim

A.2.3 Karşılaştırılabilir boyut veya ağırlıkta bütün balık içeren partilerden numune alınmasına ilişkin özel hükümler

Partiden alınacak birincil numunelerin sayısı Tablo 3'e uygun olur. Tüm birincil numunelerin birleştirilmesi ile oluşan paçal numune en az 1 kilogram olur (Madde A.2.2'ye bakınız.).

Numune alınacak parti küçük balıklardan (tek başına ağırlığı 1 kilogramın altında olan balıklar) oluşuyorsa, paçal numuneyi oluşturmak üzere birincil numune olarak bütün balık

alınır. Paçal numune ağırlığının 3 kilogramdan fazla olduğu durumlarda birincil numuneler balığın orta kısımlarını içerebilir ve her birinin ağırlığı en az 100 gram olur ve böylece paçal numune oluşturulur. Maksimum limitin geçerli olduğu kısmın tamamı numunenin homojenizasyonu için kullanılır.

Balığın orta kısmı ağırlık merkezinin olduğu yerdir. Bu, çoğu durumda sırt yüzgecinin (balığın sırt yüzgeci olması durumunda) olduğu yerde veya solungaç açıklığı ile anüs arasında yarı yolda bulunur.

Numune alınacak partinin daha büyük balıklar (her bir balık ağırlığı ≥ 1 kilogram) içerdiği durumlarda, birincil numune balığın orta kısmından oluşur. Her birincil numunenin ağırlığı en az 100 gramdır.

Orta büyüklükteki balıklar için (≥ 1 kilogram ve < 6 kilogram) birincil numune, balığın orta kısmında omurgadan karnına kadar bir dilim halinde alınır.

Çok büyük balıklar için (≥ 6 kilogram), birincil numune balığın orta kısmının sağ taraftaki (önden görünüm) dorso-lateral (sırt-yan) kas etinden alınır. Balığın orta kısmından böyle bir parçanın alınmasının önemli bir ekonomik zarara yol açacağı durumlarda, partinin büyüklüğünden bağımsız olarak her biri en az 350 gramlık üç birincil numune alınması yeterli kabul edilebilir veya alternatif olarak partinin büyüklüğünden bağımsız olarak her balığın kuyruk kısmına yakın kas eti ve baş kısmına yakın kas etinin eşit kısmından (175 gram) her biri en az 350 gramlık birincil numuneler yeterli kabul edilebilir.

A.2.4. Farklı boyut ve/veya ağırlıkta bütün balık içeren çok sayıda balıktan numune alınmasına ilişkin özel hükümler

Numune oluşturma ile ilgili olarak A.2.3'te belirtilen hükümler uygulanır.

Bir boyut veya ağırlık sınıfı/kategorisinin baskın olduğu durumlarda (partinin yaklaşık %80'i veya daha fazlası) numune alma, baskın boyut veya ağırlığa sahip balıklardan gerçekleştirilir. Alınan bu numunenin bütün partiyi temsil ettiği kabul edilir. Belirli bir boyut veya ağırlık sınıfının/kategorisinin baskın olmadığı durumlarda, numune için seçilen balığın partiyi temsil etmesi sağlanmalıdır. Bu tür durumlarda Bakanlık resmî internet sayfasında yayımlanan ilgili kılavuz dikkate alınacaktır.

A.2.5. Kara hayvanlarından numune alınmasına ilişkin özel hükümler

Domuz, sığır, koyun, keçi ve at eti ve sakatatları için en az bir hayvandan 1 kilogram numune alınır. En az bir hayvandan 1 kilogram numune almak mümkün olmadığında ve numune miktarının 1 kilogram alınması gerektiğinde birden fazla hayvandan eşit miktarda numune alınır.

Kanatlı eti için 1 kilogramlık paçal numune elde etmek amacıyla en az üç hayvandan eşit miktarda numune alınır. Kanatlı sakatatı için 300 gramlık paçal numune elde etmek amacıyla en az üç hayvandan eşit miktarda numune alınır.

Çiftlik av hayvanlarının ve yabani kara hayvanlarının et ve sakatatları için en az bir hayvandan 300 gram numune alınır. En az bir hayvandan 300 gram numune almak mümkün olmadığında ve numune miktarının 300 gram alınması gerektiğinde birden fazla hayvandan eşit miktarda numune alınır.

A.3. Alternatif numune alma metotları

A.2.'de belirtilen numune alma metodunun kabul edilemez ticari sonuçlar nedeniyle (örneğin; ambalaj formları, partinin hasar görmesi) uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda veya pratik olarak uygulanmasının imkânsız olması halinde, parti veya alt partiyi yeterince temsil etmesi ve tamamen belgelenmesi şartıyla alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durum, A.1.g maddesine göre kaydedilir.

A.4. Perakende aşamasında numune alma

Perakende aşamasında gıdalardan numune alma işlemi mümkün olduğunca A.2.'de belirtilen numune alma hükümlerine uygun olarak yapılır. Bu mümkün olmadığında, örneklenen parti veya alt parti için yeterli temsiliyeti sağlaması koşuluyla, perakende aşamasında alternatif bir numune alma metodu uygulanabilir. Bu durum, A.1.g maddesine göre kaydedilir.

Bölüm B- Numune Hazırlama ve Analiz

B.1. Laboratuvar Kalite Standartları

Laboratuvarlar, 18/2/2022 tarihli ve 31754 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Gıda Kontrol Laboratuvarları Yönetmeliği hükümlerine uyarlar.

Gıda ve yemdeki perfloroalkil maddelerin belirlenmesine yönelik analitik parametreler için Bakanlıkça yayımlanan kılavuz dikkate alınır.

B.2. Numune Hazırlama

B.2.1. Genel gereklilikler

Temel gereklilik, ikincil kontaminasyona yol açmadan temsili ve homojen bir laboratuvar numunesi elde etmektir.

Laboratuvar tarafından teslim alınan paçal numunenin tamamı, gerektiğinde ince öğütülür ve tam homojenizasyonu sağladığı kanıtlanmış bir işlem kullanılarak iyice karıştırılır.

Balık dışındaki ürünler için laboratuvar tarafından teslim alınan numunenin, maksimum limitin geçerli olduğu tüm kısmı homojenize edilir ve tamamı laboratuvar numunesinin hazırlanmasında kullanılır.

Balıklar için laboratuvar tarafından teslim alınan numunenin, maksimum limitin geçerli olduğu tüm kısmı homojenize edilir. Homojenize edilmiş paçal numuneden, temsili bir kısım veya miktar laboratuvar numunesi hazırlığında kullanılır.

5/11/2023 tarihli ve 32360 sayılı Resmî Gazete’ de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitlere uygunluk, laboratuvar numunelerinde belirlenen limitler esas alınarak değerlendirilir.

B.2.2. Özel numune hazırlama prosedürleri ve önlemleri

Analist, numune hazırlama sırasında A.1.e ve A.1.f 'de açıklanan önlemleri izleyerek numunelerin kontamine olmadığından emin olmalıdır. Mümkün olduğunca, numuneyle temas eden alet ve ekipman PFAS içermemelidir. Bu alet ve ekipmanlar, paslanmaz çelik, yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) veya polipropilen gibi parçalarla değiştirilmelidir. Bunlar PFAS içermeyen su veya PFAS içermeyen çözücüler ve deterjanlarla temizlenmelidir.

Analiz ve numune alma için kullanılan reaktifler ve diğer ekipmanlar, olası PFAS artışını veya kaybını önlemek için kontrol edilmelidir.

Bir reaktif kör analizi, test numunesinin tüm analitik prosedürüyle aynı yöntemle gerçekleştirilir. Reaktif körü hazırlanırken, matris yerine su kullanılabilir. Reaktif köründeki limitler her numune dizisinde izlenmelidir.

B.3. Analiz Metodu: Spesifik performans gereklilikleri

Laboratuvarlar, Tablo 5’te belirtilen belirli performans kriterlerini karşılaması koşuluyla, ilgili matris için herhangi bir geçerli kılınmış analiz metodunu seçebilir.

Tamamen geçerli kılınmış metotlar (yani ilgili matris için ortak çalışmalarla geçerli kılınmış metotlar) kullanılmalı veya bu mümkün olmadığında, Tablo 5'te belirtilen performans kriterlerini karşılaması koşuluyla diğer geçerli kılınmış metotlar (örneğin, ilgili matris için kurum içi geçerli kılınmış yöntemler) kullanılmalıdır.

Mümkün olduğunda, kurum içi geçerli kılınmış metotların geçerli kılınması, sertifikalı bir referans materyalinin kullanımını ve/veya laboratuvarlar arası çalışmalara katılımı içerir.

Tablo 5 – Perfloroalkil bileşenlerinin analiz metotları için performans kriterleri

Parametre	Kriter
Uygulanabilirlik	Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen gıdalar
Seçicilik	Analitik metotlar, ilgili analitleri, mevcut olabilecek diğer birlikte ekstrakte edilen ve muhtemel karışan bileşiklerden güvenilir ve tutarlı bir şekilde ayırma yeteneğini gösterir.
Laboratuvar içi tekrar üretilebilirlik veya ara kesinlik (RSD _R)	≤ % 20
Gerçeklik	- % 20 , + % 20 aralığında
LOQ	PFOS, PFOA, PFNA ve PFHxS'in her biri için LOQ ≤ ilgili bireysel PFAS için belirlenen maksimum limit. Bu gerekliliğe uyum, PFOS, PFOA, PFNA ve PFHxS'in toplam konsantrasyonu için bir LOQ türetilmemesini gerektirir; bu toplam, yalnızca kendi LOQ'larının üzerinde veya eşit olan PFOS, PFOA, PFNA ve PFHxS konsantrasyonları toplanarak hesaplanır.

Bölüm C- Sonuçların Raporlanması ve Yorumlanması

C.1. Raporlama

C.1.1. Sonuçların ifadesi

Sonuçlar, anyonlar olarak ve Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limitlerle aynı birimlerde ve aynı sayıda anlamlı rakamla ifade edilir. PFOS, PFOA, PFNA ve PFHxS'nin toplamının hesaplanmasında, yalnızca LOQ ve üzerindeki konsantrasyonlar dikkate alınır.

C.1.2. Ölçüm belirsizliği

Analitik sonuç, yaklaşık %95'lik bir güven düzeyi veren kapsam faktörü olarak 2 kullanılarak, x analitik sonuç ve U genişletilmiş ölçüm belirsizliği olmak üzere $x \pm U$ olarak rapor edilir ($U = 2u$).

Toplam parametrelerin raporlanması ve yasal limitlerle olası karşılaştırma amacıyla bu toplam parametreler için genişletilmiş ölçüm belirsizliğinin bir tahmini yapılır.

Toplam PFOS lineer ve dallanmış PFOS'un toplamı olarak hesaplandığında, PFAS; PFOS, PFOA, PFNA ve PFHxS' nin toplamıdır.

Bu durumlarda, toplam parametrenin birleşik standart ölçüm belirsizliği olan “ u ”, bireysel birleşik belirsizliklerin karelerinin toplamının karekökü olarak hesaplanır.

C.2. Sonuçların yorumlanması

C.2.1. Bir parti veya alt partinin kabulü

Laboratuvar numunesinin analitik sonucundan genişletilmiş ölçüm belirsizliğinin çıkartılması ile elde edilen sonucun ($x-U$) Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limiti aşmaması durumunda parti veya alt parti kabul edilir.

C.2.2. Bir parti veya alt partinin reddedilmesi

Laboratuvar numunesinin analitik sonucundan genişletilmiş ölçüm belirsizliğinin çıkartılması ile elde edilen sonucun ($x-U$) Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğinde belirtilen maksimum limiti aşması durumunda parti veya alt parti reddedilir.