



RIALACHÁN CUR CHUN FEIDHME (AE) 2024/771 ÓN gCOIMISIÚN

an 29 Feabhra 2024

lena leasaítear Rialachán (CE) Uimh. 152/2009 lena leagtar síos na modhanna samplála agus anailíse chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar bheatha

(Téacs atá ábhartha maidir le LEE)

TÁ AN COIMISIÚN EORPACH,

Ag féachaint don Chonradh ar Fheidhmiú an Aontais Eorpaigh,

Ag féachaint do Rialachán (AE) 2017/625 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle an 15 Márta 2017 maidir le rialuithe oifigiúla agus gníomhaíochtaí oifigiúla eile arna ndéanamh lena áirithiú go gcuirtear i bhfeidhm dlí an bhia agus na beatha, rialacha maidir le sláinte agus leas ainmhithe, sláinte plandaí agus táirgí cosanta plandaí, lena leasaítear Rialachán (CE) Uimh. 999/2001, (CE) Uimh. 396/2005, (CE) Uimh. 1069/2009, (CE) Uimh. 1107/2009, (AE) Uimh. 1151/2012, (AE) Uimh. 652/2014, (AE) 2016/429 agus (AE) 2016/2031 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle, Rialachán (CE) Uimh. 1/2005 agus Rialachán (CE) Uimh. 1099/2009 ón gComhairle agus Treoracha 98/58/CE, 1999/74/CE, 2007/43/CE, 2008/119/CE agus 2008/120/CE ón gComhairle agus lena n-aisghairtear Rialachán (CE) Uimh. 854/2004 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle, agus Rialachán (CE) Uimh. 882/2004 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle, Treoracha 89/608/CEE, 89/662/CEE, 90/425/CEE, 91/496/CEE, 96/23/CE, 96/93/CE agus 97/78/CE agus Cinneadh 92/438/CEE ón gComhairle (Rialachán maidir le Rialuithe Oifigiúla) ⁽¹⁾, agus go háirithe Airteagal 34(6) de,

De bharr an mhéid seo a leanas:

- (1) Le Rialachán (CE) Uimh. 152/2009 ón gCoimisiún ⁽²⁾ leagtar síos na modhanna samplála agus anailíse chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar bheatha.
- (2) Na modhanna samplála agus anailíse a bhunaítear le Rialachán (CE) Uimh. 152/2009, ba cheart iad a ghlacadh i bhfianaise forbairtí ar eolas eolaíoch agus teicneolaíoch. Ba cheart roinnt mionathruithe a thabhairt isteach leis an Rialachán seo agus taithí á cur san áireamh tríd an modh anailíse a chur i bhfeidhm nó chun soiléiriú a sholáthar maidir le roinnt forálacha.
- (3) An modh samplála ar a dtugtar tuairisc i Rialachán (CE) Uimh. 152/2009, níl sé iomchuí don tsampláil chun rialú a dhéanamh ar éilíú miocróbach agus eisiatar ón raon feidhme dá bhrí sin é. Mar sin féin, ós rud é nár eisiadh é go sainráite ón raon feidhme tar éis an leasaithe ar Rialachán (AE) Uimh. 691/2013 ón gCoimisiún ⁽³⁾, tá roinnt mearbhaill ann agus dá bhrí sin is iomchuí é a eisiadh go sainráite ón raon feidhme arís.
- (4) Is iomchuí forálacha sonracha a thabhairt isteach maidir le sampláil beatha a chuireann oibreoirí gnólachta beatha ar díol trí bhíthin cianchumarsáide, ós rud é go bhfuil méadú ag teacht ar dhíol beatha trí bhíthin cianchumarsáide. I dteannta na bhforálacha maidir le neamhchinnteacht tomhais anailíse agus aisghabháil i gcás anailíse ar shubstaintí neamh-inmhianaithe, ba cheart na forálacha sin a thabhairt isteach freisin le haghaidh na hanailíse ar an gcion breiseán beathaithe ós rud é go bhfuil na forálacha sin ábhartha sa chás sin freisin. Ó tharla gur ann d'fhianaise go ngintear torthaí anailíse míchearta de dheasca an modh anailíse chun úiré a chinneadh a chur i bhfeidhm lasmuigh de raon feidhme an údaráithe le haghaidh úiré mar bhreiseán beathaithe, ba cheart raon feidhme an mhodha sin a shonrú agus faisnéis maidir leis an meastóireacht ar an modh agus torthaí staidéir chomhoibríoch a chur leis.
- (5) Roinnt modhanna anailíse a bhunaítear le Rialachán (CE) Uimh. 152/2009, ba cheart iad a scriosadh toisc nach bhfuil siad bailí a thuilleadh chun na críche atá beartaithe dóibh. An modh anailíse chun bunanna nítrigineacha so-ghalaithe a chinneadh agus an modh chun carbónáit a chinneadh, ba cheart iad a scriosadh toisc nach ann a thuilleadh d'aon cheanglas dlí i ndáil le rialú a dhéanamh le haghaidh comhlíontachta i reachtaíocht an Aontais maidir le beatha. Tá earráidí eagarthóireachta sa mhodh anailíse atá ann cheana chun déchlasairil a chinneadh, agus ní sholáthraítear torthaí anailíse iontaofa leis dá dheasca sin. Ba cheart, dá bhrí sin, modh coigeartaithe a chur ina

⁽¹⁾ IO L 95, 7.4.2017, lch. 1

⁽²⁾ Rialachán (CE) Uimh. 152/2009 ón gCoimisiún an 27 Eanáir 2009 lena leagtar síos na modhanna samplála agus anailíse chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar bheatha (IO L 54, 26.2.2009, lch. 1).

⁽³⁾ Rialachán (AE) Uimh. 691/2013 ón gCoimisiún an 19 Iúil 2013 lena leasaítear Rialachán (CE) Uimh. 152/2009 a mhéid a bhaineann le modhanna samplála agus anailíse (IO L 197, 20.7.2013, lch. 1).

ionad ar léiríodh go soláthraítear torthaí iontaofa leis. Le modhanna nua anailíse chun anailís a dhéanamh ar ghosapól saor agus gosapól iomlán, soláthraíodh fianaise nach soláthraítear torthaí iontaofa leis an modh anailís chun gosapól saor agus gosapól iomlán a chinneadh a bhunaítear le Rialachán (CE) Uimh. 152/2009 agus dá bhrí sin gur cheart é a scriosadh agus a athsholáthar trí thagairt do chaighdeáin Eorpacha (caighdeáin EN). Na modhanna anailíse chun rialú a dhéanamh ar láithreach neamhdhleathach breiseán nach bhfuil údaraithe i mbeatha a thuilleadh, ba cheart iad a scriosadh toisc gur forbraíodh cineálacha cur chuige scagthástála agus modhanna anailíse níos íogaire ó shin.

- (6) I dteannta na modhanna anailíse a dtugtar tuairisc orthu sna hlarscríbhinní a ghabhann leis an Rialachán seo, ba cheart tagairt a dhéanamh do chaighdeáin EN lena n-úsáid sa rialú oifigiúil.
- (7) Ós rud é gur údaraíodh an breiseán beathaithe nua ampróiliam le Rialachán Cur Chun Feidhme (AE) 2021/2047 ón gCoimisiún ^(*), ba cheart modh anailíse chun ampróiliam a chinneadh a chur le hlarscríbhinn IV a ghabhann le Rialachán (CE) Uimh. 152/2009.
- (8) Ós rud é go bhfuil na modhnuithe ar Rialachán (CE) Uimh. 152/2009 substaintiúil agus go mbaineann siad le forálacha iomadúla sna hlarscríbhinní a ghabhann leis, is iomchuí, ar mhaithe le soiléireacht, na hlarscríbhinní sin a athsholáthar ina n-iomláine.
- (9) Tá na bearta dá bhforáiltear sa Rialachán seo i gcomhréir le tuairim an Bhuanchoiste um Plandaí, Ainmhithe, Bia agus Beatha,

TAR ÉIS AN RIALACHÁN SEO A GHLACADH:

Airteagal 1

Leasuithe ar Rialachán (CE) Uimh. 152/2009

Leasaítear Rialachán (CE) Uimh. 152/2009 mar a leanas:

- (1) Cuirtear an méid seo a leanas in ionad na chéad mhíre d'Airteagal 1:

'Sampláil chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar bheatha, go háirithe a mhéid a bhaineann le cinntiúchán comhábhar, lena n-áirítear ábhar ina bhfuil orgánaigh ghéinmhodhnaithe (OGManna), breiseáin beathaithe mar a shainmhínítear le Rialachán (CE) Uimh. 1831/2003 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle ^(*), substaintí neamh-inmhianaithe mar a shainmhínítear le Treoir 2002/32/CE ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle ^(**) nó atá comhdhéanta díobh sin nó a tháirgtear díobh, déanfar í i gcomhréir leis na modhanna a leagtar amach in Iarscríbhinn I, cé is moite den tsampláil chun rialú a dhéanamh ar éilliú miocróbach'

^(*) Rialachán (CE) Uimh. 1831/2003 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle an 22 Meán Fómhair 2003 maidir le breiseáin lena n-úsáid i gcothú ainmhithe (IO L 268, 18.10.2003, lch. 29).

^(**) Treoir 2002/32/CE ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle an 7 Bealtaine 2002 maidir le substaintí neamh-inmhianaithe i mbeatha ainmhithe (IO L 140, 30.5.2002, lch. 10).'

- (2) Cuirtear an téacs a leagtar amach in Iarscríbhinn I a ghabhann leis an Rialachán seo in ionad Iarscríbhinn I.
- (3) Cuirtear an téacs a leagtar amach in Iarscríbhinn II a ghabhann leis an Rialachán seo in ionad Iarscríbhinn II.
- (4) Cuirtear an téacs a leagtar amach in Iarscríbhinn III a ghabhann leis an Rialachán seo in ionad Iarscríbhinn III.
- (5) Cuirtear an téacs a leagtar amach in Iarscríbhinn IV a ghabhann leis an Rialachán seo in ionad Iarscríbhinn IV.
- (6) Cuirtear an téacs a leagtar amach in Iarscríbhinn V a ghabhann leis an Rialachán seo in ionad Iarscríbhinn V.
- (7) Cuirtear an téacs a leagtar amach in Iarscríbhinn VI a ghabhann leis an Rialachán seo in ionad Iarscríbhinn VII.
- (8) Scriosadh Iarscríbhinn VIII.

^(*) Rialachán Cur Chun Feidhme (AE) 2021/2047 ón gCoimisiún an 23 Samhain 2021 maidir le hidreaclóiríd ampróiliam (COXAM) a údarú mar bhreiseán beathaithe do shicíní lena ramhrú agus do shicíní a thógtar le bheith ina mbéaróga (sealbhoir an údaraithe: HuvePharma NV) (IO L 418, 24.11.2021, lch. 13).

*Airteagal 2***Teacht i bhfeidhm**

Tiocfaidh an Rialachán seo i bhfeidhm an fichiú lá tar éis lá a fhoilsithe in *Iris Oifigiúil an Aontais Eorpaigh*.

Beidh an Rialachán seo ina cheangal go huile agus go hiomlán agus beidh sé infheidhme go díreach i ngach Ballstát.

Arna dhéanamh sa Bhruiséil, an 29 Feabhra 2024.

Thar ceann an Choimisiúin

An tUachtarán

Ursula VON DER LEYEN

IARSCRÍBHINN I

‘IARSCRÍBHINN I

MODHANNA SAMPLÁLA

1. CUSPÓIR AGUS RAON FEIDHME

Samplaí atá beartaithe chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar bheatha, tógfar iad de réir na modhanna a dtugtar tuairisc orthu thíos. Breithneofar gur samplaí ionadaíocha iad samplaí a fhaightear amhlaidh.

Is é is cuspóir don tsampláil ionadaíoch codán beag de luchtóg a fháil ar bhealach a mbeidh aon saintréith ar leith den chodán sin ionadaíoch ar mheánluach shaintréith na luchtóige. Déanfar an luchtóg a shampláil trí shamplaí incriminteacha a ghlacadh ag suíomhanna aonair éagsúla sa luchtóg. Comhcheanglófar na samplaí incriminteacha sin trína meascadh chun sampla comhiomlán a chruthú a ndéanfar samplaí ionadaíocha deiridh a ullmhú uaidh tríd an roinnt ionadaíoch.

Más amhlaidh, de bhun amharc-chigireachta nó bunaithe ar fhaisnéis ábhartha eile, go bhfuil cáilíocht codanna den bheatha atá le sampláil éagsúil leis an gcuid eile den bheatha ón luchtóg chéanna, déanfar na codanna sin a dheighilt ón gcuid eile den bheatha agus caithfear leo mar fho-luchtóg ar leithligh. Mura féidir an bheatha a dheighilt ina fo-luchtóga ar leithligh, déanfar an bheatha a shampláil mar luchtóg amháin. Sna cásanna sin, luafar an fíoras sin sa tuarascáil samplála.

I gcás ina sainaitheofar nach ndéanann beatha arna sampláil i gcomhréir le forálacha an Rialacháin seo ceanglais an Aontais a chomhlíonadh agus gur cuid de luchtóg beatha den aicme chéanna nó den tuairisc chéanna í, glactar leis go ndéantar difear amhlaidh don bheatha uile sa luchtóg sin, ach amháin mura bhfuil aon fhianaise ann tar éis measúnú mionsonraithe nach gcomhlíonann an chuid eile den luchtóg ceanglais an Aontais.

Féadfar a áireamh ar an tsampláil freisin beatha a chuireann oibreoirí gnólachta beatha ar díol trí bhíthin cianchumarsáide i gcomhréir le hAirteagal 11(3) de Rialachán (CE) Uimh. 767/2009 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle ⁽¹⁾. Sampláil beatha arna cur ar díol trí bhíthin cianchumarsáide, beidh sí faoi réir na bpointí a leagtar amach san Iarscríbhinn seo i bprionsabal. Tugtar tuairisc i bPointe 11 ar ghnéithe sonracha den tsampláil ar shamplaí ciandíola.

2. SAINMHÍNITHE

- Luchtóg (nó baisc): cainníocht aitheanta beatha a gcinntear saintréithe i gcoitinne a bheith ag gabháil léi, amhail tionscnamh, cineál, cineál an phacáistithe, pacálaí, coinsíneoir nó lipéadú agus, i gcás próisis táirgthe, aonad de tháirgeacht aon mhonarchan amháin ina n-úsáidtear paraiméadair aonfhoirmeacha táirgthe nó roinnt de na haonaid sin, nuair a tháirgtear in ord leanúnach iad agus nuair a stóráiltear le chéile iad.
- Sampla: Luchtóg nó cuid shainaitheanta den luchtóg nó den fho-luchtóg.
- Sampla séalaithe: sampla a shéalaítear ar bhealach a gcoisctear aon rochtain ar an sampla gan an séala a bhriseadh nó a bhaint.
- Sampla incriminteach: Cainníocht a thógtar ó phointe amháin sa sampla.
- Sampla comhiomlán: Comhiomlán samplaí incriminteacha a thógtar ón sampla céanna.
- Sampla laghdaithe: Cuid den sampla comhiomlán, a fhaightear ón sampla comhiomlán sin trí phróiseas laghdaithe ionadaíoch.
- Sampla deiridh: Cuid den sampla comhiomlán (measctha), den sampla laghdaithe nó den sampla comhiomlán homaiginithe, ag brath ar an gcineál rialaithe (féach pointe 9.4.).
- Sampla saotharlainne: sampla atá beartaithe don tsaotharlann (mar a fhaigheann an tsaotharlann é) agus a d'fhéadfadh a bheith ina shampla deiridh, ina shampla laghdaithe nó ina shampla comhiomlán.
- Sampla ciandíola: Sampla de luchtóg nó baisc beatha arna cur ar díol trí bhíthin cianchumarsáide.

⁽¹⁾ Rialachán (CE) Uimh. 767/2009 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle an 13 Iúil 2009 maidir le beatha a chur ar an margadh agus a úsáid, lena leasaítear Rialachán (CE) Uimh. 1831/2003 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle agus lena n-aisghairtear Treoir 79/373/CEE ón gComhairle, Treoir 80/511/CEE ón gCoimisiún, Treoir 82/471/CEE ón gComhairle, Treoir 83/228/CEE ón gComhairle, Treoir 93/74/CEE ón gComhairle, Treoir 93/113/CE ón gComhairle agus Treoir 96/25/CE ón gComhairle agus Cinneadh 2004/217/CE ón gCoimisiún (IO L 229, 1.9.2009, lch. 1).

3. FORÁLACHA GINEARÁLTA

- Daoine atá údaraithe ag an údarás inniúil chun na samplaí a thógáil, is iad a thógfaidh iad.
 - I gcás sampla ciandíola, iarrfaidh an t-údarás inniúil cainníocht den bheatha ar an oibreoir gnólachta beatha trí bhíthin cianchumarsáide.
 - Ní mór an sampla a shéalú ar bhealach a gcoiscítear aon rochtain ar an sampla gan an séala a bhriseadh nó a bhaint.
- Ba cheart marc an tséala a bheith in-sainaitheanta go soiléir agus infheicthe go soiléir.
- Sainaitheant an tsampla: ní mór an sampla a bheith marcáilte go doscrista agus sainaitheanta ar bhealach a bhfuil nasc gan débhrí aige leis an tuarascáil samplála.
 - Tógtar na samplaí deiridh seo a leanas ó gach sampla comhiomlán nó sampla laghdaithe: ní mór ceann amháin a thógáil le haghaidh rialú (forfheidhmiú) agus ceann eile le haghaidh an oibreora gnólachta beatha (sampla cosanta). Faoi dheireadh, féadfar sampla deiridh amháin eile a thógáil le haghaidh tagartha. I gcás ina mbeidh an sampla comhiomlán iomlán homaiginithe, tógtar na samplaí deiridh ón sampla comhiomlán homaiginithe, ach amháin má tá coinbhleacht idir nós imeachta den sórt sin agus rialacha na mBallstát a mhéid a bhaineann le ceart an oibreora gnólachta beatha.
 - I gcomhréir le hAirteagal 15, míreanna 1 agus 2, de Rialachán (AE) 2017/625, i gcás inar gá chun sampláil oifigiúil a dhéanamh, déanfaidh oibreoirí gnólachta beatha an méid seo a leanas, i gcás ina gceanglóidh na húdaráis inniúla sin:
 - Rochtain a thabhairt d'fhoireann na n-údarás inniúil ar an trealamh atá faoi rialú acu, lena n-áirítear, i gcás inar gá, an trealamh samplála agus an trealamh cosanta pearsanta cuí a chur ar fáil;
 - Cúnamh a thabhairt d'fhoireann na n-údarás inniúil agus dul i gcomhar leo chun go mbeifear in ann an tsampláil a dhéanamh, lena n-áirítear rochtain a thabhairt d'fhoireann na n-údarás inniúil ar bheatha.

4. GAIREAS

- 4.1. Ní mór an gaireas samplála a bheith déanta d'ábhair nach féidir éilliú a dhéanamh ar na táirgí atá le sampláil. Gaireas atá beartaithe lena úsáid uaireanta iomadúla, ní mór é a bheith éasca a ghlanadh chun aon traséilliú a sheachaint.

4.2. **Gaireas a mholtar chun beatha sholadach a shampláil**4.2.1. *Sampláil de láimh*

4.2.1.1. Sluasaid samplála réthónach le taobhanna ingearacha.

- 4.2.1.2. Sleá shamplála le scoilt fhada nó urranna. Ní mór toisí na sleá samplála a bheith iomchuí do shaintréithe an tsampla (doimhneacht an choimeádáin, toisí an mhála, etc.) agus do mhéid cáithníní na beatha.

I gcás ina mbeidh roinnt cróite sa tsleá shamplála, chun a áirithiú go dtógfar an sampla ag suíomhanna éagsúla feadh na sleá, ba cheart urranna a bheith idir na cróite nó ba cheart na cróite a bheith céimnithe go seicheamhach.

4.2.2. *Sampláil mheicniúil*

Féadfar gaireas meicniúil iomchuí a úsáid chun beatha ghluaisteach a shampláil. Breithneofar an gaireas meicniúil a bheith iomchuí i gcás ina samplálfar an roinn iomlán den sreabhadh ar a laghad.

Is féidir sampláil a dhéanamh ar bheatha faoi shiúl (ag ardrátaí sreafa) le samplóirí uathoibríocha.

4.2.3. *Roinnteoir*

Más féidir agus más iomchuí, ba cheart gaireas arna cheapadh chun an sampla a roinnt ina chodanna comhionanna, a bheag nó a mhór, a úsáid chun samplaí laghdaithe a ullmhú ar bhealach ionadaíoch.

5. CEANGLAIS CHAINNÍOCHTÚLA A MHÉID A BHAINNEANN LEIS AN LÍON SAMPLAÍ INCRIMINTEACHA

- Tá na ceanglais chainníochtúla i bpointí 5.1 agus 5.2 a mhéid a bhaineann leis an líon samplaí incriminteacha infheidhme maidir le méideanna sampla suas le huasmhéid 500 tona ar ar féidir sampláil a dhéanamh ar bhealach ionadaíoch. An nós imeachta samplála a dtugtar tuairisc air, tá sé chomh bailí céanna le haghaidh cainníochtaí is mó ná an t-uasmhéid sampla forordaithe ar choinníoll go ndéanfar neamhaird den líon uasta samplaí incriminteacha a thugtar sna táblaí seo a leanas faoi phointí 5.1.1., 5.1.3. agus 5.1.5., agus go ndéanfar méadú comhréireach ar an líon samplaí incriminteacha a bheidh á gcinneadh ag an bhfoirmle fréimhe cearnaí a luaitear sa chuid iomchuí den nós imeachta (féach pointe 5.3.) agus ar an samplamhéid comhiomlán íosta. Ní chuireann sé sin cosc ar luchtóg mhór a bheith á roinnt ina fo-luchtóga beaga agus sampláil a bheith á déanamh ar gach fo-luchtóg i gcomhréir leis an nós imeachta ar a dtugtar tuairisc i bpointe 5.1 agus 5.2.
- Ní mór méid an tsampla a bheith i riocht agus gur féidir gach ceann dá chomhábhair a shampláil.
- I gcás luchtóga nó fo-luchtóga an-mhór (> 500 tona) agus i gcás luchtóga a iompraítear nó a stóráiltear ar bhealach nach féidir sampláil a dhéanamh i gcomhréir leis an nós imeachta samplála dá bhforáiltear i bpointí 5.1 agus 5.2 den phointe seo, tá an nós imeachta samplála dá bhforáiltear i bpointe 5.3 le cur i bhfeidhm.
- I gcás samplaí ciandíola, ní heol don údarás inniúil de ghnáth méid na luchtóige óna n-iarrtar an chainníocht. Dá bhrí sin, ní féidir an nós imeachta dá dtagraítear i bpointí 5.1 agus 5.2 a úsáid. Sa chás sin, cuirfear an nós imeachta ar a dtugtar tuairisc i bpointe 11 i bhfeidhm.
- I gcás ina gceanglófar leis an reachtaíocht ar an oibreoir gnólachta beatha an Rialachán seo a chomhlíonadh faoi chuimsiú córais faireacháin éigeantaigh, féadfaidh an t-oibreoir gnólachta beatha imeacht ó na ceanglais chainníochtúla dá bhforáiltear sa phointe seo chun saintréithe oibríochtúla a chur san áireamh ar choinníoll gur léirigh an t-oibreoir gnólachta beatha chun sástacht an údaráis inniúil go bhfuil an nós imeachta coibhéiseach a mhéid a bhaineann le hionadaíochas agus tar éis údarú a fháil ón údarás inniúil.
- I gcásanna eisceachtúla, mura féidir an modh samplála a leagtar amach a dhéanamh a mhéid a bhaineann leis na ceanglais chainníochtúla mar gheall ar an damáiste tráchtála neamh-inghlactha a dhéantar don luchtóg (mar gheall ar fhoirmeacha pacáistíochta, modhanna iompair, bealach stórála, etc.) féadfar modh malartach samplála a chur i bhfeidhm ar choinníoll go bhfuil sé chomh hionadaíoch is féidir agus go dtugtar tuairisc iomlán air agus go ndéantar é a dhoiciméadú go hiomlán.

5.1. Ceanglais chainníochtúla a mhéid a bhaineann le samplaí incriminteacha i ndáil leis an rialú ar shubstaintí nó táirgí arna ndáileadh go haonfhoirmeach ar fud na beatha

5.1.1. Beatha sholadach scaoilte

Méid an tsampla	An t-íoslíon samplaí incriminteacha
≤ 2,5 tona	7
> 2,5 tona	√ (an líon tonaí iolraithe faoi 20 atá sa sampla) (*), suas le 40 sampla incriminteacha

(*) I gcás inar codán í an uimhir a gheofar, slánófar go dtí an chéad slánuimhir eile í.

5.1.2. Beatha leachtach scaoilte

Méid an tsampla	An t-íoslíon samplaí incriminteacha
≤ 2,5 tona nó ≤ 2 500 lítear	4 (*)
> 2,5 tona nó > 2 500 lítear	7 (*)

(*) Sa chás nach féidir an leacht a dhéanamh aonfhoirmeach, ní mór an líon samplaí incriminteacha a mhéadú.

5.1.3. *Beatha phacáistithe*

Is féidir beatha (sholadach agus leachtach) a phacáistiú i málaí, cannaí, bairillí, etc., a dtagraítear dóibh sa tábla seo a leanas mar aonaid. Is gá aonaid mhóra (≥ 500 kg nó lítear) a shampláil i gcomhréir leis na forálacha dá bhforáiltear maidir le beatha scaoilte (féach pointe 5.1.1 agus 5.1.2).

Méid an tsampla	An t-íoslíon aonad ónar gá sampla incriminteach amháin (ar a laghad) a thógáil (*)
1 go 20 aonad	1 aonad (**)
21 go 150 aonad	3 aonad (**)
151 go 400 aonad	5 aonad (**)
> 400 aonad	$\frac{1}{4}$ de $\sqrt{\text{(an líon aonad atá sa sampla)}}$ (***), suas le 40 aonad
(*) I gcás ina bhféadfaí difear a dhéanamh don anailís dá n-osclofaí aonad (e.g. beathaí fliucha meatacha), beidh an t-aonad gan oscailt ina shampla incriminteach.	
(**) I gcás aonaid nach mó a n-inneachar ná 1 kg nó 1 lítear amháin, is éard a bheidh i sampla incriminteach inneachar aonaid bunaidh amháin.	
(***) I gcás inar codán í an uimhir a gheofar, slánófar go dtí an chéad slánuimhir eile í.	

5.1.4. *Bloic bheatha agus líreacáin mhianracha*

Tá bloc nó líreacán amháin ar a laghad le sampláil in aghaidh an tsampla de 25 aonad, suas le ceithre bhloc nó líreacán ar a mhéad.

I gcás bloic nó líreacáin nach mó a meáchan ná 1 kg an ceann, is éard a bheidh i sampla incriminteach inneachar bloic amháin nó líreacáin amháin.

5.1.5. *Gairbhseach /foráiste*

Méid an tsampla	An t-íoslíon samplaí incriminteacha (*)
≤ 5 thona	5
> 5 thona	$\sqrt{\text{(an líon tonaí iolraithe faoi 5 atá sa sampla)}}$ (**), suas le 40 sampla incriminteacha
(*) Aithnítear i gcásanna áirithe (e.g. sadhlais) nach féidir na samplaí incriminteacha is gá a thógáil gan damáiste doghlactha a dhéanamh don luchtóg. Féadfar modh malartach samplála a chur i bhfeidhm sna cásanna sin agus mionsaothraíodh treoraíocht maidir le sampláil a dhéanamh ar luchtóga den sórt sin, rud atá le fáil ag https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/animal-feed-guidance_documents_691_2013_en.pdf	
(**) I gcás inar codán í an uimhir a gheofar, slánófar go dtí an chéad slánuimhir eile í.	

5.2. **Ceanglais chainníochtúla a mhéid a bhaineann le samplaí incriminteacha i ndáil leis an rialú ar chomhábhair nó substaintí ar dócha go mbeidh siad dáilte go neamh-aonfhoirmeach i mbeatha**

Tá na ceanglais chainníochtúla sin i ndáil le samplaí incriminteacha le húsáid sna cásanna seo a leanas:

- rialú ar aflatocsainí, eargót seagail, míceatocsainí eile agus eisíontais luibhe dhíobhálacha in ábhair bheatha;
- rialú ar thraséiliú ó chomhábhar, lena n-áirítear ábhar géinmhodhnaithe, nó ó shubstaint a bhfuil coinne leis go mbeidh sí dáilte go neamh-aonfhoirmeach i mbeatha.

I gcás ina mbeidh amhras mór ar an údarás rialaithe go dtarlaíonn dáileadh neamh-aonfhoirmeach den sórt sin i gcás traséiliú ó chomhábhar nó ó shubstaint i mbeatha chumaisc freisin, is féidir na ceanglais chainníochtúla dá bhforáiltear sa tábla seo a leanas a chur i bhfeidhm.

Méid an tsampla	An t-íoslíon samplaí incriminteacha
< 80 tona	Féach ceanglais chainníochtúla faoi 5.1. An líon samplaí incriminteacha atá le tógáil, ní mór é a iolrú faoi 2.5.
≥ 80 tona	100

5.3. **Ceanglais chainníochtúla a mhéid a bhaineann le samplaí incriminteacha i gcás luchtóga an-mhór**

I gcás samplaí móra (samplaí > 500 tona), tá an líon samplaí incriminteacha atá le tógáil = 40 sampla incriminteacha + $\sqrt{\text{tonaí}}$ i ndáil leis an rialú ar shubstaintí nó táirgí arna ndáileadh go haonfhoirmeach ar fud na beatha nó 100 sampla incriminteacha + $\sqrt{\text{tonaí}}$ i ndáil leis an rialú ar chomhábhair nó substaintí ar dócha go mbeidh siad dáilte go neamh-aonfhoirmeach i mbeatha.

6. **CEANGLAIS CHAINNÍOCHTÚLA A MHÉID A BHAINNEANN LE SAMPLA COMHIOMLÁN**

Is gá sampla comhiomlán aonair in aghaidh an tsampla a bheith ann.

	Cineál na beatha	Íosmhéid an tsampla chomhiomláin (*) (**)
6.1.	Beatha scaoilte	4 kg
6.2.	Beatha phacáistithe:	4 kg (***)
6.3.	Beatha leachtach nó leathleachtach:	4 lítear
6.4.	Bloic bheatha nó líreacáin mhianracha:	
6.4.1.	ar mó meáchan gach ceann díobh ná 1 kg	4 kg
6.4.2.	nach mó meáchan gach ceann díobh ná 1 kg	meáchan ceithre bhloc nó líreacán bunaidh
6.5.	Gairbhseach/foráiste	4 kg (****)

(*) I gcás ina mbeidh ardluach ar an mbeatha shampláilte, is féidir cainníocht níos lú de shampla comhiomlán a thógáil ar choinníoll go dtugtar tuairisc air sin agus go ndéantar é a dhoiciméadú sa tuarascáil samplála.

(**) I gcomhréir le forálacha Rialachán (CE) Uimh. 619/2011 ón gCoimisiún an 24 Meitheamh 2011 lena leagtar síos na modhanna samplála agus anailíse chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar bheatha a mhéid a bhaineann le láithreachtaí ábhair ghéinmhodhnaithe a bhfuil nós imeachta um údarú ar feitheamh lena aghaidh nó a ndeachaigh a údarú in éag (IO L 166, 25.6.2011, lch. 9), ní mór 35 000 síol/grán ar a laghad a bheith sa sampla comhiomlán i dtaca leis an rialú ar láithreachtaí ábhair ghéinmhodhnaithe. Ciallaíonn sé sin nach mór méid an tsampla chomhiomláin a bheith 10,5 kg ar a laghad i gcás arbhar Indiach agus 7 kg ar a laghad i gcás pónairí soighe. I gcás síolta agus gráin eile, amhail eorna, muiléad, coirce, rís, seagal, cruithneacht agus síol ráibe, comhfhreagraíonn méid 4 kg an tsampla chomhiomláin do líon is mó ná 35 000 síol/grán.

(***) I gcás beatha phacáistithe, d'fhéadfadh sé freisin nárbh fhéidir méid 4 kg a bhaint amach le haghaidh an tsampla chomhiomláin ag brath ar mhéid na n-aonad aonair.

(****) I gcás ina mbainfidh sé le gairbhseach/foráiste ag a bhfuil saindlús íseal (e.g. féar tirim, tuí), ba cheart íosmhéid 1 kg a bheith sa sampla.

7. **CEANGLAIS CHAINNÍOCHTÚLA A MHÉID A BHAINNEANN LE SAMPLAÍ DEIRIDH**

Samplaí deiridh

Is gá anailís a dhéanamh ar shampla deiridh amháin ar a laghad. Méid an tsampla deiridh le haghaidh anailíse, ní bheidh sé níos lú ná na méideanna seo a leanas:

Beatha sholadach	500 g (*) (**) (***) (****)
Beatha leachtach nó leathleachtach	500 ml (*)
(*)	I gcomhréir le forálacha Rialachán (CE) Uimh. 619/2011, ní mór 10 000 siol/grán ar a laghad a bheith sa sampla deiridh i dtaca leis an rialú ar láithreachtaí ábhair ghéinmhodhnaithe. Ciallaíonn sé sin nach mór méid an tsampla deiridh a bheith 3 000 g ar a laghad i gcás arbhar Indiach agus 2 000 g ar a laghad i gcás pónairí soighe. I gcás síolta agus gráin eile, amhail eorna, muiléad, coirce, rís, seagal, cruithneacht agus siol ráibe, comhfhreagraíonn méid 500 g an tsampla deiridh do líon is mó ná 10 000 siol/grán.
(**)	I gcás ina mbeidh méid an tsampla chomhiomlán níos lú go mór ná 4 kg nó lítear (féach fonótaí, pointe 6), is féidir cainníocht níos lú den sampla deiridh a thógáil freisin ar choinníoll go dtugtar tuairisc air sin agus go ndéantar é a dhoiciméadú sa tuarascáil samplála.
(***)	I gcás ina ndéanfar sampláil ar phiseánaigh, gráin ghránaigh agus cnónna crann chun iarmhair lotnaidicídí a chinneadh, beidh íosmhéid an tsampla deiridh 1 kg i gcomhréir le forálacha Threoir 2022/63/CE ón gCoimisiún an 11 Iúil 2002 lena mbunaítear modhanna samplála Comhphobail chun iarmhair lotnaidicídí i mbia agus i mbeatha de bhunadh plandaí agus de bhunadh ainmhíoch, nó ar bhia agus ar bheatha den sórt sin, a rialú go hoifigiúil agus lena n-aisghairtear Treoir 79/700/CEE (IO L 187, 16.7.2002, lch. 30).
(****)	I gcás ina ndéanfar scrúdú trí bhíthin amharc-chigireachta nó micreascópachta, 1 kg a bheidh i méid an tsampla deiridh le haghaidh scrúdúcháin.

8. MODH SAMPLÁLA LE HAGHAIDH LUCHTÓGA AN-MHÓR NÓ LUCHTÓGA ARNA STÓRÁIL NÓ ARNA nIOMPAR AR BHEALACH A FHÁGANN NACH bhFUIL SAMPLÁIL INDÉANTA AR FUD NA LUCHTÓIGE

8.1. Prionsabail ghinearálta

I gcás nach féidir samplaí incriminteacha a thógáil ar fud na luchtóige iomláine mar gheall ar mhodh iompair nó stórála luchtóige, ba cheart sampláil a dhéanamh ar na luchtóga sin nuair a bheidh an luchtóg ag sreabhadh.

I gcás trádstórais mhóra atá ceaptha chun beatha a stóráil, ba cheart oibreoirí a spreagadh chun trealamh a shuiteáil sa trádstóras lena gcumasófar sampláil (uathoibríoch) ar fud na luchtóige stóráilte ina hiomláine.

I gcás ina gcuirfear i bhfeidhm na nósanna imeachta samplála dá bhforáiltear sa phointe seo, cuirtear an t-oibreoir gnólachta beatha nó a ionadaí ar an eolas faoin nós imeachta samplála. I gcás ina gceisteadh an t-oibreoir gnólachta beatha nó a ionadaí an nós imeachta samplála sin, cuirfidh an t-oibreoir gnólachta beatha nó a ionadaí ar a chumas don údarás inniúil sampláil a dhéanamh ar fud na luchtóige iomláine ar chostas an oibreora.

8.2. Luchtóga móra arna n-iompar le longa

8.2.1. Sampláil dhinimiciúil ar luchtóga móra arna n-iompar le longa

B'fhéarr sampláil a dhéanamh ar luchtóga móra i longa agus an táirge ag sreabhadh (sampláil dhinimiciúil).

Tá an tsampláil le déanamh in aghaidh an bhoilg lasta (eintiteas is féidir a dheighilt go fisiceach). Déantar boilg lasta a fholmhú i bpáirt i ndiaidh a chéile, áfach, ionas nach mbeidh an chéad deighilt fhisiceach ann a thuilleadh tar éis iad a aistriú chuig na saoráidí stórála. Dá bhrí sin, is féidir sampláil a dhéanamh de réir na chéad deighilte fisici nó de réir na deighilte tar éis aistriú chuig na saoráidí stórála.

Is féidir le díluchtú loinge dul ar aghaidh ar feadh roinnt laethanta. De ghnáth, ní mór sampláil a dhéanamh go tráthrialta le linn thréimhse iomlán an díluchtaithe. Ní féidir ná ní iomchuí i gcónaí cigire oifigiúil a bheith i láthair le haghaidh samplála le linn oibriú iomlán an díluchtaithe, áfach. Dá bhrí sin, ceadáítear sampláil a dhéanamh ar chuid (sampla) den luchtóg iomlán. Cinntear an líon samplaí incriminteacha trí mhéid na coda sampláilte a chur san áireamh.

I gcás ina ndéanfar sampláil ar chuid de luchtóg beatha den aicme chéanna nó den tuairisc chéanna agus ina sainaitheofar nach gcomhlíonann an chuid sin den luchtóg ceanglais an Aontais, glacfar leis go ndéantar difear amhlaidh don bheatha uile sa luchtóg sin, ach amháin mura bhfuil aon fhianaise ann tar éis measúnú mionsonraithe nach gcomhlíonann an chuid eile den luchtóg ceanglais an Aontais.

Fiú má thógtar an sampla oifigiúil go huathoibríoch, is gá cigire a bheith i láthair. Mar sin féin, i gcás ina ndéantar an tsampláil uathoibríoch le paraiméadair réamhshocraithe nach féidir a athrú le linn na samplála agus má bhailítear na samplaí incriminteacha i ngabhdán séalaithe, rud a chuireann cosc ar aon chalaois fhéideartha, ní gá cigire a bheith i láthair ansin ach amháin ag tús na samplála, gach uair is gá gabhdán na samplaí a athrú agus ag deireadh na samplála.

8.2.2. *Sampláil ar luchtóga arna n-iompar ar longa trí shampláil statach*

I gcás ina ndéanfar an tsampláil ar bhealach statach, ní mór an nós imeachta céanna dá bhforáiltear maidir le saoráidí stórála (sadhhlanna) atá inrochtana ón mbarr a chur i bhfeidhm (féach pointe 8.4.1).

Ní mór an tsampláil a dhéanamh ar an gcuid inrochtana (ón mbarr) den luchtóg/bolg lasta. Cinntear an líon samplaí incriminteacha trí mhéid na coda sampláilte a chur san áireamh. I gcás ina ndéanfar sampláil ar chuid de luchtóg beatha den aicme chéanna nó den tuairisc chéanna agus ina sainaitheofar nach gcomhlíonann an chuid sin den luchtóg ceanglais an Aontais, glactar leis go ndéantar difear amhlaidh don bheatha uile sa luchtóg sin, ach amháin mura bhfuil aon fhianaise ann tar éis measúnú mionsonraithe nach gcomhlíonann an chuid eile den luchtóg ceanglais an Aontais.

8.3. **Sampláil ar luchtóga móra a stóráiltear i dtrádstórais**

Ní mór an tsampláil a dhéanamh ar an gcuid inrochtana den luchtóg. Cinntear an líon samplaí incriminteacha trí mhéid na coda sampláilte a chur san áireamh. I gcás ina ndéanfar sampláil ar chuid de luchtóg beatha den aicme chéanna nó den tuairisc chéanna agus ina sainaitheofar nach gcomhlíonann an chuid sin den luchtóg ceanglais an Aontais, glactar leis go ndéantar difear amhlaidh don bheatha uile sa luchtóg sin, ach amháin mura bhfuil aon fhianaise ann tar éis measúnú mionsonraithe nach gcomhlíonann an chuid eile den luchtóg ceanglais an Aontais.

8.4. **Sampláil ar shaoráidí stórála (sadhhlanna)**

8.4.1. *Sampláil ar shadhhlanna atá inrochtana (go héasca) ón mbarr*

Ní mór an tsampláil a dhéanamh ar an gcuid inrochtana den luchtóg. Cinntear an líon samplaí incriminteacha trí mhéid na coda sampláilte a chur san áireamh. I gcás ina ndéanfar sampláil ar chuid de luchtóg beatha den aicme chéanna nó den tuairisc chéanna agus ina sainaitheofar nach gcomhlíonann an chuid sin den luchtóg ceanglais an Aontais, glactar leis go ndéantar difear amhlaidh don bheatha uile sa luchtóg sin, ach amháin mura bhfuil aon fhianaise ann tar éis measúnú mionsonraithe nach gcomhlíonann an chuid eile den luchtóg ceanglais an Aontais.

8.4.2. *Sampláil ar shadhhlanna nach bhfuil inrochtana ón mbarr (sadhhlanna dúnta)*

8.4.2.1. *Sadhhlanna nach bhfuil inrochtana ón mbarr (sadhhlanna dúnta) a bhfuil a méid > 100 tona*

Ní féidir beatha a stóráiltear i sadhlanna den sórt sin a shampláil ar bhealach statach. Dá bhrí sin, i gcás inar gá an bheatha sa tsadhhlann a shampláil agus nach féidir an choinsíneacht a bhogadh, ní mór comhaontú a dhéanamh leis an oibreoir gur gá dó an cigire a chur ar an eolas faoin uair a dhíluchofar an tsadhhlann ionas go mbeifear in ann an tsampláil a dhéanamh nuair a bheidh an bheatha ag sreabhadh.

8.4.2.2. *Sadhhlanna nach bhfuil inrochtana ón mbarr (sadhhlanna dúnta) a bhfuil a méid < 100 tona*

Baineann an nós imeachta samplála le cainníocht 50 go 100 kg a scaoileadh isteach i ngabhdán agus an sampla a thógáil uaidh. Comhfhreagraíonn méid an tsampla chomhiomláin don luchtóg iomlán agus baineann an líon samplaí incriminteacha leis an gcainníocht beatha ón tsadhhlann a scaoiltear lena sampláil. I gcás ina ndéanfar sampláil ar chuid de luchtóg beatha den aicme chéanna nó den tuairisc chéanna agus ina sainaitheofar nach gcomhlíonann an chuid sin den luchtóg ceanglais an Aontais, glactar leis go ndéantar difear amhlaidh don bheatha uile sa luchtóg sin, ach amháin mura bhfuil aon fhianaise ann tar éis measúnú mionsonraithe nach gcomhlíonann an chuid eile den luchtóg ceanglais an Aontais.

8.5. **Sampláil ar bheatha scaoilte i gcoimeádáin mhóra dhúnta**

Is minic nach féidir na luchtóga sin a shampláil ach amháin nuair a dhíluchofaítear iad. I gcásanna áirithe, ní féidir díluchoft ag an bpointe allmhairiúcháin nó rialaithe agus, dá bhrí sin, ba cheart an tsampláil a dhéanamh nuair a dhíluchofaítear na coimeádáin sin.

9. **TREORACHA CHUN NA SAMPLAÍ A THÓGÁIL, A ULLMHÚ AGUS A PHACÁISTIÚ**

9.1. **Ginearálta**

Ní mór na samplaí a thógáil agus a ullmhú gan moill mhíchúí, agus aird á tabhairt ar na réamhchúraimí a bhfuil gá leo chun a áirithiú nach n-athrófar ná nach n-éileofar an táirge. Ionstraimí, dromchlaí agus coimeádáin atá beartaithe chun samplaí a ghlacadh, ní mór iad a bheith glan agus tirim.

9.2. Samplaí incriminteacha

Ní mór samplaí incriminteacha a thógáil go randamach agus a bheith dáilte go cothrom ar fud an tsampla iomláin agus ní mór a méideanna a bheith comhionann, a bheag nó a mhór.

Is é méid an tsampla incrimintigh, ar a laghad, 100 gram nó 25 ghram i gcás gairbhsí/foráiste ag a bhfuil saindlús íseal.

I gcás inar gá níos lú ná 40 sampla incriminteacha a thógáil i gcomhréir leis na rialacha maidir leis an nós imeachta samplála a leagtar síos i bpointe 8, cinnfear méid na samplaí incriminteacha de réir mhéid an tsampla chomhiomláin is gá a bhaint amach (féach pointe 6).

I gcás ina ndéanfar sampláil ar luchtóga beaga de bheatha phacáistithe agus inar gá, de réir na gceanglas cainníochtúil, líon teoranta samplaí incriminteacha a thógáil, is éard a bheidh i sampla incriminteach inneachar aonaid bunaidh amháin nach mó a inneachar ná 1 kg ná 1 lítear amháin.

I gcás ina ndéanfar sampláil ar bheatha phacáistithe atá comhdhéanta d'aonaid bheaga (e.g. < 250 g), braitheann méid an tsampla incrimintigh ar mhéid an aonaid.

I gcás samplaí ciandíola, braitheann méid an tsampla incrimintigh ar mhéid an aonaid agus d'fhéadfadh méid is lú ná 100 g nó 100 ml a bheith ann i gcásanna aonair.

9.2.1. Beatha scaoilte

I gcás inarb iomchuí, féadfar sampláil a dhéanamh nuair a bheidh an sampla á bhogadh (á luchtú nó á dhíluchtú).

9.2.2. Beatha phacáistithe

Agus roghnú déanta ar an líon aonad is gá le haghaidh samplála mar a shonraítear i bpointe 5, úsáidfear sleá nó sluasaid chun cuid d'inneachar gach aonaid a bhaint. I gcás inar gá, tógfar na samplaí tar éis na haonaid a fholmhú ar leithligh.

9.2.3. Beatha leachtach nó leathleachtach homaiginithe nó in-homaiginithe

Agus roghnú déanta ar an líon aonad is gá le haghaidh samplála mar a shonraítear i bpointe 5, déanfar an t-inneachar a homaiginiú más gá agus bainfear méid de gach aonad.

Féadfar na samplaí incriminteacha a thógáil nuair a bheidh an t-inneachar á scaoileadh.

9.2.4. Beatha leachtach nó leathleachtach neamh-in-homaiginithe

Agus roghnú déanta ar an líon aonad is gá le haghaidh samplála mar a shonraítear i bpointe 5, tógfar samplaí ó leibhéil éagsúla.

Féadfar samplaí a thógáil freisin nuair a bheidh an t-inneachar á scaoileadh, ach diúscrófar na chéad chodáin.

I gceachtar cás, an toirt iomlán arna tógáil, ní mór gan í a bheith níos lú ná 10 lítear.

9.2.5. Bloic bheatha agus líreacáin mhianracha

Agus roghnú déanta ar an líon bloc nó líreacán is gá le haghaidh samplála mar a shonraítear i bpointe 5, is féidir cuid de gach bloc nó líreacán a thógáil. I gcás ina mbeidh amhras go bhfuil bloc nó líreacán neamh-aonfhoirmeach, is féidir an bloc nó an líreacán iomlán a thógáil mar shampla.

I gcás bloic nó líreacáin nach mó a meáchan ná 1 kg an ceann, is éard a bheidh i sampla incriminteach inneachar bloic amháin nó líreacán amháin.

9.3. Ullmhú na samplaí comhiomlána

Déanfar na samplaí incriminteacha a mheascadh chun sampla comhiomlán aonair a chruthú.

9.4. Samplaí deiridh a ullmhú

Déanfar an t-ábhar sa sampla comhiomlán a mheascadh go cúramach ^(?).

^(?) Déanfar aon chnap a bhriseadh suas (trína scaradh amach ón sampla agus a chur ar ais ann).

Cuirfear gach sampla i gcoimeádán/gabhdán iomchuí. Déanfar gach réamhchúram is gá chun go seachnófar aon athrú ar chomhdhéanamh an tsampla, nó aon éilliú nó truaillmheascadh air, a d'fhéadfadh teacht chun cinn le linn iompair nó stórála.

9.4.1. *Substaintí arna ndáileadh go haonfhoirmeach*

I gcás rialú ar chomhábhair nó substaintí arna ndáileadh go haonfhoirmeach ar fud na beatha, is féidir an sampla comhiomlán a laghdú go hionadaíoch chuig 2,0 kg nó 2,0 lítear ar a laghad (sampla laghdaithe) ⁽³⁾ agus b'fhearr roinnteoir meicniúil nó uathoibríoch a úsáid chuige sin. I gcás rialú ar láithreach iarmhar lotnaidicídí i bipseánaigh, gráin ghránaigh agus cnónna crann, is é íosmhéid an tsampla laghdaithe 3 kg. I gcás nach mbeifear in ann roinnteoir a úsáid mar gheall ar chineál na beatha nó nach mbeidh an roinnteoir ar fáil, is féidir an modh ceathrúnaithe a úsáid chun an sampla a laghdú.

Ón sampla comhiomlán nó ó na samplaí laghdaithe, tógfar na samplaí deiridh ansin (le haghaidh rialú, cosanta agus tagartha, b'fhéidir), ar samplaí iad a bheidh ar cóimhéid a bheag nó a mhór agus a chomhlíonfaidh ceanglais chainníochtúla phointe 7.

9.4.2. *Substaintí arna ndáileadh go neamh-aonfhoirmeach*

I gcás rialú ar chomhábhair, lena n-áirítear ábhar géinmhodhnaithe, nó ar shubstaintí ar dócha go mbeidh siad dáihte go neamh-aonfhoirmeach i mbeatha, is mar a leanas a bheidh an sampla comhiomlán:

- (i) homaiginithe go hiomlán. Ina dhiaidh sin, ón sampla comhiomlán homaiginithe, tógfar na samplaí deiridh ansin (le haghaidh rialú, cosanta agus tagartha, b'fhéidir), ar samplaí iad a bheidh ar cóimhéid a bheag nó a mhór agus a chomhlíonfaidh ceanglais chainníochtúla phointe 7; nó
- (ii) laghdaithe chuig 2 kg nó 2 lítear ar a laghad ⁽⁴⁾ trí roinnteoir meicniúil nó uathoibríoch a úsáid. Sa chás nach mbeifear in ann roinnteoir a úsáid mar gheall ar chineál na beatha agus sa chás sin amháin, is féidir an modh ceathrúnaithe a úsáid, más gá, chun an sampla a laghdú. Chun rialú a dhéanamh ar láithreach ábhair ghéinmhodhnaithe faoi chuimsiú Rialachán (AE) Uimh. 619/2011, ní mór 35 000 síol/grán a bheith sa sampla laghdaithe ionas go mbeifear in ann na samplaí deiridh a fháil le haghaidh forfheidhmiú, cosanta agus tagartha, b'fhéidir, ina mbeidh 10 000 síol/grán (féach fonóta^(*)) i bpointe 6 agus fonóta^(*) i bpointe 7).

Ón sampla laghdaithe, tógfar na samplaí deiridh ansin, ar samplaí iad a bheidh ar cóimhéid a bheag nó a mhór agus a chomhlíonfaidh ceanglais chainníochtúla phointe 7.

9.5. **Samplaí a phacáistiú**

Déanfar na coimeádáin nó na pacáistí a shéalú agus a lipéadú ar bhealach nach féidir iad a oscailt gan damáiste a dhéanamh don séala. Ní mór an lipéad iomlán a bheith ionchorpraithe sa séala. De rogha air sin, is féidir an sampla a chur i ngabhdán is féidir a dhúnadh ar bhealach nach féidir é a oscailt gan damáiste dochúlaithe a dhéanamh don ghabhdán nó don choimeádán, rud a sheachnóidh athúsáid an ghabhdáin nó an choimeádáin.

9.6. **Samplaí a sheoladh chuig an tsaotharlann**

Seolfar an sampla gan moill mhíchúí chuig an tsaotharlann anailíseach ainmnithe, in éineacht leis an bhfaisnéis a bhfuil gá ag an anailísí léi.

10. **TAIFEAD SAMPLÁLA**

Ní mór taifead a choimeád ar gach sampla, lena n-áirítear gach sampla agus a mhéid a shainaithint gan débhrí.

Luafar sa taifead freisin aon bhealach a n-imítear ón nós imeachta samplála dá bhforáiltear sa Rialachán seo.

Seachas an taifead a chur ar fáil don tsaotharlann anailíseach ainmnithe, cuirfear an taifead ar fáil don oibreoir gnólachta beatha agus/nó don tsaotharlann arna hainmniú ag an oibreoir gnólachta beatha.

⁽³⁾ Ach amháin i gcás gairbhí/foráiste ag a bhfuil saindlús íseal.

⁽⁴⁾ Ach amháin i gcás gairbhí/foráiste ag a bhfuil saindlús íseal.

11. SAMPLA CIANDÍOLA

- I gcás sampla ciandíola, iarrfar an bheatha ar an oibreoir gnólachta beatha trí bhíthin teicnící cianchumarsáide. Sa chás sin, nuair a bheidh an bheatha á hiarraidh, ní gá don údarás inniúil a chéannacht oifigiúil a chur in iúl don oibreoir gnólachta beatha agus féadfaidh sé céannacht cheilte a úsáid.
- Ní mór sampla comhiomlán agus samplaí deiridh an tsampla ciandíola a thógáil láithreach ar an gcoinsíneacht a bheith faighte ag daoine atá údaraithe chun na críche sin. Chun an sampla comhiomlán a ghiniúint, is gá líon iomchuí samplaí incriminteacha a thógáil go randamach agus a bheith dáilte go cothrom ón gcainníocht iomlán arna bhfáil agus arna meascadh/homaiginiú go cúramach i gcomhréir, a mhéid is féidir, leis na prionsabail a leagtar síos i bpointe 5 agus pointí 9.2 agus 9.3. Má tá an bheatha pacáistithe in aonaid aonair, ba cheart 4 aonad ar a laghad a fháil, ónár gá sampla incriminteach amháin ar a laghad a thógáil. Má léirítear ar bhonn cás ar chás gur as luchtóga éagsúla iad na haonaid a fhaightear, is gá an líon aonad atá le sampláil a laghdú agus a theorannú chuig na haonaid sin ar de thionscnamh na luchtóige céanna iad. I gcás ina ndéanfar anailís ar an sampla ciandíola le haghaidh comhábhair nó substaintí arna ndáileadh go neamh-aonfhoirmeach i mbeatha, is gá an líon samplaí incriminteacha a bheith 2,5 uair níos airde ná an líon samplaí ar a ndéantar anailís le haghaidh substaintí arna ndáileadh go haonfhoirmeach ar fud na beatha.

Ón sampla comhiomlán, tógtar na samplaí deiridh comhfhreagracha (le haghaidh rialú, cosanta agus tagartha, b'fhéidir) ansin i gcomhréir, a mhéid is indéanta, leis na prionsabail a leagtar síos i bpointe 9,4 agus léirítear sa taifead samplála gur sampla ciandíola é an sampla. Ansin, cuireann an t-údarás inniúil an t-oibreoir gnólachta beatha ar an eolas láithreach faoin tsampláil. Tugtar fógra don oibreoir gnólachta beatha freisin go ndéanann an t-údarás inniúil sampla amháin (le haghaidh cosanta) a choimeád, i gcás inar féidir, ionas go mbeidh fáil aige air, i suíomh sonraithe, chun críoch cosanta nó a sheoladh chuig an oibreoir gnólachta beatha nó chuig an tsaotharlann arna hainmniú ag an oibreoir gnólachta beatha i gcomhréir leis na rialacha náisiúnta atá i bhfeidhm.

Má sheoltar an sampla go díreach chuig an tsaotharlann oifigiúil, ní mór do dhaoine atá údaraithe chun an sampla deiridh a ullmhú agus a shéalú sa tsaotharlann déanamh amhlaidh nó ní mór sin a dhéanamh i láthair daoine atá údaraithe chun na críche sin. Is gá taifead samplála an tsampla ciandíola a sheoladh chuig an údarás inniúil láithreach i ndiaidh fhoirmiú na samplaí deiridh, a chuireann an t-oibreoir gnólachta beatha ar an eolas faoin tsampláil.

Breithnítear gur cuid de luchtóg beatha den aicme chéanna nó den tuairisc chéanna í an chainníocht a sholáthraíonn an t-oibreoir gnólachta beatha don údarás inniúil. I gcomhréir le hAirteagal 15 de Rialachán (CE) Uimh. 178/2002 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle ⁽³⁾, má sainaithníodh nach gcomhlíonann an chuid sin den luchtóg ceanglais an Aontais, glactar leis, i gcás sampla ciandíola freisin, go ndéantar difear amhlaidh don bheatha uile sa luchtóg sin, ach amháin mura bhfuil aon fhianaise ann tar éis measúnú mionsonraithe (i gcigireacht ar an láthair i gcás inarb iomchuí) nach gcomhlíonann an chuid eile den luchtóg ceanglais an Aontais.⁴

⁽³⁾ Rialachán (CE) Uimh. 178/2002 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle an 28 Eanáir 2002 lena leagtar síos prionsabail agus ceanglais ghinearálta dhlí an bhia, lena mbunaítear an tÚdarás Eorpach um Shábháilteacht Bia agus lena leagtar síos nósanna imeachta i dtaca le sábháilteacht bia (IO L 31, 1.2.2002, lch. 1).

IARSCRÍBHINN II

‘IARSCRÍBHINN II

FORÁLACHA GINEARÁLTA MAIDIR LE MODHANNA ANAILÍSE LE HAGHAIDH BEATHA

A. SAMPLAÍ A ULLMHÚ LE HAGHAIDH ANAILÍSE

1. Cuspóir

Baineann na nósanna imeachta ar a dtugtar tuairisc san Iarscríbhinn seo le samplaí a ullmhú le haghaidh anailíse, a sheoltar chuig na saotharlanna rialaithe tar éis samplála i gcomhréir leis na forálacha a leagtar síos in Iarscríbhinn I.

Ní mór na samplaí saotharlainne a ullmhú ar bhealach a mbeidh na méideanna a mheáitear amach, dá bhforáiltear sna modhanna anailíse, aonfhoirmeach agus ionadaíoch ar na samplaí deiridh.

I dteannta na nósanna imeachta ar a dtugtar tuairisc san Iarscríbhinn seo, leanfar na treoirlínte maidir le hullmhúcháin samplaí dá bhforáiltear le EN ISO 6498.

2. Réamhchúraimí atá le glacadh

An nós imeachta ullmhúcháin samplaí atá le leanúint, braitheann sé ar na modhanna anailíse atá le húsáid agus ar na comhábhair nó na substaintí atá le rialú. Tá sé rithábhachtach dá bhrí sin go mbeidh an nós imeachta ullmhúcháin samplaí a leantar iomchuí don mhodh anailíse a úsáidtear agus do na comhábhair nó na substaintí atá le rialú.

Ní mór na hoibríochtaí uile is gá a dhéanamh ar bhealach a seachnófar a mhéid is féidir éilliú an tsampla agus athruithe ar a chomhdhéanamh.

Déanfar meilt, meascadh agus criathrú gan mhoill agus gan an sampla a nochtadh don aer ná do sholas ach a laghad is gá. Ní úsáidfear muilt ná meilteoirí ar dócha go ndéanfaidh siad an sampla a théamh go suntasach.

Moltar meilt a dhéanamh de láimh i gcás beatha atá thar a bheith íogair i leith teasa. Beifear cúramach freisin chun a áirithiú nach foinse éillithe é an gaireas féin.

An sampla a homaiginiú trína mheascadh in uisce le meascthoir ardfhiair chun sciodar a ullmhú, cruthaíodh i gcásanna áirithe go soláthraíonn sé sin foshamplaí níos homaiginithe ná an homaiginiú tirim/meilt thirim, go háirithe i gcás substaintí ceimiceacha arna ndáileadh go neamh-aonfhoirmeach. D'fhéadfadh an homaiginiú trí mheilt thirim leordhóthanach foshamplaí aonfhoirmeacha a sholáthar freisin, áfach.

I gcásanna áirithe, amhail eargót seagail, eisíontaís dhíobhálacha, etc., a chinneadh, ní féidir an sampla a homaiginiú trína mheilt ach tríd an sampla a mheascadh go leordhóthanach.

Mura féidir an t-ullmhú a dhéanamh gan cion taise an tsampla a athrú go mór, déan an cion taise a chinneadh roimh an ullmhú agus ina dhiaidh de réir an mhodha a leagtar síos i gCuid A d'Iarscríbhinn III.

3. Nós imeachta

3.1. An nós imeachta ginearálta

Tógtar an tslánchuid tástála ón sampla homaiginithe deiridh. Ní mholtar cónú agus ceathrúnú toisc go bhféadfadh sé sin slánchodanna tástála a sholáthar a bhfuil earráid ard scoilteacháin acu.

3.1.1. Beatha is féidir a mheilt mar atá

— Measc an sampla deiridh agus bailigh i gcoimeádán tirim glan oiriúnach é a bhfuil stopallán aer-obach feistithe air. Measc arís é chun homaiginiú iomlán a áirithiú, go díreach sula meáfar amach an méid le haghaidh anailíse (slánchuid tástála).

3.1.2. Beatha is féidir a mheilt tar éis a triomaithe

— Mura sonraítear a mhalairt sna modhanna anailíse, triomaigh an sampla deiridh chun a chion taise a íslú go leibhéal idir 8 agus 12 %, de réir an nós imeachta um réamhthriomú ar a dtugtar tuairisc faoi phointe 4.3 den mhodh cinntiúcháin taise a luaitear i gCuid A d'Iarscríbhinn III). Téigh ar aghaidh ansin mar a shonraítear i bpointe 3.1.1.

3.1.3. Beatha leachtach nó leathleachtach

- Bailigh an sampla deiridh i gcoimeádán tirim glan oiriúnach, a bhfuil stopallán aer-obach feistithe air. Measc go maith é chun homaiginiú iomlán a áirithiú, go díreach sula meáfar amach an méid le haghaidh anailíse (slánchuid tástála).

3.1.4. Beatha eile

- Samplaí deiridh nach féidir a ullmhú de réir ceann de na nósanna imeachta thuas, caithfear leo de réir aon nós imeachta eile lena n-áirithítear go bhfuil na méideanna a mheáitear amach le haghaidh na hanailíse (slánchuid tástála) aonfhoirmeach agus ionadaíoch ar na samplaí deiridh.

3.2. *Nós imeachta sonracha i gcás scrúdú trí bhíthin amharc-chigireachta nó micreascópachta nó i gcásanna ina mbeidh an sampla comhiomlán ina iomláine homaiginithe*

- I gcás scrúdú trí bhíthin amharc-chigireachta (gan úsáid a bhaint as micreascóp), úsáidtear an sampla deiridh nó comhiomlán ina iomláine le haghaidh scrúdú.
- I gcás scrúdú micreascópach, féadfaidh an tsaotharlann an sampla comhiomlán a laghdú, nó an sampla laghdaithe a laghdú a thuilleadh. Na samplaí deiridh chun críoch cosanta agus tagartha, b'fhéidir, tógtar iad de réir nós imeachta atá coibhéiseach leis an nós imeachta a leantar i gcás an tsampla deiridh le haghaidh forfheidhmiú.
- I gcás ina mbeidh an sampla comhiomlán ina iomláine homaiginithe, tógtar na samplaí deiridh ón sampla comhiomlán homaiginithe.
- Chun eargót seagail agus eisióntais luibhe dhíobhálacha a chinneadh, is gá an sampla deiridh a roinnt ina 2 fhoshampla ina bhfuil meáchan comhionann de thart ar 500 gram. Déantar scrúdú ar fhoshampla amháin. I gcás ina bhfuil toradh na bhfoshamplaí cothrom le nó níos lú ná 50 % (tairseach anailíseach) den uasleibhéal, tá an sampla i gcomhréir leis an uasleibhéal. Má tá an toradh os cionn 50 % den uasleibhéal, is gá scrúdú a dhéanamh ar fhoshampla eile agus úsáidtear meántoradh an dá fhoshampla chun a sheiceáil an bhfuil an t-uasleibhéal á chomhlíonadh.

4. **Samplaí a stóráil**

Ní mór samplaí a stóráil ag teocht nach n-athróidh a gcomhdhéanamh. Samplaí atá beartaithe le haghaidh anailíse ar vitimíní nó substaintí atá thar a bheith íogair i leith solais, stórálfar iad i ndálaí a fhágfaidh nach ndéanfaidh solas dochar don sampla.

B. FORÁLACHA A BHIAINEANN LE HIMOIBRITHE AGUS GAIREAS A ÚSÁIDTEAR I MODHANNA ANAILÍSE

1. Mura sonraítear a mhalairt sna modhanna anailíse, ní mór gach imoibrí anailíseach a bheith íon ó thaobh anailíse de (a.p.). I gcás ina ndéanfar anailís rianta, ní mór íonacht na n-imoibrithe a sheiceáil trí bháncinneadh. D'fhéadfadh sé gur ghá na himoibrithe a íonú a thuilleadh ag brath ar na torthaí a fhaightear.
2. In aon oibríocht ina n-ullmhaítear tuaslagáin, le caolú, sruthlú nó níochán, arna lua sna modhanna anailíse gan aon tasc ar chineál an tuaslagóra nó an chaolaitheora a úsáidtear, tugtar le tuiscint nach mór uisce a úsáid. Mar riail ghinearálta, déanfar uisce a dhímhianrú nó a dhriogadh. I gcásanna áirithe, a shonraítear sna modhanna anailíse, ní mór é a chur faoi réir nósanna imeachta íonúcháin speisialta.
3. I bhfianaise an trealamh a fhaightear de ghnáth i saotharlanna rialaithe, ní thagraítear sna modhanna anailíse ach do na hionstraimí agus do na gairis sin atá speisialta nó is gá a úsáid ar bhealach sonracha. Ní mór iad a bheith glan, go háirithe i gcás inar gá méideanna an-bheag substaintí a chinneadh.

C. MODHANNA ANAILÍSE A CHUR I BHFEIDHM AGUS NA TORTHAÍ A CHUR IN IÚL

1. **Nós imeachta eastósctha**

Cinneann roinnt modhanna nós imeachta sonracha eastósctha. Mar riail ghinearálta, is féidir nósanna imeachta eastósctha seachas an nós imeachta dá dtagraítear sa mhodh a chur i bhfeidhm ar choinníoll gur cruthaíodh go bhfuil éifeachtúlacht eastósctha an nós imeachta eastósctha a úsáidtear le haghaidh na mairíse ar a ndéantar anailís coibhéiseach leis an nós imeachta a luaitear sa mhodh.

2. Níos imeachta glantacháin

Cinneann roinnt modhanna nós imeachta sonracha glantacháin. Mar riail ghinearálta, is féidir nósanna imeachta glantacháin seachas an nós imeachta dá dtagraítear sa mhodh a chur i bhfeidhm ar choinníoll gur cruthaíodh go bhfuil torthaí anailíse an nós imeachta glantacháin a úsáidtear le haghaidh na maitrise ar a ndéantar anailís coibhéiseach leis an nós imeachta a luaitear sa mhodh.

3. An líon cinntiúchán

I gcás ina ndéantar anailís ar shubstaintí neamh-inmhianaithe, má tá toradh an chéad chinntiúchán níos ísle go mór (> 50 %) ná an tsonraíocht atá le rialú, ní gá aon chinntiúchán breise a dhéanamh, ar choinníoll go gcuirtear na nósanna imeachta cáilíochta iomchuí i bhfeidhm. I gcásanna eile, is gá anailís dhúblach (an dara cinntiúchán) a dhéanamh chun an fhéidearthacht gur tharla traséiliú inmheánach nó gur meascadh samplaí trí thimpiste a chur as an áireamh. Úsáidtear meán dhá chinntiúchán chun measúnú breise a dhéanamh.

I gcás rialú ar íosleibhéil nó uasleibhéil breiseán beathaithe, má tá torthaí an chéad chinntiúchán os cionn an íosleibhéil nó faoi bhun an uasleibhéil ní gá aon chinntiúchán breise a dhéanamh, ar choinníoll go gcuirtear na nósanna imeachta cáilíochta iomchuí i bhfeidhm. I gcásanna eile, is gá anailís dhúblach (an dara cinntiúchán) a dhéanamh chun an fhéidearthacht gur tharla traséiliú inmheánach nó gur meascadh samplaí trí thimpiste a chur as an áireamh. Úsáidtear meán dhá chinntiúchán chun measúnú breise a dhéanamh.

I gcás rialú ar chion dearbhaithe substainte nó comhábhair, má dheimhníonn torthaí an chéad chinntiúchán an cion dearbhaithe, i.e. tagann an toradh anailíse faoi raon athrúcháin inghlactha an chion dearbhaithe, ní gá aon chinntiúchán breise a dhéanamh, ar choinníoll go gcuirtear na nósanna imeachta cáilíochta iomchuí i bhfeidhm. I gcásanna eile, is gá anailís dhúblach (an dara cinntiúchán) a dhéanamh chun an fhéidearthacht gur tharla traséiliú inmheánach nó gur meascadh samplaí trí thimpiste a chur as an áireamh. Úsáidtear meán dhá chinntiúchán chun measúnú breise a dhéanamh (tagann nó ní tagann an meántoradh anailíse faoi raon athrúcháin inghlactha an chion dearbhaithe).

I gcásanna áirithe sainítear an raon athrúcháin inghlactha sin sa reachtaíocht amháil i Rialachán (AE) Uimh. 767/2009 agus Rialachán (AE) 2019/4 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle ⁽¹⁾.

4. An modh anailíse a úsáidtear a thuairisciú

Luafar sa tuarascáil anailíse an modh anailíse a úsáidtear.

5. An toradh anailíse a thuairisciú

Sloinnfear an toradh anailíse ar an mbealach a leagtar síos sa mhodh anailíse chuig líon iomchuí figiúirí suntasacha agus ceartófar é, más gá, i leith chion taise an tsampla deiridh roimh ullmhú.

Déantar formhór na leibhéil rialála i reachtaíocht an Aontais maidir le beatha ainmhithe a leagan síos i gcoibhneas le beatha ina bhfuil cion taise 12 %. Dá bhrí sin, sna cásanna sin, chun an toradh anailíse a thomhaistear ar an sampla a mheasúnú in aghaidh an leibhéil rialála, is gá ar dtús an toradh anailíse a roinnt ar chion ábhair thirim an tsampla (in %) arna iolrú faoi 88, mar a shonraítear san fhoirmle seo a leanas:

$$R_{12\%} = \frac{88 \times R_{ana}}{100 - Mc}$$

i gcás inarb amhlaidh:

Mc: cion taise an tsampla (in %). Dá bhrí sin, is é atá in 100 – Mc cion ábhair thirim an tsampla (in %).

R_{ana} : an toradh anailíse mar a thomhaistear ar an sampla é.

$R_{12\%}$: toradh i gcás beatha ina bhfuil cion taise 12 %; le measúnú in aghaidh an leibhéil rialála.

⁽¹⁾ Rialachán (AE) 2019/4 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle an 11 Nollaig 2018 maidir le beatha íocleasaithe a mhonarú, a chur ar an margadh agus a úsáid, lena leasaítear Treoir (CE) Uimh. 183/2005 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle agus lena n-aisghairtear Treoir 90/167/CEE ón gComhairle (IO L 4, 7.1.2019, lch. 1).

Ina theannta sin, más amhlaidh go gcomhlíontar na coinníollacha seo a leanas:

- tá toradh na hanailíse níos ísle nó níos airde go mór (> 50 %) ná an fhaisnéis/an tsonraíocht lipéadaithe atá le rialú (ag brath ar cé acu uasleibhéal nó íosleibhéal atá san fhaisnéis/sa tsonraíocht lipéadaithe);
- is eol cion taise na beatha sampláilte agus is féidir a chinneadh nach n-athrófar an measúnú trína cheartú i leith an chion taise,

ansin, ar choinníoll go gcuirtear na nósanna imeachta cáilíochta iomchuí i bhfeidhm agus go ndéantar an anailís chun comhlíontacht le forálacha dlí a sheiceáil agus chun na críche sin amháin, d'fhéadfaí an ceartú i leith an chion taise a fhágáil ar lár (e.g. i gcásanna nach ann d'aon sonraíocht nó leibhéal rialála), ach amháin má tá gá leis le haghaidh léirmhíniú.

Má dhéantar an toradh anailíse a cheartú i leith an chion taise, ní mór an neamhchinnteacht tomhais chomhfhreagrach a cheartú freisin sa nós imeachta céanna.

I gcás ina ndéanfar eargót seagail nó eisióntais luibhe dhíobhálacha a chinneadh trí scrúdú amhairc/micreascópach, ní gá ceartú i leith an chion taise.

6. Neamhchinnteacht tomhais anailíse agus ráta aisghabhála i gcás anailís ar shubstaintí neamh-inmhianaithe

A mhéid a bhaineann le substaintí neamh-inmhianaithe de réir bhrí Threoir 2002/32/CE, breithneofar táirge atá beartaithe le haghaidh beatha ainmhithe a bheith neamhchomhlíontach leis an uaschion bunaithe, má mheastar go bhfuil an toradh anailíse, mar mheán dhá chinntiúchán neamhspleácha, i gcoibhneas le beatha ina bhfuil cion taise 12 %, níos mó ná an t-uaschion agus an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe á cur san áireamh agus úsáid á baint as fachtóir cuimsiúcháin 2 lena dtugtar leibhéal muiníne thart ar 95 % agus ceartú ann i leith aisghabhála. Ciallaíonn sé sin, chun measúnú a dhéanamh ar chomhlíontacht, go ndéantar an tiúchan a ndearnadh anailís uirthi a úsáid tar éis a ceartaithe i leith aisghabhála agus tar éis asbhaint na neamhchinnteachta tomhais anailíse fhairsingithe. Ní hinfheidhme an nós imeachta sin ach i gcásanna ina gcumasaíonn an modh anailíse an meastachán ar an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe agus ar an gceartú i leith aisghabhála. (e.g. ní gá sin i gcás scrúdú amhairc/micreascópach).

Má tá toradh anailíse an tsampla arna thógáil le haghaidh cosanta níos mó ná an t-uaschion (gan an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe a chur san áireamh), deimhníonn sé sin an neamhchomhlíontacht leis an sampla cóimheasa a suíodh, in éagmais rialacha náisiúnta sonracha maidir leis sin.

Tuairisceofar an toradh anailíse mar a leanas (a mhéid a bheifear in ann meastachán a dhéanamh ar an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe de bharr an mhodha anailíse a úsáidtear):

- (a) é a bheith ceartaithe i leith aisghabhála, i gcás inarb iomchuí agus inarb ábhartha, agus an uair a ceartaíodh é, ní mór iad sin a lua. Luafar an ráta aisghabhála ach amháin más cuid den nós imeachta é ceartú intreach i leith laofachta, inarb amhlaidh gurb í an laofacht an difríocht idir an luach tomhaiste agus an tiúchan tagartha. Níl gá leis an gceartú aisghabhála i gcás ina bhfuil an ráta aisghabhála idir 90-110 %.
- (b) mar 'x +/- U', arb é x an toradh anailíse agus arb é U an éiginnteacht leathnaithe anailíse tomhais, agus fachtóir cumhdaigh 2 ⁽²⁾ á úsáid, rud a thugann leibhéal muiníne de thairim is 95 %.

Mar sin féin, má tá toradh na hanailíse níos ísle go mór (> 50 %) ná an tsonraíocht atá le rialú, agus ar choinníoll go gcuirtear na nósanna imeachta cáilíochta iomchuí i bhfeidhm agus go ndéantar an anailís chun comhlíontacht le forálacha dlí a sheiceáil agus chun na críche sin amháin, d'fhéadfaí an tuairisciú ar an ráta aisghabhála agus an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe a fhágáil ar lár (e.g. i gcásanna nach ann d'aon sonraíocht nó leibhéal rialála), ach amháin má tá gá leis an neamhchinnteacht tomhais le haghaidh léirmhíniú.

7. Neamhchinnteacht tomhais anailíse agus ráta aisghabhála i gcás anailís ar an gcion breiseán beathaithe

Chun seiceáil a dhéanamh ar chomhlíontacht leis an íoschion agus leis an uaschion breiseán beathaithe údaraithe, breithneofar láithreach breiseáin beathaithe atá beartaithe le haghaidh beatha ainmhithe a bheith neamhchomhlíontach leis an íoschion agus leis an uaschion bunaithe, má mheastar gurb amhlaidh na nithe seo a leanas maidir leis an toradh anailíse, mar mheán dhá chinntiúchán neamhspleácha, i gcoibhneas le beatha ina bhfuil cion taise 12 %:

(²) Is féidir eatramh muiníne 95 % a bhaint amach trí úsáid a bhaint as fachtóir eile amhail an t-fhachtóir.

- tá sí níos mó ná an t-uaschion agus an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe agus ceartú i leith aisghabhála á gcur san áireamh. Ciallaíonn sé sin, chun measúnú a dhéanamh ar chomhlíontacht, go ndéantar an tiúchan a ndearnadh anailís uirthi (i.e. meán dhá chinntiúchán) a úsáid tar éis a ceartaithe i leith aisghabhála agus tar éis asbhaint na neamhchinnteachta tomhais anailíse fhairsingithe.
- tá sí níos ísle ná an t-íoschion agus an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe agus ceartú i leith aisghabhála á gcur san áireamh. Ciallaíonn sé sin, chun measúnú a dhéanamh ar chomhlíontacht, go ndéantar an tiúchan a ndearnadh anailís uirthi (i.e. meán dhá chinntiúchán) a úsáid tar éis a ceartaithe i leith aisghabhála agus tar éis an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe a chur leis.

Má tá toradh anailíse an tsampla arna thógáil le haghaidh cosanta níos mó ná an t-uaschion (gan an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe a chur san áireamh), deimhníonn sé sin an neamhchomhlíontacht leis an sampla cóimheasa a suíodh, in éagmais rialacha náisiúnta sonracha maidir leis sin.

Tuairisceofar an toradh anailíse mar a leanas (a mhéid a bheifear in ann meastachán a dhéanamh ar an neamhchinnteacht tomhais anailíse fhairsingithe de bharr an mhodha anailíse a úsáidtear):

- (a) é a bheith ceartaithe i leith aisghabhála, i gcás inarb iomchuí agus inarb ábhartha, agus an uair a ceartaíodh é, ní mór iad sin a lua. Luafar an ráta aisghabhála ach amháin más cuid den nós imeachta é ceartú intreach i leith laofachta, inarb amhlaidh gurb í an laofacht an difríocht idir an luach tomhaiste agus an tiúchan tagartha. Níl gá leis an gceartú aisghabhála i gcás ina bhfuil an ráta aisghabhála idir 90-110 %.
- (b) mar ' $x \pm U$ ', arb é x an toradh anailíse (meán dhá chinntiúchán) agus arb é U an éiginnteacht leathnaithe anailíse tomhais, agus fachtóir cumhdaigh 2 ⁽³⁾ á úsáid, rud a thugann leibhéal muiníne de thuairim is 95 %.

⁽³⁾ Is féidir eatramh muiníne 95 % a bhaint amach trí úsáid a bhaint as fachtóir eile amhail an t-fhachtóir.

IARSCRÍBHINN III

‘IARSCRÍBHINN III

MODHANNA ANAILÍSE CHUN RIALÚ A DHÉANAMH AR CHOMHDHÉANAMH ÁBHAR BEATHA AGUS
BEATHA CUMAISC

A. TAISE A CHINNEADH

1. **Cuspóir agus Raon Feidhme**

Leis an modh sin, is féidir cion taise beatha a chinneadh. I gcás beatha ina bhfuil substaintí so-ghalaithe, amhail aigéid orgánacha, tá sé le breathnú go ndéantar líon mór substaintí so-ghalaithe a chinneadh freisin in éineacht leis an gcion taise.

Ní chumhdaítear leis an anailís ar tháirgí bainne mar ábhair bheatha agus beatha chumaisc atá comhdhéanta go príomha de tháirgí bainne, an anailís ar shailte agus olaí ainmhiócha agus plandúla ná an anailís ar olashíolta agus torthaí olúla.

Tá cinntiúchán cion taise in olashíolta le cinneadh tríd an modh dá bhforáiltear le EN ISO 665 Cion taise agus ábhair sho-ghalaithe a chinneadh, á thuiscint nach mór pónairí soighe a mheilt sula gcinntear cion taise.

2. **Prionsabal**

Triomaítear an sampla faoi dhálaí sonraithe a athraíonn de réir chineál na beatha. Cinntear caillteanas meáchain trína mheá. Is gá réamhthriomú a dhéanamh i gcás ina mbeifear ag déileáil le beatha sholadach ina bhfuil ardchion taise.

3. **Gaireas**

3.1. Brúiteoir ábhair ionsúcháin taise atá éasca a ghlanadh, lenar féidir an sampla a bhrú go gasta agus go cothrom gan aon teas suntasach a chruthú, lena gcoiscítear teagmháil leis an aer lasmuigh a mhéid is féidir agus a chomhlíonann na ceanglais a leagtar síos in 4.1.1 agus 4.1.2 (e.g. mionbhrúiteoirí casúir nó uiscefhuaraithe, cónmhuilte inleacaithe, brúiteoirí mallghluaisne nó brúiteoirí rothaí fiaclacha).

3.2. Meá anailíseach, atá cruinn suas le 1 mg.

3.3. Coimeádáin thirime miotail dhochreimthe nó gloine a bhfuil claibíní orthu a áirithíonn dúnadh aer-obach; dromchla oibre ar ar féidir an sampla tástála a scaipeadh amach go thart ar 0,3 g/cm².

3.4. Oigheann isiteirmeach leictreach (± 2 °C) atá aeráilte go cuí agus a áirithíonn rialáil ghasta ar theocht (¹).

3.5. Oigheann folúis leictreach insocraithe atá feistithe le caidéal ola agus le meicníocht chun aer te triomaithe a thabhairt isteach nó triomaitheoir (e.g. ocsaíd chailciam).

3.6. Triomadán a bhfuil pláta tiubh bréifneach miotail nó poircealláin aige, ina bhfuil triomaitheoir éifeachtúil.

4. **Nós imeachta**

N.B.: Na hoibríochtaí ar a dtugtar tuairisc sa roinn seo, ní mór iad a dhéanamh láithreach tar éis na pacáistí samplaí a oscailt. Ní mór anailís dhúblach ar a laghad a dhéanamh.

(¹) Chun gránaigh, plúr, piocuaran agus min a thriomú, ní mór toilleadh teirmeach an oighinn a bheith i riocht agus go bhfillfidh an t-oigheann ar 131 °C, i gcás ina réamhshocraítear ag an teocht sin é, laistigh de thréimhse is lú ná 45 nóiméad tar éis don uaslíon samplaí tástála a bheith curtha isteach ann lena dtriomú i gcomhthráth. Ní mór an aeráil a bheith i riocht agus gur lú ná 0,15 % an difríocht idir na torthaí a fhaightear nuair a thriomaítear ar feadh 2 uair an chloig an líon is mó samplaí cruithneachta boige is féidir a chur san oigheann agus na torthaí a fhaightear tar éis a dtriomaithe ar feadh 4 uair an chloig.

- 4.1. *Ullmhú*
- 4.1.1. Beatha seachas í siúd a thagann faoi réim 4.1.2 agus 4.1.3
- Tóg 50 g den sampla ar a laghad. Más gá, brúigh nó roinn é ar bhealach a seachnófar aon athrúchán sa chion taise (féach pointe 6).
- 4.1.2. Gránaigh agus piocuaran
- Tóg 50 g den sampla ar a laghad. Meil ina cháithníní é, a rachaidh 50 % díobh ar a laghad trí chriathar mogaill 0,5 mm agus nach bhfágfar méid is mó ná 10 % díobh diúltaithe ar chriathar cruinnmhogallach 1 mm.
- 4.1.3. Beatha i bhfoirm leachta nó leafaois, beatha atá comhdhéanta go príomha d'olaí agus saillte
- Tóg thart ar 25 g den sampla, meáigh don 10 mg is gaire é, cuir cainníocht iomchuí gainimh ainhidriúil leis arna meá don 10 mg is gaire agus measc é go dtí go bhfaighfear táirge aonfhoirmeach.
- 4.2. *Triomú*
- Déan coimeádán (pointe 3.3) agus a chlaibín a thriomú san oigheann agus é socraithe ag 103 °C ar feadh 30 nóiméad +/- 1 nóiméad. Bain den oigheann é agus lig dó fuarú go teocht chomhthimpeallach sa triomadán (pointe 3.6).
- 4.2.1. Beatha seachas í siúd a thagann faoi réim pointe 4.2.2 agus 4.2.3
- Meáigh an coimeádán agus a chlaibín air don 1 mg is gaire. Déan thart ar 5 g den sampla a mheá isteach sa choimeádán meáite, don 1 mg is gaire, agus scaip go cothrom é. Cuir an coimeádán, gan a chlaibín, isteach san oigheann agus é téite roimh ré go 103 °C. Ionas nach dtiocfaidh laghdú míchuí ar theocht an oighinn, cuir an coimeádán isteach ann chomh gasta is féidir. Fág lena thriomú ar feadh 4 uair an chloig, a áireofar ón tráth a fhillteann teocht an oighinn ar 103 °C. Oscail an t-oigheann, cuir an claibín ar an gcoimeádán láithreach, bain an coimeádán den oigheann, fág lena fhuarú ar feadh 30 go 45 nóiméad sa triomadán (pointe 3.6) agus meáigh don 1 mg is gaire é.
- I gcás beatha atá comhdhéanta go príomha (> 50 %) d'olaí agus saillte de thionscnamh ainmhithe agus plandaí, triomaigh san oigheann í ar feadh 30 nóiméad breise ag 103 °C. An difríocht idir an dá mheá, ní mór gan í a bheith níos mó ná 0,1 % taise.
- 4.2.2. Gránaigh, plúr, piocuaran agus min
- Meáigh an coimeádán agus a chlaibín air don 0,5 mg is gaire. Déan thart ar 5 g den sampla brúite a mheá isteach sa choimeádán meáite, don 1 mg is gaire, agus scaip go cothrom é. Cuir an coimeádán, gan a chlaibín, isteach san oigheann agus é téite roimh ré go 130 °C. Ionas nach dtiocfaidh laghdú míchuí ar theocht an oighinn, cuir an coimeádán isteach ann chomh gasta is féidir. Fág lena thriomú ar feadh 2 uair an chloig, a áireofar ón tráth a fhillteann teocht an oighinn ar 130 °C. Oscail an t-oigheann, cuir an claibín ar an gcoimeádán láithreach, bain an coimeádán den oigheann, fág lena fhuarú ar feadh 30 go 45 nóiméad sa triomadán (pointe 3.6) agus meáigh don 1 mg is gaire é.
- 4.2.3. Beatha chumaisc ina bhfuil níos mó ná 4 % de shiúcros nó luchtós: ábhair bheatha amhail carúib, táirgí gránaigh hidrealaithe, síolta braiche, sliseoga biatais triomaithe, ábhair intuaslagtha éisc agus siúcra;
- Meáigh an coimeádán agus a chlaibín air don 0,5 mg is gaire. Déan thart ar 5 g den sampla a mheá isteach sa choimeádán meáite, don 1 mg is gaire, agus scaip go cothrom é. Cuir an coimeádán, gan a chlaibín, isteach san oigheann folúis (pointe 3.5) agus é téite roimh ré go teocht idir 80 °C agus 85 °C. Ionas nach dtiocfaidh laghdú míchuí ar theocht an oighinn, cuir an coimeádán isteach ann chomh gasta is féidir.

Ardaigh an brú go 100 Torr agus fág lena thriomú ar feadh 4 uair an chloig ag an mbrú sin, i sruth aeir the thirim nó trí úsáid a bhaint as triomaitheoir (thart ar 300 g le haghaidh 20 sampla). Sa chás deireanach, dícheangail an caidéal folúis nuair a bheidh an brú forordaithe sroichte. Déan an t-am triomaithe a áireamh ón tráth a fhilleann teocht an oighinn ar 80 °C go 85 °C. Déan an brú san oigheann a thabhairt ar ais go cúramach chuig an mbrú atmaisféarach. Oscail an t-oigheann, cuir an claibín ar an gcoimeádán láithreach, bain an coimeádán den oigheann, fág lena fhuarú ar feadh 30 go 45 nóiméad sa triomadán (pointe 3.6) agus meáigh don 1 mg is gaire é. Triomaigh ar feadh 30 nóiméad breise é san oigheann folúis ag 80 °C go 85 °C agus meáigh arís é. An difríocht idir an dá mheá, ní mór gan í a bheith níos mó ná 0,1 % taise.

4.3. Réamhthriomú (triomú páirteach)

Beathaí 'fliucha' a bhfuil níos lú ná 85 % dá gcodán maise ina ábhar tirim (e.g. foráistí, ciondálacha measctha iomlána, beatha neamhleachtach), is gá iad a thriomú go páirteach sula meilfear go mín iad chun anailís a dhéanamh ar a substaintí cobhsaí; i gcás substaintí éagobhsaí, ní féidir triomú páirteach a dhéanamh.

Is féidir triomú páirteach a dhéanamh trí úsáid a bhaint as oigheann aerála meicniúla nó oigheann microathonnach nó trí reothriomú. Cé is moite de thriomú páirteach trí reothriomú, is é is aidhm dó an bheatha a thriomú agus teocht an tsampla a choimeád faoi bhun 60 °C ionas nach ndéantar ach an difear is lú don chomhdhéanamh ceimiceach. Is cúis le hathruithe ceimiceacha ar an mbeatha (e.g. díghrádú próitéine) é triomú ag teochtaí is airde ná 60 °C. Déanfar an bheatha triomaithe a chothromú ag teocht an tseomra ar feadh thart ar 15 nóiméad sula dtomhaisfear an t-ábhar páirt-thirim ionas go n-íoslaghdófar an t-athrú a d'fhéadfadh teacht ar an taise le linn meilte agus stórála. Ní bhaintear an t-uisce uile den bheatha nuair a thriomaítear í ag teochtaí is ísle ná 60 °C; dá bhrí sin, ní fhaightear ábhar tirim iomlán na beatha trí thriomú páirteach (tosaigh). Tar éis a thriomaithe, meiltear an foshampla agus déantar anailís air i ndáil le hábhar tirim (deiridh) an tsampla atá tirim go páirteach (an 3 % go 15 % taise atá fágtha) nuair a chinntear comhábhair cheimiceacha eile.

Dá bhrí sin, moltar nós imeachta dhá chéim chun ábhar tirim a chinneadh. Déan an cion ábhair thirim páirteach a chinneadh ar dtús (más lú an t-ábhar tirim ná 85 %), ansin déan an cion ábhair thirim atá fágtha a chinneadh ar shampla tástála meilte agus an t-ábhar tirim páirteach a iolrú faoin ábhar tirim atá fágtha chun an cion ábhair thirim iomlán a chinneadh.

5. Na torthaí a ríomh

Úsáidtear na foirmlí seo a leanas chun an cion taise (X), mar chéatadán den sampla, a ríomh:

5.1. Triomú gan réamhthriomú

$$X = \left(\frac{m - m_0}{m} \right) \times 100$$

i gcás inarb amhlaidh:

m = meáchan tosaigh an tsampla tástála, i ngraim,

m₀ = meáchan an tsampla tástála thirim, i ngraim.

5.2. Triomú in éineacht le réamhthriomú ⁽²⁾

$$X_p = \left[\frac{(m_2 - m_0) \times m_1}{m_2} + m - m_1 \right] \times \frac{100}{m} = 100 \times \left(1 - \frac{m_1 \times m_0}{m \times m_2} \right)$$

i gcás inarb amhlaidh:

m = meáchan tosaigh an tsampla tástála, i ngraim,

m₁ = meáchan an tsampla tástála, i ngraim, tar éis a réamhthriomaithe,

m₂ = meáchan an tsampla tástála, i ngraim, tar éis a bhrúite nó a mheilte,

m₀ = meáchan an tsampla tástála thirim, i ngraim.

⁽²⁾ Chun tuilleadh sonraí a fháil maidir leis an ríomh, tagraítear do EN ISO 6498 – Beatha ainmhithe – Treoirínte maidir le samplaí a ullmhú.

5.3. *In-atrialltacht*

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní bheidh sí níos mó ná 0,2 % den dearbhluch taise, ach amháin i gcás bia fliuch peataí agus bréagáin coganta madraí, nach mbeidh an difríocht níos mó ná 0,5 % den dearbhluch taise sa chás sin.

6. **Barúil**

Más gá é a bhrú agus má bhreathnaítear go n-athraíonn sé sin cion taise an táirge, ní mór torthaí na hanailíse ar chomhpháirteanna na beatha a cheartú ar bhonn chion taise an tsampla ina staid tosaigh.

B. TAISE I SAILLTE AGUS OLAÍ AINMHÍOCHA AGUS PLANDÚLA A CHINNEADH

1. **Cuspóir agus Raon Feidhme**

Leis an modh sin is féidir cion uisce agus substaintí so-ghalaithe saillte agus olaí ainmhíocha agus plandúla a chinneadh.

2. **Prionsabal**

Triomaítear an sampla go dtí go mbeidh meáchan tairiseach ann (an caillteanas meáchain idir dhá mheá chomhleanúnacha, ní mór é a bheith níos lú ná 1 mg nó cothrom leis) ag 103 °C. Cinntear caillteanas meáchain trína mheá.

3. **Gaireas**
- 3.1. Mias réthónach, d'ábhar frithchreimneach, 8 go 9 cm ar trastomhas agus thart ar 3 cm ar airde.
- 3.2. Teirmiméadar a bhfuil bolgán neartaithe air agus feadán borrrtha ag a cheann uachtair, céimnithe ó thart ar 80 °C go dtí 110 °C ar a laghad, agus thart ar 10 cm ar fad.
- 3.3. Dabhach ghainimh nó teophláta leictreach.
- 3.4. Triomadán, ina bhfuil triomaitheoir éifeachtúil.
- 3.5. Meá anailíseach.

4. **Nós imeachta**

Déan thart ar 20 g den sampla homaiginithe a mheá isteach sa mhias mheáite thirim (pointe 3.1) ina bhfuil an teirmiméadar (pointe 3.2). Déan é a théamh ar an dabhach ghainimh nó ar an teophláta (pointe 3.3), á chorroí go leanúnach leis an teirmiméadar, sa chaoi go sroichfidh an teocht 90 °C i thart ar 7 nóiméad.

Laghdaigh an teocht, agus súil á coimeád ar mhinicíocht na boilgearnaí aníos as bun na méise. Ní mór gan an teocht a bheith níos mó ná 105 °C. Lean dá chorroí, agus bun na méise á scríobadh, go dtí go stopfaidh na boilgeoga ag foirmiú.

Chun a áirithiú go ndíchuirfear an taise go hiomlán, déan é a atéamh roinnt uaireanta go 103 °C ± 2 °C, á fhuarú go 93 °C idir babhtaí comhleanúnacha téimh. Fág ansin lena fhuarú go teocht an tseomra sa triomadán (pointe 3.4) agus meáigh é. Déan an oibríocht sin arís go dtí nach mbeidh an caillteanas meáchain idir dhá mheá chomhleanúnacha níos mó ná 2 mg a thuilleadh.

N.B. Méadú ar mheáchan an tsampla tar éis a théamh arís agus arís eile, léiríonn sé sin ocsaídiúchán na saille, cás ina ríomhtar an toradh ón meá a rinneadh díreach sular thosaigh an meáchan ag dul i méid.

5. **Na torthaí a ríomh**

Leis an bhfoirmle seo a leanas, tugtar an cion taise (X) mar chéatadán den sampla:

$$X = (m_1 - m_2) \times \frac{100}{m}$$

i gcás inarb amhlaidh:

- m = meáchan an tsampla tástála, i ngram;
 m_1 = meáchan na méise agus a bhfuil inti, i ngram, roimh théamh;
 m_2 = meáchan na méise agus a bhfuil inti, i ngram, tar éis téite.

Torthaí is ísle 0,05 %, ní mór iad a thaifeadadh mar 'níos ísle ná 0,05 %'.

In-atrialltacht

An difríocht taise idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná 0,1 %, i ndearbhluach.

C. CION NÍTRIGINE A CHINNEADH AGUS CION GARBHPHRÓITÉINE A RÍOMH

1. **An cuspóir agus an raon feidhme**

Leis an modh sin, is féidir cion garbhphróitéine beatha a chinneadh ar bhonn an chion nítrigine, arna chinneadh i gcomhréir le modh Kjeldahl ⁽³⁾.

2. **Prionsabal**

Déanann aigéad sulfarach an sampla a dhíleá agus catalaíoch ann. Déantar an tuaslagán aigéid alcaileach le tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam. Déantar an t-amóiniam a dhriogadh agus a bhailiú i gcainníocht thomhaiste aigéid shulfaraigh, a ndéantar a farasbarr a thoirtmheascadh le tuaslagán caighdeánach hiodrocsaíde sóidiam.

De rogha air sin, déantar an t-amóiniam saortha a dhriogadh i dtuaslagán farasbairr aigéid bhóraigh, agus é a thoirtmheascadh ina dhiaidh sin le tuaslagán aigéid hidreaclóraigh nó aigéid shulfaraigh.

3. **Imoibrithe**

- 3.1. Sulfáit photaisiam.
- 3.2. Catalaíoch: ocsaíd chopair (II) CuO nó peintihiodráit sulfáite copair (II), CuSO₄ 5H₂ O.
- 3.3. Sinc ghránaithe.
- 3.4. Aigéad sulfarach, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.
- 3.5. Aigéad sulfarach, toirtmheascthóir, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,25$ mol/l.
- 3.6. Aigéad sulfarach, toirtmheascthóir, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,10$ mol/l.
- 3.7. Aigéad sulfarach, toirtmheascthóir, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05$ mol/l.
- 3.8. Táscaire deirg meitile; déan 300 mg de dhearg meitile a thuaslagadh in 100 ml d'eatánól, $\sigma = 95-96$ % (v/v).
- 3.9. Tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam (Féadfar grád teicniúil a úsáid) $\beta = 40$ g/100 ml (m/v: 40 %).
- 3.10. Hiodrocsaíd sóidiam, toirtmheascthóir $c(\text{NaOH}) = 0,25$ mol/l.
- 3.11. Hiodrocsaíd sóidiam, toirtmheascthóir $c(\text{NaOH}) = 0,10$ mol/l.
- 3.12. Slíogart gránaithe, nite in aigéad hidreaclórach agus adhainte.
- 3.13. Aicéatainilíd (m.p. = 114 °C, cion N = 10,36 %).
- 3.14. Siúcros (saor ó nítrigin)
- 3.15. Aigéad bórach (H₃BO₃).

⁽³⁾ Is féidir cion N a chinneadh i ngach beatha, ach d'fhéadfadh sé nach mbeadh fachtóir coinbhéartachta 6,25 chun cion garbhphróitéine a ríomh infheidhme maidir le hábhair bheatha feithidí (fachtóir coinbhéartachta níos ísle) ná bia peataí agus próitéiní plasma fola áirithe (fachtóir coinbhéartachta níos airde).

- 3.16. Tuaslagán táscaire deirg meitile: déan 100 mg de dhearg meitile a thuaslagadh in 100 ml d'eatánól nó meatánól.
- 3.17. Tuaslagán uaine brómaicréasóil: déan 100 mg d'uaine bhrómaicréasóil a thuaslagadh in 100 ml d'eatánól nó meatánól.
- 3.18. Tuaslagán aigéid bhóraigh (10 g/l go 40 g/l ag brath ar an ngaireas a úsáidtear)
- I gcás ina gcuirfear aimsiú críochphointe dathmhéadrach i bhfeidhm, ní mór táscairí deirg meitile agus uaine brómaicréasóil a chur leis na tuaslagáin aigéid bhóraigh. Má ullmhaítear 1 lítear amháin den tuaslagán aigéid bhóraigh, sula gcoigeartófar chuig an toirt inmhianaithe é, cuirfear 7 ml de thuaslagán táscaire deirg meitile (pointe 3.16) agus 10 ml de thuaslagán uaine brómaicréasóil (pointe 3.17) leis.
- D'fhéadfadh pH an aigéid bhóraigh a bheith difriúil ó bhaiste go baiste ag brath ar an uisce a úsáidtear. Ní mór pH an tuaslagáin aigéid bhóraigh a bheith idir 4.3 agus 4.7. Is minic is gá coigeartú a dhéanamh le toirt bheag alcaile chun banchinneadh dearfach a fháil
- Tabhair faoi deara:* Coigeartuithe maithe, de ghnáth, a bhíonn mar thoradh ar thuairim agus 3 ml go 4 ml de NaOH (pointe 3.11) a chur le 1 lítear amháin d'aigéad bórach 10 g/l. Stóráil an tuaslagán ag teocht an tseomra agus cosain an tuaslagán ar sholas agus ar fhoinsí múiche amóinia le linn stórála.
- 3.19. Toirtmheascthoir aigéid hidreaclóraigh $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$.
- Tabhair faoi deara:* Is féidir tiúchaintí eile tuaslagán toirtmhéadrach (3.5, 3.6, 3.7, 3.10, 3.11 agus 3.19) a úsáid má dhéantar ceartúchán ina leith sin sna ríomhanna. Sloinnfear na tiúchaintí sin i gcónaí go dtí ceithre ionad dheachúlacha.
4. **Gaireas**
- Gaireas atá oiriúnach chun díleá, driogadh agus toirtmheascadh a dhéanamh de réir nós imeachta Kjeldahl.
5. **Nós imeachta**
- 5.1. *Díleá*
- Déan 1 g den sampla a mheá don 0,001 g is gaire agus aistrigh an sampla chuig fleascán an ghairis díleá. Cuir 15 g de shulfáit photaisiam (pointe 3.1), cainníocht iomchuí catalaigh (pointe 3.2) (0,3 go 0,4 g d'ocsaíd chopair (II) nó 0,9 go 1,2 g de pheintihodrát sulfáite copair (II)), 25 ml d'aigéad sulfarach (pointe 3.4) agus, más gá, cúpla gráinnín slíogairt (pointe 3.12) leis agus measc é.
- Téigh an fleascán go measartha ar dtús, á shuaitheadh ó am go ham más gá go dtí go mbeidh an mhais carbónaithe agus an cúir imithe; téigh níos déine ansin é go dtí go mbeidh an leacht ar fíuchadh go seasta. Is leordhóthanach an téamh má chomhdhlúthaíonn an t-aigéad fiuchaidh ar bhalla an fhleascáin. Ná déan na taobhanna a róthéamh ionas nach ngreamóidh cáithníní orgánacha díobh.
- Nuair a thiocfaidh dath glas éadrom ar an tuaslagán agus é glan, lean dá fhiuchadh ar feadh 2 uair an chloig breise, ansin fág lena fhuarú.
- 5.2. *Driogadh*
- Cuir uisce leordhóthanach leis go cúramach chun tuaslagadh iomlán na sulfáití a áirithiú. Lig dó fuarú agus ansin cuir roinnt gráinníní sinne (pointe 3.3) leis más gá. Téigh ar aghaidh de réir pointe 5.2.1 nó 5.2.2.
- 5.2.1. *Driogadh ina aigéad sulfarach*
- Cainníocht 25 ml d'aigéad sulfarach arna tomhas go beacht (pointe 3.5) nó (pointe 3.7) ag brath ar an gcion nítrigine a thóimhdítear a bheith ann, cuir i bhfleascán bailithe an ghairis driogtha í. Cuir cúpla braon de tháscaire deirg meitile leis (pointe 3.8).
- Ceangail an fleascán díleá de chomhdhlúthadán an ghairis driogtha agus tum ceann an chomhdhlúthadáin sa leacht sa fhleascán bailithe go doimhneacht 1 cm ar a laghad (féach barúil pointe 8.3). Déan 100 ml de thuaslagán hidrocsaíde sóidiam (pointe 3.9) a dhoirteadh go mall isteach sa fhleascán díleá gan amóinia a chailleadh (féach barúil pointe 8.1). Téigh an fleascán go dtí go mbeidh an amóinia driogtha.

5.2.2. Driogadh ina aigéad bórach

I gcás ina ndéanfar cion amóinia na driogáite a thoirtmheascadh de láimh, tá feidhm ag an nós imeachta a luaitear thíos. I gcás ina mbeidh an t-aonad driogtha lán-uathoibrithe chun toirtmheascadh chion amóinia na driogáite a áireamh ann, lean treoracha an mhonaróra chun an t-aonad driogtha a oibriú.

Déan fleascán bailithe ina bhfuil 25 ml go 30 ml den tuaslagán aigéid bhóraigh (pointe 3.18) a chur faoi asraon an chomhdhlúthadáin ar bhealach a mbeidh an seolfheadán faoi bhun dhromchla an tuaslagáin farasbairr aigéid bhóraigh. Coigeartaigh an t-aonad driogtha chun 50 ml de thuaslagán hiodrocsaíde sóidiam (pointe 3.9) a dháileadh. Oibrigh an t-aonad driogtha i gcomhréir le treoracha an mhonaróra agus driog an amóinia a shaortar i ngeall ar an tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam a chuirtear leis. Bailigh an driogáit sa tuaslagán glactha d'aigéad bórach. Braitheann an méid driogáite (am galdriogtha) ar an méid nítrigine sa sampla. Lean treoracha an mhonaróra.

Tabhair faoi deara: In aonad driogtha leath-uathoibríoch, is go huathoibríoch a chuirtear an farasbarr hiodrocsaíde sóidiam leis agus a dhéantar an galdriogadh.

5.3. Toirtmheascadh

Téigh ar aghaidh de réir pointe 5.3.1. nó 5.3.2.

5.3.1. Aigéad sulfarach

Déan an farasbarr aigéid shulfaraigh a thoirtmheascadh sa fhleascán bailithe le tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam (pointe 3.10 nó 3.11) ag brath ar thiúchan an aigéid shulfaraigh a úsáidtear, go dtí go sroichfear an críochphointe.

5.3.2. Aigéad bórach

Déan inneachar an fhleascáin bailithe a thoirtmheascadh leis an toirtmheascathóir aigéid hidreaclóraigh (pointe 3.19) nó leis an toirtmheascathóir aigéid shulfaraigh (pointe 3.6) agus úsáid á baint as buiréad agus léigh an méid toirtmheascathóra a úsáidtear.

I gcás ina gcuirfear aimsiú críochphointe dathmhéadrach i bhfeidhm, sroichtear an críochphointe a luaitear a thiocfaidh dath bándearg ar an inneachar. Déan meastachán ar léamh an bhuiréid don 0,05 ml is gaire. D'fhéadfadh pláta corraitheora mhaighnéadaigh nó brathadóir fótaiméadrach cabhrú le léirshamhlú an chríochphointe.

Is féidir sin a dhéanamh go huathoibríoch agus úsáid á baint as galdriogaire agus toirtmheascadh uathoibríoch.

Lean treoracha an mhonaróra chun an driogaire nó an driogaire/toirtmheascathóir sonracha a oibriú.

Tabhair faoi deara: I gcás ina n-úsáidtear córas toirtmheascatha uathoibríoch, tosaítear an toirtmheascadh láithreach tar éis don driogadh tosú agus úsáidtear tuaslagán aigéid bhóraigh 1 % (pointe 3.18).

I gcás ina n-úsáidtear aonad driogtha lán-uathoibrithe, is féidir toirtmheascadh uathoibríoch an amóinia a dhéanamh freisin le haimsiú críochphointe agus úsáid á baint as córas pH poitéinsiméadrach.

Sa chás sin, úsáidtear toirtmheascathóir uathoibríoch ag a bhfuil méadar pH. Déanfar an méadar pH a chalabhrú go cuí i raon pH 4 go pH 7 de réir gnáthnósanna imeachta saotharlainne um chalabhrúchán pH.

Sroichtear críochphointe pH an toirtmheascatha ag pH 4,6, arb é an pointe is géire sa chuar toirtmheascatha (pointe athchasaídh).

5.4. Bánchinneadh

Chun a dheimhniú go bhfuil na himoibrithe saor ó nítrigin, déan bánchinneadh (diléa, driogadh agus toirtmheascadh) agus úsáid á baint as 1 g de shiúcros (pointe 3.4) in ionad an tsampla.

6. Na torthaí a ríomh

Déantar ríomhanna de réir pointe 6.1. nó 6.2.

6.1. Toirtmheascadh a ríomh de réir pointe 5.3.1

Déantar an cion garbhphróitéine, arna shloinneadh mar chéatadán de réir meáchain, a ríomh de réir na foirmle seo a leanas:

$$\frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0,014 \times 100 \times 6,25}{m}$$

I gcás:

- V_0 = toirt (ml) NaOH (pointe 3.10 nó 3.11) a úsáidtear sa bháncinnéadh
 V_1 = toirt (ml) NaOH (pointe 3.10 nó 3.11) a úsáidtear i dtoirtmheascadh an tsampla.
 c = an tiúchan (mol/l) hiodrocsaíde sóidiam (pointe 3.10 nó 3.11).
 m = meáchan (g) an tsampla.

6.2. Toirtmheascadh a ríomh de réir pointe 5.3.2

6.2.1. Toirtmheascadh le haigéad hidreaclórach

Déantar an cion garbhphróitéine, arna shloinneadh mar chéatadán de réir meáchain, a ríomh de réir na foirmle seo a leanas:

$$\frac{(V_1 - V_0) \times c \times 1,4 \times 6,25}{m}$$

i gcás inarb amhlaidh:

- m = meáchan (g) na triailchoda;
 c = tiúchan (mol/l) an toirtmheascthóra aigéid hidreaclóraigh (pointe 3.19);
 V_0 = an toirt (ml) aigéid hidreaclóraigh a úsáidtear le haghaidh an bháncinnidh;
 V_1 = an toirt (ml) aigéid hidreaclóraigh a úsáidtear le haghaidh na triailchoda.

6.2.2. Toirtmheascadh le haigéad sulfarach

Déantar an cion garbhphróitéine, arna shloinneadh mar chéatadán de réir meáchain, a ríomh de réir na foirmle seo a leanas:

$$\frac{(V_1 - V_0) \times c \times 2,8 \times 6,25}{m}$$

i gcás inarb é:

- m = meáchan (g) na triailchoda;
 c = tiúchan (mol/l) an toirtmheascthóra aigéid shulfaraigh (pointe 3.6);
 V_0 = an toirt (ml) aigéid shulfaraigh (pointe 3.6) a úsáidtear le haghaidh an bháncinnidh;
 V_1 = an toirt (ml) aigéid shulfaraigh (pointe 3.6) a úsáidtear le haghaidh na triailchoda.

7. An modh a fhíorú

7.1. In-atrialltacht

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

- 0,4 % i ndearbhluach, i gcás cion garbhphróitéine is lú ná 20 %;
- 2,0 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion garbhphróitéine ó 20 % go 40 %;
- 0,8 % i ndearbhluach, i gcás cion garbhphróitéine is mó ná 40 %.

7.2. In-atáirgtheacht

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna i saotharlanna éagsúla, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

- 1,8 % i ndearbhluach, i gcás cion garbhphróitéine is lú ná 20 %;
- 9,0 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion garbhphróitéine ó 20 % go 40 %;
- 3,6 % i ndearbhluach, i gcás cion garbhphróitéine is mó ná 40 %.

7.3. *Cruinneas*

Déan an anailís (díleá, driogadh agus toirtmheascadh) ar chainníocht iomchuí aicéatainilíde (pointe 3.13) (e.g. 0,2 go 0,3 g) agus 1 g de shiúcros ann (pointe 3.14); Ídionn 1 g d'aicéatainilíd 14,80 ml d'aigéad sulfarach (pointe 3.5). Ní mór an aisghabháil a bheith 99 % ar a laghad.

8. **Barúlacha**

8.1. Féadfaidh an gaireas a bheith de chineál láimhe, leath-uathoibríoch nó uathoibríoch. Más gá don ghaireas go mbeidh traschur idir céimeanna an díleá agus an driogtha, ní mór an traschur sin a dhéanamh gan chaillteanas. Mura bhfuil fleascán an ghairis driogtha feistithe le braontonnadóir, cuir an hidrocsaíd sóidiam leis díreach sula gceanglófar an fleascán leis an gcomhdhlúthadán, agus an leacht á doirteadh go mall síos an taobh.

8.2. Má sholadaíonn an díleá, tosaigh an cinntiúchán arís agus úsáid á baint as méid aigéid shulfaraigh (pointe 3.4) atá níos mó ná a shonraítear i bpointe 5.1.

8.3. I gcás táirgí ina bhfuil cion íseal nítrigine, féadfar an toirt aigéid shulfaraigh (pointe 3.7) atá le cur sa fhleascán bailithe a laghdú, más gá, chuig 10 nó 15 ml agus a líonadh go dtí 25 ml le huisce.

8.4. I gcás gnáthanailíse, is féidir modhanna malartacha anailíse a chur i bhfeidhm chun garbhphróitéin a chinneadh, ach is é an modh tagartha modh Kjeldahl ar a dtugtar tuairisc i gCuid C anseo. Coibhéiseacht na dtorthaí a fhaightear tríd an modh malartach (e.g. DUMAS) i gcomparáid leis an modh tagartha, ní mór í a léiriú i gcás gach maitrise go haonarach. Ós rud é go bhféadfadh na torthaí a fhaightear trí mhodh malartach, fiú tar éis an choibhéiseacht a fhíorú, a bheith beagán éagsúil leis na torthaí a fhaightear tríd an modh tagartha, is gá a lua sa tuarascáil anailíseach cén modh anailíse a úsáidtear chun garbhphróitéin a chinneadh.

D. **ÚIRÉ A CHINNEADH**1. **An cuspóir agus an raon feidhme**

Leis an modh sin is féidir an leibhéal úiré a úsáidtear mar bhreiseán beathaithe i mbeatha ainmhithe athchogantacha a chinneadh.

2. **Prionsabal**

Cuirtear an sampla ar fuaidreamh in uisce le hoibreán gléghlanta. Scagtar an fuaidreán. Déantar cion úiré na scagáite a chinneadh tar éis 4-démheitiolaimíneansaildéad (4-DMAB) a chur leis tríd an dlús optúil a thomhas ar thonnfhad 420 nm.

3. **Imoibrithe**

3.1. Tuaslagán 4-démheitiolaimíneansaildéid: déan 1,6 g de 4-DMAB a thuaslagadh in 100 ml de 96 % eatánóil agus cuir 10 ml d'aigéad hidreaclórach leis (p_{20} 1,19 g/ml). Mairfidh an t-imoibrí sin ar feadh 2 sheachtain ar a mhéad.

3.2. Tuaslagán Carrez I: déan 21,9 g d'aicéatáit since, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ agus 3 g d'aigéad aicéiteach oighreach a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.

3.3. Tuaslagán Carrez II: déan 10,6 g de photaisiam fearóiciainíde $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.

3.4. Carbón gníomhachtaithe nach n-ionsúnn úiré (le seiceáil).

3.5. Úiré, tuaslagán 0,1 % (w/v).

4. **Gaireas**

4.1. Meascthóir (rothlaim): thart ar 35 go 40 rpm.

4.2. Promhadáin: 160 × 16 mm lena ngabhann stopalláin gloine meilte.

4.3. Speictreafótaiméadar.

5. Níos imeachta**5.1. Anailís ar shampla**

Déan 2 g den sampla a mheá don mg is gaire agus cuir i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml é in éineacht le 1 g de charbón gníomhachtaithe (pointe 3.4). Cuir 400 ml d'uisce agus 5 ml de thuaslagán Carrez I leis (pointe 3.2), measc ar feadh thart ar 30 soicind é agus cuir 5 ml de thuaslagán Carrez II leis (pointe 3.3). Measc ar feadh 30 nóiméad sa mheascthoir rothlaim é. Lión go dtí an toirt inmhiannaithe le huisce, croith agus scag é.

Bain 5 ml de na scagáití éadathacha trédhearcacha, cuir i bpromhadáin iad a ngabhann stopalláin gloine meilte leo, cuir 5 ml de thuaslagán 4-DMAB (pointe 3.1) leo agus measc iad. Cuir na promhadáin i ndabhach uisce ag 20 °C (+/- 4 °C). Tar éis 15 nóiméad, tomhais dlús optúil an tuaslagáin shamplaigh leis an speictreafótaiméadar ag 420 nm. Cuir i gcomparáid le tuaslagán imoibrithe an bháinchinnidh é.

5.2. Cuar calabrúcháin

Bain toirteanna 1, 2, 4, 5 agus 10 ml den tuaslagán úiré (pointe 3.5), cuir i bhfleascáin thoirtmhéadracha 100 ml iad agus lión go dtí an toirt inmhiannaithe le uisce. Bain 5 ml de gach tuaslagán, cuir 5 ml de thuaslagán 4-DMAB (pointe 3.1) le gach ceann díobh, homaiginigh iad agus tomhais an dlús optúil mar a léirítear thuas i gcomparáid le tuaslagán rialaithe ina bhfuil 5 ml de 4-DMAB agus 5 ml d'uisce saor ó úiré. Breac an cuar calabrúcháin.

6. Na torthaí a ríomh

Déan an méid úiré sa sampla a chinneadh agus úsáid á baint as an gcuar calabrúcháin.

Déan an toradh a shloinneadh in mg d'úiré in aghaidh kg den sampla.

7. Meastóireacht ar an modh**7.1. In-atriallacht**

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna sa tsaotharlann céanna agus ag an oibreoir céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

— Ag 420 nm

— 50 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion úiré ó 3 000 mg/kg go méid is lú ná 5 000 mg/kg;

— 25 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion úiré ó 5 000 mg/kg go méid is lú ná 7 000 mg/kg;

— 20 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion úiré 7 000 mg/kg nó níos mó.

— Ag 435 nm

— 40 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion úiré ó 3 000 mg/kg go méid is lú ná 5 000 mg/kg;

— 25 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion úiré ó 5 000 mg/kg go méid is lú ná 9 000 mg/kg;

— 5 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion úiré 9 000 mg/kg nó níos mó.

7.2. In-atáirgtheacht

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna i saotharlanna éagsúla agus/nó ag oibreoirí éagsúla, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

— Ag 420 nm

— 3 000 mg/kg, i ndearbhluch, i gcás cion úiré ó 3 000 mg/kg go méid is lú ná 12 000 mg/kg;

— 4 500 mg/kg, i ndearbhluch, i gcás cion úiré ó 12 000 mg/kg nó níos mó.

— Ag 435 nm

— 50 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion úiré ó 3 000 mg/kg go méid is lú ná 8 000 mg/kg;

— 25 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion úiré 8 000 mg/kg nó níos mó.

8. **Torthaí staidéir chomhoibríoch**

Eagraíodh cleachtadh comparáide idirshaotharlainne de chuid an Aontais a raibh 18 saotharlann rannpháirteach ann. Rinneadh anailís (1 anailís amháin) ar chúig shampla d'ábhar beatha chumaisc le haghaidh ainmhithe athchogantacha (dá dtagraítear mar MAT i dtáblaí 1 agus 2) i dtástálacha dall dúbailte agus rinneadh anailís, uair amháin, ar bhánbheatha chumaisc le haghaidh ainmhithe athchogantacha.

Rinneadh teorainneacha in-atrialltachta (*r*) agus in-atáirgtheachta (*R*) mar a shainmhínítear le treoirlínte idirnáisiúnta a ríomh tar éis asluitigh a bhaint agus anailís á déanamh ar athraitheas na luachanna bailí.

Cuirtear i láthair sna táblaí seo a leanas na figiúirí feidhmithe anailísigh (in-atáirgtheachta, in-atrialltachta) arna ríomh. Níor aimsíodh aon bhréagdheimhneach ná aon bhréagdhiúltach sna samplaí uile a tástáladh, lena n-áirítear an bánábhar.

Tábla 1

Saintréithe feidhmithe anailísigh i gcás úiré arna thomhas ag $\lambda = 420\text{ nm}$ i ngach ábhar

	MAT 2	MAT 5	MAT 3	MAT 4	MAT 6
	Caoraigh	Eallach	Caoraigh	Caoraigh	Eallach
Sprioc-mhaischodán (mg kg ⁻¹)	3 000	5 000	7 001	9 036	11 000
Meán-mhaischodán. (mg kg ⁻¹)	4 241	6 993	7 830	9 962	12 071
Diall caighdeánach in-atáirgtheachta <i>s_R</i> (mg kg ⁻¹)	1 141	1 303	985	994	1 711
Diall caighdeánach in-atrialltachta <i>s_r</i> (mg kg ⁻¹)	723	601	549	712	737
Diall caighdeánach coibhneasta in-atáirgtheachta <i>RSD_R</i> (%)	27	19	13	10	14
Diall caighdeánach coibhneasta in-atrialltachta <i>RSD_r</i> (%)	17	9	7	7	6
Teorainn in-atáirgtheachta, <i>R</i> [<i>R</i> = 2,8 × <i>s_R</i>]	3 195	3 649	2 759	2 784	4 790
Teorainn in-atrialltachta, <i>r</i> [<i>r</i> = 2,8 × <i>s_r</i>]	2 024	1 684	1 536	1 994	2 064

Tábla 2

Saintréithe feidhmithe anailísigh i gcás úiré arna thomhas ag $\lambda = 435\text{ nm}$ i ngach ábhar

	MAT 2	MAT 5	MAT 3	MAT 4	MAT 6
	Caoraigh	Eallach	Caoraigh	Caoraigh	Eallach
Sprioc-mhaischodán (mg kg ⁻¹)	3 000	5 000	7 001	9 036	11 000
Meán-mhaischodán. (mg kg ⁻¹)	4 101	6 467	7 890	10 062	11 642
Diall caighdeánach in-atáirgtheachta <i>s_R</i> (mg kg ⁻¹)	706	1 194	675	745	1 378
Diall caighdeánach in-atrialltachta <i>s_r</i> (mg kg ⁻¹)	570	628	613	196	167

Diall caighdeánach coibhneasta in-atáirgtheachta RSD_R (%)	17	18	9	7	12
Diall caighdeánach coibhneasta in-atrialltachta RSD_r (%)	14	10	8	2	1
Teorainn in-atáirgtheachta, R [$R = 2,8 \times s_R$]	1 977	3 344	1 889	2 087	3 859
Teorainn in-atrialltachta, r [$r = 2,8 \times s_r$]	1 596	1 759	1 715	549	467

9.

Barúlacha

9.1.

I gcás cion úiré is mó ná 3 %, laghdaigh an sampla go 1 g nó caolaigh an tuaslagán bunaidh ionas nach mbeidh níos mó ná 50 mg d'úiré in 500 ml.

9.2.

I gcás cion íseal úiré, méadaigh an sampla fad a fhanfaidh an scagáit trédhearcach agus éadathach.

9.3.

Na torthaí thuas ó thástálacha comhoibríocha, ní léiríonn siad difríocht mhór bheachtais idir úiré arna thomhas ag 420 nm nó ag 435 nm.

E. AIMÍONAIGÉID (SEACHAS TRIPTEAFAN) A CHINNEADH

Is iad seo na modhanna anailíse atá le húsáid chun aimíonaigéid (seachas tripteafan) a chinneadh:

- EN ISO 13903 Beatha ainmhithe – Cion aimíonaigéad a chinneadh,
- EN ISO 17180 Beatha ainmhithe – Lísín, meitiainín agus tréoinín i dtáirgí agus réamh-mheascáin aimíonaigéid tráchtála a chinneadh ⁽⁴⁾,
- an modh anailíse mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 10 ina dhiaidh seo.

1.

An cuspóir agus an raon feidhme

Leis an modh sin is féidir aimíonaigéid shaora (shintéiseacha agus nádúrtha) agus iomlána (faoi nasc peiptídeach agus shaora) a chinneadh in ábhair bheatha, beathaí cumaisc agus réamh-mheascáin ina bhfuil níos lú ná 10 % ⁽⁵⁾ de gach aimíonaigéad, agus úsáid á baint as anailíseoir aimíonaigéad. Tá sé infheidhme maidir leis na haimíonaigéid seo a leanas: cistín (cistéin), meitiainín, lísín, tréoinín, alainín, argainín, aigéad aspartach, aigéad glútamach, glícín, histidín, isileoicín, leoicín, feiniolalainín, próilín, séirín, tirisín agus vailín.

Ní dhéantar idirdhealú leis an modh sin idir na salainn éagsúla agus na haimíonaigéid agus ní féidir idirdhealú a dhéanamh leis idir foirmeacha D agus L d'aimíonaigéid. Níl sé bailí chun tripteafan ná analóga hiodrocsa aimíonaigéad a chinneadh.

2.

Prionsabal

2.1.

Aimíonaigéid shaora

Déantar na haimíonaigéid shaora a eastóscadh le haigéad hidreaclórach caolaithe. Déantar macramóilíní nítrigineacha comheastósctha a dheascadh le haigéad sulfasalaicileach agus baintear iad trína scagadh. Déantar an tuaslagán scagtha a choigeartú chuig pH 2,20. Déantar na haimíonaigéid a dheighilt trí chrómatagrafaíocht malartaithe ian agus a chinneadh trí imoibriú le ninhidrin agus úsáid á baint as brath fótaiméadrach ag 570 nm.

(⁴)

An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17180, tagraítear dó mar mhodh malartach atá le húsáid chun críoch rialaithe oifigiúil chun aimíonaigéid a chinneadh i mbeatha nach bhfuil níos mó ná 10 % d'aimíonaigéid inti.

(⁵)

Ní dhearnadh an modh sin a bhailíochtú trí thriail chomhoibríoch le haghaidh réamh-mheascáin a bhfuil níos mó ná 10 % de bhreiseáin bheathaithe iontu. Tá feidhm aige maidir leis na maitrisí sin freisin, áfach, ach modhnuithe beaga iomchuí a bheith déanta air ar choinníoll go ndéanfar an modh a bhailíochtú go himmheánach ina dhiaidh sin. Chun faisnéis bhreise a fháil, féach <https://ec.europa.eu/jrc/en/eurl/feed-additives/authorisation>.

2.2. *Aimíonaigéid iomlána*

An nós imeachta a roghnaítear, braitheann sé ar na haimíonaigéid faoi imscrúdú. Ní mór cistín (cistéin) agus meitiainín a ocsaídiú chuig aigéad cistéach agus sulfón meitiainín faoi seach roimh hidrealú. Ní mór tirisín a chinneadh i hidrealasáití de shamplaí neamhocsáidithe. Na haimíonaigéid eile go léir a liostaítear i bpointe 1 (Cuspóir agus raon feidhme), is féidir iad a chinneadh sa sampla ocsáidithe nó neamhocsáidithe.

Déantar ocsaídiúchán ag 0 °C le meascán d'aigéad sárfhormach/feanól. Déantar farasbarr imoibrí ocsaídiúcháin a dhianscaoileadh le déshuilfít sóidiam. Déantar an sampla ocsáidithe nó neamhocsáidithe a hidrealú le haigéad hidreaclórach (pointe 3.20) ar feadh 23 uair an chloig. Coigeartaítear an hidrealasáit chuig pH 2,20. Déantar na haimíonaigéid a dheighilt trí chrómatagraíocht malartaithe ian agus a chinneadh trí imoibriú le ninhidrin agus úsáid á baint as brath fótaiméadrach ag 570 nm (440 nm i gcás próilín).

3. **Imoibrithe**

Ní mór uisce dédhriogtha nó uisce de cháilíocht choibhéiseach a úsáid (seoltacht < 10 µS).

3.1. Sárocsaíd hidrigine, w (w/w) = 30 %.

3.2. Aigéad formach, w (w/w) = 98-100 %.

3.3. Feanól.

3.4. Déshuilfít sóidiam.

3.5. Hiodrocsaíd sóidiam.

3.6. Déhiodráit aigéid 5-sulfasalaiciligh.

3.7. Aigéad hidreaclórach, dlús thart ar 1,18 g/ml.

3.8. Déhiodráit ciotráite trishóidiam.

3.9. 2,2'-Tiaidhé-eatánól (tiaidhéghliocól).

3.10. Clóiríd sóidiam.

3.11. Ninhidrin.

3.12. Peitriam éadrom, raon fiuchta 40-60 °C.

3.13. Noirleocín, nó comhdhúil eile atá oiriúnach lena húsáid mar chaighdeán inmheánach.

3.14. Gas nítrigine (< 10 ppm d'ocsaigin).

3.15. 1-Ochtánól.

3.16. Aimíonaigéid.

3.16.1. Substaintí caighdeánacha na n-aimíonaigéad a liostaítear faoi phointe 1 (Cuspóir agus raon feidhme). Comhdhúile íona nach bhfuil aon uisce criostalúcháin iontu. Triomaigh faoi fholús os cionn P₂O₅ nó H₂SO₄ ar feadh 1 seachain amháin roimh úsáid.

3.16.2. Aigéad cistéach.

3.16.3. Sulfón meitiainín.

3.17. Tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam, c = 7,5 mol/l:

Déan 300 g NaOH (pointe 3.5) a thuaslagadh in uisce agus líon go dtí 1 lítear amháin.

3.18. Tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam, c = 1 mhol/l

Déan 40 g NaOH (pointe 3.5) a thuaslagadh in uisce agus líon go dtí 1 lítear amháin.

3.19. Tuaslagán aigéid fhormaigh - feanól:

Measc 889 g d'aigéad formach (pointe 3.2) le 111 g d'uisce agus cuir 4,73 g d'fheanól (pointe 3.3).

- 3.20. Meascán hidrealaithe, $c = 6 \text{ mol HCl/l}$ ina bhfuil 1 g feanól/l:
Cuir 1 g d'fheanól (pointe 3.3) le 492 ml de HCl (pointe 3.7) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.
- 3.21. Meascán eastósctha, $c = 0,1 \text{ mol HCl/l}$ ina bhfuil 2 % taidhéghliocól: Tóg 8.2 ml de HCl (pointe 3.7), caolaigh le thart ar 900 ml d'uisce é, cuir 20 ml de thaidhéghliocól (pointe 3.9) leis agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce, (ná déan pointe 3.7 agus 3.9 a mheascadh go díreach).
- 3.22. Aigéad 5-sulfasalaicileach, $\beta = 6 \%$:
Déan 60 g d'aigéad 5-sulfasalaicileach (pointe 3.6) a thuaslagadh in uisce agus líon go dtí 1 l amháin le huisce é.
- 3.23. Meascán ocsaídiúcháin (Aigéad sárfhormach - feanól):
Measc 0,5 ml de shárocsaíd hidrigine (pointe 3.1) le 4,5 ml de thuaslagán aigéid fhormaigh-feanóil (pointe 3.19) in eascra beag. Gor ag $20 - 30^\circ\text{C}$ ar feadh 1 uair an chloig amháin é chun aigéad sárfhormach a chruthú, agus fuaraigh ansin é ar dhabhach oighearuisce (15 nóiméad) sula gcuirfear leis an sampla é.
Rabhadh: Seachain teagmháil leis an gcraiceann agus caith éadaí cosanta.
- 3.24. Maolán ciotráite, $c = 0,2 \text{ mol Na}^+/\text{l}$, pH 2,20:
Déan 19,61 g de chiotráit sóidiam (pointe 3.8), 5 ml de thaidhéghliocól (pointe 3.9), 1 g d'fheanól (pointe 3.3) agus 16,50 ml de HCl (pointe 3.7) a thuaslagadh i thart ar 800 ml d'uisce. Coigeartaigh pH chuig 2,20. Líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.
- 3.25. Maolán ionnalta, arna n-ullmhú de réir coinníollacha i ndáil leis an anailiseoir a úsáidtear (pointe 4.9).
- 3.26. Imoibrí ninhidrine, arna ullmhú de réir coinníollacha i ndáil leis an anailiseoir a úsáidtear (pointe 4.9).
- 3.27. Tuaslagán chaighdeánacha aimíonaigéad. Stórálfar na tuaslagáin sin faoi bhun 5°C .
- 3.27.1. Buntuaslagán caighdeánach aimíonaigéad (pointe 3.16.1).
 $c = 2,5 \mu\text{mol/ml}$ de gach ceann in aigéad hidreaclórach.
Féadfar é a fháil ar bhonn tráchtála.
- 3.27.2. Buntuaslagán caighdeánach d'aigéad cistéach agus sulfón meitiainín, $c = 1,25 \mu\text{mol/ml}$.
Déan 0,2115 g d'aigéad cistéach (pointe 3.16.2) agus 0,2265 g de shulfón meitiainín (pointe 3.16.3) a thuaslagadh i maolán ciotráite (pointe 3.24) i bhfleascán toirtmhéadrach 1 lítear amháin agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le maolán ciotráite. Stóráil faoi bhun 5°C é ar feadh tréimhse nach faide ná 12 mhí. Ní úsáidtear an tuaslagán sin má tá aigéad cistéach agus sulfón meitiainín sa bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.27.1).
- 3.27.3. Buntuaslagán caighdeánach den chaighdeán inmheánach e.g. noirleoicín, $c = 20 \mu\text{mol/ml}$.
Déan 0,6560 g de noirleoicín (pointe 3.13) a thuaslagadh i maolán ciotráite (pointe 3.24) i bhfleascán toirtmhéadrach agus líon go dtí 250 ml le maolán ciotráite. Stóráil faoi bhun 5°C é ar feadh tréimhse nach faide ná 6 mhí.
- 3.27.4. Tuaslagán calabrúcháin d'aimíonaigéid chaighdeánacha lena úsáid le hidrealasáití, $c = 5 \text{ nmol}/50 \mu\text{l}$ d'aigéad cistéach agus sulfón meitiainín agus $c = 10 \text{ nmol}/50 \mu\text{l}$ de na haimíonaigéid eile. Déan 2,2 g de chlóiríd sóidiam (pointe 3.10) a thuaslagadh in eascra 100 ml in éineacht le 30 ml de mhaolán ciotráite (pointe 3.24). Cuir 4,00 ml de bhuntuaslagán caighdeánach aimíonaigéad (pointe 3.27.1), 4,00 ml de bhuntuaslagán caighdeánach d'aigéad cistéach agus sulfón meitiainín (pointe 3.27.2) agus 0,50 ml de bhuntuaslagán caighdeánach tuaslagáin inmheánaigh (pointe 3.27.3), má úsáidtear é, leis. Coigeartaigh pH chuig 2,20 le hidrocsaíd sóidiam (pointe 3.18).
Aistrigh go cainníochtúil chuig fleascán toirtmhéadrach 50 ml agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le maolán ciotráite (pointe 3.24) agus measc.
Stóráil faoi bhun 5°C é ar feadh tréimhse nach faide ná 3 mhí.
Féach freisin barúlacha pointe 9.1.
- 3.27.5. Tuaslagán calabrúcháin aimíonaigéad caighdeánach lena úsáid le hidrealasáití arna n-ullmhú de réir pointe 5.3.3.1 agus lena úsáid le heastóscáin (pointe 5.2). Ullmhaítear an tuaslagán calabrúcháin de réir pointe 3.27.4 ach clóiríd sóidiam á fágáil ar lár.
Stóráil faoi bhun 5°C é ar feadh tréimhse nach faide ná 3 mhí.

4. **Gaireas**

- 4.1. Fleascán réthónach 100 nó 250 ml a bhfuil comhdhlúthadán aife feistithe air.
- 4.2. Buidéal gloine bóraisileacáite 100 ml lena ngabhann scriúchlaibín ag a bhfuil línealach rubair/Teflon (e.g. Duran, Schott) lena úsáid san oigheann.
- 4.3. Oigheann aerála meicniúla ag a bhfuil rialtán teochta is fearr cruinneas ná $\pm 2^\circ\text{C}$.
- 4.4. Méadar pH (trí ionad dheachúlacha).
- 4.5. Scagaire scannáin (0,22 μm).
- 4.6. Lártheifneoir.
- 4.7. Galaitheoir rothlach.
- 4.8. Croiteoir meicniúil nó corraitheoir maighnéadach.
- 4.9. Anailíseoir aimíonaigéad nó trealamh HPLC ag a bhfuil colún malartaithe ian, gaireas le haghaidh ninhidrine, díorthúcháin iarcholúin agus brathadóir fótaiméadrach.

Líontar an colún le roisíní polaistiréine sulfónaithe atá in ann na haimíonaigéid a dheighilt ó chéile agus ó ábhair ninhidrin-deimhneacha eile. Is éard a sholáthraíonn an sreabhadh sna línte maoláin agus ninhidrine caidél a bhfuil cobhsaíocht sreafa $\pm 0,5\%$ acu sa tréimhse lena gcumhdaítear an calabrúcháin caighdeánach agus an anailís ar an sampla araon.

Le roinnt anailíseoirí aimíonaigéad, is féidir nósanna imeachta hidrealaithe a úsáid ina bhfuil tiúchan sóidiam $c = 0,8\text{ mol/l}$ ag an hidrealasáit agus ina bhfuil an t-aigéad formach iarmharach uile ón gcéim ocsaídite. Ní dhéanann roinnt eile aimíonaigéid áirithe a dheighilt go sásúil má tá farasbarr aigéid fhormaigh agus/nó tiúchaintí arda ian sóidiam sa hidrealasáit. Sa chás sin, laghdaítear an toirt aigéid trína ghalú go dtí thart ar 5 ml tar éis an hidrealaithe agus roimh choigeartú pH. Déanfar an galú faoi fholús ag 40°C ar a mhéad.

5. **Nós imeachta**

5.1. *An sampla a ullmhú*

Meiltear an sampla chun go rachaidh sé trí chriathar 0,5 mm. Ní mór samplaí ina bhfuil ardchion taise a aerthriomú ag teocht nach airde ná 50°C nó a reothriomú sula meilfear iad. Déanfar samplaí ina bhfuil ardchion saille a eastóscadh le peitríliam éadrom (pointe 3.12) sula meilfear iad.

5.2. *Aimíonaigéid Shaora a Chinneadh*

Déan méid iomchuí (1-5 g) den sampla ullmhaithe (pointe 5.1) a mheá don 0,2 mg is gaire, isteach i bhfleascán cónúil agus cuir 100,0 ml de mheascán eastósctha leis (pointe 3.21). Croith an meascán ar feadh 60 nóiméad agus úsáid á baint as croiteoir meicniúil nó corraitheoir maighnéadach (pointe 4.8). Lig don dríodar socrú agus cuir 10,0 ml den fhorleacht isteach in eascra 100 ml le pípéad.

Cuir 5,0 ml de thuaslagán aigéid shulfasalaiciligh leis (pointe 3.22) á chorroí, agus lean dá chorroí leis an gcorraitheoir maighnéadach ar feadh 5 nóiméad. Déan an forleacht a scagadh nó a lártheifneoirí chun aon deascán a bhaint de. Cuir 10,0 ml den tuaslagán a leanann as isteach in eascra 100 ml agus coigeartaigh pH chuig 2,20 agus úsáid á baint as tuaslagán hidrocraíde sóidiam (pointe 3.18), aistrigh chuig fleascán toirtmhéadrach a bhfuil an toirt iomchuí ann agus úsáid á baint as maolán ciotráite (pointe 3.24), agus líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an maolán (pointe 3.24).

Má tá caighdeán inmheánach á úsáid, cuir 1,00 ml de chaighdeán inmheánach (pointe 3.27.3) leis le haghaidh gach 100 ml den tuaslagán deiridh agus líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an maolán (pointe 3.24).

Téigh ar aghaidh chuig an gcéim chrómatagraíochta de réir phointe 5.4.

Mura ndéantar scrúdú ar na heastóscáin an lá céanna, ní mór iad a stóráil faoi bhun 5°C .

5.3. *Aimíonaigéid Iomlána a Chinneadh*

5.3.1. Ocsaídiú

Déan idir 0,1 agus 1 g den sampla ullmhaithe (pointe 5.1) a mheá don 0,2 mg is gaire isteach sna nithe seo a leanas:

- fleascán tóinchruinn 100 ml (pointe 4.1) le haghaidh hidrealú oscailte (pointe 5.3.2.3) nó,
- fleascán tóinchruinn 250 ml (pointe 4.1) má éilítear tiúchan íseal sóidiam (pointe 5.3.3.1) nó,
- buidéal 100 ml a bhfuil scriúchlaibín feistithe air (pointe 4.2), (le haghaidh hidrealú dúnta pointe 5.3.2.4).

Ní mór cion nítrigine de thart ar 10 mg agus cion taise nach mó ná 100 mg a bheith sa sampla meáite.

Cuir an fleascán/buidéal i ndabhach oighearuisce agus fuaraigh go dtí 0 °C é, cuir 5 ml de mheascán ocsaídiúcháin leis (pointe 3.23) agus measc é le spadal gloine a bhfuil barr lúbtha air. Déan an fleascán/buidéal ina bhfuil an spadal a shéalú le sceo aer-obach, cuir an dabhach oighearuisce ina bhfuil an coimeádán séalaithe i gcuisneoir ag 0 °C agus fág ar feadh 16 uair an chloig í. Tar éis 16 uair an chloig, bain den chuisneoir í agus dianscaoil an farasbarr imoibrí ocsaídiúcháin trí 0,84 g de dhéshuifít sóidiam (pointe 3.4) a chur leis.

Téigh ar aghaidh chuig pointe 5.3.2.1.

5.3.2. Hidrealú

5.3.2.1. Hidrealú samplaí ocsaídithe

Leis an sampla ocsaídithe arna ullmhú de réir 5.3.1, cuir 25 ml de mheascán hidrealaithe (pointe 3.20) agus aire á tabhairt go nitear síos aon iarmhar sampla a bheadh greamaithe de thaobhanna an tsoithigh agus den spadal.

Téigh ar aghaidh de réir pointe 5.3.2.3 nó 5.3.2.4 ag brath ar an nós imeachta hidrealaithe atá á úsáid.

5.3.2.2. Hidrealú samplaí neamhocsáidithe

Déan idir 0,1 agus 1 g den sampla ullmhaithe (pointe 5.1) a mheá don 0,2 mg is gaire isteach i bhfleascán réthónach 100 ml nó 250 ml (pointe 4.1) nó i mbuidéal 100 ml a bhfuil scriúchlaibín feistithe air. Ní mór cion nítrigine de thart ar 10 mg a bheith sa sampla meáite. Cuir 25 ml de mheascán hidrealaithe leis go cúramach (pointe 3.20) agus measc leis an sampla é. Téigh ar aghaidh de réir pointe 5.3.2.3 nó 5.3.2.4.

5.3.2.3. Hidrealú oscailte

Cuir 3 choirnín gloine leis an meascán sa fhleascán (arna ullmhú i gcomhréir le pointe 5.3.2.1 nó 5.3.2.2) agus fiuch faoi aife ar feadh 23 uair an chloig é agus boilgearnach leanúnach ann. Ar thabhairt i gcrích an hidrealaithe, nigh síos an comhdhlúthadán le 5 ml de mhaolán ciotráite (pointe 3.24). Dícheangail an fleascán agus fuaraigh i ndabhach oighearuisce é.

Téigh ar aghaidh de réir 5.3.3.

5.3.2.4. Hidrealú Dúnta

Déan an buidéal ina bhfuil an meascán arna ullmhú i gcomhréir le pointe 5.3.2.1 nó 5.3.2.2 a chur in oigheann (pointe 4.3) ag 110 °C. Le linn na chéad uair an chloig, chun neartú brú a chosc (i ngeall ar éabhlóid substaintí gásacha) agus pléascadh a sheachaint, cuir an scriúchlaibín ar bharr an tsoithigh. Ná dún an soitheach leis an gclaibín. Tar éis 1 uair an chloig amháin, dún an soitheach leis an gclaibín agus fág san oigheann (pointe 4.3) ar feadh 23 uair an chloig é. Nuair a bheidh an hidrealú tugtha i gcrích, bain an buidéal den oigheann, oscail claibín an bhuidéil go cúramach agus cuir an buidéal i ndabhach oighearuisce. Fág lena fhuarú.

Déan inneachar an bhuidéil a aistriú go cainníochtúil chuig eascra 250 ml nó chuig fleascán réthónach 250 ml, ag brath ar an nós imeachta um choigeartú pH (pointe 5.3.3), agus úsáid á baint as maolán ciotráite (pointe 3.24).

Téigh ar aghaidh de réir pointe 5.3.3.

5.3.3. Coigeartú pH

Téigh ar aghaidh de réir pointe 5.3.3.1 nó 5.3.3.2 chun pH a choigeartú, ag brath ar lamháltas sóidiam an anailiseora aimíonaigéad (pointe 4.9).

5.3.3.1. I gcás Córais Chrómatagrafacha (pointe 4.9) a éilíonn tiúchan íseal sóidiam.

Is innholta buntuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.27.3) a úsáid i gcás ina n-úsáidfear anailiseoirí aimíonaigéad a bhfuil tiúchan íseal sóidiam ag teastáil uathu (i gcás inar gá toirt an aigéid a laghdú).

Sa chás sin, cuir 2,00 ml den bhuntuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.27.3) leis an hidrealasáit roimh an ngalú.

Cuir 2 bhraon 1-ochtánóil (pointe 3.15) leis an hidrealasáit arna fáil i gcomhréir le pointe 5.3.2.3 nó 5.3.2.4.

Agus úsáid á baint as galaitheoir rothlach (pointe 4.7), laghdaigh an toirt chuig 5-10 ml faoi fholús ag 40 °C. Má laghdaítear an toirt trí thimpiste chuig méid is lú ná 5 ml, ní mór an hidrealasáit a dhiúscairt agus an anailís a dhéanamh an athuair.

Coigeartaigh pH chuig 2,20 le tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam (pointe 3.18) agus téigh ar aghaidh chuig pointe 5.3.4.

5.3.3.2. I gcás gach Anailiseora Aimíonaigéad eile (pointe 4.9)

Tóg na hidrealasáití a fhaightear i gcomhréir le pointe 5.3.2.3 nó 5.3.2.4 agus neodraigh go páirteach iad trí 17 ml de thuaslagán hiodrocsaíde sóidiam (pointe 3.17) a chur leo go cúramach, á chorroaí, agus á áirithiú go gcoimeádtar an teocht faoi bhun 40 °C.

Coigeartaigh pH chuig 2,20 ag teocht an tseomra agus úsáid á baint as tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam (pointe 3.17) agus, ar deireadh, tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam (pointe 3.18). Téigh ar aghaidh chuig pointe 5.3.4.

5.3.4. Tuaslagán samplach le haghaidh crómatagrafaíochta

Déan an hidrealasáit arna coigeartú i leith pH (pointe 5.3.3.1 nó 5.3.3.2) a aistriú go cainníochtúil le maolán ciotráite (pointe 3.24) chuig fleascán toirtmhéadrach 200 ml, agus líon go dtí an toirt innhianaithe le maolán (pointe 3.24).

Murar úsáideadh caighdeán inmheánach cheana féin, cuir 2,00 ml de chaighdeán inmheánach (pointe 3.27.3) leis agus líon go dtí an toirt innhianaithe le maolán ciotráite (pointe 3.24). Measc go maith é.

Téigh ar aghaidh chuig an gcéim chrómatagrafaíochta (pointe 5.4).

Mura ndéantar scrúdú ar na tuaslagáin shamplacha an lá céanna, ní mór iad a stóráil faoi bhun 5 °C.

5.4. Crómatagrafaíocht

Sula ndéanfar an chrómatagrafaíocht, tabhair an t-eastóscán (pointe 5.2) nó an hidrealasáit (pointe 5.3.4) chuig teocht an tseomra. Croith an meascán agus scag méid oiriúnach de trí scagaire scannáin 0,22 µm (pointe 4.5). Cuirtear an tuaslagán glan a leanann as faoi réir crómatagrafaíocht malartaithe ian, agus úsáid á baint as anailiseoir aimíonaigéad (pointe 4.9).

Féadfar an t-instealladh a dhéanamh de láimh nó go huathoibríoch. Tá sé tábhachtach go gcuirfear an chainníocht chéanna den tuaslagán ± 0,5 % leis an gcolún chun anailís a dhéanamh ar chaighdeáin agus samplaí ach amháin i gcás ina n-úsáidfear caighdeán inmheánach, agus go mbeidh na cóimheasa idir sóidiam agus aimíonaigéad sna tuaslagáin chaighdeánacha agus shamplacha a chomhchosúla is indéanta.

Go ginearálta, braitheann minicíocht na gcalabrúcháin ar chobhsaíocht an imoibrí ninhidrine agus ar an gcóras anailiseach. Caolaítear an caighdeán nó an sampla le maolán ciotráite (pointe 3.24) sa chaoi go mbeidh buaicachar an chaighdeáin 30–200 % de bhuaicachar an aimíonaigéid shamplaigh.

Athróidh an chrómatagrafaíocht aimíonaigéad cuid bheag de réir an chineáil anailiseora agus roisín a úsáidtear. Ní mór don chóras roghnaithe a bheith in ann aimíonaigéid a dheighilt ó chéile agus ó na hábhair ninhidrin-deimhneacha. Sa raon oibriúcháin, ní mór don chóras crómatagrafach freagairt líneach a thabhairt d'athruithe ar na méideanna aimíonaigéad a chuirtear leis an gcolún.

Le linn na céime crómatagrafaíochta, tá feidhm ag na cóimheasa airde idir gleannta agus beanna a luaitear thíos, i gcás ina mbeidh anailís á déanamh ar thuaslagán cómholarach (de na haimíonaigéid a bheidh á gcinneadh). Ní mór 30 % ar a laghad d'uasualach gach aimíonaigéid is féidir a thomhas go cruinn leis an gcóras anailíseora aimíonaigéad (pointe 4.9) a bheith sa tuaslagán cómhalarach.

Chun tréoinín agus séirín a dheighilt, an cóimheas airde idir gleannta agus beanna atá ag an gceann is ísle den dá aimíonaigéad fhorluiteacha ar an gcrómatagram, ní mór gan é a bheith níos mó ná 2:10 (mura ndéantar ach cistín (cistéin), meitiainín, tréoinín agus lísín a chinneadh, déanfaidh deighilt neamh-leordhóthanach ó bhuaiceanna cóngaracha dochar don chinntiúchán). I gcás gach aimíonaigéid eile, ní mór an deighilt a bheith níos fearr ná 1:10.

Ní mór don chóras a áirithiú go ndeighlfear lísín ó 'dhéantáin lísín' agus ó ornaitín.

6. Na torthaí a ríomh

Tomhaistear achar na mbuaiceanna samplacha agus caighdeánacha i gcás gach aimíonaigéid aonair agus ríomhtar an méid (X) in g d'aimíonaigéad in aghaidh kg den sampla.

$$X = \frac{A \times c \times M \times V}{B \times m \times 1\,000}$$

Má úsáidtear caighdeán inmheánach, iolraigh faoi: $\frac{D}{C}$

A =	buaicachar, hidrealasáit nó eastóscán
B =	buaicachar, tuaslagán caighdeánach calabrúcháin
C =	buaicachar, caighdeán inmheánach i hidrealasáit nó in eastóscán
D =	buaicachar, caighdeán inmheánach, tuaslagán caighdeánach calabrúcháin
M =	meáchan mólarach an aimíonaigéid atá á chinneadh
c =	tiúchan an chaighdeáin in $\mu\text{mol/ml}$
m =	meáchan an tsampla (g) (arna cheartú chuig an meáchan bunaidh más triomaithe nó díshailte)
V =	ml de hidrealasáit iomlán (pointe 5.3.4) nó ml de thoirt caolúcháin iomlán ríofa an eastóscáin (pointe 6.1)

Déantar cistín agus cistéin araon a chinneadh mar aigéad cistéach i hidrealasáit de shampla ocsaídite, ach ríomhtar iad mar chistín ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$, M 240,30 g/mol) trí úsáid a bhaint as M 120,15 g/mol ($= 0,5 \times 240,30$ g/mol).

Déantar meitiainín a chinneadh mar shulfón meitiainín i hidrealasáit de shampla ocsaídite, ach ríomhtar mar mheitiainín é trí úsáid a bhaint as M meitiainín: 149,21 g/mol.

Déantar meitiainín saor breise a chinneadh tar éis eastósctha mar mheitiainín, agus úsáidtear an M céanna le haghaidh an ríomha.

- 6.1. Is mar a leanas a ríomhtar toirt caolúcháin iomlán eastóscán (F) chun aimíonaigéid shaora (pointe 5.2) a chinneadh:

$$F = \frac{100 \text{ ml} \times (10 \text{ ml} + 5 \text{ ml})}{10 \text{ ml}} \times \frac{V}{10}$$

V = Toirt an eastóscáin deiridh

7. Meastóireacht ar an modh

Tástáladh an modh sin in idirchomparáid a rinneadh ar an leibhéal idirnáisiúnta in 1990 agus úsáid á baint as ceithre bheatha éagsúla (beatha mheasctha muc, beatha chumaisc sicíní lena ramhrú, tiúchán próitéine, réamh-mheascán).

Tabhair faoi deara: Tástáladh an modh sin le linn an dara staidéar idirchomparáide idirnáisiúnta in 2003 agus úsáid á baint as tástáil dall dúbailte ar phéirí de shamplaí beatha chríochnaitheora sicíní lena méathú, beatha thosaitheora sicíní lena ramhrú, arbhair Indiaigh, mine éisc agus mine éanlaithe clóis. Chun mionsonraí a fháil, féach EN ISO 13903.

Sna táblaí sa phointe seo tugtar torthaí na hidirchomparáide a rinneadh in 1990, tar éis asluitigh a dhíchur, ar an meán agus ar an diall caighdeánach:

Meáin in g/kg

Tagairt Ábhar	Aimíonaigéad			
	Tréoinín	Cistín (Cistéin)	Meitiainín	Lísín
Beatha Mheasctha Muc	6,94 n = 15	3,01 n = 17	3,27 n = 17	9,55 n = 13
Beatha Chumaisc Sicíní lena Ramhrú	9,31 n = 16	3,92 n = 18	5,08 n = 18	13,93 n = 16
Tiúchán Próitéine	22,32 n = 16	5,06 n = 17	12,01 n = 17	47,74 n = 15
Réamh-mheascán	58,42 n = 16	—	90,21 n = 16	98,03 n = 16

n = An líon saotharlann rannpháirteach

7.1.

In-atrialltacht

Sna táblaí seo a leanas tugtar in-atrialltacht idirchomparáid an tábla roimhe seo, arna sloinneadh mar 'laistigh de dhiall caighdeánach saotharlainne':

Comhéifeacht Athrúcháin (%) in-atrialltachta (CV_r)

Tagairt Ábhar	Aimíonaigéad			
	Tréoinín	Cistín (Cistéin)	Meitiainín	Lísín
Beatha Mheasctha Muc	1,9 n = 15	3,3 n = 17	3,4 n = 17	2,8 n = 13
Beatha Chumaisc Sicíní lena Ramhrú	2,1 n = 16	2,8 n = 18	3,1 n = 18	2,1 n = 16
Tiúchán Próitéine	2,7 n = 16	2,6 n = 17	2,2 n = 17	2,4 n = 15
Réamh-mheascán	2,2 n = 16	—	2,4 n = 16	2,1 n = 16

n = An líon saotharlann rannpháirteach

7.2.

In-atáirgtheacht

Na torthaí ar an diall caighdeánach idirshaotharlainne ón idirchomparáid thuasluaite, tugtar sa tábla thíos iad:

Comhéifeacht Athrúcháin (%) in-atáirgtheachta (CV_R)

Tagairt Ábhar	Aimíonaigéad			
	Tréoinín	Cistín (Cistéin)	Meitiainín	Lísín
Beatha Mheasctha Muc	4,1 n = 15	9,9 n = 17	7,0 n = 17	3,2 n = 13
Beatha Chumaisc Sicíní lena Ramhrú	5,2 n = 16	8,8 n = 18	10,9 n = 18	5,4 n = 16
Tiúchán Próitéine	3,8 n = 16	12,3 n = 17	13,0 n = 17	3,0 n = 15

Réamh-mheascán	4,3 n = 16	–	6,9 n = 16	6,7 n = 16
----------------	---------------	---	---------------	---------------

n = An líon saotharlann rannpháirteach

8. **Ábhair Thagartha a Úsáid**

Fíorófar cur i bhfeidhm ceart an mhodha trí thomhais mhacasamhlaithe a dhéanamh ar ábhair thagartha dheimhnithe i gcás ina mbeidh siad ar fáil. Moltar calabrúcháin a dhéanamh le tuaslagán calabrúcháin aimíonaigéad deimhnithe.
9. **Barúlacha**

9.1. I ngeall ar dhifríochtaí idir anailíseoirí aimíonaigéad, is mar threoirlíne a ghlacfar le tiúchaintí deiridh thuaslagáin chalabrúcháin na n-aimíonaigéad caighdeánach (féach pointí 3.27.4 agus 3.27.5) agus na hidrealasáite (féach pointe 5.3.4).

Is gá raon freagartha líní an ghairis a sheiceáil i gcás gach aimíonaigéid.

Déantar an tuaslagán caighdeánach a chaolú le maolán ciotráite chun buaicachair i lár an raoin a thabhairt.

9.2. I gcás ina n-úsáidfear trealamh leachtchrómatagrafach ardfeidhmíochta chun anailís a dhéanamh ar na hidrealasáití, ní mór na dálaí turgnamhacha a bharrfheabhsú i gcomhréir le moltaí an mhonaróra.

9.3. Tríd an modh a chur i bhfeidhm maidir le beatha chumaisc nó réamh-mheascáin ina bhfuil méid clóiríde is mó ná 1 % (tiúchán, beathaí mianracha, beathaí comhlántacha), d'fhéadfaí gannmheastachán a dhéanamh ar mheitiainín agus déanfar cóireáil speisialta.
10. **Critéir feidhmiúcháin**

Comhthiomsú na dtorthaí (seachas ar thirisín) a thagann ón dá staidéar chomhoibríocha (ó 1990 a thuairiscítear i bpointe 7 thuas agus ó 2005 a thuairiscítear in EN/ISO 13903), tugann sé na critéir in-atrialltacha agus in-atáirgtheachta seo a leanas. Na luachanna a dhíorthaítear ón dá thástáil idirshaotharlainne sin, d'fhéadfadh sé nach mbeidís infheidhme ach maidir leis na raonta tiúchana agus na maitrísí a thugtar.

10.1. *In-atrialltacht*

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna sa tsaotharlann céanna agus ag an oibreoir céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

 - 6 % i gcoibhneas leis an luach is airde, le haghaidh aimíonaigéid iomlána i gcás glicín, alainín, lísín, próilín, aigéad glútamach, isileoicín agus histidín;
 - 8 % i gcoibhneas leis an luach is airde, le haghaidh aimíonaigéid iomlána i gcás tréoinín, feiniolalainín, meitiainín, aigéad aspartach agus leioicín;
 - 10 % i gcoibhneas leis an luach is airde, le haghaidh aimíonaigéid iomlána i gcás argainín agus vailín;
 - 12 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás an chion iomláin den aimíonaigéad séirín;
 - 15 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás an chion iomláin den aimíonaigéad cistín (cistéin).

10.2. *In-atáirgtheacht*

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna i saotharlanna éagsúla agus/nó ag oibreoirí éagsúla, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

 - 15 % i gcoibhneas leis an luach is airde, le haghaidh aimíonaigéid iomlána i gcás glicín, alainín agus tréoinín;
 - 20 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás aimíonaigéid iomlána i gcás lísín, próilín, feiniolalainín, meitiainín agus aigéad aspartach;
 - 22 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás aimíonaigéid iomlána i gcás aigéad glútamach agus leioicín;
 - 27 % i gcoibhneas leis an luach is airde i gcás an chion iomláin den aimíonaigéad argainín;
 - 32 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás an chion iomláin den aimíonaigéad isileoicín;
- 38/129
- ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2024/771/oj

- 35 % i gcoibhneas leis an luach is airde, le haghaidh aimíonaigéid iomlána i gcás vailín agus seirín;
- 40 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás an chion iomláin den aimíonaigéad histidín;
- 50 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás an chion iomláin den aimíonaigéad cistín (cistéin).

F. TRIPTAEAFAN A CHINNEADH

Is iad na modhanna anailíse atá le húsáid chun tripteafan a chinneadh:

- EN ISO 13904 Beatha ainmhithe – Cion tripteafain a chinneadh,
- an modh anailíse mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 9 ina dhiaidh seo.

1. An cuspóir agus an raon feidhme

Leis an modh sin, is féidir an tripteafan iomlán agus an tripteafan saor a chinneadh i mbeatha. Ní dhéantar idirdhealú leis idir foirmeacha D agus L.

2. Prionsabal

Chun an tripteafan iomlán a chinneadh, déantar an sampla a hidrealú faoi dhálaí alcaileacha le tuaslagán hiodrocsaíde bairiam sáithithe agus a théamh go 110 °C ar feadh 20 uair an chloig. Tar éis hidrealú, cuirtear caighdeán inmheánach leis.

Chun an tripteafan saor a chinneadh, eastósctar an sampla faoi dhálaí mínaigéadacha agus caighdeán inmheánach ann.

Is trí HPLC le brath fluaraiseachta a chinntear an tripteafan agus an caighdeán inmheánach sa hidrealasáit nó san eastóscán.

3. Imoibrithe

- 3.1. Ní mór uisce dédhriogtha nó uisce de cháilíocht choibhéiseach a úsáid (seoltacht < 10 µS/cm).
- 3.2. Substaint chaighdeánach: tripteafan (íonacht/cion ≥ 99 %) arna thriomú faoi fholús os cionn peantocsaíd fosfair.
- 3.3. Substaint chaighdeánach inmheánach: α-meitil-tripteafan (íonacht/cion ≥ 99 %), arna thriomú faoi fholús os cionn peantocsaíd fosfair.
- 3.4. Ochtaihiodráit hiodrocsaíde bairiam (tabharfar aire nach ndéanfar Ba(OH)₂·8 H₂O a nochtheadh an iomarca don aer ionas nach gcruthófar BaCO₃, rud a d'fhéadfadh cur isteach ar an gcinntiúchán) (féach barúil pointe 9.3).
- 3.5. Hiodrocsaíd sóidiam.
- 3.6. Aigéad fosfarach, w (w/w) = 85 %.
- 3.7. Aigéad hidreaclórach, ρ₂₀ 1,19 g/ml.
- 3.8. Meatánól, coibhéiseach le grád HPLC.
- 3.9. Peitriiliam éadrom, raon fiuchta 40-60 °C.
- 3.10. Tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam, c = 1 mhol/l
Déan 40,0 g NaOH (pointe 3.5) a thuaslagadh in uisce agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce (pointe 3.1).
- 3.11. Aigéad hidreaclórach, c = 6 mhol/l:
Tóg 492 ml de HCl (pointe 3.7) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.
- 3.12. Aigéad hidreaclórach, c = 1 mhol/l:
Tóg 82 ml de HCl (pointe 3.7) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.

- 3.13. Aigéad hidreaclórach, $c = 0,1 \text{ mol/l}$:
Tóg 8,2 ml de HCl (pointe 3.7) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.
- 3.14. Aigéad fosfarach, $c = 0,5 \text{ mol/l}$:
Tóg 34 ml d'aigéad fosfarach (pointe 3.6) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce (3.1).
- 3.15. Tuaslagán tiubhaithe tripteafain (pointe 3.2), $c = 2,50 \text{ } \mu\text{mol/ml}$:
I bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml, tuaslaig 0,2553 g de thripteafan (pointe 3.2) in aigéad hidreaclórach (pointe 3.13) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le haigéad hidreaclórach (pointe 3.13). Stóráil ag -18°C é ar feadh 4 seachtaine ar a mhéad.
- 3.16. Tuaslagán caighdeánach inmheánach tiubhaithe, $c = 2,50 \text{ } \mu\text{mol/ml}$:
I bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml, tuaslaig 0,2728 g de α -meitil-tripteafan (pointe 3.3) in aigéad hidreaclórach (pointe 3.13) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le haigéad hidreaclórach (pointe 3.13). Stóráil ag -18°C é ar feadh 4 seachtaine ar a mhéad.
- 3.17. Tuaslagán caighdeánach calabrúcháin tripteafain agus caighdeáin inmheánaigh:
Tóg 2,00 ml de thuaslagán tiubhaithe tripteafain (pointe 3.15), agus 2,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach tiubhaithe (α -meitil-tripteafan) (pointe 3.16). Caolaigh le huisce (pointe 3.1) agus meatánól (pointe 3.8) go dtí go mbeidh thart ar an toirt chéanna agus thart ar an tiúchan chéanna meatánóil (10-30 %) ann agus atá sa hidrealasáit chríochnaithe.
Ní mór an tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.
Cosain ar sholas díreach na gréine é le linn ullmhú.
- 3.18. Aigéad aicéiteach.
- 3.19. 1,1,1-tríchlóra-2-meitil-2-própánól.
- 3.20. Eatánólaimín w (w/w) $> 98 \%$.
- 3.21. Tuaslagán 1 g de 1,1,1-tríchlóra-2-meitil-2-própánól (pointe 3.19) in 100 ml de mheatánól (pointe 3.8).
- 3.22. Pas gluaisteach le haghaidh HPLC: 3,00 g d'aigéad aicéiteach (pointe 3.18) + 900 ml d'uisce (pointe 3.1) + 50,0 ml de thuaslagán (pointe 3.21) 1,1,1-tríchlóra-2-meitil-2-própánól (pointe 3.19) i meatánól (pointe 3.8) (1 g/100 ml). Coigeartaigh pH chuig 5,00 agus úsáid á baint as eatánólaimín (pointe 3.20). Líon go dtí 1 000 ml le huisce (pointe 3.1).
4. **Gaireas**
- 4.1. Trealamh HPLC ag a bhfuil brathadóir speictreafluoraiméadrach.
- 4.2. Colún leachtchrómatagrafach, 125 mm $\times$ 4 mm, C_{18} , pacáil 3 μm , nó a choibhéis.
- 4.3. Méadar pH.
- 4.4. Fleascán polapróipiléine, toilleadh 125 ml, a bhfuil scóig leathan agus scriúchlaibín aige.
- 4.5. Scagaire scannáin, 0,45 μm .
- 4.6. Uathchlábh, 110 (± 2) $^\circ\text{C}$, 1,4 ($\pm 0,1$) bar.
- 4.7. Croiteoir meicniúil nó corraitheoir maignéadach.
- 4.8. Meascthóir cuilithe.

5. Níos imeachta

5.1. Samplaí a ullmhú

Meiltear an sampla chun go rachaidh sé trí chriathar 0,5 mm. Ní mór samplaí ina bhfuil ardchion taise a aerthriomú ag teocht nach airde ná 50 °C nó a reothriomú sula meilfear iad. Déanfar samplaí ina bhfuil ardchion saille a eastóscadh le peitriiliam éadrom (pointe 3.9) sula meilfear iad.

5.2. Tripteafan saor (eastóscán) a chinneadh

Déan méid iomchuí (1-5 g) den sampla ullmhaithe (pointe 5.1) a mheá don 1 mg is gaire, isteach i bhfleascán cónúil. Cuir 100,0 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.13) agus 5,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach tiubhaithe (pointe 3.16) leis. Croith nó measc ar feadh 60 nóiméad é agus úsáid á baint as croiteoir meicniúil nó corraitheoir maighnéadach (pointe 4.7). Lig don dríodar socrú agus cuir 10,0 ml den fhorleacht isteach in easra le pípéad. Cuir 5 ml d'aigéad fosfarach leis (pointe 3.14). Coigeartaigh pH chuig 3 agus úsáid á baint as hidrocсаáid sóidiam (pointe 3.10). Cuir meatánól leordhóthanach leis (pointe 3.8) chun go mbeidh an tiúchan mheatánóil idir 10 agus 30 % sa toirt deiridh. Aistrigh chuig fleascán toirtmhéadrach de thoirt iomchuí agus caolaigh le huisce é go dtí go mbeidh toirt ann is gá le haghaidh crómatagrafaíochta (thart ar an toirt chéanna leis an tuaslagán caighdeánach calabhrúcháin (pointe 3.17)).

Scag roinnt ml den tuaslagán trí scagaire scannáin 0,45 µm (pointe 4.5) sula n-instealltar ar cholún HPLC é. Téigh ar aghaidh chuig an gcéim chrómatagrafaíochta de réir pointe 5.4.

Cosain an tuaslagán caighdeánach agus eastóscáin ar sholas díreach na gréine. Mura féidir anailís a dhéanamh ar na heastóscáin an lá céanna, féadfar na heastóscáin a stóráil ag 5 °C ar feadh 3 lá ar a mhéad.

5.3. Tripteafan iomlán (hidrealasáit) a chinneadh

Déan idir 0,1 agus 1 g den sampla ullmhaithe (pointe 5.1) a mheá don 0,2 mg is gaire isteach sa fhleascán polapróipiléine (pointe 4.4). Beidh cion nítrigine de thart ar 10 mg sa sampla meáite. Cuir 8,4 g d'ochtaihiodráit hidrocсаáide bairiam (pointe 3.4) agus 10 ml d'uisce leis. Measc ar mheascsthoir cuilithe (pointe 4.8) nó ar chorráitheoir maighnéadach (pointe 4.7) é. Fág an maighnéad brataithe le Teflon sa mheascán. Nigh ballaí an tsoithigh le 4 ml d'uisce. Cuir an scriúchlaibín air agus dún an fleascán go scaoilte. Aistrigh é chuig uathchlábh (pointe 4.6) ina bhfuil uisce fiuchaidh agus lig dó bruith le gal ar feadh 30-60 nóiméad. Dún an t-uathchlábh agus uathchlábhaigh ag 110 (± 2) °C ar feadh 20 uair an chloig é.

Sula n-osclofar an t-uathchlábh, laghdaigh an teocht go beagán faoi bhun 100 °C. Chun criostalú Ba(OH)₂·8 H₂O a sheachaint, cuir 30 ml d'uisce ar theocht an tseomra leis an meascán bogthe. Croith nó corraigh go bog. Cuir 2,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach tiubhaithe (α-meitil-tripteafan) leis (pointe 3.16). Fuaraigh na soithí ar dhabhach uisce/oighir ar feadh 15 nóiméad.

Ansin, cuir 5 ml d'aigéad fosfarach (pointe 3.14) leis. Coimeád an soitheach sa dabhach fuaraithe agus neodraigh le HCl (pointe 3.11) é le linn a chorráil agus coigeartaigh pH chuig 3,0 agus úsáid á baint as HCl (pointe 3.12). Cuir meatánól leordhóthanach leis chun go mbeidh an tiúchan mheatánóil idir 10 agus 30 % sa toirt deiridh. Aistrigh chuig fleascán toirtmhéadrach de thoirt iomchuí agus caolaigh le huisce é go dtí go mbeidh toirt shainithe ann is gá le haghaidh crómatagrafaíochta (100 ml mar shampla). Ní tharlóidh deascadh de thoradh meatánól a chur leis.

Scag roinnt ml den tuaslagán trí scagaire scannáin 0,45 µm (pointe 4.5) sula n-instealltar ar cholún HPLC é. Téigh ar aghaidh chuig an gcéim chrómatagrafaíochta de réir pointe 5.4.

Cosain an tuaslagán caighdeánach agus hidrealasáití ar sholas díreach na gréine. Mura féidir anailís a dhéanamh ar na hidrealasáití an lá céanna, féadfar iad a stóráil ag 5 °C ar feadh 3 lá ar a mhéad.

5.4. Cinntiúchán HPLC

Tugtar na coinníollacha seo a leanas maidir le hionlath isacratach mar threoraíocht; féadfar coinníollacha eile a úsáid ar choinníoll go mbeidh torthaí coibhéiseacha orthu (féach freisin barúlacha pointe 9.1 agus 9.2):

Leachtchrómatagrafach	125 mm × 4 mm, C ₁₈ , pacáil 3 μm nó a choibhéis (pointe 4.2): coibhéis
Teocht an cholúin:	Teocht an tseomra
Pas gluaisteach (pointe 3.22):	3,00 g d'aigéad aicéiteach (pointe 3.18) + 900 ml d'uisce (pointe 3.1) + 50,0 ml de thuaslagán (pointe 3.21) 1,1,1-tríchlóra-2-meitil-2-própánól (pointe 3.19) i meatánól (pointe 3.8) (1 g/1 00 ml). Coigeartaigh pH chuig 5,00 agus úsáid á baint as eatánólaimín (pointe 3.20). Líon go dtí 1 000 ml le uisce (pointe 3.1)
Ráta sreafa:	1 ml/nóiméad
Am ionnalta iomlán:	thart ar 34 nóiméad
Tonnfhad braite:	floscadh: 280 nm, astaíocht: 356 nm.
Toirt insteallta	20 μl

6. **Na torthaí a ríomh**

Ríomhtar an méid tripteafain (X) in g in aghaidh 100 g den sampla.

$$X = \frac{A \times B \times V_1 \times c \times V_2 \times M}{C \times D \times V_3 \times 10\,000 \times m}$$

- A = buaicachar caighdeáin inmheánaigh, tuaslagán caighdeánach calabrúcháin (pointe 3.17)
- B = buaicachar tripteafain, eastóscán (pointe 5.2) nó hidrealasáit (pointe 5.3)
- V₁ = toirt an tuaslagáin tripteafain thiubhaithe (pointe 3.15) in ml (2 ml) arna cur leis an tuaslagán calabrúcháin (pointe 3.17)
- c = tiúchan an tuaslagáin tripteafain thiubhaithe (pointe 3.15) in μmol/ml (= 2,50) arna cur leis an tuaslagán calabrúcháin (pointe 3.17)
- V₂ = toirt tuaslagáin chaighdeánaigh inmheánaigh thiubhaithe (pointe 3.16) in ml arna cur leis tráth an eastósctha (pointe 5.2) (= 5,00 ml) nó leis an hidrealasáit (pointe 5.3) (= 2,00 ml)
- C = buaicachar caighdeáin inmheánaigh, eastóscán (pointe 5.2) nó hidrealasáit (5.3)
- D = buaicachar tripteafain, tuaslagán caighdeánach calabrúcháin (pointe 3.17)
- V₃ = toirt tuaslagáin chaighdeánaigh inmheánaigh thiubhaithe (pointe 3.16) in ml (= 2,00 ml) arna cur le tuaslagán caighdeánach calabrúcháin (pointe 3.17)
- m = meáchan an tsampla in g (arna cheartú i leith an mheáchain bunaidh más triomaithe agus/nó díshailte)
- M = meáchan mólarach tripteafain (= 204,23 g/mol)

7. **In-atrialltacht**

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná 10 % i gcoibhneas leis an toradh is airde.

8. **Torthaí staidéir chomhoibríoch**

Socraíodh staidéar comhoibríoch de chuid an Aontais (an 4^ú hidirchomparáid) ina ndearna suas le 12 shaotharlann anailís ar thrí shampla chun an modh hidrealaithe a dheimhniú. Rinneadh anailísí macasamhlaithe (5) ar gach sampla. Tugtar na torthaí sa tábla seo a leanas:

	Sampla 1 Beatha muc	Sampla 2 Beatha muc arna forlíonadh le L-tripteafan	Sampla 3 Tiúchán beatha muc
L	12	12	12
n	50	55	50
Meán [g/kg]	2,42	3,40	4,22
s _r [g/kg]	0,05	0,05	0,08
r [g/kg]	0,14	0,14	0,22
CV _r [%]	1,9	1,6	1,9
S _R [g/kg]	0,15	0,20	0,09
R [g/kg]	0,42	0,56	0,25
CV _R [%]	6,3	6,0	2,2
L =	an líon saotharlann a chuir torthaí isteach		
n =	an líon torthaí aonair a choinnítear tar éis asluitigh a dhíchur (arna sainaitheint trí thástáil asluiteach Cochran, Dixon)		
s _r =	diall caighdeánach in-atrialltachta		
S _R =	diall caighdeánach in-atáirgtheachta		
r =	in-atrialltacht		
R =	in-atáirgtheacht		
CV _r =	comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta, %		
CV _R =	comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta, %		

Socraíodh staidéar comhoibríoch eile de chuid an Aontais (an 3^ú hidirchomparáid) ina ndearna suas le 13 shaotharlann anailís ar dhá shampla chun modh eastósctha tripteafain shaoir a dheimhniú. Rinneadh anailísí macasamhlaithe (5) ar gach sampla. Tugtar na torthaí sa tábla seo a leanas:

	Sampla 4 Meascán cruithneachta agus soighe	Sampla 5 Meascán cruithneachta agus soighe (= sampla 4) a bhfuil tripteafan curtha leis (0,457g/kg)
L	12	12
n	55	60
Meán [g/kg]	0,391	0,931
s _r [g/kg]	0,005	0,012
r [g/kg]	0,014	0,034
CV _r [%]	1,34	1,34
S _R [g/kg]	0,018	0,048
R [g/kg]	0,050	0,134
CV _R [%]	4,71	5,11

L =	an líon saotharlann a chuir torthaí isteach
n =	an líon torthaí aonair a choinnítear tar éis asluitigh a dhíchur (arna sainaitheint trí thástáil asluiteach Cochran, Dixon)
s _r =	diall caighdeánach in-atrialltachta
S _R =	diall caighdeánach in-atáirgtheachta
r =	in-atrialltacht
R =	in-atáirgtheacht
CV _r =	comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta, %
CV _R =	comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta, %

Socraíodh staidéar idirchomparáide eile de chuid an Aontais ina ndearna suas le seacht saotharlann anailís ar cheithre shampla arbh é ab aidhm dó tripteafan a dheimhniú le haghaidh hidrealú. Tugtar na torthaí thíos. Rinneadh anailísí macasamhlaithe (5) ar gach sampla.

	Sampla 1 Beatha mheasctha muc (CRM 117)	Sampla 2 Min éisc ar bheagán saille (CRM 118)	Sampla 3 Min pónairí soighe (CRM 119)	Sampla 4 Púdar bainne bhearrtha (CRM 120)
L	7	7	7	7
n	25	30	30	30
Meán [g/kg]	2,064	8,801	6,882	5,236
s _r [g/kg]	0,021	0,101	0,089	0,040
r [g/kg]	0,059	0,283	0,249	0,112
CV _r [%]	1,04	1,15	1,30	0,76
S _R [g/kg]	0,031	0,413	0,283	0,221
R [g/kg]	0,087	1,156	0,792	0,619
CV _R [%]	1,48	4,69	4,11	4,22

L =	an líon saotharlann a chuir torthaí isteach
n =	an líon torthaí aonair a choinnítear tar éis asluitigh a dhíchur (arna sainaitheint trí thástáil asluiteach Cochran, Dixon)
s _r =	diall caighdeánach in-atrialltachta
S _R =	diall caighdeánach in-atáirgtheachta
r =	in-atrialltacht
R =	in-atáirgtheacht
CV _r =	comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta, %
CV _R =	comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta, %

9. Barúlacha

9.1. D'fhéadfadh deighilt níos fearr idir tripteafan agus α-meitil-tripteafan a bheith ann de bharr coinníollacha crómatagrafacha a leanúint.

Ionlath isacratach agus glantachán colúin grádáin ina dhiaidh:

Leachtchrómatagrafach colún:	125 mm × 4 mm, C ₁₈ , pacáil 5 µm nó a choibhéis	
Teocht an cholúin:	32 °C	
Pas gluaisteach:	A: 0,01 mol/l KH ₂ PO ₄ /Meatánól, 95 + 5 (V + V). B: Meatánól	
Clár grádáin:	0 nóiméad 100 % A	0 % B
	15 nóiméad 100 % A	0 % B
	17 nóiméad 60 % A	40 % B
	19 nóiméad 60 % A	40 % B
	21 nóiméad 100 % A	0 % B
	33 nóiméad 100 % A	0 % B
Ráta sreafa:	1,2 ml/nóiméad	
Am ionnalta iomlán:	thart ar 33 nóiméad	

- 9.2. Athróidh an chrómatagrafaíocht de réir chineál HPLC agus an chineáil ábhair pacála colúin a úsáidtear. Ní mór don chóras roghnaithe a bheith in ann deighilt bhunlíne a dhéanamh idir an tripteafan agus an caighdeán inmheánach. Thairis sin, tá sé tábhachtach go mbeidh táirgí díghrádúcháin deighilte go maith ón tripteafan agus ón gcaighdeán inmheánach. Déanfar ionlath ar hidrealasáití gan caighdeán inmheánach chun a sheiceáil an bhfuil eisiointais sa bhunlíne faoin gcaighdeán inmheánach. Tá sé tábhachtach go mbeidh an t-am ionnalta fada go leordhóthanach chun na táirgí díghrádúcháin uile a ionlath, ós rud é, ina mhalairt de chás, go bhféadfadh buaicphointí ionnalta mhall cur isteach ar rití crómatagrafacha ina dhiaidh sin.

Sa raon oibriúcháin, tabharfaidh an córas crómatagrafach freagairt líneach. Déanfar an fhreagairt líneach a thomhas le tiúchan thairiseach (gnáth-thiúchan) den chaighdeán inmheánach agus le tiúchaintí éagsúla tripteafain. Tá sé tábhachtach go mbeidh méid na mbuaiceanna tripteafain agus na mbuaiceanna caighdeáin inmheánaigh araon laistigh de raon líneach chóras HPLC le brath fluaraiseachta. Más róbhéag nó ró-ard an bhuaic (na buaiceanna) tripteafain agus/nó buaic (buaiceanna) an chaighdeáin inmheánaigh, déanfar an anailís arís le samplamhéid eile agus/nó le toirt deiridh athraithe.

- 9.3. *Hiodrocsaíd bhairiam*

Dá shine hiodrocsaíd bhairiam is ea is deacra í a thuaslagadh. Is é a bhíonn mar thoradh air sin tuaslagán neamhghlan le haghaidh chinntiúchán HPLC, agus d'fhéadfadh torthaí ísle tripteafain a bheith ann dá dheasca.

G. AMHOLAÍ AGUS AMHSHAILLTE A CHINNEADH

1. **An cuspóir agus an raon feidhme**

Tá an modh sin ceaptha chun amholáí agus amhshailte a chinneadh i mbeatha.

Braitheann úsáid an dá nós imeachta ar a dtugtar tuairisc thíos ar chineál agus comhdhéanamh na beatha agus ar an gcúis leis an anailís a dhéanamh.

Chun amholáí agus amhshailte a chinneadh in olashíolta agus i dtorthaí olúla agus i mbeatha ina bhfuil an cion amhola/amhshaille níos airde ná 15 %, ba cheart an t-eastóscadh a dhéanamh de réir Nós Imeachta A agus an t-atheastóscadh a dhéanamh de réir Nós Imeachta B (pointe 5.3).

- 1.1. Nós Imeachta A – Amholáí agus amhshailte is féidir a eastóscadh go díreach

Is infheidhme an modh sin maidir le hábhair bheatha de thionscnamh plandúil, cé is moite díobh siúd a áirítear faoi raon feidhme Nós Imeachta B.

1.2. Nós Imeachta A – Amholáí agus amhshailte iomlána

Is infheidhme an modh sin maidir le hábhair bheatha de thionscnamh ainmhióch agus le gach beatha chumaisc. Tá sé le húsáid i gcás gach ábhair nach féidir na holaí ná na saille a eastóscadh go hiomlán díobh gan hidrealú a dhéanamh roimh ré (e.g. glútan, giosta, próitéiní prátaí agus táirgí arna gcur faoi réir próiseas amhail easbhrú, calógú agus téamh).

1.3. *Torthaí a léirmhíniú*

I ngach cás ina bhfaightear toradh níos airde trí Nós Imeachta B a úsáid in áit Nós Imeachta A, glactar leis an toradh a fhaightear trí Nós Imeachta B mar an fíorluach.

2. **Prionsabal**

2.1. *Nós Imeachta A*

Eastósctar an sampla le peitiriam éadrom. Déantar an tuaslagóir a dhriogadh agus an t-iarmhar a thriomú agus a mheá.

2.2. *Nós Imeachta B*

Déantar an sampla a chóireáil faoi théamh le haigéad hidreaclórach. Fuaraítear agus scaitir an meascán. Nítear agus triomaítear an t-iarmhar agus cuirtear faoi réir an chinntiúcháin é de réir Nós Imeachta A.

3. **Imoibrithe**

3.1. Peitiriam éadrom, raon fiuchta: 40 go 60 °C. Ní mór an luach bróimín a bheith níos lú ná 1 agus an t-iarmhar arna ghalú a bheith níos lú ná 2 mg/100 ml.

3.2. Sulfáit sóidiam, ainhidriúil.

3.3. Aigéad hidreaclórach, $c = 3$ mhol/l.

3.4. Áis scagacháin, e.g. Kieselguhr, Hyflo-supercel.

4. **Gaireas**

4.1. Eastarraingteoir. Má tá sé feistithe le siofón (gaireas Soxhlet), beidh an ráta aife i riocht agus go dtáirgfidh sé thart ar 10 dtimthriall in aghaidh na huair; más de chineál neamhshiofónta é, thart ar 10 ml in aghaidh an nóiméid a bheidh sa ráta aife.

4.2. Méaracáin eastósctha, saor ó ábhar atá intuaslagtha i bpeitiriam éadrom agus a bhfuil a bpóiriúlacht i gcomhréir le ceanglais phointe 4.1.

4.3. Oigheann triomúcháin, bíodh sé ina oigheann folúis socraithe ag 75 ± 3 °C nó ina oigheann aeir socraithe ag 100 ± 3 °C.

5. **Nós imeachta**

5.1. *Nós Imeachta A (féach pointe 8.1)*

Déan 5 g den sampla a mheá don 1 mg is gaire, aistrigh chuig méaracán eastósctha (pointe 4.2) agus cumhdaigh le loca olla cadáis gan saille é.

Cuir an méaracán in eastarraingteoir (pointe 4.1) agus eastósc ar feadh 6 uair an chloig le peitiriam éadrom (pointe 3.1). Bailigh an t-eastóscán peitiriam i bhfleascán tirim meáite ina bhfuil bloghanna slíogairt ⁽⁶⁾.

Driog an tuaslagóir. Triomaigh an t-iarmhar agus an fleascán á choimeád san oigheann triomúcháin (pointe 4.3) ar feadh 1,5 uair an chloig. Fág lena fhuarú i dtriomadán agus meáigh é. Triomaigh arís é ar feadh 30 nóiméad chun a áirithiú go bhfanfaidh meáchan na n-olaí agus na saille tairiseach (an caillteanas meáchain idir dhá mheá chomhleanúnacha, ní mór é a bheith níos lú ná 1 mg nó cothrom leis).

⁽⁶⁾ I gcás inar gá an ola nó an tsaille a chur faoi réir tástálacha cáilíochta ina dhiaidh sin, cuir coiríní gloine in ionad na mbloghanna slíogairt.

5.2. *Nós Imeachta B*

Déan 2,5 g den sampla a mheá don 1 mg is gaire (féach pointe 8.2), cuir in eascra 400 ml nó i bhfleascán cónúil 300 ml é agus cuir 100 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.3) agus bloghanna slíogairt leis. Cumhdaigh an t-eascra le clog-ghloine nó feistigh an fleascán cónúil le comhdhlúthadán aife. Fiuch an meascán go bog os cionn lasair íseal nó ar theophláta agus coimeád ansin é ar feadh 1 uair an chloig amháin. Ná lig don táirge greamú de thaobhanna an choimeádáin.

Fuaraigh é agus cuir cainníocht leordhóthanach d'áis scagacháin (pointe 3.4) leis chun aon chaillteanas ola agus saille le linn scagacháin a chosc. Scag é trí scagpháipéar dubailte tais saor ó shail. Nigh an t-iarmhar in uisce fuar go dtí go bhfaighfear scagáit neodrach. Seiceáil nach bhfuil aon ola ná aon saill sa scagáit. Más ann dóibh, léiríonn sé sin nach mór an sampla a eastóscadh le peitriam éadrom, agus úsáid á baint as Nós Imeachta A, roimh hidrealú.

Cuir an scagpháipéar dúblach ina bhfuil an t-iarmhar ar chlog-ghloine agus triomaigh é ar feadh uair go leith san oigheann aeir (pointe 4.3) ag $100 \pm 3^\circ\text{C}$.

Cuir an scagpháipéar dúblach ina bhfuil an t-iarmhar tirim i méaracán eastósctha (pointe 4.2) agus cumhdaigh le loca olla cadáis gan saill é. Cuir an méaracán in eastarraingteoir (pointe 4.1) agus téigh ar aghaidh mar a shonraítear sa dara agus sa tríú mír de phointe 5.1.

5.3. *Nós Imeachta A agus atheastóscadh trí Nós Imeachta B.*

Chun amholaí agus amhshailte a chinneadh in olashíolta agus i dtorthaí olúla agus i mbeatha ina bhfuil an cion amhola/amhshaille níos airde ná 15 %, ba cheart an t-eastóscadh a dhéanamh de réir Nós Imeachta A agus an t-atheastóscadh a dhéanamh de réir Nós Imeachta B.

Ciallaíonn sé sin, tar éis an eastósctha le peitriam éadrom (nós imeachta A), go ndéantar an t-iarmhar nó cuid den iarmhar a atheastóscadh le haigéad hidreaclórach (nós imeachta B). Is é an cion amhola agus amhshaille suim nósanna imeachta A agus B.

6. **Toradh a shloinneadh**

Déan meáchan an iarmhair a shloinneadh mar chéatadán den sampla.

7. **In-atriallacht**

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna ag an anailís céanna, ní bheidh sí níos mó ná:

- 0,2 %, i ndearbhluach, i gcás cion amholaí agus amhshailte is lú ná 5 %,
- 4,0 % i gcoibhneas leis an toradh is airde i gcás chion 5 go 10 %,
- 0,4 % i ndearbhluach, i gcás cion is mó ná 10 %.

8. **Barúlacha**

8.1. I gcás táirgí ina bhfuil ardchion olaí agus saille, is deacair a bhrú nó nach bhfuil oiriúnach chun sampla tástála aonfhoirmeach a tharraingt, téigh ar aghaidh mar a leanas.

Déan thart ar 20 g den sampla a mheá don 1 mg is gaire agus measc é le 10 g, nó níos mó, sulfáite sóidiam ainhidriúla. Eastósc le peitriam éadrom (pointe 3.1) mar a léirítear i bpointe 5.1. Líon an t-eastóscán a fuarthas go dtí 500 ml le peitriam éadrom (pointe 3.1) agus measc é. Tóg 50 ml den tuaslagán agus cuir i bhfleascán beag tirim meáite é ina bhfuil bloghanna slíogairt. Driog an tuaslagóir, triomaigh é agus téigh ar aghaidh mar a léirítear sa mhír deiridh de phointe 5.1.

Déan an tuaslagóir a dhíchur ón iarmhar eastósctha a fhágtar sa mhéaracán, brúigh an t-iarmhar go dtí go mbeidh míne 1 mm ann, fill ar an méaracán eastósctha é (ná cuir sulfáit sóidiam leis) agus téigh ar aghaidh mar a léirítear sa dara agus sa tríú mír de phointe 5.1.

Ríomh an cion olaí agus sailte mar chéatadán den sampla agus an fhoirmle seo a leanas á húsáid:

$$(10 m_1 + m_2) \times 5$$

i gcás inarb amhlaidh:

m_1 = meáchan an iarmhair, i ngraim, tar éis an chéad eastósctha (slánchuid den eastóscadh),

m_2 = meáchan an iarmhair, i ngraim, tar éis an dara heastóscadh.

- 8.2. I gcás táirgí áirithe (e.g. iad siúd atá ar bheagán olaí agus sailte) féadfar an sampla tástála a mhéadú.
- 8.3. Bianna peataí ina bhfuil ardhion uisce, d'fhéadfadh sé gur gá iad a mheascadh le sulfáit sóidiam ainhidriúil sula ndéanfar iad a hidrealú agus a eastóscadh de réir Nós Imeachta B.
- 8.4. I bpointe 5.2, d'fhéadfadh sé gurbh éifeachtaí uisce te a úsáid in ionad uisce fuar chun an t-iarmhar a ní tar éis scagacháin.
- 8.5. D'fhéadfadh sé gur gá síneadh a chur leis an am triomúcháin 1,5 uair an chloig le haghaidh beatha áirithe. Seachnófar an róthriomú toisc go bhféadfadh torthaí ísle a bheith ann dá dheasca. Is féidir oigheann micreathonnach a úsáid freisin.

H. GARBHSHNÁITHÍN A CHINNEADH

1. An cuspóir agus an raon feidhme

Leis an modh sin, is féidir substaintí orgánacha gan saille a chinneadh i mbeatha, ar substaintí iad atá dothuaslaga in aigéad agus i meáin alcaileacha agus a dtugtar tuairisc orthu de ghnáth mar gharbhshnáithín.

Ní hinfheidhme an modh sin i gcás ligniceallalóis ná carbón plandúil (a bhfuil a gcáithníní rómhín).

2. Prionsabal

Déantar an sampla, arna dhíshailleadh i gcás inar gá, a chóireáil le tuaslagán aigéid shulfaraigh fiuchaidh agus ina dhiaidh sin le tuaslagán hiodrocsaíde potaisiam fiuchaidh a bhfuil a dtiúchaintí sonraithe. Déantar an t-iarmhar a dheighilt trína scagadh ar scagaire gloine sintéaraithe, agus é a ní, a thriomú, a mheá agus a luaithriú laistigh de raon 475 go 500 °C. An caillteanas meáchain a leanann as luaithriú, comhfhreagraíonn sé don gharbhshnáithín atá sa sampla tástála.

3. Imoibrithe

- 3.1. Aigéad sulfarach, $c = 0,13$ mol/l.
- 3.2. Oibreán frithchúrtha (e.g. n-ochtanól).
- 3.3. Áis scagacháin (Celite 545 nó a choibhéis), arna téamh ag 500 °C ar feadh 4 uair an chloig (pointe 8.6).
- 3.4. Aicéatón.
- 3.5. Raon fiuchta pheitrioliam éadroim 40 go 60 °C.
- 3.6. Aigéad hidreaclórach, $c = 0,5$ mol/l.
- 3.7. Tuaslagán hiodrocsaíde potaisiam, $c = 0,23$ mol/l.

4. Gaireas

- 4.1. Aonad téite le haghaidh díleá le tuaslagán aigéid shulfaraigh agus hiodrocsaíde potaisiam, a fheistítear le taca le haghaidh an bhreogáin scagaire (pointe 4.2) agus a soláthraítear feadán asraoin dó a bhfuil buacaire chuig an asraon leachta agus chuig an bhfolús aige, a bhféadfadh aer comhbhrúite a bheith ann. Déan an t-aonad a théamh le huisce fiuchaidh ar feadh 5 nóiméad roimh a úsáid gach lá.
- 4.2. Breogán gloine sintéaraithe de mhéid póire 40-90 µm. Sula n-úsáidtear den chéad uair é, déan é a théamh go 500 °C ar feadh roinnt nóiméad agus fuaraigh é (pointe 8.6).

- 4.3. Sorcóir de thoirt 270 ml ar a laghad ag a bhfuil comhdhlúthadán aife, oiriúnach le haghaidh fiuchadh.
- 4.4. Oigheann triomúcháin ag a bhfuil teirmeastat.
- 4.5. Mufalfhoirnéis ag a bhfuil teirmeastat.
- 4.6. Aonad eastósctha ina bhfuil pláta tacaíochta le haghaidh an bhreogáin scagaire (pointe 4.2) agus píobán sceite a bhfuil buacaire chuig an bhfolús agus asraon leachta aige.
- 4.7. Fáinní ceangail chun an t-aonad téite (pointe 4.1), an breogán (pointe 4.2) agus an sorcóir (pointe 4.3) a chóimeáil agus chun an t-aonad fuar-eastarraingthe (pointe 4.6) a cheangal den bhreogán.

5. Níos imeachta

Déan 1 g den sampla ullmhaithe a mheá amach don 1 mg is gaire agus cuir sa bhreogán é (pointe 4.2), (féach barúlacha pointí 9.1, 9.2 agus 9.3) agus cuir 1 g d'áis scagacháin leis (pointe 3.3).

Cóimeáil an t-aonad téite (pointe 4.1) agus an breogán scagaire (pointe 4.2), ansin cuir an sorcóir (pointe 4.3) i gceangal den bhreogán. Doirt 150 ml d'aigéad sulfarach fiuchaidh (pointe 3.1) isteach sa sorcóir agus breogán cóimeáilte agus, más gá, cuir roinnt braon d'oibreán frithchúrtha (pointe 3.2) leis.

Cuir an leacht ar fiuchadh laistigh de 5 ± 2 nóiméad agus fiuch le teann nirt é ar feadh 30 nóiméad go beacht.

Oscail buacaire an phíobáin sceite (pointe 4.1) agus, faoi fholús, scag an t-aigéad sulfarach tríd an mbreogán scagaire agus nigh an t-iarmhar le trí chuid chomhleanúnacha d'uisce fiuchaidh, 30 ml an ceann, á áirithiú go scagfar an t-iarmhar go dtí go mbeidh sé tirim tar éis gach nócháin.

Dún an buacaire asraoin agus doirt 150 ml de thuaslagán hiodrocsaíde potaisiam fiuchaidh (pointe 3.7) isteach sa sorcóir agus breogán cóimeáilte agus cuir roinnt braon d'oibreán frithchúrtha (pointe 3.2) leis. Cuir an leacht ar fiuchadh laistigh de 5 ± 2 nóiméad agus fiuch le teann nirt é ar feadh 30 nóiméad go beacht. Scag é agus déan arís an nós imeachta nócháin a úsáideadh le haghaidh chéim an aigéid shulfaraigh.

Tar éis an nócháin agus an triomúcháin deiridh, dícheangail an breogán agus a bhfuil ann agus athcheangail leis an aonad fuar-eastarraingthe é (pointe 4.6). Cuir an folús i bhfeidhm agus nigh an t-iarmhar sa bhreogán le trí chuid chomhleanúnacha d'aicéatón (pointe 3.4), 25 ml an ceann, á áirithiú go scagfar an t-iarmhar go dtí go mbeidh sé tirim tar éis gach nócháin.

Triomaigh an breogán san oigheann ag 130 °C go dtí go mbeidh meáchan tairiseach ann. Tar éis gach triomúcháin, fuaraigh sa triomadán agus meáigh go gasta é. Cuir an breogán i mufalfhoirnéis agus luaithrigh an t-iarmhar go dtí go mbeidh meáchan tairiseach ann (an caillteanas meáchain idir dhá mheá chomhleanúnacha, ní mór é a bheith níos lú ná 2 mg nó cothrom leis) ag 475 °C go 500 °C ar feadh 30 nóiméad ar a laghad.

Tar éis gach téimh, fuaraigh ar dtús é san fhoirnéis agus ansin sa triomadán sula meáfar é.

Déan banchinneadh gan an sampla. Caillteanas meáchain de thoradh luaithriú, ní mór gan é a bheith níos mó ná 4 mg.

6. Na torthaí a ríomh

Is leis an slonn seo a thugtar an cion garbhshnáithín mar chéatadán den sampla:

$$X = \frac{(m_0 - m_1) \times 100}{m}$$

i gcás inarb amhlaidh:

m = meáchan an tsampla in g;

m_0 = caillteanas meáchain tar éis luaithriú le linn an chinntiúcháin, in g;

m_1 = caillteanas meáchain tar éis luaithriú le linn an bháinchinnidh, in g.

7. In-atriallacht

An difríocht idir dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

— 0,6 % i ndearbhluach i gcás cion garbhshnáithín is lú ná 10 %,

— 6 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion garbhshnáithín atá níos mó ná 10 % nó cothrom leis.

8. In-atáirgtheacht

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna i saotharlanna éagsúla, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

- 1,0 % i ndearbhlúach i gcás cion garbhshnáithín is lú ná 10 %,
- 10 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion garbhshnáithín atá níos mó ná 10 % nó cothrom leis.

9. Barúlacha

- 9.1. Beatha ina bhfuil cion amhshaille is mó ná 10 %, ní mór í a dhíshailliú le peitriiliam éadrom (pointe 3.5) sula ndéanfar anailís uirthi. Ceangail an breogán scagaire (pointe 4.2) agus a bhfuil ann den aonad fuar-eastarraingthe (pointe 4.6) agus cuir an folús i bhfeidhm agus nigh an t-iarmhar le trí chuid chomhleanúnacha de pheitriiliam éadrom, 30 ml an ceann, á áirithiú go bhfuil an t-iarmhar tirim. Ceangail an breogán agus a bhfuil ann den aonad téite (pointe 4.1) agus téigh ar aghaidh mar a thuairiscítear faoi phointe 5.
- 9.2. Beatha ina bhfuil saillte nach féidir a eastóscadh go díreach le peitriiliam éadrom (pointe 3.5), ní mór í a dhíshailliú mar a léirítear i bpointe 8.1 agus a dhíshailliú uair amháin eile tar éis a fiuchta le haigéad. Tar éis fiuchadh le haigéad agus tar éis an níocháin ina dhiaidh sin, ceangail an breogán agus a bhfuil ann den aonad fuar-eastarraingthe (pointe 4.6) agus nigh trí huaire é le 30 ml d'aicéatón agus nigh trí huaire breise é le codanna 30 ml de pheitriiliam éadrom. Scag faoi fholús é go dtí go mbeidh sé tirim agus lean den anailís mar a thuairiscítear faoi phointe 5, ag tosú leis an gcóireáil hidrocсаide potaisiam.
- 9.3. Más mó ná 5 % an cion carbónáití sa bheatha, arna shloinneadh mar charbónáit chailciam, déan an breogán (pointe 4.2) ina bhfuil an sampla meáite a cheangal den aonad téite (pointe 4.1). Nigh an sampla trí huaire le 30 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.6). Tar éis gach ionchuir, lig don sampla seasamh ar feadh thart ar 1 nóiméad amháin sula scagfar é. Nigh uair amháin é le 30 ml d'uisce agus téigh ar aghaidh ansin mar a thuairiscítear faoi phointe 5.
- 9.4. Má úsáidtear gaireas i bhfoirm seastáin (roinnt breogán arna gceangal den aonad téite céanna), ní fhéadfar aon dá chinneadh aonair a dhéanamh ar an sampla céanna le haghaidh anailíse sa tsraith chéanna.
- 9.5. Más amhlaidh, tar éis fiuchta, gur deacair na tuaslagáin aigéadacha agus bhunata a scagadh, cuir aer brúite trí phíobán an aonaid téite agus lean den scagadh ansin.
- 9.6. Ní bheidh an teocht le haghaidh an luaithrithe sin níos airde ná 500 °C chun síneadh a chur le saolré na mbreogán scagaire gloine. Ní mór aire a thabhairt chun aon turreaig theirmeach iomarcach a sheachaint le linn timthriallta téimh agus fuaraithe.

I. SIÚCRA A CHINNEADH**1. An cuspóir agus an raon feidhme**

Leis an modh sin is féidir an méid siúcraí dí-ocsaídithe agus siúcraí iomlána tar éis inbhéartú a chinneadh, arna shloinneadh mar ghlúcós nó, i gcás inarb iomchuí, mar shiúcros, agus fachtóir coinbhéartachta 0,95 á úsáid. Tá sé infheidhme maidir le beatha chumaisc. Soláthraítear modhanna speisialta le haghaidh beatha eile. I gcás inar gá, déanfar luchtós a thomhas ar leithligh agus a chur san áireamh agus na torthaí á ríomh.

Úsáidtear an modh sin chun an cion siúcra a chinneadh lena úsáid i ríomh luacha fuinnimh na beatha.

Sa chás go bhfuil an cion siúcra le cinneadh chun críoch eile, is féidir modhanna eile anailíse a úsáid.

2. Prionsabal

Eastósctar na siúcraí in eatánól caolaithe; déantar an tuaslagán a ghléghlanadh le tuaslagáin Carrez I agus II. Tar éis an t-eatánól a dhíchur, déantar na cainníochtaí roimh an inbhéartú agus ina dhiaidh a chinneadh trí mhodh Luff-Schoorl.

3. Imoibrithe

- 3.1. Tuaslagán eatánóil 40 % (v/v), dlús: 0,948 g/ml ag 20 °C, arna neodrú chuig feanóiltailéin.

- 3.2. Tuaslagán Carrez I: déan 21,9 g d'aicéatáit since, $\text{Zn} (\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ agus 3 g d'aigéad aicéiteach oighreach a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.
- 3.3. Tuaslagán Carrez II: déan 10,6 g de photaisiam fearóiciainíde $\text{K}_4\text{Fe} (\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.
- 3.4. Oráiste meitile, tuaslagán 0,1 % (w/v).
- 3.5. Aigéad hidreaclórach 4 mhol/lítear.
- 3.6. Aigéad hidreaclórach 0,1 mol/lítear.
- 3.7. Tuaslagán hiodrocsáide sóidiam 0,1 mol/lítear.
- 3.8. Imoibrí Luff-Schoorl:
Doirt an tuaslagán aigéid chitrigh (pointe 3.8.2) isteach sa tuaslagán carbónáite sóidiam (pointe 3.8.3), á chorráí go cúramach. Cuir an tuaslagán sulfáite copair leis (pointe 3.8.1) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce. Fág lena shocrú thar oíche agus scag é.
Seiceáil tiúchan an imoibrí a fhaightear amhlaidh (Cu 0,05 mol/lítear; $\text{Na}_2 \text{CO}_3$ 1 mhol/lítear), féach pointe 5.4, an mhír deiridh. Beidh pH an tuaslagáin thart ar 9,4.
- 3.8.1. Tuaslagán sulfáite copair: déan 25 g de shulfáit chopair, $\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, saor ó iarann, a thuaslagadh in 100 ml d'uisce.
- 3.8.2. Tuaslagán aigéid chitrigh: déan 50 g d'aigéad citreach $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ a thuaslagadh in 50 ml d'uisce.
- 3.8.3. Tuaslagán carbónáite sóidiam: déan 143,8 g de charbónáit sóidiam ainhidriúil a thuaslagadh i thart ar 300 ml d'uisce bogthe. Fág lena fhuarú.
- 3.9. Tuaslagán tiasulfáite sóidiam 0,1 mol/lítear.
- 3.10. Tuaslagán stáirse: cuir meascán 5 g de stáirse intuaslagtha in 30 ml d'uisce isteach in 1 lítear amháin d'uisce fiuchaidh. Fiuch ar feadh 3 nóiméad é, fág lena fhuarú agus, más gá, cuir 10 mg d'iaidíd mhearcarach leis mar leasaitheach.
- 3.11. Aigéad sulfarach 3 mhol/lítear.
- 3.12. Iaidíd photaisiam, tuaslagán 30 % (w/v).
- 3.13. Slíogart gránaithe fiuchta in aigéad hidreaclórach, nite in uisce agus triomaithe.
- 3.14. 3-meitiolbútan-1-ól.
4. **Gaireas**
Meascthóir (rothlaim): thart ar 35 go 40 rpm.
5. **Nós imeachta**
- 5.1. *Sampla a eastóscadh*
Déan 2,5 g den sampla a mheá don mg is gaire agus cuir i bhfleascán toirtmhéadrach 250 ml é. Cuir 200 ml d'eatánól leis (pointe 3.1) agus measc sa mheascthóir rothlaim ar feadh 1 uair an chloig amháin é. Cuir 5 ml de thuaslagán Carrez I leis (pointe 3.2) agus corraigh ar feadh thart ar 30 soicind é. Cuir 5 ml de thuaslagán Carrez II leis (pointe 3.3) agus corraigh arís é ar feadh 1 nóiméad amháin. Líon go dtí an toirt inmhianaithe le heatánól (pointe 3.1), homaiginigh agus scag é. Bain 200 ml den scagáit agus galaigh é go dtí go mbeidh thart ar leith a toirte ann chun an chuid is mó den eatánól a dhíchur. Aistrigh an t-iarmhar galúcháin go cainníochtúil chuig fleascán toirtmhéadrach 200 ml agus úsáid á baint as uisce bogthe, fuaraigh é, líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce, homaiginigh agus scag é más gá. Úsáidfear an tuaslagán sin chun an méid siúcraí dí-ocsaídite a chinneadh agus, tar éis inbheartú, chun an méid siúcraí iomlána a chinneadh.
- 5.2. *Siúcraí dí-ocsaídite a chinneadh*
Agus pípéad á úsáid, bain méid nach mó ná 25 ml den tuaslagán ina bhfuil cion siúcraí dí-ocsaídite is lú ná 60 mg arna shloinneadh mar ghlúcós. Más gá, líon go dtí 25 ml le huisce driogtha agus déan an cion siúcraí dí-ocsaídite a chinneadh trí mhodh Luff-Schoorl. Sloinntear an toradh mar chéatadán an chion glúcóis sa sampla.

5.3. *Siúcraí iomlána a chinneadh tar éis inbhéartú*

Agus pípéad á úsáid, tóg 50 ml den tuaslagán agus aistrigh chuig fleascán toirtmhéadrach 100 ml é. Cuir cúpla braon de thuaslagán oráiste meitile leis (pointe 3.4) agus ansin, go cúramach agus á chorroí go leanúnach, cuir aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.5) go dtí go dtiocfadh dath dearg ar an leacht go dearfa. Cuir 15 ml d'aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.6), tum an fleascán i ndabhach uisce mearbhruite agus coimeád ansin é ar feadh 30 nóiméad. Fuaraigh go gasta é go dtí thart ar 20 °C agus cuir 15 ml de thuaslagán hidrocraíde sóidiam (pointe 3.7) leis. Líon go dtí 100 ml le huisce agus homaiginigh é. Bain méid nach mó ná 25 ml ina bhfuil cion siúcraí dí-ocsaídithe is lú ná 60 mg arna shloinneadh mar ghlúcós. Más gá, líon go dtí 25 ml le huisce driogtha agus déan an cion siúcraí dí-ocsaídithe a chinneadh trí mhodh Luff-Schoorl. Sloinntear an toradh mar chéatadán an chion glúcóis sa sampla nó, i gcás inarb iomchuí, mar chéatadán an chion siúcraí, arna iolrú faoin bhfachtóir 0,95.

5.4. *Toirtmheascadh trí mhodh Luff-Schoorl*

Agus pípéad á úsáid, tóg 25 ml d'imoibrí Luff-Schoorl (pointe 3.8) agus aistrigh chuig fleascán Erlenmeyer 300 ml é; cuir 25 ml, go beacht, den tuaslagán siúcra ghléghlanta leis. Cuir 2 ghráinnín slíogairt leis (pointe 3.13), téigh é, á chorroí de láimh, os cionn lasair shaor ar meánairde agus cuir an leacht ar fiuchadh i thart ar 2 nóiméad. Leag an fleascán Erlenmeyer láithreach ar uige sreinge brataithe le haispeist ina bhfuil poll de thrastomhas 6 cm, a bheag nó a mhór, faoinar lasadh lasair. Rialófar an lasair ar bhealach nach ndéanfar ach bun an fhleascáin Erlenmeyer a théamh. Feistigh comhdhlúthadán aife ar an bhfleascán Erlenmeyer. Fiuch ar feadh 10 nóiméad go beacht é. Fuaraigh láithreach in uisce fuar é agus, tar éis thart ar 5 nóiméad, déan é a thoirtmheascadh mar a leanas:

Cuir 10 ml de thuaslagán iaidíde potaisiam leis (pointe 3.12) agus cuir 25 ml d'aigéad sulfarach leis (pointe 3.11) díreach ina dhiaidh sin (go cúramach, mar gheall ar an riosca go mbeidh cúradh iomarcach ann). Toirtmheasc le tuaslagán tiasulfáite sóidiam (pointe 3.9) é go dtí go dtiocfaidh dath buí neamhlónrach air, cuir an táscaire stáirse (pointe 3.10) leis agus tabhair an toirtmheascadh i gcrích.

Déan an toirtmheascadh céanna ar mheascán 25 ml d'imoibrí Luff-Schoorl (pointe 3.8) agus 25 ml d'uisce, arna dtomhas go cruinn, tar éis 10 ml de thuaslagán iaidíde potaisiam (pointe 3.12) agus 25 ml d'aigéad sulfarach (pointe 3.11) a chur leis gan fiuchadh.

6. **Na torthaí a ríomh**

Agus an tábla á úsáid, bunaigh an méid glúcóis in mg a chomhfhreagraíonn don difríocht idir luachanna an dá thoirtmheascadh, arna shloinneadh in mg de thiasulfáit sóidiam 0,1 mol/lítear. Sloinn an toradh mar chéatadán den sampla.

7. **Nósanna imeachta speisialta**

- 7.1. I gcás beatha ar mhórán moláis agus beatha eile nach bhfuil thar a bheith aonfhoirmeach, meáigh 20 g amach agus cuir i bhfleascán toirtmhéadrach 1 lítear amháin é in éineacht le 500 ml d'uisce. Measc ar feadh 1 uair an chloig amháin sa mheascadhóir rothlaim é. Gléghlan le tuaslagáin I (pointe 3.2) agus II (pointe 3.3) Carrez I é mar a thuairiscítear faoi phointe 5.1, ach úsáid á baint an iarraidh seo as ceithre oiread chainníochtaí gach imoibrí. Líon go dtí an toirt inmhiannaithe le 80 % eatanól (v/v).

Homaiginigh agus scag é. Déan an t-eatanól a dhíchur mar a thuairiscítear faoi phointe 5.1. Mura bhfuil aon stáirse deistrinithe ann, líon go dtí an toirt inmhiannaithe le huisce driogtha.

- 7.2. I gcás moláis agus ábhair bheatha atá ar mhórán siúcra agus beagnach saor ó stáirse (carúib, sliseoga biatas siúcra triomaithe, etc.), meáigh amach 5 g, cuir i bhfleascán toirtmhéadrach 250 ml, cuir 200 ml d'uisce driogtha leis agus measc sa mheascadhóir rothlaim ar feadh 1 uair an chloig amháin, nó níos faide más gá. Gléghlan le tuaslagáin I (pointe 3.2) agus II (pointe 3.3) Carrez é mar a thuairiscítear faoi phointe 5.1. Líon go dtí an toirt inmhiannaithe le huisce fuar, homaiginigh agus scag é. Chun an méid siúcraí iomlána a chinneadh, téigh ar aghaidh mar a thuairiscítear faoi phointe 5.3.

8. **Barúlacha**

- 8.1. Chun cúradh a chosc, is inmholta thart ar 1 ml de 3-meitiolbútan-1-ól (pointe 3.14) a chur leis (gan beann ar an toirt) sula bhfiuchfar le himoibrí Luff-Schoorl é.
- 8.2. An difríocht idir an cion siúcraí iomlána tar éis inbhéartú, arna shloinneadh mar shiúcraí, agus an cion siúcraí dí-ocsaídithe, arna shloinneadh mar ghlúcós, iolraítear faoi 0,95 í chun céatadán an chion siúcraí a thabhairt.
- 8.3. Chun an cion siúcraí dí-ocsaídithe a chinneadh, gan lachtós a áireamh, féadfar dhá mhodh a ghlacadh:

8.3.1. Chun neas-riomh a dhéanamh, déan an cion luchtóis a bhunaítear trí mhodh eile anailíse a iolrú faoi 0,675 agus an toradh a fhaightear a dhealú ón gcion siúcraí dí-ocsaídithe.

8.3.2. Chun siúcraí dí-ocsaídithe, gan luchtós a áireamh, a ríomh go cruinn, ní mór an sampla céanna a úsáid le haghaidh an dá chinntiúchán deiridh. Déantar ceann amháin de na hanailísí ar an gcuid den tuaslagán a fhaightear faoi phointe 5.1, agus an ceann eile ar an gcuid den tuaslagán a fhaightear le linn luchtós a chinneadh tríd an modh a leagtar síos chun na críche sin (tar éis na cineálacha eile siúcra a choipeadh agus a ghléghlanadh).

Sa dá chás, déantar an méid siúcra atá ann a chinneadh trí mhodh Luff-Schoorl agus a ríomh in mg de ghlúcós. Dealaítear ceann de na luachanna ón gceann eile agus sloinntear an difríocht mar chéatadán den sampla.

Sampla

An dhá shampla a thógtar, comhfhreagraíonn siad, i gcás gach cinntiúcháin, do shampla 250 mg. Sa chéad chás, ídítear 17 ml de thuaslagán tiasulfáite sóidiam 0,1 mol/lítear a chomhfhreagraíonn do 44,2 mg de ghlúcós; sa dara cás, ídítear 11 ml a chomhfhreagraíonn do 27,6 mg de ghlúcós. Is í 16,6 mg de ghlúcós an difríocht. Dá bhrí sin, is é an cion siúcraí dí-ocsaídithe (gan luchtós a áireamh) a ríomhtar mar ghlúcós:

$$\frac{4 \times 16,6}{10} = 6,64 \%$$

Tábla luachanna le haghaidh 25 ml d'imoibrí Luff-Schoorl.

ml de Na₂ S₂ O₃ 0,1 mol/lítear, á théamh ar feadh 2 nóiméad, á fhiuchadh ar feadh 10 nóiméad

Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 mol/lítear	Siúcraí inbhéartaithe glúcóis, fruchtóis C ₆ H ₁₂ O ₆		Lachtós C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 mol/lítear
ml	mg	difríocht	mg	difríocht	ml
1	2,4	2,4	3,6	3,7	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	22
23	62,2		88,0		23

J. LACHTÓS A CHINNEADH

1. An cuspóir agus an raon feidhme

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal luchtóis a chinneadh i mbeatha ina bhfuil cion luchtóis níos mó ná 0,5 %.

2. Prionsabal

Tuaslagtar na siúcraí in uisce. Cuirtear an tuaslagán faoi réir coipeadh ag an ngiosta *Saccharomyces cerevisiae*, a fhágann an luchtós slán. Tar éis gléghlanadh agus scagadh, déantar cion luchtóis na scagáite a chinneadh trí mhodh Luff-Schoorl.

3. Imoibrithe

3.1. Fuaidreán *Saccharomyces cerevisiae*: cuir 25 g de ghiosta úr ar fuaidreamh in 100 ml d'uisce. Mairfidh an fuaidreán ar feadh 1 seachtain amháin ar a mhéad i gcuisneoir.

3.2. Tuaslagán Carrez I: déan 21,9 g d'aicéatáit since, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ agus 3 g d'aigéad aicéiteach oighreach a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.

3.3. Tuaslagán Carrez II: déan 10,6 g de photaisiam fearóiciainíde $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.

3.4. Imoibrí Luff-Schoorl:

Doirt an tuaslagán aigéid chitrih (pointe 3.4.2) isteach sa tuaslagán carbónáite sóidiam (pointe 3.4.3), á chorráil go cúramach. Cuir an tuaslagán sulfáite copair leis (pointe 3.4.1) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce. Fág lena shocrú thar oíche agus scag é. Seiceáil tiúchan an imoibrí a fhaightear amhlaidh (Cu 0,05 mol/lítear; Na_2CO_3 1 mhol/lítear). Beidh pH an tuaslagáin thart ar 9,4.

3.4.1. Tuaslagán sulfáite copair: déan 25 g de shulfáit chopair $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, saor ó iarann, a thuaslagadh in 100 ml d'uisce.

3.4.2. Tuaslagán aigéid chitrih: déan 50 g d'aigéad citreach $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ a thuaslagadh in 50 ml d'uisce.

3.4.3. Tuaslagán carbónáite sóidiam: déan 143,8 g de charbónáit sóidiam ainhidriúil a thuaslagadh i thart ar 300 ml d'uisce bogthe. Fág lena fhuarú.

3.5. Slíogart gránaithe fiuchta in aigéad hidreaclórach, nite in uisce agus triomaithe.

3.6. Iaidíd photaisiam, tuaslagán 30 % (w/v).

3.7. Aigéad sulfarach 3 mhol/lítear.

3.8. Tuaslagán tiasulfáite sóidiam 0,1 mol/lítear.

3.9. Tuaslagán stáirse: cuir meascán 5 g de stáirse intuaslagtha in 30 ml d'uisce isteach in 1 lítear amháin d'uisce fiuchaidh. Fiuch ar feadh 3 nóiméad é, fág lena fhuarú agus, más gá, cuir 10 mg d'iaidíd mhearcarach leis mar leasaitheach.

4. Gaireas

Dabhach uisce a bhfuil a teirmeastat socraithe ag 38-40 °C.

5. Nós imeachta

Déan 1 g den sampla a mheá don mg is gaire agus cuir an chuid sin den sampla i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml. Cuir 25 go 30 ml d'uisce leis. Cuir an fleascán i ndabhach uisce fiuchaidh ar feadh 30 nóiméad agus fuaraigh ansin é go dtí thart ar 35 °C. Cuir 5 ml d'fhuaidreán giosta leis (pointe 3.1) agus homaiginigh é. Lig don fhleascán seasamh ar feadh 2 uair an chloig i ndabhach uisce ag teocht 38-40 °C. Fuaraigh go dtí thart ar 20 °C é.

Cuir 2,5 ml de thuaslagán Carrez I leis (pointe 3.2) agus corraigh ar feadh 30 soicind é, ansin cuir 2,5 ml de thuaslagán Carrez II leis (pointe 3.3) agus corraigh arís é ar feadh 30 soicind. Líon go dtí 100 ml le huisce, measc agus scag é. Agus pípéad á úsáid, bain méid den scagáit nach mó ná 25 ml, arbh fhearr méid luchtóis ó 40 go 80 mg a bheith inti, agus aistrigh chuig fleascán Erlenmeyer 300 ml é. Más gá, líon go dtí 25 ml le huisce.

Déan banchinneadh ar an mbealach céanna le 5 ml d'fhuaidreán giosta (pointe 3.1). Déan an cion luchtóis a chinneadh de réir Luff-Schoorl, mar a leanas: cuir 25 ml, go beacht, d'imoibrí Luff-Schoorl (pointe 3.4) agus dhá ghráinnín slíogairt leis (pointe 3.5). Corraigh de láimh é le linn a théite os cionn lasair shaor ar meánairde agus cuir an leacht ar fiuchadh i thart ar 2 nóiméad. Leag an fleascán Erlenmeyer láithreach ar uige sreinge brataithe le haispeist ina bhfuil poll de thrastomhas 6 cm, a

bheag nó a mhór, faoinar lasadh lasair. Rialófar an lasair ar bhealach nach ndéanfar ach bun an fhleascáin Erlenmeyer a théamh. Feistigh comhdhlúthadán aife ar an bhfleascán Erlenmeyer. Fiuch ar feadh 10 nóiméad go beacht é. Fuaireadh láithreach in uisce fuar é agus, tar éis thart ar 5 nóiméad, déan é a thoirtmheascadh mar a leanas:

Cuir 10 ml de thuaslagán iaidíde potaisiam leis (pointe 3.6) agus cuir 25 ml d'aigéad sulfarach leis (pointe 3.7) díreach ina dhiaidh sin (go cúramach, mar gheall ar an riosca go mbeidh cúradh iomarcach ann). Toirtmheasc le tuaslagán tiasulfáite sóidiam (pointe 3.8) é go dtí go dtiocfaidh dath buí neamhlonrach air, cuir an táscaire stáirse (pointe 3.9) leis agus tabhair an toirtmheascadh i gcrích.

Déan an toirtmheascadh céanna ar mheascán 25 ml d'imoibrí Luff-Schoorl (pointe 3.4) agus 25 ml d'uisce, arna dtomhas go cruinn, tar éis 10 ml de thuaslagán iaidíde potaisiam (pointe 3.6) agus 25 ml d'aigéad sulfarach (pointe 3.7) a chur leis gan fiuchadh.

6. **Na torthaí a ríomh**

Agus an tábla i gceangal á úsáid, bunaigh an méid luchtóis in mg a chomhfhreagraíonn don difríocht idir torthaí an dá thoirtmheascadh, arna shloinneadh in mg de thiasulfáit sóidiam 0,1 mol/lítear.

Déan an toradh luchtóis ainhidriúil a shloinneadh mar chéatadán den sampla.

7. **Barúil**

1.

I gcás táirgí ina bhfuil cion siúcra choipthigh is mó ná 40 %, úsáid níos mó ná 5 ml d'fhuaidreán giosta (pointe 3.1).
2.

I mbeatha ina bhfuil an luchtós laghdaithe (e.g. bainne cait), déantar luchtós a thiontú ina fhruchtós, nach gcoiptear go hiomlán laistigh de 2 uair an chloig, rud a bhfuil torthaí níos airde nó torthaí bréagdheimhneacha mar thoradh air (toisc go bhfanann iarmhair fruchtóis san eastóscán).

Tábla luachanna le haghaidh 25 ml d'imoibrí Luff-Schoorl

ml de Na₂ S₂ O₃ 0,1 mol/lítear, á théamh ar feadh 2 nóiméad, á fhiuchadh ar feadh 10 nóiméad

Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 mol/lítear	Siúcraí inbhéartaithe glúcóis, fruchtóis C ₆ H ₁₂ O ₆		Lachtós C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 mol/lítear
ml	mg	difríocht	mg	difríocht	ml
1	2,4	2,4	3,6	3,7	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	22
23	62,2		88,0		23

K. STÁIRSE A CHINNEADH

MODH POLARAIMÉADRACH

1. **An cuspóir agus an raon feidhme**

Leis an modh sin, is féidir na leibhéil stáirse agus na leibhéil táirgí díghrádúcháin ardmheáchain stáirse a chinneadh i mbeatha chun comhlíontacht leis an luach fuinnimh dearbhaithe a sheiceáil (forálacha in Iarscríbhinn VII) agus Rialachán (CE) Uimh. 767/2009.

Úsáidtear an modh sin chun an cion stáirse a chinneadh lena úsáid i ríomh luacha fuinnimh na beatha.

Sa chás go bhfuil an cion stáirse le cinneadh chun críoch eile, is féidir modhanna eile anailíse a úsáid.

2. **Prionsabal**

Dhá chinneadh atá sa mhodh. Sa chéad cheann, cóireáiltear an sampla le haigéad hidreaclórach caolaithe. Tar éis gléghlanadh agus scagadh, déantar rothlú optúil an tuaslagáin a thomhas trí pholaraiméadracht.

Sa dara ceann, eastósctar an sampla le 40 % eatánól. Tar éis an scagáit a aigéadú le haigéad hidreaclórach, a ghléghlanadh agus a scagadh, déantar an rothlú optúil a thomhas mar a dhéantar sa chéad chinntiúchán.

An difríocht idir an dá thomhas, iolraítear faoi fhachtóir aitheanta í chun cion stáirse an tsampla a thabhairt.

3. **Imoibrithe**

3.1. Aigéad hidreaclórach, dlús tuaslagáin 25 % (w/w): 1,126 g/ml.

3.2. Aigéad hidreaclórach, tuaslagán 1,13 % (w/v)

Ní mór an tiúchan a sheiceáil trí thoirtmheascadh agus úsáid á baint as tuaslagán hiodrocsaíde sóidiam 0,1 mol/lítear agus 0,1 % (w/v) dearg meitile in 94 % (v/v) eatánól ann. Chun 10 ml a neodrú, tá gá le 30,94 ml de NaOH 0,1 mol/lítear.

3.3. Tuaslagán Carrez I: déan 21,9 g d'aicéatáit since $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ agus 3 g d'aigéad aicéiteach oighreach a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.

3.4. Tuaslagán Carrez II: déan 10,6 g de photaisiam fearóiciainíde $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.

3.5. Eatánól, tuaslagán 40 % (v/v), dlús: 0,948 g/ml ag 20 °C.

4. **Gaireas**

4.1. Fleascán Erlenmeyer 250 ml a bhfuil siúnta gloine meilte caighdeánach agus comhdhlúthadán aife aige.

4.2. Polaraiméadar nó siúcramhéadar.

5. **Nós imeachta**

5.1. *An sampla a ullmhú*

Brúigh an sampla go dtí go mbeidh sé mín go leor chun go rachaidh an t-iomlán de trí chriathar cruinnmhogallach 0,5 mm.

5.2. *Rothlú optúil iomlán (P nó S) a chinneadh (féach barúil pointe 7.1)*

Déan 2,5 g den sampla brúite a mheá don mg is gaire agus cuir i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml é. Cuir 25 ml d'aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.2), croith é chun dáileadh cothrom den sampla tástála a fháil agus cuir 25 ml breise d'aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.2). Tum an fleascán i ndabhadh uisce fiuchaidh, á chroitheadh le teann nirt agus go seasta ar feadh na chéad 3 nóiméad ionas nach gcruthófar ceirtleáin. Ní mór an chainníocht uisce sa dabhach uisce a bheith leordhóthanach chun go bhfanfaidh an dabhach ag an bhfiuchphointe nuair a chuirtear an fleascán isteach inti. Ní mór gan an fleascán a thabhairt amach as an dabhach le linn dá chroitheadh. Tar éis 15 nóiméad go beacht, bain den dabhach é, cuir 30 ml d'uisce fuar leis agus fuaraigh láithreach é go dtí 20 °C.

Cuir 5 ml de thuaslagán Carrez I leis (pointe 3.3) agus croith ar feadh thart ar 30 soicind é. Cuir 5 ml de thuaslagán Carrez II (pointe 3.4) leis ansin agus croith arís é ar feadh thart ar 30 soicind. Líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce, measc agus scag é. Mura bhfuil an scagáit go hiomlán glan (rud is annamh), déan an cinntiúchán arís agus úsáid á baint as cainníocht níos mó de thuaslagáin Carrez I agus II, 10 ml mar shampla.

Tomhais rothlú optúil an tuaslagáin i bhfeadán 200 ml leis an bpolaraiméadar nó le siúcramhéadar.

5.3. *Rothlú optúil (P' nó S') substaintí atá intuaslagtha in 40 % eatánóil a chinneadh*

Déan 5 g den sampla a mheá don mg is gaire, cuir i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml é agus cuir thart ar 80 ml eatánóil leis (pointe 3.5) (féach barúil pointe 7.2). Lig don fhleascán seasamh ar feadh 1 uair an chloig amháin ag teocht an tseomra; le linn an ama sin, croith le teann nirt sé thráth é ionas go mbeidh an sampla tástála measctha go maith leis an eatánól. Líon go dtí an toirt inmhianaithe le heatánól (pointe 3.5), measc agus scag é.

Le pípéad, cuir 50 ml den scagáit (a chomhfhreagraíonn do 2,5 g den sampla) isteach i bhfleascán Erlenmeyer 250 ml, cuir 2,1 ml d'aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.1) agus croith le teann nirt é. Feistigh comhdhlúthadán aife ar an bhfleascán Erlenmeyer agus tum an fleascán i ndabhadh uisce fiuchaidh. Tar éis 15 nóiméad go beacht, bain an fleascán Erlenmeyer ón dabhach, aistrigh an t-inneachar chuig fleascán toirtmhéadrach 100 ml, á shruthlú le beagán uisce fhuair, agus fuaraigh go dtí 20 °C é.

Gléghlan le tuaslagáin Carrez I (pointe 3.3) agus II (pointe 3.4) é, líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce, measc agus scag é agus tomhais an rothlú optúil mar a léirítear i bpointe 5.2, an dara agus an tríú mír.

6. **Na torthaí a ríomh**

Ríomhtar an cion stáirse (%) mar a leanas:

6.1. *Tomhas le polaraiméadar*

$$\text{Cion stáirse (\%)} = \frac{2000 \times (P - P')}{[\alpha]_D^{20}}$$

P = Rothlú optúil iomlán i gcéimeanna uillinn

P' = Rothlú optúil na substaintí is intuaslagtha in 40 % (V/V) eatánóil, i gcéimeanna uillinn

$[\alpha]_D^{20}$ = Sainrothlú optúil stáirse íon. Na luachanna uimhriúla a nglactar leo de ghnáth le haghaidh an fhachtóra sin, is mar a leanas iad:

+ 185,9°: stáirse ríse

+ 185,7°: stáirse prátaí

+ 184,6°: stáirse arbhair Indiaigh

+ 182,7°: stáirse cruithneachta

+ 181,5°: stáirse eorna

+ 181,3°: stáirse coirce

+ 184,0°: cineálacha eile stáirse agus meascán stáirse i mbeatha chumaisc

6.2. *Tomhas le siúcramhéadar*

$$\text{Cion stáirse (\%)} = \frac{2000}{[\alpha]_D^{20}} \times \frac{(2N \times 0,665) \times (S - S')}{100} - \frac{26,6N \times (S - S')}{[\alpha]_D^{20}}$$

S = Rothlú optúil iomlán i gcéimeanna siúcramhéadair

S' = Rothlú optúil na substaintí is intuaslagtha in 40 % (v/v) eatánól, i gcéimeanna siúcramhéadair

N = meáchan (g) siúcaróis in 100 ml d'uisce a thugann rothlú optúil 100 céim siúcramhéadair nuair a thomhaistear le feadán 200 mm é

16,29 g i gcás shiúcramhéadair na Fraince.

26,00 g i gcás shiúcramhéadair na Gearmáine

20,00 g i gcás siúcramhéadair mheasctha.

$[\alpha]_D^{20}$ = Sainrothlú optúil stáirse íon (féach pointe 6.1)

6.3. *In-atriallacht*

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná 0,4 % i ndearbhluach i gcás cion stáirse is ísle ná 40 % agus 1 % i gcoibhneas le cion stáirse atá níos mó ná 40 % nó cothrom leis.

7. **Barúlacha**

7.1. Má tá níos mó ná 6 % de charbónáití sa sampla, arna ríomh i dtéarmaí carbónáite cailciam, ní mór iad a scriosadh trína gcoireáil le cainníocht aigéid shulfaraigh chaolaithe atá beacht go hiomchuí sula gcinnefar an rothlú optúil iomlán.

7.2. I gcás táirgí ina bhfuil ardchion lachtóis, amhail séiream bainne phúdraithe nó púdar bainne bhearrtha, téigh ar aghaidh mar a leanas tar éis 80 ml d'eatánól (pointe 3.5) a chur leis. Feistigh comhdhlúthadán aife ar an bhfleascán agus tum an fleascán i ndabhach uisce ag 50 °C ar feadh 30 nóiméad. Fág lena fhuarú agus téigh ar aghaidh leis an anailís mar a léirítear i bpointe 5.3.

7.3. Is eol go dtagann trasnaíochtaí aníos de thoradh na n-ábhar beatha seo a leanas, nuair a bhíonn méideanna móra díobh i mbeatha, i gcás ina mbeidh an cion stáirse á chinneadh tríd an modh polaraméadrach agus go bhféadfadh torthaí míchearta a bheith ann dá réir sin:

— táirgí biatais (siúcra) amhail laíon biatas (siúcra), molás biatas (siúcra), laíon biatas (siúcra) molásaithe, fíonfhuíoll biatas (siúcra), siúcra (biatais);

— laíon citris;

— ros lín; asbhrúchán rois; ros lín eastósctha;

— síol ráibe; asbhrúchán síl ráibe; síol ráibe eastósctha; crotail síol ráibe;

— síol lus na gréine; síol lus na gréine eastósctha; síol lus na gréine, coirtithe go páirteach, eastósctha;

— asbhrúchán copra; copra úsctha;

— laíon prátaí;

— giosta díhiodráitithe;

— táirgí ar mhórán ionúiline (e.g. sliseoga agus min bliosán gréine);

— geirdheascadh;

— táirgí pónairí soighe.

Sna cásanna sin, is féidir an modh anailíse dá bhforáiltear le Rialachán (CE) Uimh. 121/2008 ón gCoimisiún ⁽⁷⁾ a chur i bhfeidhm. Is féidir an modh sin a úsáid freisin le haghaidh beatha ina bhfuil cion stáirse is lú ná 1 %.

(7) Rialachán (CE) Uimh. 121/2008 ón gCoimisiún an 11 Feabhra 2008 lena leagtar síos an modh anailíse chun cion stáirse in ullmhóidí de chineál a úsáidtear i mbeatha ainmhithe a chinneadh (cód CN 2309) (IO L 37, 12.2.2008, lch. 3).

L. AMHLUAITH A CHINNEADH

1. **Cuspóir agus Raon Feidhme**

Leis an modh sin, is féidir cion amhluatha na beatha a chinneadh.

2. **Prionsabal**

Déantar an sampla a luaithriú ag 550 °C; meáitear an t-iarmhar.

3. **Imoibrithe**

Níotráit amóiniam, tuaslagán 20 % (w/v).

4. **Gaireas**

4.1. Teophláta.

4.2. Mufalfhoirnéis leictreach ag a bhfuil teirmeastat.

4.3. Breogáin luaithrithe silice, phoircealláin nó phlatanaim, iad dronuilleogach (thart ar 60 × 40 × 25 mm) nó ciorclach (trastomhas: 60 go 75 mm, airde: 20 go 40 mm).

5. **Nós imeachta**

Déan thart ar 5 g den sampla (2,5 i gcás táirgí ar gnách leo borradh) a mheá amach don mg is gaire agus cuir i mbreogán luaithrithe é a ndearnadh a théamh ar dtús ag 550 °C, arna fhuarú agus táir air. Cuir an breogán ar an teophláta agus déan é a théamh de réir a chéile go dtí go gcarbónóidh an tsubstaint. Luaithrigh de réir pointe 5.1. nó 5.2.

5.1. Cuir an breogán sa mhufalfhoirnéis chalabraithe arna socrú ag 550 °C. Coimeád ag an teocht sin é go dtí go bhfaighfear luaith bhán, liath éadrom nó scothdhearg ar cosúil go bhfuil sí saor ó cháithníní carbónúla. Cuir an breogán i dtriomadán, fág lena fhuarú agus meáigh láithreach é.

5.2. Cuir an breogán sa mhufalfhoirnéis chalabraithe arna socrú ag 550 °C. Luaithrigh ar feadh 3 uair an chloig é. Cuir an breogán i dtriomadán, fág lena fhuarú agus meáigh láithreach é. Luaithrigh arís é ar feadh 30 nóiméad chun a áirithiú go bhfanfaidh meáchan na luatha tairiseach (an caillteanas meáchain idir dhá mheá chomhleanúnacha, ní mór é a bheith níos lú ná 1 mg nó cothrom leis).

6. **Na torthaí a ríomh**

Ríomh meáchan an iarmhair tríd an táir a asbhaint.

Sloinn an toradh mar chéatadán den sampla.

7. **Barúlacha**

7.1. Luaith *substaintí is deacair a luaithriú*, ní mór í a chur faoi réir luaithriú tosaigh 3 uair an chloig ar a laghad, í a fhuarú agus ansin cúpla braon de thuaslagán 20 % níotráite amóiniam nó uisce a chur leis (go cúramach, ionas nach scaipfear an luaith nó nach gcruthófar cnapanna). Lean den chailcíníú tar éis triomú san oigheann. Déan an oibríocht an athuair de réir mar is gá go dtí go dtabharfar an luaithriú i gcrích.

7.2. I gcás *substaintí atá frithsheasmhach in aghaidh na cóireála* ar a dtugtar tuairisc faoi phointe 7.1, téigh ar aghaidh mar a leanas: tar éis luaithriú ar feadh 3 uair an chloig, cuir an luaith in uisce bogthe agus scag trí scagaire beag saor ó luaith é. Déan an scagaire agus a bhfuil ann a luaithriú sa bhreogán bunaidh. Cuir an scagáit sa bhreogán fuaraithe, galaigh í go dtí go mbeidh sí tirim, luaithrigh agus meáigh í.

7.3. I gcás *olaí agus saillte*, déan sampla 25 mg a mheá go cruinn i mbreogán de mhéid oiriúnach. Carbónaigh é tríd an tsubstaint a lasadh le stiall de scagpháipéar saor ó luaith. Tar éis dócháin, taisrigh é leis an méid is lú uisce is féidir. Triomaigh agus luaithrigh é mar a thuairiscítear faoi phointe 5.

M. LUAITH ATÁ DOTHUASLAGTHA IN AIGÉAD HIDREACLÓRACH A CHINNEADH

1. **Cuspóir agus Raon Feidhme**

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal substaintí mianracha is dothuaslagtha in aigéad hidreaclórach a chinneadh i mbeatha. Is féidir dhá mhodh a úsáid, ag brath ar chineál an tsampla.

- 1.1. *Modh A*: infheidhme maidir le hábhair bheatha orgánacha agus leis an gcuid is mó de bheathaí cumaisc;
- 1.2. *Modh B*: infheidhme maidir le comhdhúile mianracha agus meascáin agus le beatha chumaisc, ar mó ná 1 % a gcion substaintí is dothuaslagtha in aigéad hidreaclórach, arna chinneadh de réir Mhodh A.

2. **Prionsabal**

- 2.1. *Modh A*: déantar an sampla a luaithriú, an luaith a fhiuchadh in aigéad hidreaclórach agus an t-iarmhar dothuaslagtha a scagadh agus a mheá.
- 2.2. *Modh B*: cóireáiltear an sampla le haigéad hidreaclórach. Déantar an tuaslagán a scagadh, an t-iarmhar a luaithriú agus an luaith a fhaightear dá réir sin a chóireáil i gcomhréir le *Modh A*.

3. **Imoibrithe**

- 3.1. Aigéad hidreaclórach 3 mhol/lítear.
- 3.2. Aigéad trichlóraicéiteach, tuaslagán 20 % (w/v).
- 3.3. Aigéad trichlóraicéiteach, tuaslagán 1 % (w/v).

4. **Gaireas**

- 4.1. Teophláta.
- 4.2. Mufalfhoirnéis leictreach ag a bhfuil teirmeastat.
- 4.3. Breogáin luaithrithe silice, phoircealláin nó phlatanaim, iad dronuilleogach (thart ar 60 × 40 × 25 mm) nó ciorclach (trastomhas: 60 go 75 mm, airde: 20 go 40 mm).
- 4.4. Scagairí éaluaithriúla

5. **Nós imeachta**

5.1. *Modh A*

Luaithrigh an sampla agus úsáid á baint as an modh ar a dtugtar tuairisc chun amhluaith a chinneadh. Féadfar luaith a fhaightear ón anailís sin a úsáid freisin.

Cuir an luaith in eascra 250 go 400 ml agus úsáid á baint as 75 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.1). Cuir ar fhiuchadh go mall agus fiuch go bog ar feadh 15 nóiméad é. Scag an tuaslagán bogthe trí scagpháipéar saor ó luaith agus nigh an t-iarmhar le huisce bogthe go dtí nach féidir an t-imoibriú aigéid a fheiceáil a thuilleadh. Triomaigh an scagaire ina bhfuil an t-iarmhar agus luaithrigh é i mbreogán a bhfuil táir air ag teocht nach lú ná 550 °C agus nach mó ná 700 °C. Fuaireadh i dtriomadán agus meáigh é.

5.2. *Modh B*

Déan 5 g den sampla a mheá don mg is gaire agus cuir in eascra 250 go 400 ml é. Cuir 25 ml d'uisce agus ina dhiaidh sin 25 ml d'aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.1), measc é agus fan go dtí go stopfaidh an bhroidearnach. Cuir 50 ml breise d'aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.1). Fan go dtí go stopfaidh aon scaoileadh gáis agus ansin cuir an t-eascra i ndabhach uisce fiuchaidh agus coimeád ansin é ar feadh 30 nóiméad nó níos faide, más gá, chun aon stáirse a d'fhéadfadh a bheith ann a hidrealú go maith. Agus é bogthe, scag trí scagaire saor ó luaith é agus nigh an scagaire in 50 ml d'uisce bogthe (féach barúil 7). Cuir an scagaire ina bhfuil an t-iarmhar i mbreogán luaithrithe, triomaigh agus luaithrigh é ag teocht nach lú ná 550 °C agus nach mó ná 700 °C. Cuir an luaith in eascra 250 go 400 ml agus úsáid á baint as 75 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.1); téigh ar aghaidh mar a thuairiscítear sa dara fomhír de phointe 5.1.

6. **Na torthaí a ríomh**

Ríomh meáchan an iarmhair tríd an táir a asbhaint. Sloinn an toradh mar chéatadán den sampla.

7. Barúil

Más amhlaidh gur deacair scagadh a dhéanamh, déan an anailís an athuair agus cuir 50 ml d'aigéad trichlóraicéiteach, tuaslagán 20 % (w/v) (pointe 3.2) in ionad an 50 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.1) agus nigh an scagaire i dtuaslagán bogthe aigéid thrichlóraicéitigh 1 % (pointe 3.3).

N. FOSFAR IOMLÁN A CHINNEADH

Tá an fosfar iomlán le cinneadh tríd

- an modh anailíse dá bhforáiltear le EN 15510 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cailciam, sóidiam, fosfar, maignéisiam, potaisiam, iarann, sinc, copar, mangainéis, cóbalt, molaibdéineam agus luaidhe a chinneadh trí ICP-AES, nó
- an modh anailíse dá bhforáiltear le EN 15621 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cailciam, sóidiam, fosfar, maignéisiam, potaisiam, sulfar, iarann, sinc, copar, mangainéis agus cóbalt a chinneadh tar éis díleá faoi bhrú trí ICP-AES, nó
- an modh fótaiméadrach, ar a dtugtar tuairisc ina dhiaidh seo.

MODH FÓTAIMÉADRACH

1. Cuspóir agus Raon Feidhme

Leis an modh sin, is féidir an cion fosfair iomlán a chinneadh i mbeatha. Is iomchuí go háirithe é don anailís ar tháirgí ar bheagán fosfair. I gcásanna áirithe (táirge ar mhórán fosfair), féadfar modh meámhéadrach a úsáid.

2. Prionsabal

Déantar an sampla a mhianrú, trí dhóchán tirim (i gcás beatha orgánach) nó trí dhíleá aigéid (i gcás comhdhúile mianracha agus beatha leachtach), agus a chur i dtuaslagán aigéid. Cóireáiltear an tuaslagán sin le himoibrí molabdanadáite. Déantar dlús optúil an tuaslagáin bhuí a fhoirmítear dá réir sin a thomhas i speictrefótaiméadar ag 430 nm.

3. Imoibrithe

3.1. Carbónáit chailciam.

3.2. Aigéad hidreaclórach, $\rho_{20} = 1,10$ g/ml (thart ar 6 mhol/lítear).

3.3. Aigéad nítreach, $\rho_{20} = 1,045$ g/ml.

3.4. Aigéad nítreach, $\rho_{20} = 1,38$ go $1,42$ g/ml.

3.5. Aigéad sulfarach, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

3.6. Imoibrí molabdanadáite: déan 200 ml de thuaslagán heipteamolabdáite amóiniam (pointe 3.6.1), 200 ml de thuaslagán monavanadáite amóiniam (pointe 3.6.2) agus 134 ml d'aigéad nítreach (pointe 3.4) a mheascadh i bhfleascán toirtmhéadrach 1 lítear. Líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce.

3.6.1. Tuaslagán heipteamolabdáite amóiniam: déan 100 g de heipteamolabdáit amóiniam (NH_4) $6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ a thuaslagadh in uisce te. Cuir 10 ml d'amóinia (de dhlús 0,91 g/ml) leis agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.

3.6.2. Tuaslagán monavanadáite amóiniam: déan 2,35 g de mhonavanadáit amóiniam NH_4VO_3 a thuaslagadh in 400 ml d'uisce te. Cuir 20 ml d'aigéad nítreach caolaithe (7 ml de HNO_3 (pointe 3.4) + 13 ml de H_2O) leis agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce, á chorraí go leanúnach.

3.7. Tuaslagán caighdeánach 1 mg d'fhosfar in aghaidh ml: déan 4,387 g d'fhosfáit déhidrigine potaisiam KH_2PO_4 a thuaslagadh in uisce. Líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.

4. Gaireas

- 4.1. Breogáin luaithrithe silice, phoircealláin nó phlatanaim.
- 4.2. Mufalfhoirnéis leictreach a bhfuil a teirmeastat socraithe ag 550 °C.
- 4.3. Fleascán Kjeldahl 250 ml.
- 4.4. Fleascáin thoirtmhéadracha agus pípéid bheachtais.
- 4.5. Speictreafótaiméadar.
- 4.6. Promhadáin thart ar 16 mm ar trastomhas, ag a bhfuil stopalláin arna ngrádú go trastomhas 14,5 mm; toilleadh: 25 go 30 ml.

5. Nós imeachta**5.1. An tuaslagán a ullmhú**

De réir chineál an tsampla, ullmhaigh tuaslagán mar a léirítear i bpointe 5.1.1 nó 5.1.2.

5.1.1. Gnáthnós imeachta

Déan 1 g nó níos mó den sampla a mheá don 1 mg is gaire. Cuir an sampla i bhfleascán Kjeldahl, cuir 20 ml d'aigéad sulfarach (pointe 3.5) leis, croith é chun an tsubstaint a thuile go hiomlán le haigéad agus chun nach ngreamóidh sí de thaobhanna an fhleascáin, déan é a théamh agus coimeád ag an bhfiuchphointe ar feadh 10 nóiméad é. Fág lena fhuarú beagán, cuir 2 ml d'aigéad nítreach (pointe 3.4) leis, déan é a théamh go bog, fág lena fhuarú beagán, cuir beagán níos mó aigéad nítreach (pointe 3.4) leis agus cuir ar fiuchadh arís ag an bhfiuchphointe é. Déan an nós imeachta sin an athuair go dtí go bhfaighfear tuaslagán éadathach. Fuaraiigh é, cuir beagán uisce leis, scinceáil an leacht isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml, agus an fleascán Kjeldahl á shruthlú le huisce te. Fág lena fhuarú, líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce, homaiginigh agus scag é.

5.1.2. Samplaí ina bhfuil substaintí orgánacha agus atá saor ó fhosfáití déhidrigine cailciam agus maignéisiam

Déan thart ar 2,5 g den sampla a mheá don 1 mg is gaire isteach i mbreogán luaithrithe. Measc an sampla tástála go dtí go mbeidh sé cumaiscthe go hiomlán le 1 g de charbónáit chailciam (pointe 3.1). Luaithriú san oigheann é ag 550 °C go dtí go mbeidh luaith bhán nó liath ann (is cuma beagán gualaigh a bheith ann). Aistrigh an luaith chuig eascra 250 ml. Cuir 20 ml d'uisce agus aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.2) go dtí go stopfaidh an bhroidearnach. Cuir 10 ml breise d'aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.2). Cuir an t-eascra ar dhabhach ghainimh agus galaigh é go dtí go mbeidh sé tirim chun an tsilice a dhéanamh dothuaslaga. Atuaslaigh an t-iarmhar in 10 ml d'aigéad nítreach (pointe 3.3) agus fiuch ar an dabhach ghainimh nó ar theophláta é ar feadh 5 nóiméad gan é a ghalú go dtí tirimeacht. Scinceáil an leacht isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml, agus an t-eascra á shruthlú roinnt uaireanta le huisce te. Fág lena fhuarú, líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce, homaiginigh agus scag é.

5.2. Dathú a fhorbairt agus dlús optúil a thomhas

Déan slánchuid den scagáit a fhaightear trí phointe 5.1.1 nó 5.1.2 a chaolú chun tiúchan fosfair nach mó ná 40 µg/ml a fháil. Cuir 10 ml den tuaslagán sin i bpromhadán (pointe 4.6) agus 10 ml d'imoibrí molabdanadáite leis (pointe 3.6). Homaiginigh é agus lig dó seasamh ar feadh 10 nóiméad ar a laghad ag 20 °C. Tomhais an dlús optúil i speictreafótaiméadar ag 430 nm in aghaidh tuaslagán a fhaightear trí 10 ml den imoibrí molabdanadáite (pointe 3.6) a chur le 10 ml d'uisce.

5.3. Cuar calabrúcháin

Ón tuaslagán caighdeánach (pointe 3.7), ullmhaigh tuaslagáin ina bhfuil 5, 10, 20, 30 agus 40 µg d'fhosfair in aghaidh ml faoi seach. Tóg 10 ml de gach ceann de na tuaslagáin sin agus cuir 10 ml d'imoibrí molabdanadáite leo (pointe 3.6). Homaiginigh é agus lig dó seasamh ar feadh 10 nóiméad ar a laghad ag 20 °C. Tomhais an dlús optúil mar a léirítear i bpointe 5.2. Rianaigh an cuar calabrúcháin trí na dlúis optúla a bhreacadh in aghaidh na gcainníochtaí comhfhreagracha fosfair. I gcás tiúchaintí idir 0 agus 40 µg/ml, beidh an cuar líneach.

6. Na torthaí a ríomh

Déan an méid fosfair sa sampla tástála a chinneadh trí úsáid a bhaint as an gcuar calabrúcháin.

Sloinn an toradh mar chéatadán den sampla.

In-atrialltacht

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní bheidh sí níos mó ná:

- 3 % i gcoibhneas leis an luach is airde, i gcás cion fosfair is lú ná 5 %;
- 0,15 % i ndearbhlúach, i gcás cion fosfair 5 % nó níos mó.

O. CLÓIRÍN Ó CHLÓIRÍDÍ A CHINNEADH

1. **Cuspóir agus Raon Feidhme**

Leis an modh sin, is féidir an méid clóirín i gclóirídí atá intuaslagtha in uisce a chinneadh, a shloinntear de ghnáth mar chlóiríd sóidiam. Tá sé infheidhme maidir le gach beatha.

2. **Prionsabal**

Tuaslagtar na clóirídí in uisce. Má tá ábhar orgánach sa táirge, gléghlantar é. Déantar an tuaslagán a aigéadú beagán le haigéad nítreach agus na clóirídí a dheascadh i bhfoirm clóiríde airgid trí bhíthin tuaslagán níotráite airgid. Déantar an farasbarr níotráite airgid a thoirtmheascadh le tuaslagán tiaicianáite amóiniam, trí mhodh Volhard.

3. **Imoibrithe**

- 3.1. Tuaslagán tiaicianáite amóiniam 0,1 mol/lítear.
- 3.2. Tuaslagán níotráite airgid 0,1 mol/lítear
- 3.3. Tuaslagán sáithithe sulfáite iarainn amóiniam $(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$.
- 3.4. Aigéad nítreach, dlús: 1,38 g/ml.
- 3.5. Éitear dé-eitile.
- 3.6. Aicéatón.
- 3.7. Tuaslagán Carrez I: déan 21,9 g d'aicéatáit since, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ agus 3 g d'aigéad aicéiteach oighreach a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.
- 3.8. Tuaslagán Carrez II: déan 10,6 g de photaisiam fearóiciainíde $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ a thuaslagadh in uisce. Cuir uisce leis go 100 ml.
- 3.9. Carbón gníomhachtaithe, atá saor ó chlóirídí agus nach n-ionsúnn iad.

4. **Gaireas**

Meascthóir (rothlaim): thart ar 35 go 40 rpm.

5. **Nós imeachta**

5.1. *An tuaslagán a ullmhú*

De réir chineál an tsampla, ullmhaigh tuaslagán mar a léirítear faoi phointí 5.1.1, 5.1.2 nó 5.1.3.

An tráth céanna, déan *báinchinneadh* agus an sampla a bhfuil anailís le déanamh air á fhágáil ar lár.

5.1.1. Samplaí atá saor ó ábhar orgánach

Déan sampla nach mó ná 10 g, agus ina bhfuil méid clóirín i bhfoirm clóirídí nach mó ná 3 g, a mheá don mg is gaire. Cuir i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml é in éineacht le 400 ml ag thart ar 20 °C. Measc ar feadh 30 nóiméad sa mheascthóir rothlaim, líon go dtí an toirt inmhianaithe, homaiginigh agus scag é.

- 5.1.2. *Samplaí ina bhfuil ábhar orgánach, gan na táirgí a liostaítear faoi phointe 5.1.3 a áireamh.*

Déan thart ar 5 g den sampla a mheá don mg is gaire agus cuir i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml é in éineacht le 1 g de charbón gníomhachtaithe. Cuir 400 ml d'uisce ag thart ar 20 °C agus 5 ml de thuaslagán Carrez I leis (pointe 3.7), corraigh ar feadh 30 soicind é agus cuir 5 ml de thuaslagán Carrez II leis ansin (pointe 3.8). Measc ar feadh 30 nóiméad sa mheascthóir rothlaim, líon go dtí an toirt inmhianaithe, homaiginigh agus scag é.

- 5.1.3. *Beatha chócaráilte, cácaí agus plúr lín, táirgí ar mhórán plúr lín agus táirgí eile ar mhórán gumalachta nó substaintí collóideacha (stáirse deistrinithe, mar shampla)*

Ullmhaigh an tuaslagán mar a thuairiscítear faoi phointe 5.1.2 ach ná scag é. Scinceáil é (á lártheifneoiriú más gá), bain 100 ml den fhorleacht agus aistrigh chuig fleascán toirtmhéadrach 200 ml é. Measc le haicéatón (pointe 3.6) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagóir sin, homaiginigh agus scag é.

- 5.2. *Toirtmheascadh*

Agus pípéad á úsáid, déan idir 25 ml agus 100 ml den scagáit (de réir an chion clóirín a thiomhdítear a bheith inti) a fhaightear de réir mar a thuairiscítear faoi phointe 5.1.1, 5.1.2 nó 5.1.3 a aistriú chuig fleascán Erlenmeyer. Ní mór gan méid is mó ná 150 mg clóirín (Cl) a bheith sa tslánchuid. Caolaigh le huisce, más gá, go dtí go mbeidh toirt ann nach lú ná 50 ml, cuir 5 ml d'aigéad nítreach (pointe 3.4), 2 ml de thuaslagán sáithithe sulfáite iarainn amóiniam (pointe 3.3) agus dhá bhraon de thuaslagán tiaicianáite amóiniam (pointe 3.1) leis arna n-aistriú trí bhíthin buiréid a bheidh líonta go dtí an marc nialais. Agus buiréad á úsáid, aistrigh an tuaslagán níotráite airgid (pointe 3.2) ar bhealach a bhfaighfear farasbarr 5 ml. Cuir 5 ml d'éitear dé-eitile leis (pointe 3.5) agus croith go láidir é chun an deascán a théachtadh. Déan an farasbarr níotráite airgid a thoirtmheascadh le tuaslagán tiaicianáite amóiniam (pointe 3.1) go dtí go mairfidh an imir dheargdhonn ar feadh 1 nóiméad amháin.

6. **Na torthaí a ríomh**

Úsáidtear an fhoirmle seo a leanas chun an méid clóirín (X), arna shloinneadh mar % clóiríde sóidiam, a ríomh:

$$X = \frac{5,845 \times (V_1 - V_2)}{m}$$

i gcás inarb amhlaidh:

V_1 = ml de thuaslagán níotráite airgid 0,1 mol/l curtha leis

V_2 = ml de thuaslagán tiaicianáite amóiniam 0,1 mol/l a úsáidtear le haghaidh toirtmheascadh

m = g de mheáchan an tsampla sa tslánchuid.

Má léiríonn an banchinneadh gur ídíodh an tuaslagán níotráite airgid 0,1 mol/l, asbhain an luach sin den toirt ($V_1 - V_2$).

7. **Barúlacha**

- 7.1. Féadfar toirtmheascadh a dhéanamh freisin trí phoitéinsiméadracht nó aimpéaraiméadracht;

- 7.2. I gcás táirgí ar mhórán mór olaí agus saille, díshailigh ar dtús iad le héitear dé-eitile nó peitríliam éadrom;

- 7.3. I gcás min éisc, féadfar toirtmheascadh a dhéanamh trí mhodh Mohr.'

IARSCRÍBHINN IV

‘IARSCRÍBHINN IV

MODHANNA ANAILÍSE CHUN RIALÚ A DHÉANAMH AR BHREISEÁIN ÚDARAITHE I mBEATHA

A. VITIMÍN A A CHINNEADH

Tá vitimín A le cinneadh tríd:

- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17547 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cion vitimín A, E agus D ⁽¹⁾ a chinneadh - Modh ina n-úsáidtear glantachán eastósctha pas sholadaigh (SPE) agus crómatagrafaíocht leachta ardheidhmíochta (HPLC), nó
- leachtchrómatagrafaíocht ardheidhmíochta phas-aisiompaithe (RP-HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir UV nó fluaraiseachta, mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 9 ina dhiaidh seo.

1. **Cuspóir agus Raon Feidhme**

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal vitimín A (reiteanól) a chinneadh i mbeatha. Áirítear le vitimín A alcól uile-*trans*-reiteanóil agus a *chis*-isiméirí, rud a chinntear tríd an modh sin. Déantar cion vitimín A a shloinneadh in Aonaid Idirnáisiúnta (AI) in aghaidh kg. Comhfhreagraíonn aon AI do ghníomhaíocht 0,300 µg d'alcól uile-*trans*-vitimín A nó 0,344 µg d'aicéatáit uile-*trans*-vitimín A nó 0,550 µg de phalmatáit uile-*trans*-vitimín A.

Is é 2 000 AI de vitimín A/kg an teorainn chainníochtaithe.

2. **Prionsabal**

Déantar an sampla a hidrealú le tuaslagán hiodrocsaíde potaisiam eatánólaí agus vitimín A a eastóscadh i bpeitriiliam éadrom. Baintear an tuaslagóir trína ghalú agus déantar an t-iarmhar a thuaslagadh i meatánól agus, más gá, a chaolú go dtí an tiúchan is gá. Déantar cion vitimín A a chinneadh trí leachtchrómatagrafaíocht ardheidhmíochta phas-aisiompaithe (RP-HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir UV nó fluaraiseachta. Roghnaítear na paraiméadair chrómatagrafacha sa chaoi nach bhfuil aon deighilt idir an t-alcól uile-*trans*-vitimín A agus a *chis*-isiméirí.

3. **Imoibrithe**

3.1. Eatánól, σ = 96 %.

3.2. Peitriiliam éadrom, raon fiuchta 40 °C-60 °C.

3.3. Meatánól.

3.4. Tuaslagán hiodrocsaíde potaisiam, c = 50 g/100 ml

3.5. Tuaslagán ascorbáite sóidiam, c = 10 g/100 ml (féach barúlacha pointe 7.7).

3.6. Suilfid sóidiam, Na₂S · x H₂O (x = 7 - 9).

3.6.1. Tuaslagán suilfide sóidiam, c = 0,5 mol/l i ngliocról, β = 120 g/l (i gcás x = 9) (féach barúlacha pointe 7.8).

3.7. Tuaslagán feanóiltailéine, c = 2 g/100 ml in eatánól (pointe 3.1)

3.8. 2-Própánól

3.9. Pas gluaisteach le haghaidh HPLC: meascán de mheatánól (pointe 3.3) agus uisce, e.g. 980 + 20 (v + v). Is iad saintréithe an cholúin a úsáidtear a chinneadh an cóimheas beacht.

3.10. Nítrigin, saor ó ocsaigin

⁽¹⁾ An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17547, tagraítear dó mar mhodh malartach atá le húsáid chun críoch rialaithe oifigiúil chun vitimín A agus E a chinneadh in ionad an mhodha ar a dtugtar tuairisc i gCuid A den Iarscríbhinn seo chun vitimín A a chinneadh agus i gCuid B den Iarscríbhinn seo chun vitimín E a chinneadh.

- 3.11. Aicéatáit uile-*tras*-vitimín A, rí-íon, de ghníomhaíocht dheimhnithe, e.g. 2,80 x 106 AI/g
- 3.11.1. Buantuaslagán aicéatáite uile-*tras*-vitimín A: Déan 50 mg d'aicéatáit vitimín A (pointe 3.11) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml. Tuaslaig in 2-própánól (pointe 3.78) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagóir céanna é. Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 1 400 AI de vitimín A in aghaidh ml. Déanfar an cion beacht a chinneadh de réir pointe 5.6.3.1.
- 3.12. Palmatáit uile-*tras*-vitimín A, rí-íon, de ghníomhaíocht dheimhnithe, e.g. 1,80 × 106 AI/g.
- 3.12.1. Buantuaslagán palmatáite uile-*tras*-vitimín A: Déan 80 mg de phalmatáit vitimín A (pointe 3.12) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml. Tuaslaig in 2-própánól (pointe 3.78) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagóir céanna é. Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 1 400 AI de vitimín A in aghaidh ml. Déanfar an cion beacht a chinneadh de réir pointe 5.6.3.2.
- 3.13. 2,6-Dé-*threas*-búitile-4-meitilfeanól (BHT) (féach barúlacha pointe 7.5).
4. **Gaireas**
- 4.1. Galaitheoir rothlach.
- 4.2. Earraí gloine ómracha.
- 4.2.1. Fleascáin réthónacha nó cónúla, 500 ml, lena ngabhann soicéad gloine meilte.
- 4.2.2. Fleascáin thoirtmhéadracha scoíge caoile lena ngabhann stopalláin gloine meilte, 10, 25, 100 agus 500 ml.
- 4.2.3. Tonnadóirí deighilte, cónúil, 1 000 ml, lena ngabhann stopalláin gloine meilte.
- 4.2.4. Fleascáin phiorra-chruthaithe, 250 ml, lena ngabhann soicéid gloine meilte.
- 4.3. Comhdhlúthadán Allihn, fad cumhdaigh 300 nm, ag a bhfuil siúnta gloine meilte agus cuibheoir le haghaidh feadán fothaithe gáis.
- 4.4. Scagpháipéar pléatáilte le haghaidh pasdeighilte, de thrastomhas 185 mm (e.g. Schleicher & Schuell 597 HY 1/2).
- 4.5. Trealamh HPLC ag a bhfuil córas insteallta.
- 4.5.1. Colún leachtchrómatagrafach, 250 mm × 4 mm, C₁₈, pacáil 5 nó 10 µm, nó a choibhéis (critéar feidhmíochta: gan ach buaic aonair le haghaidh gach isiméire reiteanóil faoi choinníollacha HPLC).
- 4.5.2. Brathadóir UV nó fluaraiseachta ag a bhfuil coigeartú tonnfhaid inathraithe.
- 4.6. Speictreafótaiméadar ag a bhfuil cealla grianchloiche 10 mm.
- 4.7. Dabhach uisce le corraitheoir maignéadach.
- 4.8. Eastarraingteoir (féach Fíor 1) ina bhfuil:
- 4.8.1. Sorcóir gloine de thoilleadh 1 l atá feistithe le scoig agus stopallán gloine meilte.
- 4.8.2. Ionsáiteán gloine meilte atá feistithe le taobhghéag agus feadán inchoigeartaithe a théann tríd an lár. Beidh ceann íochtair an fheadáin inchoigeartaithe U-chruthach agus beidh soc ag an gceann eile sa chaoi go bhféadfá an tsraith leachta uachtarach sa sorcóir a aistriú isteach i dtonnadóir deighilte.

5. Níos imeachta

Tabhair faoi deara: Tá vitimín A íogair i leith solais (UV) agus ocsaídiúcháin. Déanfar gach oibríocht in éagmais solais (agus úsáid á baint as earraí gloine ómracha, nó as earraí gloine faoi chosaint scragail alúmanaim) agus ocsaigine (sruthlaigh le nítrigin). Le linn eastóscadh, cuirfear nítrigin in ionad an aeir os cionn na leachta (seachain brú iomarcach tríd an stopallán a scaoileadh ó am go ham).

5.1. An sampla a ullmhú

Meil an sampla sa chaoi go dtéann sé trí chriathar mogaill 1 mm, ag féachaint chuige nach nginfear teas. Ní mór an mheilt a dhéanamh go díreach sula ndéanfar meá agus gallúnú, óir d'fhéadfadh sé go gcaillfí vitimín A ina mhalairt de chás. Ná meil an sampla (na samplaí) mura bhfuil méid-dáileachán na gcáithníní leordhóthanach (e.g. réamh-mheascáin agus breiseáin bheathaithe).

5.2. Gallúnú

Déan idir 2 g agus 25 g den sampla, ag brath ar chion vitimín A, a mheá don 1 g is gaire isteach i bhfleascán réthónach nó cónúil 500 ml (pointe 4.2.1). I gcás tiúchaintí ísle, is féidir meáchan an tsampla a mhéadú chun go mbeidh cáithníní leordhóthanacha sa triailchuid. Cuir 130 ml d'eatánól (pointe 3.1), thart ar 100 mg de BHT (pointe 3.13), 2 ml de thuaslagán ascorbáite sóidiam (pointe 3.5) agus 2 ml de thuaslagán suilfide sóidiam (pointe 3.6) leis ceann i ndiaidh a chéile, á shuaitheadh an tráth céanna. Feistigh comhdhlúthadán (pointe 4.3) ar an bhfleascán agus tum an fleascán i ndabhach uisce ina bhfuil corraitheoir maighnéadach (pointe 4.7). Déan é a théamh nó go bhfiuchfaidh sé agus lig dó fiuchadh faoi aife ar feadh 5 nóiméad. Cuir 25 ml de thuaslagán hidrocсаáide potaisiam (pointe 3.4) leis ansin tríd an gcomhdhlúthadán (pointe 4.3) agus lig dó fiuchadh faoi aife ar feadh 25 nóiméad bhreise, á chorroaí faoi shruth mall nítrigine. Sruthlaigh an comhdhlúthadán ansin le thart ar 20 ml d'uisce agus fuaraigh inneachar an fhleascáin go teocht an tseomra.

5.3. Eastóscadh

Aistrigh an tuaslagán gallúnaithe trí bhíthin scinceála cainníochtúla trína shruthlú le toirt iomlán 250 ml d'uisce chuig tonnadóir deighilte 1 000 ml (pointe 4.2.3) nó chuig an eastarraingteoir (pointe 4.8). Sruthlaigh an fleascán gallúnaithe le 25 ml d'eatánól (pointe 3.1) agus ina dhiaidh sin le 100 ml de pheitiriam éadrom (pointe 3.2) agus aistrigh na sruthluithe chuig an tonnadóir deighilte nó chuig an eastarraingteoir. An cion uisce agus eatánóil sna tuaslagáin chomhcheangailte, ní mór é a bheith thart ar 2:1. Croith le teann nirt é ar feadh 2 nóiméad agus lig dó socrú ar feadh 2 nóiméad.

5.3.1. Eastóscadh agus úsáid á baint as tonnadóir deighilte (pointe 4.2.3)

Nuair a bheidh na sraitheanna deighilte (féach barúil pointe 7.3), déan an tsraith peitiriam éadroim a aistriú chuig tonnadóir deighilte eile (pointe 4.2.3). Déan an t-eastóscadh sin faoi dhó, le 100 ml de pheitiriam éadrom (pointe 3.2), agus faoi dhó arís, le 50 ml de pheitiriam éadrom (pointe 3.2).

Nigh na heastóscáin chomhcheangailte sa tonnadóir deighilte faoi dhó trína suaitheadh go réidh (ionas nach gcruthófar eibleachtaí) le codanna 100 ml d'uisce agus ansin trína gcroitheadh arís agus arís eile le codanna breise 100 ml d'uisce go dtí go bhfanfaidh an t-uisce gan dath nuair a chuirfear tuaslagán feanóiltailéine leis (pointe 3.7) (is leordhóthanach de ghnáth iad a ní ceithre huaire). Déan an t-eastóscán nite a scagadh trí scagaire pléatáilte tirim le haghaidh pasdeighilte (pointe 4.4) chun aon uisce ar fuaidreamh a bhaint de isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml (pointe 4.2.2). Sruthlaigh an tonnadóir deighilte agus an scagaire le 50 ml de pheitiriam éadrom (pointe 3.2), líon go dtí an toirt inmhianaithe le peitiriam éadrom (pointe 3.2) agus measc go maith é.

5.3.2. Eastóscadh agus úsáid á baint as eastarraingteoir (pointe 4.8)

Nuair a bheidh na sraitheanna deighilte (féach barúil pointe 7.3), cuir an t-ionsáiteán gloine meilte (pointe 4.8.2) in ionad stopallán an tsorcóra gloine (pointe 4.8.1) agus déan ceann íochtair U-chruthach an fheadáin inchoigeartaithe a shocrú sa chaoi go bhfuil sé díreach os cionn leibhéal an chomhéadain. Trí bhrú ó líne nítrigine chuig an taobhghéag a chur uirthi, déan an tsraith uachtair de pheitiriam éadrom a aistriú chuig tonnadóir deighilte 1 000 ml (pointe 4.2.3). Cuir 100 ml de pheitiriam éadrom (pointe 3.2) leis an sorcóir gloine, cuir an stopallán air agus measc go maith é. Lig do na sraitheanna deighilt agus aistrigh an tsraith uachtair chuig an tonnadóir deighilte mar a rinneadh roimhe. Déan an nós imeachta eastósctha arís le 100 ml breise de pheitiriam éadrom (pointe 3.2), agus ansin faoi dhó le codanna 50 ml de pheitiriam éadrom (pointe 3.2) agus cuir na sraitheanna peitiriam éadroim leis an tonnadóir deighilte.

Nigh na heastóscáin peitiriam éadroim chomhcheangailte mar a thuairiscítear i bpointe 5.3.1 agus téigh ar aghaidh mar a thuairiscítear sa phointe sin.

5.4. *Tuaslagán samplach a ullmhú le haghaidh HPLC*

Déan slánchuid den tuaslagán peitriiliam éadroim (ó phointe 5.3.1 nó 5.3.2) a aistriú le pípéad isteach i bhfleascán piorra-chruthach 250 ml (pointe 4.2.4). Galaigh an tuaslagóir go dtí tirimeacht, nach mór, ar an ngalaitheoir rothlach (pointe 4.1) agus brú laghdaithe ann ag teocht nach mó ná 40 °C. Athbhunaigh brú atmaisféarach trí nítrigin (pointe 3.10) a ligean isteach agus bain an fleascán den ghalaitheoir rothlach. Déan an tuaslagóir atá fágtha a bhaint le sruth nítrigine (pointe 3.10) agus tuaslaigh an t-iarmhar láithreach i dtoirt aitheanta (10–100 ml) mheatánóil (pointe 3.3) (ní mór an tiúchan vitimín A a bheith laistigh den raon 5 AI/ml go 30 AI/ml).

5.5. *Cinneadh trí HPLC*

Déantar vitimín A a dheighilt ar cholún pas-aisiompaithe C₁₈ (pointe 4.5.1) agus tomhaistear an tiúchan trí bhíthin bhrathadóir UV (325 nm) nó brathadóir fluaraiseachta (floscadh: 325 nm, astaíocht: 475 nm) (pointe 4.5.2).

Insteall slánchuid (e.g. 20 µl) den tuaslagán meatánólach a fuarthas i bpointe 5.4 agus ionnail leis an bpas gluaisteach é (pointe 3.9). Ríomh meánairde buaice (buaicachar) roinnt instealltaí den tuaslagán samplach céanna agus meánairdí buaice (buaicachair) roinnt instealltaí de na tuaslagáin chalabrácháin (pointe 5.6.2).

Coinníollacha HPLC

Tugtar na coinníollacha seo a leanas mar threoraíocht; féadfar dálaí eile a úsáid ar choinníoll go mbeidh torthaí coibhéiseacha ann dá mbarr.

Colún leachtchrómatagrafach (pointe 4.5.1): 250 mm × 4 mm, C₁₈, pacáil 5 nó 10 µm, nó a choibhéis

Pas gluaisteach (pointe 3.9): Meascán de mheatánól (pointe 3.3) agus uisce, e.g. 980 + 20 (v + v)

Ráta sreafa: 1 - 2 ml/nóiméad

Brathadóir (pointe 4.5.2): Brathadóir UV (325 nm) nó brathadóir fluaraiseachta (floscadh: 325 nm/astaíocht: 475 nm)

5.6. *Calabrá*

5.6.1. *Na tuaslagáin chaighdeánacha oibre a ullmhú*

Le pípéad, cuir 20 ml de bhuntuaslagán aicéatáite vitimín A (pointe 3.11.1) nó 20 ml de bhuntuaslagán palmatáite vitimín A (pointe 3.12.1) isteach i bhfleascán réthónach nó cónúil 500 ml (pointe 4.2.1) agus hidrealigh mar a thuairiscítear faoi phointe 5.2, ach gan BHT a chur leis. Ina dhiaidh sin, eastósc le peitriiliam (pointe 3.2) de réir phointe 5.3 agus líon go dtí 500 ml le peitriiliam éadrom (pointe 3.2). Galaigh 100 ml den eastóscán sin ar an ngalaitheoir rothlach (féach pointe 5.4) go dtí go mbeidh sé nach mór tirim, déan an tuaslagóir atá fágtha a bhaint le sruth nítrigine (pointe 3.10) agus atuaslaigh an t-iarmhar in 10,0 ml de mheatánól (pointe 3.3). Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 560 AI de vitimín A in aghaidh ml. Ní mór an cion beacht a chinneadh de réir pointe 5.6.3.3. Ní mór an tuaslagán caighdeánach oibre a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.

Le pípéad, cuir 2,0 ml den tuaslagán caighdeánach oibre sin isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 20 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól (pointe 3.3) agus measc é. Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin chaighdeánaithe oibre chaolaithe sin 56 AI de vitimín A in aghaidh ml.

5.6.2. *Na tuaslagáin chalabrácháin agus an graf calabrácháin a ullmhú*

Aistrigh 1,0, 2,0, 5,0 agus 10,0 ml den tuaslagán caighdeánach oibre caolaithe chuig sraith fleascán toirtmhéadrach 20 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól (pointe 3.3) agus measc é. Is iad tiúchaintí ainmniúla na dtuaslagáin sin 2,8, 5,6, 14,0 agus 28,0 AI de vitimín A in aghaidh ml.

Déan 20 µl de gach tuaslagán calabrácháin a instealladh roinnt uaireanta agus na meánairdí buaice (buaicachair) a chinneadh. Agus úsáid á baint as na meánairdí buaice (buaicachair), breac graf calabrácháin i bhfianaise thorthaí rialú UV (pointe 5.6.3.3).

5.6.3. Caighdeánú UV na dtuaslagán caighdeánach

5.6.3.1. Buntuaslagán aicéatáite vitimín A

Le pípéad, cuir 2,0 ml de bhuntuaslagán aicéatáite vitimín A (pointe 3.11.1) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml (pointe 4.4.2) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le 2-própánól (pointe 3.8). Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 56 AI de vitimín A in aghaidh ml. Le pípéad, cuir 3,0 ml den tuaslagán aicéatáite vitimín A caolaithe sin isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 25 ml agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le 2-própánól (pointe 3.8). Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 6,72 AI de vitimín A in aghaidh ml. Déan speictream UV an tuaslagáin sin a thomhas in aghaidh 2-própánóil (pointe 3.8) sa speictreafótaiméadar (pointe 4.6) idir 300 nm agus 400 nm. Ní mór an t-uasdíobhadh a bheith idir 325 nm agus 327 nm.

Ríomh an cion vitimín A:

$$\text{AI vitimín A/ml} = E_{326} \times 19,0$$

$$(E_{1\text{ cm}}^{1\%} \text{ i gcás aicéatáit vitimín A} = 1\,530 \text{ ag } 326 \text{ nm in } 2 - \text{própánól})$$

5.6.3.2. Buntuaslagán palmatáite vitimín A

Le pípéad, cuir 2,0 ml de bhuntuaslagán palmatáite vitimín A (pointe 3.12.1) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml (pointe 4.4.2) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le 2-própánól (pointe 3.8). Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 56 AI de vitimín A in aghaidh ml. Le pípéad, cuir 3,0 ml den tuaslagán palmatáite vitimín A caolaithe sin isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 25 ml agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le 2-própánól (pointe 3.8). Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 6,72 AI de vitimín A in aghaidh ml. Déan speictream UV an tuaslagáin sin a thomhas in aghaidh 2-própánóil (pointe 3.8) sa speictreafótaiméadar (pointe 4.6) idir 300 nm agus 400 nm. Ní mór an t-uasdíobhadh a bheith idir 325 nm agus 327 nm.

Ríomh an cion vitimín A:

$$\text{AI vitimín A/ml} = E_{326} \times 19,0$$

$$(E_{1\text{ cm}}^{1\%} \text{ i gcás palmatáit vitimín A} = 957 \text{ ag } 326 \text{ nm in } 2 - \text{própánól})$$

5.6.3.3. Tuaslagán caighdeánach oibre vitimín A

Le pípéad, cuir 3,0 ml den tuaslagán caighdeánach oibre vitimín A neamhchaolaithe sin, arna ullmhú de réir pointe 5.6.1, isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml (pointe 4.4.2) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le 2-própánól (pointe 3.8). Le pípéad, cuir 5,0 ml den tuaslagán sin isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 25 ml agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le 2-própánól (pointe 3.8). Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 6,72 AI de vitimín A in aghaidh ml. Déan speictream UV an tuaslagáin sin a thomhas in aghaidh 2-própánóil (pointe 3.8) sa speictreafótaiméadar (pointe 4.6) idir 300 nm agus 400 nm. Ní mór an t-uasdíobhadh a bheith idir 325 nm agus 327 nm.

Ríomh an cion vitimín A:

$$\text{AI vitimín A/ml} = E_{325} \times 18,30$$

$$(E_{1\text{ cm}}^{1\%} \text{ i gcás alcól vitimín A} = 1\,821 \text{ ag } 325 \text{ nm in } 2 - \text{própánól})$$

6. Na torthaí a ríomh

Ó mheánairde (achar) bhuaiceanna vitimín A an tuaslagáin shamplaigh, déan tiúchan an tuaslagáin shamplaigh in AI/ml a chinneadh faoi threoir an ghraif calabrúcháin (pointe 5.6.2).

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar cion vitimín A an tsampla, w in AI/kg:

$$w = \frac{500 \times c \times V_2 \times 1\,000}{V_1 \times m} [\text{AI/kg}]$$

inarb amhlaidh:

c = tiúchan vitimín A an tuaslagáin shamplaigh (pointe 5.4) in AI/ml

V₁ = toirt an tuaslagáin shamplaigh (pointe 5.4), in ml

V_2 = toirt na slánchoda arna tógáil isteach pointe 5.4 in ml
 m = meáchan na triailchoda in g

7. **Barúlacha**

- 7.1. I gcás samplaí ina bhfuil tiúchan íseal vitimín A, d'fhéadfadh sé a bheith úsáideach eastóscáin pheitriiliam éadroim dhá lucht gallúnaithe a chur i dtoll a chéile (méid arna mheá: 25 g) i dtuaslagán samplach amháin le haghaidh chinneadh HPLC.
- 7.2. Ní bheidh níos mó ná 2 g saille i meáchan an tsampla a thógtar le haghaidh na hanailíse.
- 7.3. Mura dtarlaíonn pasdeighilt, cuir thart ar 10 ml d'eatánól (pointe 3.1) leis chun an eibleacht a bhriseadh.
- 7.4. I gcás ola ae troisc agus saille íona eile, cuirfear síneadh 45-60 nóiméad leis an am gallúnaithe.
- 7.5. Is féidir hidreacuineon a úsáid in ionad hiodrocsatolúéin bhúitilithe.
- 7.6. Is féidir isiméirí reiteanóil a dheighilt agus úsáid á baint as colún gnáthchéimeanna. Ach sa chás sin, déanfar airdí buaice (buaicachair) gach cis-isiméire agus tras-isiméire a shuimiú le haghaidh ríomhanna.
- 7.7. Is féidir thart ar 150 mg d'aigéad ascorbach a úsáid in ionad tuaslagán ascorbáite sóidiam.
- 7.8. Is féidir thart ar 50 mg d'aigéad eitiléindé-aimínteatraicéiteach (EDTA) a úsáid in ionad tuaslagán suilfíde sóidiam.
- 7.9. I gcásanna ina ndéanfar anailís ar vitimín A i mbainne púdrach, ní mór aire shonrach a thabhairt
- tráth an ghallúnaithe (pointe 5.2): i ngeall ar an méid saille sa sampla, d'fhéadfadh sé gur ghá méid an tuaslagáin hiodrocsaíde potaisiam (pointe 3.4) a mhéadú;
 - tráth an eastósctha (pointe 5.3): i ngeall ar eibleachtaí a bheith ann, d'fhéadfadh sé gur ghá cóimheas 2:1 idir uisce agus eatánól a oiriúnú.
- Chun a sheiceáil an ngintear torthaí iontaoifa ón modh anailíse a chuirtear i bhfeidhm ar an maitrís shonrach sin (bainne púdrach), cuirfear tástáil aisghabhála i bhfeidhm ar thriailchuid bhreise. Más lú an ráta aisghabhála ná 80 %, is gá an toradh anailíse a cheartú i leith aisghabhála.

8. **In-atriallacht**

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná 15 % i gcoibhneas leis an toradh is airde.

9. **Torthaí staidéir chomhoibríoch ⁽²⁾**

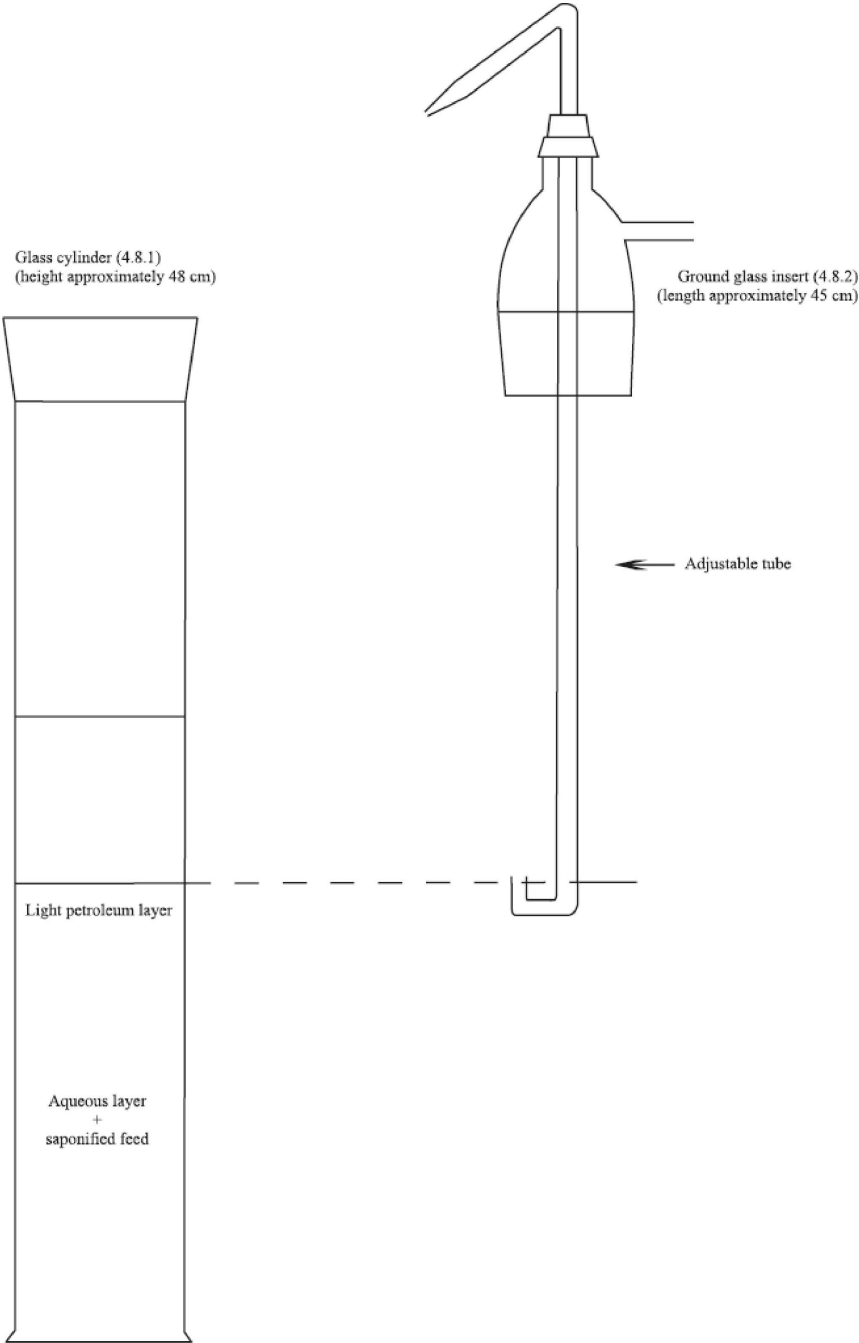
	Réamh-mheascán	Réamh-mheascán beatha	Tiúchán mianrach	Tiúchán beatha	Banbh
L	13	12	13	12	13
n	48	45	47	46	49
meán [AI/kg]	17,02 × 106	1,21 × 106	537 100	151 800	18 070
sr [IU/kg]	0,51 × 106	0,039 × 106	22 080	12 280	682
r [IU/kg]	1,43 × 106	0,109 × 106	61 824	34 384	1 910
CVr [%]	3,0	3,5	4,1	8,1	3,8
sR [IU/kg]	1,36 × 106	0,069 × 106	46 300	23 060	3 614
R [IU/kg]	3,81 × 106	0,193 × 106	129 640	64 568	10 119

⁽²⁾ Arna dhéanamh ag Meitheal Beatha Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (VDLUFA).

CVR [%]	8,0	6,2	8,6	15	20
L:	an líon saotharlann				
n:	an líon luachanna aonair				
sr:	diall caighdeánach in-atrialltachta				
sR:	diall caighdeánach in-atáirgtheachta				
r:	in-atrialltacht				
R;	in-atáirgtheacht				
CVr:	comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta				
CVR:	comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta				

Fíor 1

Chuig an eastarraingteoir (pointe 4.8)



B. VITIMÍN E A CHINNEADH

Tá vitimín E le cinneadh tríd:

- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17547 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cion vitimín A, E agus D ⁽³⁾ a chinneadh – Modh ina n-úsáidtear glantachán eastósctha pas sholadaigh (SPE) agus crómatagrafaíocht leachta ardfheidhmíochta (HPLC), nó
- leachtchrómatagrafaíocht ardfheidhmíochta phas-aisiompaithe (RP-HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir UV nó fluaraiseachta, mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 9 ina dhiaidh seo.

1. **Cuspóir agus Raon Feidhme**

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal vitimín E a chinneadh i mbeatha. Sloinntear an cion vitimín E mar mg d'aicéatáit DL- α -tócaifearóil in aghaidh kg. Comhfhreagraíonn 1 mg d'aicéatáit DL- α -tócaifearóil do 0,91 mg DL- α -tócaifearóil (vitimín E).

Is é 2 mg de vitimín E/kg an teorainn chainníochtaithe. Ní féidir an teorainn chainníochtaithe a bhaint amach ach le brathadóir fluaraiseachta. Le brathadóir UV, is í 10 mg/kg an teorainn chainníochtaithe.

2. **Prionsabal**

Déantar an sampla a hidrealú le tuaslagán hidrocсаáide potaisiam eatánólaí agus vitimín E a eastóscadh i bpeitríliam éadrom. Baintear an tuaslagóir trína ghalú agus déantar an t-iarmhar a thuaslagadh i meatánól agus, más gá, a chaolú go dtí an tiúchan is gá. Déantar cion vitimín E a chinneadh trí leachtchrómatagrafaíocht ardfheidhmíochta phas-aisiompaithe (RP-HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir fluaraiseachta nó UV.

3. **Imoibrithe**

- 3.1. Eatánól, $\sigma = 96 \%$.
- 3.2. Peitríliam éadrom, raon fiuchta $40^\circ\text{C} - 60^\circ\text{C}$.
- 3.3. Meatánól.
- 3.4. Tuaslagán hidrocсаáide potaisiam, $c = 50 \text{ g}/100 \text{ ml}$.
- 3.5. Tuaslagán ascorbáite sóidiam, $c = 10 \text{ g}/100 \text{ ml}$ (féach barúlacha pointe 7.7).
- 3.6. Suilfid sóidiam, $\text{Na}_2\text{S} \cdot x \text{H}_2\text{O}$ ($x = 7 - 9$).
- 3.6.1. Tuaslagán suilfide sóidiam, $c = 0,5 \text{ mol/l}$ i ngliocról, $\beta = 120 \text{ g/l}$ (i gcás $x = 9$) (féach barúlacha pointe 7.8).
- 3.7. Tuaslagán feanóltailéine, $c = 2 \text{ g}/100 \text{ ml}$ in eatánól (pointe 3.1).
- 3.8. Pas gluaisteach le haghaidh HPLC: meascán de mheatánól (pointe 3.3) agus uisce, e.g. $980 + 20 (v + v)$. Is iad saintréithe an cholúin a úsáidtear a chinneadh an cóimheas beacht.
- 3.9. Nítrigin, saor ó ocsaigin.
- 3.10. Aicéatáit DL- α -tócaifearóil, rí-ion, de ghníomhaíocht dheimhnithe.
- 3.10.1. Buntuaslagán aicéatáite DL- α -tócaifearóil: Déan 100 mg d'aicéatáit DL- α -tócaifearóil (pointe 3.10) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml. Tuaslaig in eatánól (pointe 3.1) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagóir céanna é. Tá 1 mg d'aicéatáit DL- α -tócaifearóil in 1 ml den tuaslagán sin. (Maidir le rialú UV féach pointe 5.6.1.3; maidir le cobhsaíocht féach barúlacha pointe 7.4).

⁽³⁾ An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17547, tagraítear dó mar mhodh malartach atá le húsáid chun críoch rialaithe oifigiúil chun vitimín A agus E a chinneadh in ionad an mhodha ar a dtugtar tuairisc i gCuid A den Iarscríbhinn seo chun vitimín A a chinneadh agus i gCuid B den Iarscríbhinn seo chun vitimín E a chinneadh.

- 3.11. DL- α -tócaifearól, rí-íon, de ghníomhaíocht dheimhnithe
- 3.11.1. Buntuaslagán DL- α -tócaifearóil: Déan 100 mg de DL- α -tócaifearól (pointe 3.11) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml. Tuaslaig in eatánól (pointe 3.1) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagóir céanna é. Tá 1 mg de DL- α -tócaifearól in 1 ml den tuaslagán sin. (Maidir le rialú UV féach pointe 5.6.2.3; maidir le cobhsaíocht féach barúlacha pointe 7.4).
- 3.12. 2,6-Dé-threas-búitile-4-meitilfeanól (BHT) (féach barúlacha pointe 7.5)
4. **Gaireas**
- 4.1. Sceoghalaithoir rothlach.
- 4.2. Earraí gloine ómracha.
- 4.2.1. Fleascáin réthónacha nó cónúla, 500 ml, lena ngabhann soicéad gloine meilte.
- 4.2.2. Fleascáin thoirtmhéadracha scóige caoile lena ngabhann stopalláin gloine meilte, 10, 25, 100 agus 500 ml.
- 4.2.3. Tonnadóirí deighilte, cónúil, 1 000 ml, lena ngabhann stopalláin gloine meilte.
- 4.2.4. Fleascáin phiorra-chruthaithe, 250 ml, lena ngabhann soicéid gloine meilte.
- 4.3. Comhdhlúthadán Allihn, fad cumhdaigh 300 nm, ag a bhfuil siúnta gloine meilte agus cuibheoir le haghaidh feadán fothaithe gáis.
- 4.4. Scagpháipéar pléatáilte le haghaidh pasdeighilte, de thrastomhas 185 mm (e.g. Schleicher & Schuell 597 HY 1/2).
- 4.5. Trealamh HPLC ag a bhfuil córas insteallta.
- 4.5.1. Colún leachtchrómatagrafach, 250 mm $\times$ 4 mm, C₁₈, pacáil 5 nó 10 μ m, nó a choibhéis.
- 4.5.2. Brathadóir fluaraiseachta nó UV ag a bhfuil coigeartú tonnfhaid inathraithe.
- 4.6. Speictreafótaiméadar ag a bhfuil cealla grianchloiche 10 mm.
- 4.7. Dabhach uisce le corraitheoir maignéadach.
- 4.8. Eastarraingteoir (féach Fíor 2) ina bhfuil:
- 4.8.1. Sorcóir gloine de thoilleadh 1 l atá feistithe le scóig agus stopallán gloine meilte.
- 4.8.2. Ionsáiteán gloine meilte atá feistithe le taobhghéag agus feadán inchoigeartaithe a théann tríd an lár. Beidh ceann íochtair an fheadáin inchoigeartaithe U-chruthach agus beidh soc ag an gceann eile sa chaoi go bhféadfár an tsraith leachta uachtarach sa sorcóir a aistriú isteach i dtonnadóir deighilte.
5. **Nós imeachta**
- Tabhair faoi deara:* Tá vitimín E íogair i leith solais (UV) agus ocsaídiúcháin. Déanfar gach oibríocht in éagmais solais (agus úsáid á baint as earraí gloine ómracha, nó as earraí gloine faoi chosaint scragaill alúmanaim) agus ocsaigine (sruthlaigh le nítrigin). Le linn eastóscadh, cuirfear nítrigin in ionad an aeir os cionn na leachta (seachain brú iomarcach tríd an stopallán a scaoileadh ó am go ham).
- 5.1. *An sampla a ullmhú*
- Meil an sampla sa chaoi go dtéann sé trí chriathar mogaill 1 mm, ag féachaint chuige nach nginfear teas. Ní mór an mheilt a dhéanamh go díreach sula ndéanfar meá agus gallúnú, óir d'fhéadfadh sé go gcaillfí vitimín E ina mhalairt de chás.

5.2. *Gallúinú*

Déan idir 2 g agus 25 g den sampla, ag brath ar chion vitimín E, a mheá don 0,01 g is gaire isteach i bhfleascán réthónach nó cónúil 500 ml (pointe 4.2.1). Cuir 130 ml d'eatánól (pointe 3.1), thart ar 100 mg de BHT (pointe 3.12), 2 ml de thuaslagán ascorbáite sóidiam (pointe 3.5) agus 2 ml de thuaslagán suilfíde sóidiam (pointe 3.6) leis ceann i ndiaidh a chéile, á shuaitheadh an tráth céanna. Feistigh an comhdhlúthadán (pointe 4.3) ar an bhfleascán agus tum an fleascán i ndabhach uisce ina bhfuil corraitheoir maighnéadach (pointe 4.7). Déan é a théamh nó go bhfiuchfaidh sé agus lig dó fiuchadh faoi aife ar feadh 5 nóiméad. Cuir 25 ml de thuaslagán hidrocraide potaisiam (pointe 3.4) leis ansin tríd an gcomhdhlúthadán (pointe 4.3) agus lig dó fiuchadh faoi aife ar feadh 25 nóiméad bhreise, á chorroí faoi shruth mall nítrigine. Sruthlaigh an comhdhlúthadán ansin le thart ar 20 ml d'uisce agus fuaraigh inneachar an fhleascáin go teocht an tseomra.

5.3. *Eastóscadh*

Aistrigh an tuaslagán gallúnaithe trí bhíthin scinceála cainníochtúla trína shruthlú le toirt iomlán 250 ml d'uisce chuig tonnadóir deighilte 1 000 ml (pointe 4.2.3) nó chuig an eastarraingteoir (pointe 4.8). Sruthlaigh an fleascán gallúnaithe le 25 ml d'eatánól (pointe 3.1) agus ina dhiaidh sin le 100 ml de pheitriiliam éadrom (pointe 3.2) agus aistrigh na sruthluithe chuig an tonnadóir deighilte nó chuig an eastarraingteoir. An cion uisce agus eatánóil sna tuaslagáin chomhcheangailte, ní mór é a bheith thart ar 2:1. Croith le teann nirt é ar feadh 2 nóiméad agus lig dó socrú ar feadh 2 nóiméad.

5.3.1. *Eastóscadh agus úsáid á baint as tonnadóir deighilte (pointe 4.2.3)*

Nuair a bheidh na sraitheanna deighilte (féach barúil pointe 7.3), déan an tsraith peitriiliam éadroim a aistriú chuig tonnadóir deighilte eile (pointe 4.2.3). Déan an t-eastóscadh sin faoi dhó, le 100 ml de pheitriiliam éadrom (pointe 3.2), agus faoi dhó arís, le 50 ml de pheitriiliam éadrom (pointe 3.2).

Nigh na heastóscáin chomhcheangailte sa tonnadóir deighilte faoi dhó trína suaitheadh go réidh (ionas nach gcruthófar eibleachtaí) le codanna 100 ml d'uisce agus ansin trína gcroitheadh arís agus arís eile le codanna breise 100 ml d'uisce go dtí go bhfanfaidh an t-uisce gan dath nuair a chuirfear tuaslagán feanóiltailéine leis (pointe 3.7) (is leordhóthanach de ghnáth iad a ní ceithre huaire). Déan an t-eastóscán nite a scagadh trí scagaire pléatáilte tirim le haghaidh pasdeighilte (pointe 4.4) chun aon uisce ar fuaidreamh a bhaint de isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml (pointe 4.2.2). Sruthlaigh an tonnadóir deighilte agus an scagaire le 50 ml de pheitriiliam éadrom (pointe 3.2), líon go dtí an toirt inmhianaithe le peitriiliam éadrom (pointe 3.2) agus measc go maith é.

5.3.2. *Eastóscadh agus úsáid á baint as eastarraingteoir (pointe 4.8)*

Nuair a bheidh na sraitheanna deighilte (féach barúil pointe 7.3), cuir an t-ionsáiteán gloine meilte (pointe 4.8.2) in ionad stopallán an tsorcóra gloine (pointe 4.8.1) agus déan ceann íochtair U-chruthach an fheadáin inchoigeartaithe a shocrú sa chaoi go bhfuil sé díreach os cionn leibhéal an chomhéadain. Trí bhrú ó líne nítrigine chuig an taobhghéag a chur uirthi, déan an tsraith uachtair de pheitriiliam éadrom a aistriú chuig tonnadóir deighilte 1 000 ml (pointe 4.2.3). Cuir 100 ml de pheitriiliam éadrom (pointe 3.2) leis an sorcóir gloine, cuir an stopallán air agus measc go maith é. Lig do na sraitheanna deighilt agus aistrigh an tsraith uachtair chuig an tonnadóir deighilte mar a rinneadh roimhe. Déan an nós imeachta eastósctha arís le 100 ml breise de pheitriiliam éadrom (pointe 3.2), agus ansin faoi dhó le codanna 50 ml de pheitriiliam éadrom (pointe 3.2) agus cuir na sraitheanna peitriiliam éadroim leis an tonnadóir deighilte.

Nigh na heastóscáin peitriiliam éadroim chomhcheangailte mar a thuairiscítear i bpointe 5.3.1 agus téigh ar aghaidh mar a thuairiscítear ansin.

5.4. *Tuaslagán samplach a ullmhú le haghaidh HPLC*

Déan slánchuid den tuaslagán peitriiliam éadroim (ó phointe 5.3.1 nó 5.3.2) a aistriú le pípéad isteach i bhfleascán piorra-chruthach 250 ml (pointe 4.2.4). Galaigh an tuaslagóir go dtí tirimeacht, nach mór, ar an ngalaitheoir rothlach (pointe 4.1) agus brú laghdaithe ann ag teocht nach mó ná 40 °C. Athbhunaigh brú atmaisféarach trí nítrigin (pointe 3.9) a ligean isteach agus bain an fleascán den ghalaithéoir rothlach. Déan an tuaslagóir atá fágtha a bhaint le sruth nítrigine (pointe 3.9) agus tuaslaigh an t-iarmhar láithreach i doirt aitheanta (10 - 100 ml) mheatánóil (pointe 3.3) (ní mór an tiúchan DL- α -tócaifearóil a bheith laistigh den raon 5 μ g/ml go 30 μ g/ml).

5.5. *Cinneadh trí HPLC*

Déantar vitimín E a dheighilt ar cholún pas-aisiompaite C₁₈ (pointe 4.5.1) agus tomhaistear an tiúchan agus úsáid á baint as brathadóir fluaraiseachta (floscadh: 295 nm, astaíocht: 330 nm) nó brathadóir UV (292 nm) (pointe 4.5.2).

Insteall slánchuid (e.g. 20 µl) den tuaslagán meatánólach a fuarthas i bpointe 5.4 agus ionnail leis an bpas gluaisteach é (pointe 3.8). Ríomh meánairdí buaice (buaicachair) roinnt instealltaí den tuaslagán samplach céanna agus meánairdí buaice (buaicachair) roinnt instealltaí de na tuaslagáin chalabhrúcháin (pointe 5.6.2).

Coinníollacha HPLC

Tugtar na coinníollacha seo a leanas mar threoraíocht; féadfar dálaí eile a úsáid ar choinníoll go mbeidh torthaí coibhéiseacha ann dá mbarr.

Colún leachtchrómatagrafach (pointe 4.5.1):	250 mm × 4 mm, C ₁₈ , pacáil 5 nó Pacáil 10 µm, nó a choibhéis
Pas gluaisteach (pointe 3.8):	Meascán de mheatánól (pointe 3.3) agus uisce e.g. 980 + 20 (v + v).
Ráta sreafa:	1 - 2 ml/nóiméad
Brathadóir (pointe 4.5.2)	Brathadóir fluaraiseachta (floscadh: 295 nm/ astaíocht: 330 nm) nó brathadóir UV (292 nm)

5.6. Calabhrúchán (aicéatáit DL-α-tócaifearóil nó DL-α-tócaifearóil)

5.6.1. Caighdeán aicéatáite DL-α-tócaifearóil

5.6.1.1. An tuaslagán caighdeánach oibre a ullmhú

Déan 25 ml de bhuntuaslagán aicéatáite DL-α-tócaifearóil (pointe 3.10.1) a aistriú le pípéad isteach i bhfleascán réthónach nó cónúil 500 ml (pointe 4.2.1) agus a hidrealú mar a thuairiscítear faoi phointe 5.2. Ina dhiaidh sin, eastósc le peitriiliam éadrom (pointe 3.2) de réir pointe 5.3 agus líon go dtí 500 ml le peitriiliam éadrom. Galaigh 25 ml den eastóscán sin ar an ngalaitheoir rothlach (féach pointe 5.4) go dtí go mbeidh sé nach mór tirim, déan an tuaslagóir atá fágtha a bhaint le sruth nítrigine (pointe 3.9) agus atuaslaig an t-iarmhar in 25,0 ml de mheatánól (pointe 3.3). Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 45,5 µg de DL-α-tócaifearóil in aghaidh an ml, rud atá coibhéiseach le 50 µg d'aicéatáit DL-α-tócaifearóil in aghaidh ml. Beidh an tuaslagán caighdeánach oibre úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.

5.6.1.2. Na tuaslagáin chalabhrúcháin agus an graf calabhrúcháin a ullmhú

Aistrigh 1,0, 2,0, 4,0 agus 10,0 ml den tuaslagán caighdeánach oibre chuig sraith fleascán toirtmhéadrach 20 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól (pointe 3.3) agus measc é. Is iad tiúchaintí ainmniúla na dtuaslagáin sin 2,5, 5,0, 10,0 agus 25,0 µg/ml d'aicéatáit DL-α-tócaifearóil, i.e. 2,28, 4,55, 9,10 µg/ml agus 22,8 µg/ml de DL-α-tócaifearóil.

Déan 20 µl de gach tuaslagán calabhrúcháin a instealladh roinnt uaireanta agus na meánairdí buaice (buaicachair) a chinneadh. Agus úsáid á baint as na meánairdí buaice (buaicachair), breac graf calabhrúcháin.

5.6.1.3. Caighdeánú UV an bhuntuaslagáin aicéatáite DL-α-tócaifearóil (pointe 3.10.1)

Déan 5,0 ml de bhuntuaslagán aicéatáite DL-α-tócaifearóil (pointe 3.10.1) a chaolú go dtí 25,0 ml le meatánól agus speictream UV an tuaslagáin sin a thomhas in aghaidh eatánóil (pointe 3.1) sa speictreafótaiméadar (pointe 4.6) idir 250 nm agus 320 nm.

Is ag 254 nm a bheidh an t-ionsú uasta:

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} = 43,6 \text{ ag } 284 \text{ nm in eatánól}$$

Ní mór luach díobhaidh 0,84 go 0,88 a fháil ag an gcaolúchán sin.

5.6.2. Caighdeán DL-α-tócaifearóil

5.6.2.1. An tuaslagán caighdeánach oibre a ullmhú

Déan 2 ml den bhuntuaslagán DL-α-tócaifearóil (pointe 3.11.1) a aistriú isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml, tuaslaig i meatánól (pointe 3.3) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól é. Is é tiúchan ainmniúil an tuaslagáin sin 40 µg de DL-α-tócaifearóil in aghaidh an ml, rud atá coibhéiseach le 44,0 µg d'aicéatáit DL-α-tócaifearóil in aghaidh ml. Beidh an tuaslagán caighdeánach oibre úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.

5.6.2.2. Na tuaslagáin chalabhrúcháin agus an graf calabhrúcháin a ullmhú

Aistrigh 1,0, 2,0, 4,0 agus 10,0 ml den tuaslagán caighdeánach oibre chuig fleascán toirtmhéadrach 20 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól (pointe 3.3) agus measc é. Is iad tiúcháint ainmniúla na dtuaslagáin sin 2,0, 4,0, 8,0 agus 20,0 µg/ml de DL-α-tócaifearól, i.e. 2,20, 4,40, 8,79 µg/ml agus 22,0 µg/ml d'aicéatáit DL-α-tócaifearóil.

Déan 20 µl de gach tuaslagán calabhrúcháin a instealladh roinnt uaireanta agus na meánairdí buaice (buaicachair) a chinneadh. Agus úsáid á baint as na meánairdí buaice (buaicachair), breac graf calabhrúcháin.

5.6.2.3. Caighdeánú UV an bhuntuaslagáin DL-α-tócaifearóil (pointe 3.11.1)

Déan 2,0 ml de bhuntuaslagán DL-α-tócaifearóil (pointe 3.11.1) a chaolú go dtí 25,0 ml le heatánól agus speictream UV an tuaslagáin sin a thomhas in aghaidh eatánóil (pointe 3.1) sa speictreafótaiméadar (pointe 4.6) idir 250 nm agus 320 nm. Is ag 292 nm a bheidh an t-ionsú uasta:

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} = 75,8 \text{ ag } 292 \text{ nm in eatánól}$$

Ní mór luach díobhaidh 0,6 a fháil ag an gcaolúchán sin.

6. Na torthaí a ríomh

Ó mheánairde (achar) bhuaiceanna vitimín E an tuaslagáin shamplaigh, déan tiúchan an tuaslagáin shamplaigh in µg/ml a chinneadh (arna ríomh mar aicéatáit α-tócaifearóil) faoi threoir an ghraif calabhrúcháin (pointe 5.6.1.2 nó 5.6.2.2).

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar cion vitimín E an tsampla, w in mg/kg:

$$w = \frac{500 \times c \times V_2}{V_1 \times m} [\text{mg/kg}]$$

inarb amhlaidh:

c = tiúchan vitimín E (mar aicéatáit α-tócaifearóil) den tuaslagán samplach (pointe 5.4) in µg/ml

V₁ = toirt an tuaslagáin shamplaigh (pointe 5.4), in ml

V₂ = toirt na slánchoda arna tógáil isteach (pointe 5.4), in ml

m = meáchan na triailchoda in g

7. Barúlacha

7.1. I gcás samplaí ina bhfuil tiúchan íseal vitimín E, d'fhéadfadh sé a bheith úsáideach eastóscáin pheitriiliam éadroim dhá lucht gallúnaithe a chur i dtoll a chéile (méid arna mheá: 25 g) i dtuaslagán samplach amháin le haghaidh chinneadh HPLC.

7.2. Ní bheidh níos mó ná 2 g saille i meáchan an tsampla a thógtar le haghaidh na hanailíse.

7.3. Mura dtarlaíonn pasdeighilt, cuir thart ar 10 ml d'eatánól (pointe 3.1) leis chun an eibleacht a bhriseadh.

7.4. Tar éis tomhas speictreafótaiméadrach a dhéanamh ar aicéatáit DL-α-tócaifearóil nó ar an tuaslagán DL-α-tócaifearóil de réir pointe 5.6.1.3 nó 5.6.2.3 faoi seach, cuir thart ar 10 mg BHT (pointe 3.12) leis an tuaslagán (pointe 3.10.1 nó 3.10.2) agus coimeád an tuaslagán i gcuisneoir (saolré stórála 4 seachtaine ar a mhéad).

7.5. Is féidir hidreacuineon a úsáid in ionad hiodrocsatolúéin bhúitilithe.

7.6. Is féidir α-, β-, γ- agus δ-tócaifearól a dheighilt agus úsáid á baint as colún gnáthchéimeanna.

- 7.7. Is féidir thart ar 150 mg d'aigéad ascorbach a úsáid in ionad tuaslagán ascorbáite sóidiam.
- 7.8. Is féidir thart ar 50 mg d'aigéad eitleindé-aimínteatraicéiteach (EDTA) a úsáid in ionad tuaslagán suilfide sóidiam.
- 7.9. Hidrealaíonn aicéatáit vitimín E an-tapa faoi dhálaí alcaileacha agus tá sí an-íogair dá bhrí sin i leith ocsaídiúcháin, go háirithe agus riandúile amhail iarann nó copar ann. I gcás ina gcinnfear vitimín E a bheith i réamh-mheascáin ar leibhéal is airde ná 5 000 mg/kg, d'fhéadfadh vitimín E díghrádú dá dheasca. Dá bhrí sin, chun deimhniú a dhéanamh moltar modh HPLC lena n-áirítear díleá einsimeach fhoirmliú vitimín E gan céim gallúnaithe alcailigh
8. In-atriallacht
An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná 15 % i gcoibhneas leis an toradh is airde.

9. **Torthaí staidéir chomhoibríoch ⁽⁴⁾**

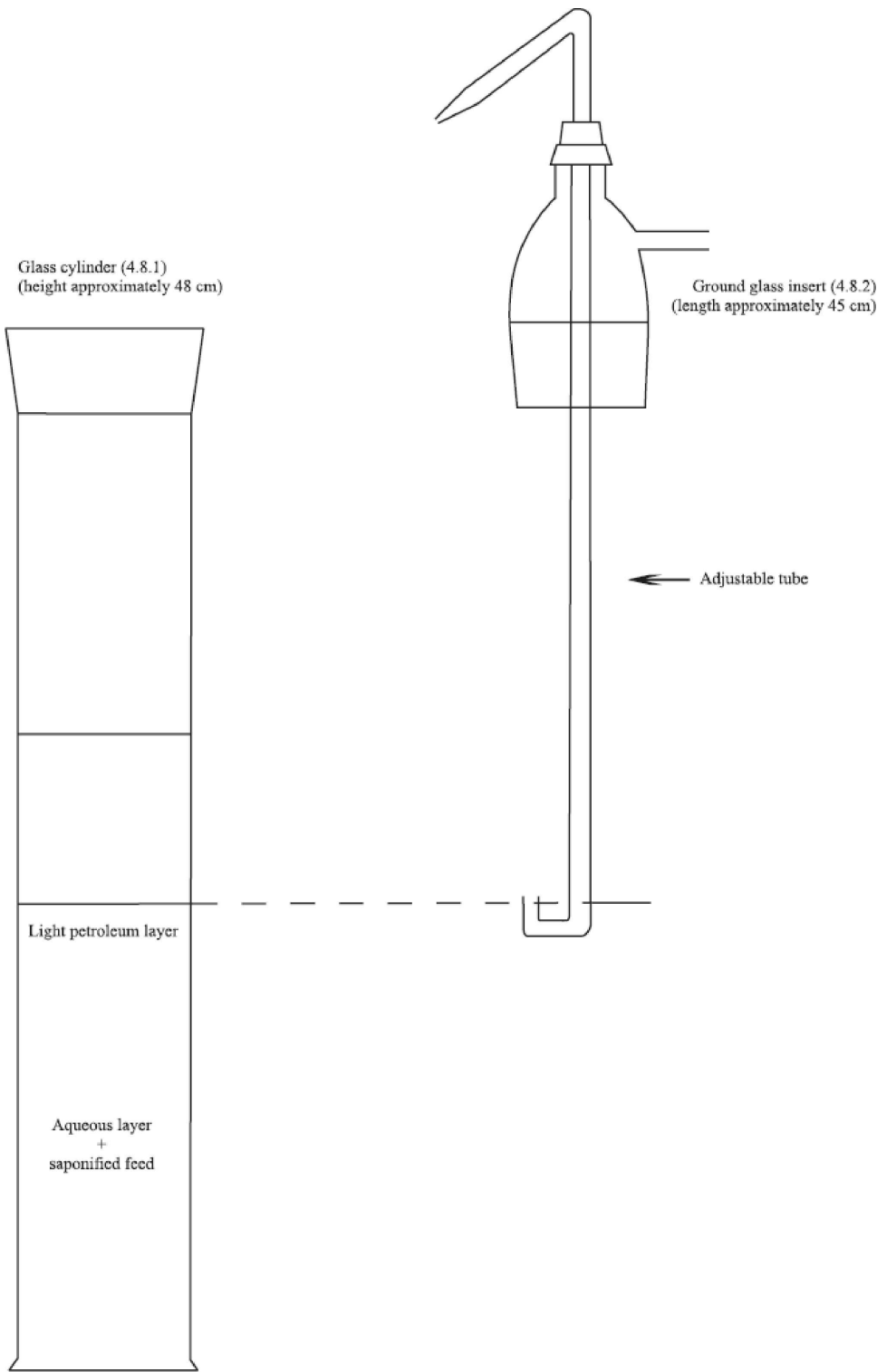
	Réamh-mheascán	Réamh-mheascán beatha	Tiúchán mianrach	Tiúchán beatha	Banbh
L	12	12	12	12	12
n	48	48	48	48	48
meán[mg/kg]	17 380	1 187	926	315	61,3
sr [mg/kg]	384	45,3	25,2	13,0	2,3
r [mg/kg]	1 075	126,8	70,6	36,4	6,4
CVr [%]	2,2	3,8	2,7	4,1	3,8
sR mg/kg]	830	65,0	55,5	18,9	7,8
R [mg/kg]	2 324	182,0	155,4	52,9	21,8
CVR [%]	4,8	5,5	6,0	6,0	12,7

- L: an líon saotharlann
- n: an líon luachanna aonair
- s_r: diall caighdeánach in-atrialltachta
- s_R: diall caighdeánach in-atáirgtheachta
- r: in-atriallacht
- R: in-atáirgtheacht
- CV_r: comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta
- CV_R: comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta

⁽⁴⁾ Arna dhéanamh ag Meitheal Beatha Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (VDLUFA).

Fíor 2

Chuig an eastarraingteoir (pointe 4.8)



C. NA RIANDÚILE IARANN, COPAR, MANGAINÉIS AGUS SINC A CHINNEADH

Tá an cion iarainn, copair, mangainéise agus since le cinneadh tríd:

- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 15510 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cailciam, sóidiam, fosfar, maignéisiam, potaisiam, iarann, sinc, copar, mangainéis, cóbalt, molaibidéineam agus luaidhe a chinneadh trí ICP-AES, nó
- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 15621 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cailciam, sóidiam, fosfar, maignéisiam, potaisiam, sulfar, iarann, sinc, copar, mangainéis agus cóbalt a chinneadh tar éis díleá faoi bhrú trí ICP-AES, nó
- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17053 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Riandúile, trom-mhiotail agus dúile eile a chinneadh i mbeatha trí ICP-MS (ilmhodha), nó
- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN ISO 6869 Beatha ainmhithe. An cion cailciam, copair, iarainn, maignéisiam, mangainéise, potaisiam, sóidiam agus since a chinneadh. Modh ina n-úsáidtear speictriméadracht ionsú adamhaigh, nó
- An modh speictriméadrachta ionsú adamhaigh (FAAS), mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 8 ina dhiaidh seo.

1. **Cuspóir agus raon feidhme**

Leis an modh sin is féidir na riandúile, is iad sin iarann, copar, mangainéis agus sinc, a chinneadh i mbeatha ⁽⁵⁾. Is iad na teorainneacha cainníochtaithe:

- iarann (Fe): 20 mg/kg
- copar (Cu): 10 mg/kg
- mangainéis (Mn): 20 mg/kg
- sinc (Zn): 20 mg/kg

2. **Prionsabal**

Déantar tuaslagán den sampla le haigéad hidreaclórach tar éis aon ábhar orgánach a scriosadh, más ann dó. Déantar na dúile iarann, copar, mangainéis agus sinc a chinneadh, tar éis caolú iomchuí, trí speictriméadracht ionsú adamhaigh.

3. **Imoibrithe***Réamhbharúlacha*

Chun na himoibrithe agus na tuaslagáin tástála a ullmhú, úsáid uisce atá saor ó na caitiain atá le cinneadh, arna fháil trí uisce a dhriogadh faoi dhó i ngloine bhóraisileacáite nó i stil ghrianchloiche nó trína chóireáil faoi dhó ar roisín malartaithe ian.

Ní mór na himoibrithe a bheith de ghrád anailíseach ar a laghad. Ní mór a sheiceáil an bhfuil bánchinneadh saor ón dúil atá le cinneadh. Más gá, ní mór na himoibrithe a íonú a thuilleadh.

In ionad na dtuaslagáin caighdeánach ar a dtugtar tuairisc thíos, féadfar tuaslagáin chaighdeánacha tráchtála a úsáid ar choinníoll go bhfuil siad ráthaithe agus gur seiceáladh iad roimh úsáid.

- 3.1. Aigéad hidreaclórach. (d:1,19 g/ml).
- 3.2. Aigéad hidreaclórach. (6 mhol/lítear).
- 3.3. Aigéad hidreaclórach. (0,5 mol/lítear).
- 3.4. Aigéad hidreafluarach 38 go 40 % (v/v) ina bhfuil cion iarainn (Fe) is lú ná 1 mg/lítear agus ar lú ná 10 mg (mar shulfáit)/lítar a iarmhar tar éis galú.

⁽⁵⁾ Bailíochtaíodh an modh sin trí thriail chomhoibriúch le haghaidh maitrisí beatha éagsúla. Chun faisnéis bhreise a fháil, féach <https://ec.europa.eu/jrc/en/eurl/feed-additives/authorisation>.

- 3.5. Aigéad sulfarach. (d: 1,84 g/ml).
- 3.6. Sárocsaíd hidrigine. (thart ar 100 toirt ocsaigine (30 % de réir meáchain)).
- 3.7. Tuaslagán iarainn caighdeánach (1 000 µg Fe/ml) arna ullmhú mar a leanas nó tuaslagán coibhéiseach atá le fáil ar bhonn tráchtála: déan 1 g de shreang iarainn a thuaslagadh in 200 ml d'aigéad hidreaclórach 6 mhol/lítear (pointe 3.2), cuir 16 ml de shárocsaíd hidrigine leis (pointe 3.6) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.
- 3.7.1. Tuaslagán caighdeánach oibre iarainn (100 µg Fe/ml) arna ullmhú trí aon chuid amháin den tuaslagán caighdeánach (pointe 3.7) a chaolú le 9 gcuid uisce.
- 3.8. Tuaslagán copair caighdeánach (1 000 µg Cu/ml) arna ullmhú mar a leanas nó tuaslagán coibhéiseach atá le fáil ar bhonn tráchtála:
- déan 1 g de chopar i bhfoirm púdair a thuaslagadh in 25 ml d'aigéad hidreaclórach 6 mhol/lítear (pointe 3.2), cuir 5 ml de shárocsaíd hidrigine leis (pointe 3.6) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.
- 3.8.1. Tuaslagán caighdeánach oibre copair (10 µg Cu/ml) arna ullmhú trí 1 chuid amháin den tuaslagán caighdeánach (pointe 3.8) a chaolú le 9 gcuid uisce agus ansin 1 chuid amháin den tuaslagán a leanann as sin a chaolú le 9 gcuid uisce.
- 3.9. Tuaslagán mangainéise caighdeánach (1 000 µg Mn/ml) arna ullmhú mar a leanas nó tuaslagán coibhéiseach atá le fáil ar bhonn tráchtála:
- déan 1 g de mhangainéis i bhfoirm púdair a thuaslagadh in 25 ml d'aigéad hidreaclórach 6 mhol/lítear (pointe 3.2) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.
- 3.9.1. Tuaslagán caighdeánach oibre mangainéise (10 µg Mn/ml) arna ullmhú trí 1 chuid amháin den tuaslagán caighdeánach (pointe 3.9) a chaolú le 9 gcuid uisce agus ansin 1 chuid amháin den tuaslagán a leanann as sin a chaolú le 9 gcuid uisce.
- 3.10. Tuaslagán since caighdeánach (1 000 µg Zn/ml) arna ullmhú mar a leanas nó tuaslagán coibhéiseach atá le fáil ar bhonn tráchtála:
- déan 1 g de shinc i bhfoirm stéille nó duille a thuaslagadh in 25 ml d'aigéad hidreaclórach 6 mhol/lítear (pointe 3.2) agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce.
- 3.10.1. Tuaslagán caighdeánach oibre since (10 µg Zn/ml) arna ullmhú trí 1 chuid amháin den tuaslagán caighdeánach (pointe 3.10) a chaolú le 9 gcuid uisce agus ansin 1 chuid amháin den tuaslagán a leanann as sin a chaolú le 9 gcuid uisce.
- 3.11. Tuaslagán clóiríde lantanaim: déan 12 g d'ocsaíd lantanaim a thuaslagadh in 150 ml d'uisce agus cuir 100 ml d'aigéad hidreaclórach 6 mhol/lítear (pointe 3.2) agus líon go dtí 1 lítear amháin le huisce.

4. **Gaireas**

- 4.1. Mufalfhoirnéis ag a bhfuil rialú teochta agus taifeadán, mar is fearr.
- 4.2. Ní mór earraí gloine a bheith de chineál bóraisileacaíte friotaíoch agus moltar úsáid a bhaint as gaireas a úsáidtear go heisiach chun riandúile a chinneadh.
- 4.3. Speictreafótaiméadar ionsú adamhaigh a chomhlíonann ceanglais an mhodha maidir le híogaireacht agus beachtas sa raon is gá.

5. **Nós imeachta ⁽⁶⁾**5.1. *Samplaí ina bhfuil ábhar orgánach*5.1.1. *Luaithriú agus ullmhú an tuaslagáin le haghaidh anailíse ⁽⁷⁾*

- 5.1.1.1. Déan 5 go 10 g de shampla arna mheá don 0,2 mg is gaire a chur i mbreogán grianchloiche nó platanaim (féach Nóta (b)), triomaigh in oigheann ag 105 °C é agus cuir an breogán isteach sa mhufalfoirnéis fhuar (pointe 4.1). Dún an fhoirnéis (féach Nóta (c)) agus ardaigh an teocht de réir a chéile go dtí 450 go 475 °C i gcaitheamh thart ar 90 nóiméad. Coinnigh an teocht sin ar bun ar feadh 4 go 16 uair an chloig (e.g. thar oíche) chun ábhar carbónúil a bhaint agus oscail an fhoirnéis ansin agus lig di fuarú (féach Nóta (d)).

Taisrigh an luaith le huisce agus aistrigh chuig eascra 250 ml í. Nigh an breogán le thart ar 5 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.1) san iomlán agus cuir an t-aigéad go mall agus go cúramach leis an eascra (d'fhéadfadh imoibriú bríomhar tarlú i ngeall ar fhoirmiú CO₂). Cuir aigéad hidreaclórach leis (pointe 3.1) braon ar bhraon, á chorroí go dtí go stopfaidh an bhroidearnach uile. Galaigh go dtí tirimeacht é, á chorroí go hócáideach le slat ghloine.

Ansin, cuir 15 ml d'aigéad hidreaclórach 6 mhol/lítear (pointe 3.2) agus, ina dhiaidh sin, thart ar 120 ml d'uisce leis an iarmhar. Corraigh leis an tslat ghloine é, a fhágfar san eascra, agus cumhdaigh an t-easca le clog-ghloine. Cuir ar fiuchadh go bog agus coimeád ag an bhfiuchphointe é go dtí nach féidir a fheiceáil aon luaith a bheith á tuaslagadh a thuilleadh. Scag ar scagpháipéar saor ó luaith é agus bailigh an scagáit i bhfleascán toirtmhéadrach 250 ml. Nigh an t-easca agus an scagaire le 5 ml d'aigéad hidreaclórach te 6 mhol/lítear (pointe 3.2) agus faoi dhó le huisce fiuchaidh. Líon an fleascán toirtmhéadrach go dtí an toirt inmhianaithe le huisce (tiúchan HCl de thart ar 0,5 mol/lítear).

- 5.1.1.2. Má tá dath dubh (carbóin) ar an iarmhar sa scagaire, cuir ar ais san fhoirnéis agus luaithrigh arís é ag 450 go 475 °C. Beidh an luaithriú sin, nach dtógann ach roinnt uaireanta an chloig (thart ar 3 go 5 uair an chloig), tugtha i gcrích nuair a thiocfaidh dath bán nó nach mór bán ar an luaith. Déan an t-iarmhar a thuaslagadh le thart ar 2 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.1), galaigh go dtí tirimeacht agus cuir 5 ml d'aigéad hidreaclórach 6 mhol/lítear leis (pointe 3.2). Déan an tuaslagán a théamh, scag é isteach sa fhleascán toirtmhéadrach agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce (tiúchan HCl de thart ar 0,5 mol/lítear).

Nótaí:

- (a) Agus riandúile á gcinneadh, tá sé tábhachtach a bheith san airdeall maidir leis na rioscaí éillithe, go háirithe éilliú since, copair agus iarainn. Ar an gcúis sin, ní mór an trealamh a úsáidtear chun na samplaí a ullmhú a bheith saor ó na miotail sin.

Chun an riosca ginearálta éillithe a laghdú, oibrigh in atmaisféar saor ó dheannach le trealamh fíorghlan agus le hearraí gloine atá nite go cúramach. Tá cinntiúchán since thar a bheith íogair i leith roinnt mhaith cineálacha éillithe, e.g. ó earraí gloine, imoibrithe, deannach, etc.

- (b) Déantar meáchan an tsampla atá le luaithriú a ríomh ó neaschion riandúl na beatha i ndáil le hógairacht an speictreafótaiméadair a úsáidtear. I gcás beatha áirithe ina bhfuil cion íseal riandúl, d'fhéadfadh sé gur gá tosú le sampla 10 go 20 g agus gan an tuaslagán deiridh a líonadh ach go dtí 100 ml.

- (c) Ní mór luaithriú a dhéanamh i bhfoirnéis dhúnta gan aer ná ocsaigin a instealladh.

- (d) An teocht a léiríonn an piriméadar, ní mór gan í a bheith níos airde ná 475 °C.

⁽⁶⁾ Féadfar modhanna eile díleá a úsáid ar choinníoll gur léiríodh go bhfuil torthaí comhchosúla orthu (amhail díleá faoi bhrú micreathonnach).

⁽⁷⁾ D'fhéadfadh méideanna móra silice plandúla a bheith i bhfarae glas (úr nó triomaithe), a bhféadfadh riandúile a bheith á gcoimeád ann nach mór a bhaint. I gcás samplaí de na beathaí sin, dá bhrí sin, ní mór an nós imeachta modhnaithe seo a leanas a úsáid. Déan oibriocht 5.1.1.1. chomh fada leis an toirtmheascadh. Nigh an scagpháipéar ina bhfuil an t-iarmhar dothuaslagtha faoi dhó le huisce fiuchaidh agus cuir i mbreogán grianchloiche nó platanaim é.

Adhain an mhufalfoirnéis (pointe 4.1) ag teocht faoi bhun 550 °C go dtí go mbeidh an t-ábhar carbónúil uile imithe go hiomlán. Lig dó fuarú, cuir roinnt braonta uisce agus 10 go 15 ml d'aigéad hidreafluarach (pointe 3.4) ina dhiaidh sin leis agus galaigh go dtí tirimeacht ag thart ar 150 °C é. Má tá aon silice fágtha san iarmhar, atuaslaigh i roinnt millilítear d'aigéad hidreafluarach (pointe 3.4) agus galaigh go dtí tirimeacht í. Cuir cúig bhraon aigéid shulfaraigh leis (pointe 3.5) agus déan é a théamh go dtí nach mbeidh aon mhúch bhán uaidh a thuilleadh. Tar éis 5 ml d'aigéad hidreaclórach 6 mhol/lítear (pointe 3.2) agus thart ar 30 ml d'uisce a chur leis, déan an tuaslagán a théamh, scag isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 250 ml é agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce (tiúchan HCl de thart ar 0,5 mol/l). Téigh ar aghaidh leis an gcinntiúchán ansin ó phointe 5.1.2.

5.1.2. Cinneadh speictreafótaiméadrach

5.1.2.1. Tuaslagáin chalabhrúcháin a ullmhú

Chun gach ceann de na dúile a chinneadh, déan raon tuaslagán calabhrúcháin a ullmhú ó na tuaslagáin chaighdeánacha oibre a thugtar i bpointí 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1 agus 3.10.1, a mbeidh tiúchan HCl de thart ar 0,5 mol/lítear (agus (i gcás iarainn, mangainéise agus since) tiúchan clóiríde lantanaim atá coibhéiseach le 0,1 % La (w/v)) ag gach tuaslagán calabhrúcháin.

Na tiúchaintí riandúile a roghnaítear, ní mór iad a bheith laistigh de raon íogaireachta an speictreafótaiméadair a úsáidtear. Leis na táblaí seo a leanas, léirítear comhdhéanaimh gnáthraonta tuaslagán calabhrúcháin mar shamplaí; ag brath ar an gcineál speictreafótaiméadair a úsáidtear agus ar a íogaireacht, áfach, d'fhéadfadh sé gur ghá tiúchaintí eile a roghnú.

Iarann

µg Fe/ml	0	0,5	1	2	3	4	5
ml de thuaslagán caighdeánach oibre (pointe 3.7.1) (1 ml = 100 µg Fe)	0	0,5	1	2	3	4	5
ml HCl (pointe 3.2)	7	7	7	7	7	7	7
+ 10 ml de thuaslagán lantanaim clóiríde (pointe 3.11) agus cuir uisce leis nó go mbeidh suas le 100 ml ann.							

Copar

µg Cu/ml	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
ml de thuaslagán caighdeánach oibre (pointe 3.8.1) (1 ml = 10 µg Cu)	0	1	2	4	6	8	10
ml HCl (pointe 3.2)	8	8	8	8	8	8	8

Mangainéis

µg Mn/ml	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
ml de thuaslagán caighdeánach oibre (pointe 3.9.1) (1 ml = 10 µg Mn)	0	1	2	4	6	8	10
ml HCl (pointe 3.2)	7	7	7	7	7	7	7
+ 10 ml de thuaslagán lantanaim clóiríde (pointe 3.11) agus cuir uisce leis nó go mbeidh suas le 100 ml ann.							

Sinc

µg Zn/ml	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8
ml de thuaslagán caighdeánach oibre (pointe 3.10.1) (1 ml = 10 µg Zn)	0	0,5	1	2	4	6	8
ml HCl (pointe 3.2)	7	7	7	7	7	7	7
+ 10 ml de thuaslagán lantanaim clóiríde (pointe 3.11) agus cuir uisce leis nó go mbeidh suas le 100 ml ann.							

5.1.2.2. Tuaslagán a ullmhú le haghaidh anailíse

Chun copar a chinneadh, is féidir an tuaslagán a ullmhaítear ó phointe 5.1.1 a úsáid go díreach de ghnáth. Féadfar slánchuid a chur le pípéad isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml agus an fleascán a líonadh go dtí an toirt inmhianaithe le haigéad hidreaclórach 5 mol/lítear (pointe 3.3), más gá sin chun a tiúchan a thabhairt faoi raon na dtuaslagán calabhrúcháin.

Chun iarann, mangainéis agus sinc a chinneadh, cuir slánchuid den tuaslagán ullmhaithe ó phointe 5.1.1 isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml le pípéad, cuir 10 ml de thuaslagán clóiríde lantanaim (pointe 3.11) leis agus líon go dtí an toirt inmhianaithe le haigéad hidreaclórach 0,5 mol/lítear (pointe 3.3) (féach freisin pointe 8 'Barúil').

5.1.2.3. Bánchinneadh

Ní mór céimeanna forordaithe uile an nós imeachta a áireamh sa bhánchinneadh, ach amháin go bhfágfar ábhar an tsampla ar lár. Ní mór gan an tuaslagán calabrúcháin '0' a úsáid mar an bánchinneadh.

5.1.2.4. An t-ionsú adamhach a thomhas

Tomhais ionsú adamhach na dtuaslagán calabrúcháin agus an tuaslagáin a bhfuil anailís le déanamh orthu agus úsáid á baint as lasair ocsaídiúcháin aeraicéitiléine ag na tonnfhaid seo a leanas:

Fe: 248,3 nm

Cu: 324,8 nm

Mn: 279,5 nm

Zn: 213,8 nm

Déan gach tomhas ceithre huaire.

5.2. Beatha mianraí

Mura bhfuil aon ábhar orgánach sa sampla, ní gá é a luaithriú roimh ré. Téigh ar aghaidh mar a thuairiscítear i bpointe 5.1.1.1, ag tosú leis an dara mír. Féadfar an galú le haigéad hidreafluarach a fhágáil ar lár.

6. Na torthaí a ríomh

Agus cuar calabrúcháin á úsáid, ríomh an tiúchan riandúile sa tuaslagán a bhfuil anailís le déanamh air agus sloinn an toradh i milleagraim den riandúil in aghaidh cileagram den sampla (ppm).

7. In-atriallacht

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna ag an anailís céanna, ní bheidh sí níos mó ná:

- 5 mg/kg, i ndearbhluach, i gcás ina mbeidh cion na riandúile lena mbaineann suas le 50 mg/kg;
- 10 % den toradh is airde i gcás ina mbeidh cion na riandúile lena mbaineann ó 50 agus suas le 100 mg/kg;
- 10 mg/kg, i ndearbhluach, i gcás ina mbeidh cion na riandúile lena mbaineann ó 100 agus suas le 200 mg/kg;
- 5 % den toradh is airde i gcás ina mbeidh cion na riandúile lena mbaineann os cionn 200 mg/kg.

8. Barúil

Má bhíonn cainníochtaí móra fosfáití ann, d'fhéadfaidís trasnaíocht a dhéanamh ar chinntiúchán an chion iarainn, mangainéise agus since. Ní mór an trasnaíocht a cheartú trí thuaslagán clóiríde lantanaim (pointe 3.11) a chur leis. Más amhlaidh, áfach, go bhfuil an cóimheas meáchain $Ca + Mg/P$ sa sampla > 2 , is é is féidir a fhágáil ar lár an tuaslagán clóiríde lantanaim (pointe 3.11) a bheith á chur leis an tuaslagán le haghaidh anailíse agus leis na tuaslagáin chalabrúcháin.

D. HALAFUGANÓN A CHINNEADH

Hidreabróimíd DL-tras-7-bróma-6-clóra-3-[3-(3-hiodrocsa-2-pipiridil)aicéatóinil]-cuineasóilin-4-(3H)-óin

Tá an cion halafuganóin le cinneadh tríd:

- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicid eastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicid eastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéil fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardfheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht Tandaim (LC-MS/MS), Nó
- trí leachtchrómatagrafaíocht ardfheidhmíochta phas-aisiompaíthe (HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir UV, mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 8 ina dhiaidh seo.

1. **An cuspóir agus an raon feidhme**

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal halafuganóin a chinneadh i mbeatha. Is é 1 mg/kg an teorainn chainníochtaithe.

2. **Prionsabal**

Tar éis a chóireála le huisce te, déantar halafuganón a eastóscadh mar shaorbhonn isteach in aicéatáit eitile agus a roinnt mar an hidreaclóiríd ina dhiaidh sin isteach i dtuaslagán uiscí aigéid. Déantar an t-eastóscán a íonú trí chrómatagrafaíocht malartaithe ian. Déantar an cion halafuganóin a chinneadh trí leachtchrómatagrafaíocht ardfheidhmíochta phas-aisiompaíthe (HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir UV.

3. **Imoibrithe**

- 3.1. Aicéitinítríl, coibhéiseach le grád HPLC
- 3.2. Róisín Amberlite XAD-2
- 3.3. Aicéatáit amóiniam
- 3.4. Aicéatáit eitile
- 3.5. Aigéad aicéiteach, oighreach
- 3.6. Substaint chaighdeánach halafuganóin (hidreabróimíd DL-tras-7-bróma-6-clóra-3-[3-(3-hiodrocsa-2-pipiridil)aicéatóinil]-cuineasóilin-4-(3H)-óin, E 764)
 - 3.6.1. Buntuaslagán caighdeánach halafuganóin, 100 µg/ml

Déan 50 mg de halafuganón (pointe 3.6) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml, tuaslaig i maolán aicéatáite amóiniam (pointe 3.18), líon go dtí an toirt inmhiannaithe leis an tuaslagán maolánach agus measc é. Fanann an tuaslagán sin cobhsaí ar feadh 3 seachtaine ag 5 °C má stóráiltear sa dorchadas é.
 - 3.6.2. Tuaslagáin chalabhrúcháin

Aistrigh 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 agus 6,0 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.6.1) chuig sraith fleascán toirtmhéadrach 100 ml. Líon go dtí an toirt inmhiannaithe le pasdeighilt (pointe 3.21) agus measc é. Tiúchaintí 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 agus 6,0 µg/ml de halafuganón atá ag na tuaslagáin sin faoi seach. Ní mór na tuaslagáin sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear iad.
- 3.7. Aigéad hidreaclórach (p₂₀ thart ar 1,16 g/ml).
- 3.8. Meatánól.
- 3.9. Níotráit airgid.
- 3.10. Sóidiam ascorbach.
- 3.11. Carbónáit sóidiam.
- 3.12. Clóiríd sóidiam.

- 3.13. EDTA (aigéad eitleindé-aimíntetraicéiteach, salann déshóidiam).
- 3.14. Uisce, coibhéiseach le grád HPLC.
- 3.15. Tuaslagán carbónáite sóidiam, $c = 10 \text{ g/100 ml}$.
- 3.16. Tuaslagán carbónáite sóidiam sáithithe le clóiríd sóidiam, $c = 5 \text{ g/100 ml}$.
Déan 50 g de charbónáit sóidiam (pointe 3.11) a thuaslagadh in uisce, caolaigh go dtí 1 lítear amháin é agus cuir clóiríd sóidiam leis (pointe 3.12) go dtí go mbeidh an tuaslagán sáithithe.
- 3.17. Aigéad hidreaclórach, thart ar $0,1 \text{ mol/l}$
Déan 10 ml de HCl (pointe 3.7) a chaolú le huisce go dtí go mbeidh 1 lítear amháin ann.
- 3.18. Tuaslagán maolánach aicéatáite amóiniam, thart ar $0,25 \text{ mol/l}$
Déan 19,3 g d'aicéatáit amóiniam (pointe 3.3) agus 30 ml d'aigéad aicéiteach (pointe 3.5) a thuaslagadh in uisce (pointe 3.14) agus caolaigh go dtí 1 lítear amháin.
- 3.19. Roisín Amberlite XAD-2 a ullmhú
Déan cainníocht iomchuí Amberlite (pointe 3.2) a ní le huisce go dtí go mbeidh na hiain chlóiríde uile bainte de, mar a shonraítear le tástáil níotráite airgid (pointe 3.20) arna déanamh ar an bpas uiscí díofa. Nigh an roisín ansin le 50 ml de mheatánól (pointe 3.8), diúscair an meatánól agus stóráil an roisín faoi mheatánól úr.
- 3.20. Tuaslagán níotráite airgid, thart ar $0,1 \text{ mol/l}$
Déan 0,17 g de níotráit airgid (pointe 3.9) a thuaslagadh in 10 ml d'uisce.
- 3.21. Pas gluaisteach HPLC
Measc 500 ml d'aicéitinítríl (pointe 3.1) le 300 ml de thuaslagán maolánach aicéatáite amóiniam (pointe 3.18) agus 1 200 ml d'uisce (pointe 3.14). Coigeartaigh pH chuig 4,3 agus úsáid á baint as aigéad aicéiteach (pointe 3.5). Scag an tuaslagán trí scagaire $0,22 \mu\text{m}$ (pointe 4.8) agus díghásaigh é (e.g. trí chóireáil ultrasonach ar feadh 10 nóiméad). Fanann an tuaslagán sin cobhsaí ar feadh 1 mhí amháin má stóráiltear sa dorchadas i gcoimeádán dúnta é.
4. **Gaireas**
- 4.1. Dabhach ultrasonach.
- 4.2. Sceoghalaithoir rothlach.
- 4.3. Lártheifneoir.
- 4.4. Trealamh HPCL ag a bhfuil brathadóir ultraivialait tonnfhaid inathraithe nó brathadóir eagair dé-oidí.
- 4.4.1. Colún leachtchrómatagrafach, $300 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$, C_{18} , pacáistíocht $10 \mu\text{m}$, nó colún coibhéiseach.
- 4.5. Colún gloine ($300 \text{ nm} \times 10 \text{ mm}$) atá feistithe le scagaire gloine sintéaraithe agus buacaire.
- 4.6. Scagairí snáithín gloine, trastomhas 150 mm.
- 4.7. Scagairí scannáin, $0,45 \mu\text{m}$.
- 4.8. Scagairí scannáin, $0,22 \mu\text{m}$.
5. **Nós imeachta**
- Tabhair faoi deara:* Mar an saorbhonn, tá halafuganón éagobhsaí i dtuaslagáin alcaileacha agus aicéatáite eitile. Ní fhanfaidh sé in aicéatáit eitile ar feadh tréimhse is faide ná 30 nóiméad.
- 5.1. **Ginearálta**
- 5.1.1. Déanfar anailís ar bheatha bhán chun a sheiceáil nach ann do halafuganón ná do shubstaintí trasnaíochta.

- 5.1.2. Déanfar tástáil aisghabhála trí anailís a dhéanamh ar an mbeatha bhán a treisíodh trí chainníocht halafuganóin a chur léi, ar cainníocht í atá comhchosúil lena bhfuil sa sampla. Chun í a threisiú ag leibhéal 3 mg/kg, cuir 300 µl den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.6.1) le 10 g den bheatha bhán, measc í agus fan 10 nóiméad sula rachfar ar aghaidh leis an gcéim eastósctha (pointe 5.2).

Tabhair faoi deara: chun críche an mhodha sin, beidh an bheatha bhán comhchosúil leis an sampla ó thaobh cineáil de agus ní bhraithfear halafuganón nuair a dhéanfar anailís uirthi.

5.2. *Eastóscadh*

Déan 10 g den sampla ullmhaithe a mheá don 0,1 g is gaire isteach i bhfeadán lártheifeach 200 ml, cuir 0,5 g d'ascorbáit shóidiam (pointe 3.10), 0,5 g de EDTA (pointe 3.13) agus 20 ml d'uisce leis agus measc é. Cuir an feadán i ndabhach uisce ar feadh 5 nóiméad (80 °C). Tar éis a fhuaraithe go teocht an tseomra, cuir 20 ml de thuaslagán carbónáite sóidiam (pointe 3.15) leis agus measc é. Cuir 100 ml d'aicéatáit eitile leis láithreach (pointe 3.4) agus croith de láimh le teann nirt é ar feadh 15 shoicind. Cuir an feadán sa dabhach ultrasonach (pointe 4.1) ansin ar feadh 3 nóiméad agus scaoil an stopallán. Déan an pas aicéatáite eitile a lártheifneoiríú ar feadh 2 nóiméad agus a scinceáil trí scagaire snáthín gloine (pointe 4.6) isteach i dtonnadóir deighilte 500 ml. Déan eastóscadh an tsampla an athuair leis an dara cuid 100 ml d'aicéatáit eitile. Nigh na heastóscáin chomhcheangailte ar feadh 1 nóiméad amháin le 50 ml de chlóríd sóidiam arna sáithiú le tuaslagán carbónáite sóidiam (pointe 3.16) agus díobh an tsraith uiscí.

Eastósc an tsraith orgánach ar feadh 1 nóiméad amháin le 50 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.17). Rith an tsraith aigéid íochtair isteach i dtonnadóir deighilte 250 ml. Déan an tsraith orgánach a atheastóscadh ar feadh 1,5 nóiméad le 50 ml breise d'aigéad hidreaclórach agus cuir i dteannta an chéad eastóscáin é. Na heastóscáin aigéid arna gcur i dteannta a chéile, nigh iad trína suaithheadh ar feadh thart ar 10 soicind le 10 ml d'aicéatáit eitile (pointe 3.4).

Aistrigh an tsraith uiscí go cainníochtúil isteach i bhfleascán tóinchruinn 250 ml agus diúscair an pas orgánach. Déan an aicéatáit eitile uile atá fágtha a ghalú ón tuaslagán aigéid agus úsáid á baint as sceoghalaitheoir rothlach (pointe 4.2). Ní mór gan teocht na daibhche uisce a bheith níos mó ná 40 °C. Faoi fholús de thart ar 25 mbar, bainfear an aicéatáit eitile iarmharach uile laistigh de 5 nóiméad ag 38 °C.

5.3. *Glantachán*

5.3.1. Colún Amberlite a ullmhú

Ullmhaítear colún XAD-2 le haghaidh gach eastóscáin shamplaigh. Aistrigh 10 g de Amberlite ullmhaithe (pointe 3.19) isteach i gcolún gloine (pointe 4.5) le meatánól (pointe 3.8). Cuir dallán beag olla gloine ar bharr na scaire roisín. Draenáil an meatánól ón gcolún agus nigh an roisín le 100 ml d'uisce, agus stop an sreabhadh de réir mar a shroicheann an leacht barr na sraithe roisín. Lig don cholún cothromú ar feadh 10 nóiméad sula n-úsáidtear é. Ná lig don cholún triomú choíche.

5.3.2. Glantachán an tsampla

Aistrigh an t-eastóscán (pointe 5.2) go cainníochtúil chuig barr cholún ullmhaithe Amberlite (pointe 5.3.1) agus ionnail é, agus diúscair an ionnláit. Ní mór gan an ráta ionnalta a bheith níos mó ná 20 ml/nóiméad. Sruthlaigh an fleascán tóinchruinn le 20 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.17) agus bain úsáid as sin chun an colún roisín a ní. Déan sruth aeir a shéideadh trí aon tuaslagán aigéid atá fágtha. Diúscair na níocháin. Cuir 100 ml de mheatánól (pointe 3.8) leis an gcolún agus lig do 5 go 10 ml de ionnladh, agus bailigh an ionnláit i bhfleascán tóinchruinn 250 ml. Lig don mheatánól atá fágtha cothromú leis an roisín ar feadh 10 nóiméad agus lean den ionnladh ag ráta nach mó ná 20 ml/nóiméad, agus an ionnláit á bailiú sa fhleascán tóinchruinn céanna. Galaigh an meatánól ar an sceoghalaitheoir rothlach (pointe 4.2), ní mór gan teocht na daibhche uisce a bheith níos mó ná 40 °C. Aistrigh an t-iarmhar go cainníochtúil chuig fleascán calabraithe 10 ml agus úsáid á baint as an bpas gluaisteach (pointe 3.21). Líon go dtí an toirt inmhianaithe le pasdeighilt agus measc é. Déantar slánchuid a scagadh trí scagaire scannáin (pointe 4.7). Coinnigh an tuaslagán sin le haghaidh chinntiúcháin HPLC (pointe 5.4).

5.4. *Cinntiúchán HPLC*

5.4.1. Paraiméadair

Tugtar na coinníollacha seo a leanas mar threoraíocht, féadfar coinníollacha eile a úsáid ar choinníoll go mbeidh torthaí coibhéiseacha orthu.

Colún leachtchrómatagrafach (pointe 4.4.1)

Pas gluaisteach HPLC (pointe 3.21)

Ráta sreafa: 1,5 go 2 ml/nóiméad

Tonnfhad braite: 243 nm

Toirt insteallta: 40 go 100 µl.

Seiceáil cobhsaíocht an chórais chrómatagrafaigh, agus an tuaslagán calabrúcháin (pointe 3.6.2) ina bhfuil 3,0 µg/ml á instealladh roinnt uaireanta, go dtí go mbainfear amach airdí buaice (nó buaicachair) agus tréimhsí coinneála tairiseacha.

5.4.2. Graf calabrúcháin

Déan gach tuaslagán calabrúcháin a instealladh (pointe 3.6.2) roinnt uaireanta agus na hairdí buaice (buaicachair) a thomhas i gcás gach tiúchana. Breac graf calabrúcháin agus úsáid á baint as meánairdí buaice nó buaicachair na dtuaslagán calabrúcháin mar na hordanáidí agus as na tiúchaintí comhfhreagracha in µg/ml mar aibsise.

5.4.3. Tuaslagán samplach

Déan an t-eastóscán samplach (pointe 5.3.2) a instealladh roinnt uaireanta, agus úsáid á baint as an toirt chéanna agus a tógadh le haghaidh na dtuaslagán calabrúcháin, agus déan an meánairde buaice (buaicachar) na mbuaiceanna halafuganóin a chinneadh.

6. Na torthaí a ríomh

Déan tiúchan an tuaslagáin shamplaigh in µg/ml a chinneadh, ó mheánairde (achar) bhuaiceanna halafuganóin an tuaslagáin shamplaigh faoi threoir an ghraif calabrúcháin (pointe 5.4.2).

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar cion halafuganóin an tsampla, w (mg/kg):

$$w = \frac{c \times 10}{m}$$

inarb amhlaidh:

c: tiúchan halafuganóin an tuaslagáin shamplaigh in µg/ml,

m: meáchan na triailchoda i ngram.

7. Na torthaí a bhailíochtú

7.1. Sainaitheantas

Is féidir sainaitheantas na hanailíte a dheimhniú trí chomh-chrómatagrafaíocht, nó trí bhrathadóir eagair dé-oidí a úsáid lena ndéantar comparáid idir speictrim an eastóscáin shamplaigh agus an tuaslagáin chalabrúcháin (pointe 3.6.2) ina bhfuil 6,0 µg/ml.

7.1.1. Comhchrómatagrafaíocht

Treisítear eastóscán samplach trí mhéid iomchuí tuaslagáin calabrúcháin a chur leis (pointe 3.6.2). Ní mór an méid halafuganóin breise a bheith comhchosúil leis an méid measta halafuganóin a fhaightear san eastóscán samplach.

Is é airde na buaice halafuganóin agus é sin amháin a fheabhsófar tar éis an méid a cuireadh leis agus caolú an eastóscáin araon a chur san áireamh. Ní mór an leithead buaice, ag leath a uasairde, a bheith laistigh de ± 10 % den leithead bunaidh.

7.1.2. Brath eagair dé-oidí

Déantar meastóireacht ar na torthaí de réir na gcritéar seo a leanas:

- (a) tonnfhad ionsú uasta an tsampla agus na speictream caighdeánach, arna dtaifeadadh ag an rinn buaice ar an gcrómatagram, ní mór iad a bheith mar an gcéanna laistigh de lamháil arna cinneadh ag cumas taifigh an chórais braite. I gcás brath eagair dé-oidí, bíonn sé sin laistigh de ± 2 nm de ghnáth;

- (b) idir 225 agus 300 nm, an sampla agus na speictrim chaighdeánacha a thaifeadtar ag an rinn buaice ar an gcrómatagram, ní mór gan iad a bheith éagsúil le chéile i gcás na gcodanna sin den speictream laistigh de raon 10 go 100 % d'ionsúiteacht choibhneasta. Comhlíontar an critéar sin nuair a bhíonn na huasmhéideanna céanna ann agus nuair nach mó ná 15 % d'ionsú na hanailíte caighdeánaí an diall idir an dá speictream ag pointe ar bith a bhreathnaítear;
- (c) idir 225 agus 300 nm, na speictrim ag fána aníos, rinn agus fána anuas na buaice a tháirgeann an t-eastóscán samplach, ní mór gan iad a bheith éagsúil le chéile i gcás na gcodanna sin den speictream laistigh de raon 10 go 100 % d'ionsúiteacht choibhneasta. Comhlíontar an critéar sin nuair a bhíonn na huasmhéideanna céanna ann agus nuair nach mó ná 15 % d'ionsú speictream na rinne buaice an diall idir na speictrim ag na pointí uile a bhreathnaítear.

Mura gcomhlíontar ceann amháin de na critéir sin, níor deimhníodh go bhfuil an anailít ann.

7.2. *In-atrialltacht*

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná 0,5 mg/kg i gcás cion halafuganóin suas le 3 mg/kg.

7.3. *Aisghabháil*

Aisghabháil 80 % ar a laghad a bheidh ann i gcás an tsampla bháin threisithe.

8. **Torthaí staidéir chomhoibríoch**

Socraíodh staidéar comhoibríoch ⁽⁸⁾ ina ndearna ocht saotharlann anailís ar thrí shampla.

Torthaí					
	Sampla A (folamh) Arna fháil	Sampla B (Min)		Sampla C (Millíní)	
		Arna fháil	Tar éis 2 mhí	Arna fháil	Tar éis 2 mhí
Meán [mg/kg]	ND	2,80	2,42	2,89	2,45
S _R [mg/kg]	–	0,45	0,43	0,40	0,42
CV _R [%]	–	16	18	14	17
Aisghabháil [%]		86	74	88	75

ND = níor braitheadh
S_R = diall caighdeánach in-atáirgtheachta
CV_R = comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta (%)
Aisghabháil = aisghabháil (%)

E. TAISE A CHINNEADH

1,3-bios [(4-clóraibeinsilidéin)aimínea]guainidín - hidreaclóiríd.

Tá an cion róibeinidín le cinneadh tríd:

- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse - Scagthástáil agus cinneadh ar choicidestait údaráithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicidestait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardfheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht Tandaim (LC-MS/MS), nó
- trí leachtchrómatagrafaíocht ardfheidhmíochta phas-aisiompaithe (HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir UV, mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 8 ina dhiaidh seo.

⁽⁸⁾ The Analyst 108, 1983, lgh. 1252 go 1256.

1. **An cuspóir agus an raon feidhme**

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal róibeinidín a chinneadh i mbeatha. Is í 5 mg/kg an teorainn chainníochtaithe.

2. **Prionsabal**

Eastóscar an sampla le meatánól aigéadaithe. Triomaítear an t-eastóscán agus cuirtear slánchuid faoi réir glantacháin ar cholún ocsaíde alúmanaim. Déantar róibeinidín a ionnladh ón gcolún le meatánól, é tiubhaithe, agus líontar go dtí toirt oiriúnach le pas gluaisteach. Déantar an cion róibeinidín a chinneadh trí leachtchrómatagrafaíocht ardfeidhmíochta phas-aisiompaithe (HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir UV.

3. **Imoibrithe**

3.1. Meatánól

3.2. Meatánól aigéadaithe

Déan 4,0 ml d'aigéad hidreaclórach ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) a aistriú isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 500 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól (pointe 3.1) agus measc é. Beidh an tuaslagán sin úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.

3.3. Aicéitinítríl, coibhéiseach le grád HPLC

3.4. Criathar móilíneach

Cineál 3A, idir 8 agus 12 choirnín mogaill (coirníní 1,6–2,5 mm, alúmanaisileacáit chriostalta, trastomhas póireanna 0,3 mm).

3.5. Gníomhaíocht aigéadach ocsaíde alúmanaim de ghrád I le haghaidh crómatagrafaíocht cholúin

Aistrigh 100 g d'ocsaíd alúmanaim isteach i gcoimeádán oiriúnach agus cuir 2,0 ml d'uisce léi. Cuir stopallán air agus croith ar feadh thart ar 20 nóiméad é. Stóráil i gcoimeádán é a bhfuil stopallán feistithe go daingean air.

3.6. Tuaslagán fosfáite déhidrigine potaisiam, $c = 0,025$ mol/l

Déan 3,40 g d'fhosfáit déhidrigine photaisiam a thuaslagadh in uisce (grád HPLC) i bhfleascán toirtmhéadrach 1 000 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe agus measc é.

3.7. Tuaslagán fosfáite hidrigine déshóidiam, $c = 0,025$ mol/l

Déan 3,55 g d'fhosfáit hidrigine déshóidiam ainhidriúil (nó 4,45 g d'fhosfáit hidrigine déshóidiam déhidráite nó 8,95 g d'fhosfáit hidrigine déshóidiam dóideacaihiodráite) a thuaslagadh in uisce (coibhéiseach le grád HPLC) i bhfleascán toirtmhéadrach 1 lítear, líon go dtí an toirt inmhianaithe agus measc é.

3.8. Pas gluaisteach HPLC

Measc le chéile na himoibrithe seo a leanas:

650 ml d'aicéitinítríl (pointe 3.3),

250 ml d'uisce (coibhéiseach le grád HPLC),

50 ml de thuaslagán fosfáite déhidrigine potaisiam (pointe 3.6),

50 ml de thuaslagán fosfáite hidrigine déshóidiam (pointe 3.7).

Scag an tuaslagán trí scagaire 0,22 μm (pointe 4.6) agus díghásaigh é (e.g. trí chóireáil ultrasonach ar feadh 10 nóiméad).

3.9. Substaint chaighdeánach

Róibeinidín íon: 1,3-bios [(4-clóraibeinsilidéin)aimínea]guainidín – hidreaclóiríd.

3.9.1. Buntuaslagán caighdeánach róibeinidín: 300 $\mu\text{g/ml}$

Déan 30 mg de shubstaint chaighdeánach róibeinidín (pointe 3.9) a mheá don 0,1 mg is gaire. Déan é a thuaslagadh i meatánól aigéadaithe (pointe 3.8) i bhfleascán toirtmhéadrach, líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagán céanna agus measc é. Fill scragall alúmanaim ar an bhfleascán agus stóráil in áit dhorcha é.

- 3.9.2. Tuaslagán caighdeánach idirmheánach róibeinidín: 12 µg/ml
Aistrigh 10,0 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.9.1) chuig fleascán toirtmhéadrach 250 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an bpas gluaisteach (pointe 3.8) agus measc é. Fill scragall alúmanaim ar an bhfleascán agus stóráil in áit dhorcha é.
- 3.9.3. Tuaslagáin chalabhrúcháin
Aistrigh 5,0, 10,0, 15,0, 20,0 agus 25,0 ml den tuaslagán caighdeánach idirmheánach (pointe 3.9.2) chuig sraith fleascán calabraithe 50 ml. Líon go dtí an toirt inmhianaithe le pasdeighilt (pointe 3.8) agus measc é. Comhfhreagraíonn na tuaslagáin sin do 1,2, 2,4, 3,6, 4,8 agus 6,0 µg/ml de róibeinidín faoi seach. Ní mór na tuaslagáin sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear iad.
- 3.10. Uisce, coibhéiseach le grád HPLC
4. **Gaireas**
- 4.1. Colún gloine
Déanta de ghloine ómrach atá feistithe le buacaire agus a bhfuil toilleadh de thart ar 150 ml ag a thaiscumar, trastomhas inmheánach 10 go 15 mm, fad 250 mm.
- 4.2. Croiteoir meicniúil nó corraitheoir maighnéadach
- 4.3. Sceoghalaitheoir rothlach.
- 4.4. Trealamh HPCL ag a bhfuil brathadóir ultraivialait tonnfhaid inathraithe nó brathadóir eagair dé-oidí a oibríonn i raon 250 go 400 nm.
- 4.4.1. Colún leachtchrómatagrafach: 300 mm x 4 mm, C₁₈, pacáil 10 µm nó a choibhéis.
- 4.5. Scagpháipéar snáithín gloine (Whatman GF/A nó a choibhéis).
- 4.6. Scagairí scannáin, 0,22 µm.
- 4.7. Scagairí scannáin, 0,45 µm.
5. **Nós imeachta**
- Tabhair faoi deara: Tá róibeinidín fótamhothálach. Úsáidfear earraí gloine ómracha i ngach oibríocht.
- 5.1. **Ginearálta**
- 5.1.1. Déanfar anailís ar bheatha bhán chun a sheiceáil nach ann do róibeinidín ná do shubstaintí trasnaíochta.
- 5.1.2. Déanfar tástáil aisghabhála trí anailís a dhéanamh ar an mbeatha bhán (pointe 5.1.1) a treisíodh trí chainníocht róibeinidín a chur léi, ar cainníocht í atá comhchosúil lena bhfuil sa sampla. Chun é a threisiú ag leibhéal 60 mg/kg, aistrigh 3,0 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.9.1) chuig fleascán cónúil 250 ml. Galaigh an tuaslagán go dtí thart ar 0,5 ml i sruth nítrigine. Cuir 15 g den bheatha bhán leis, measc é agus fan ar feadh 10 nóiméad sula rachfar ar aghaidh leis an gcéim eastósctha (pointe 5.2).

Tabhair faoi deara: Chun críche an mhodha sin, beidh an bheatha bhán comhchosúil leis an sampla ó thaobh cineáil de agus ní bhraithfear róibeinidín nuair a dhéanfar anailís uirthi.
- 5.2. **Eastóscadh**
Déan thart ar 15 g den sampla ullmhaithe a mheá don 0,01 g is gaire. Aistrigh chuig fleascán cónúil 250 ml agus cuir 100,0 ml de mheatánól aigéadaithe (pointe 3.2) leis, cuir stopallán air agus croith ar feadh 1 uair an chloig amháin ar an gcroiteoir (pointe 4.2). Scag an tuaslagán trí scagpháipéar snáithín gloine (pointe 4.5) agus bailigh an scagáit iomlán i bhfleascán cónúil 150 ml. Cuir 7,5 g de chriathar móilíneach leis (pointe 3.4), cuir stopallán air agus croith ar feadh 5 nóiméad é. Scag láithreach trí scagpháipéar snáithín gloine é. Coinnigh an tuaslagán sin le haghaidh chéim an íonaithe (pointe 5.3).

5.3. Íonú

5.3.1. An colún ocsaíde alúmanaim a ullmhú

Cuir dallán beag olla gloine isteach i gceann íochtair colúin gloine (pointe 4.1) agus sac síos le slat ghloine é. Meáigh amach 11,0 g den ocsaíd alúmanaim ullmhaithe (pointe 3.5) agus aistrigh chuig an gcolún í. Tabharfar aire gan í a nochtadh don atmaisféar le linn na céime sin ach a laghad is féidir. Buail cniogóg bhog ar cheann íochtair an cholúin luchtaithe chun an ocsaíd alúmanaim a shocrú.

5.3.2. Íonú samplaí

Déan 5,0 ml den tuaslagán samplach arna ullmhú in (pointe 5.2) a aistriú le pípéad chuig an gcolún. Leag barr an phípéid gar do bhalla an cholúin agus lig don ocsaíd alúmanaim an tuaslagán a ionsú uirthi. Ionnnail an róibeinidín ón gcolún agus úsáid á baint as 100 ml de mheatánól (pointe 3.1), ag ráta sreafa 2 go 3 ml/nóiméad agus bailigh an ionnláit i bhfleascán réthónach 250 ml. Déan an tuaslagán meatánóil a ghalú go dtí tirimeacht faoi bhrú laghdaithe ag 40 °C trí bhíthin sceoghalaitheoir rothlach (pointe 4.3). Atuaslaig an t-iarmhar in 3 go 4 ml de phas gluaisteach (pointe 3.8) agus aistrigh go cainníochtúil chuig fleascán toirtmhéadrach 10 ml é. Sruthlaigh an fleascán le roinnt codanna de phas gluaisteach, 1 go 2 ml an ceann, agus aistrigh na sruthluithe sin chuig an bhfleascán toirtmhéadrach. Líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagóir céanna agus measc é. Déantar slánchuid a scagadh trí scagaire scannáin 0,45 µm (pointe 4.7). Coinnigh an tuaslagán sin le haghaidh chinntiúcháin HPLC (pointe 5.4).

5.4. Cinntiúchán HPLC

5.4.1. Paraiméadair

Tugtar na coinníollacha seo a leanas mar threoraíocht, féadfar coinníollacha eile a úsáid ar choinníoll go mbeidh torthaí coibhéiseacha orthu:

Colún leachtchrómatagrafach (pointe 4.4.1),

Pas gluaisteach HPLC (pointe 3.8),

Ráta sreafa: 1,5 go 2 ml/nóiméad,

Tonnfhad brathadóra: 317 nm,

Toirt insteallta: 20 go 50 µl.

Seiceáil cobhsaíocht an chórais chrómatagrafaigh, agus an tuaslagán calabrúcháin (pointe 3.9.3) ina bhfuil 3,6 µg/ml á instealladh roinnt uaireanta, go dtí go mbainfear amach airdí buaice agus tréimhsí coinneála tairiseacha.

5.4.2. Graf calabrúcháin

Déan gach tuaslagán calabrúcháin a instealladh (pointe 3.9.3) roinnt uaireanta agus na hairdí buaice (buaicachair) a thomhas i gcás gach tiúchana. Breac cuar calabrúcháin agus úsáid á baint as meánairdí buaice nó buaicachair na dtuaslagán calabrúcháin mar na hordanáidí agus as na tiúchaintí comhfhreagracha in µg in aghaidh ml mar aibsise.

5.4.3. Tuaslagán samplach

Déan an t-eastóscán samplach (pointe 5.3.2) a instealladh roinnt uaireanta, agus úsáid á baint as an toirt chéanna agus a tógadh le haghaidh na dtuaslagán calabrúcháin, agus déan an meánairde buaice (buaicachar) na mbuaiceanna róibeinidín a chinneadh.

6. Na torthaí a ríomh

Ó mheánairde (achar) bhuaiceanna róibeinidín an tuaslagáin shamplaigh, déan tiúchan an tuaslagáin shamplaigh in µg/ml a chinneadh faoi threoir an ghraif calabrúcháin (pointe 5.4.2).

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar an cion róibeinidín, w (mg/kg), sa sampla:

$$w = \frac{c \times 200}{m}$$

inarb amhlaidh:

- c = tiúchan róibeinidín an tuaslagáin shamplaigh in µg/ml,
- m = meáchan na triailchoda i ngram.

7. **Na torthaí a bhailíochtú**

7.1. *Sainaitheantas*

Is féidir sainaitheantas na hanailíte a dheimhniú trí chomh-chrómatagrafaíocht, nó trí bhrathadóir eagair dé-oidí a úsáid lena ndéantar comparáid idir speictrim an eastóscáin shamplaigh agus an tuaslagáin calabhrúcháin (pointe 3.9.3) ina bhfuil 6 µg/ml.

7.1.1. Comhchrómatagrafaíocht

Treisítear eastóscán samplach trí mhéid iomchuí tuaslagáin calabhrúcháin a chur leis (pointe 3.9.3). Ní mór an méid róibeinidín breise a bheith comhchosúil leis an méid measta róibeinidín a fhaightear san eastóscán samplach.

Is é airde na buaice róibeinidín agus é sin amháin a fheabhsófar tar éis an méid de a cuireadh leis agus caolú an eastóscáin araon a chur san áireamh. Ní mór an leithead buaice, ag leath a uasairde, a bheith laistigh de 10 % den leithead bunaidh, a bheag nó a mhór.

7.1.2. Brath eagair dé-oidí

Déantar meastóireacht ar na torthaí de réir na gcritéar seo a leanas:

- (a) tonnfhad ionsú uasta an tsampla agus na speictream caighdeánach, arna dtaifeadadh ag an rinn buaice ar an gcrómatagram, ní mór iad a bheith mar an gcéanna laistigh de lamháil arna cinneadh ag cumas taifigh an chórais braite. I gcás brath eagair dé-oidí, bíonn sé sin laistigh de 2 nm, a bheag nó a mhór, de ghnáth;
- (b) idir 250 agus 400 nm, an sampla agus na speictrim chaighdeánacha a thaifeadtar ag an rinn buaice ar an gcrómatagram, ní mór gan iad a bheith éagsúil le chéile i gcás na gcodanna sin den speictream laistigh de raon 10 go 100 % d'ionsúiteacht choibhneasta. Comhlíontar an critéar sin nuair a bhíonn na huasmhéideanna céanna ann agus nuair nach mó ná 15 % d'ionsú na hanailíte caighdeánaí an diall idir an dá speictream ag pointe ar bith a bhreathnaítear;
- (c) idir 250 agus 400 nm, na speictrim ag fána aníos, rinn agus fána anuas na buaice a tháirgeann an t-eastóscán samplach, ní mór gan iad a bheith éagsúil le chéile i gcás na gcodanna sin den speictream laistigh de raon 10 go 100 % d'ionsúiteacht choibhneasta. Comhlíontar an critéar sin nuair a bhíonn na huasmhéideanna céanna ann agus nuair nach mó ná 15 % d'ionsú speictream na rinne buaice an diall idir na speictrim ag na pointí uile a bhreathnaítear.

Mura gcomhlíontar ceann amháin de na critéir sin, níor deimhníodh go bhfuil an anailít ann.

7.2. *In-atrialltacht*

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná 10 % den toradh is airde i gcás cion róibeinidín is airde ná 15 mg/kg.

7.3. *Aisghabháil*

Aisghabháil 85 % ar a laghad a bheidh ann i gcás sampla bán treisithe.

8. **Torthaí staidéir chomhoibríoch**

Eagraíodh staidéar comhoibríoch de chuid an Aontais ina ndearna 12 shaotharlann anailís ar cheithre shampla de bheatha éanlaithe clóis agus coiníní, i bhfoirm mine nó millíní. Rinneadh anailísí dúblacha ar gach sampla. Tugtar na torthaí sa tábla seo a leanas:

	Éanlaith		Coinín	
	Min	Millín	Min	Millín
Meán [mg/kg]	27,00	27,99	43,6	40,1
s _r [mg/kg]	1,46	1,26	1,44	1,66

CV _r [%]	5,4	4,5	3,3	4,1
S _R [mg/kg]	4,36	3,36	4,61	3,91
CV _R [%]	16,1	12,0	10,6	9,7
Aisghabháil [%]	90,0	93,3	87,2	80,2
s _r =	diall caighdeánach in-atrialltachta			
CV _r =	comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta, %			
S _R =	diall caighdeánach in-atáirgtheachta			
CV _R =	comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta, %			

F. DÉCHLASAIRIL A CHINNEADH

Aicéitinítríl (+)-4-clóraifeinil [2,6-déchlóra-4-(2,3,4,5-teitrihidrea-3,5-dé-ocsó-1,2,4-trí-aisín-2-il)feinile]

Tá an cion déchlasairile le cinneadh tríd:

- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicid eastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicid eastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómataagrafaíocht Leachta Ardfhaidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht (LC-MS/MS), nó
- Trí leachtchrómataagrafaíocht ardfhaidhmíochta phas-aisiompaithe (HPLC) ina mbaintear úsáid as grádáin thrínártha agus úsáid á baint as brathadóir UV, mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 9 ina dhiaidh seo.

1. An cuspóir agus an raon feidhme

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal déchlasairile i mbeatha chumaisc agus i réamh-mheascáin a chinneadh ⁽⁹⁾. Is í 0,1 mg/kg an teorainn braite, agus is í 0,5 mg/kg an teorainn chainníochtaithe. Is féidir teorainneacha cainníochtaithe níos ísle a bhaint amach ach tá sé sin le bailíochtú ag an úsáideoir.

2. Prionsabal

Tar éis caighdeán inmheánach a chur leis, eastóscatar an sampla le meatánól aigéadaithe. I gcás beatha, déantar slánchuid den eastóscán a íonú ar chartús eastósctha pas sholadaigh C18. Déantar déchlasairil a ionlathadh ón gcartús le meascán de mheatánól aigéadaithe agus uisce. Tar éis galú, déantar an t-iarmhar a thuaslagadh in DMF/uisce. I gcás réamh-mheascán, déantar an t-eastóscán a ghalú agus an t-iarmhar a thuaslagadh in DMF/uisce. Déantar an cion déchlasairile na cinneadh trí leachtchrómataagrafaíocht ardfhaidhmíochta phas-aisiompaithe (HPLC) ina mbaintear úsáid as grádáin thrínártha agus úsáid á baint as brathadóir UV.

3. Imoibrithe

- 3.1. Uisce, coibhéiseach le grád HPLC.
- 3.2. Aicéatáit amóiniam.
- 3.3. Sulfáit hidrigine teitreabúitíolamóiniam (TBHS).
- 3.4. Aicéitinítríl, coibhéiseach le grád HPLC.
- 3.5. Meatánól, coibhéiseach le grád HPLC.
- 3.6. N, N-démheitiolformaimíd (DMF).
- 3.7. Aigéad hidreaclórach, ρ₂₀ = 1,19 g/ml.
- 3.8. Substaint chaighdeánach: déchlasairil: Aicéitinítríl (+)-4-clóraifeinil [2,6-déchlóra-4-(2,3,4,5-teitrihidrea-3,5-dé-ocsó-1,2,4-trí-aisín-2-il)feinile] a bhfuil a hionacht ráthaithe

⁽⁹⁾ Féadfar an modh a chur i bhfeidhm freisin maidir le cinntiúchán déchlasairile in ábhair bheatha.

- 3.8.1. Buntuaslagán caighdeánach déchlorasairile, 500 µg/m
- Déan 25 mg de shubstaint chaighdeánach déchlorasairile (pointe 3.8) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml. Tuaslaig in DMF (pointe 3.6), líon go dtí an toirt inmhianaithe le DMF (pointe 3.6) agus measc é. Fill scragall alúmanaim ar an bhfleascán nó úsáid fleascán ómrach agus stóráil sa chuisneoir é. Ag teocht is lú ná 4 °C nó cothrom leis, tá an tuaslagán cobhsaí ar feadh 1 mhí amháin ⁽¹⁰⁾.
- 3.8.2. Tuaslagán caighdeánach déchlorasairile, 50 µg/ml
- Aistrigh 5,00 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.8.1) chuig fleascán toirtmhéadrach 50 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le DMF (pointe 3.6) agus measc é. Fill scragall alúmanaim ar an bhfleascán nó úsáid fleascán ómrach agus stóráil sa chuisneoir é. Ag teocht is lú ná 4 °C nó cothrom leis, tá an tuaslagán cobhsaí ar feadh 1 mhí amháin.
- 3.9. Substaint chaighdeánach inmheánach: 2,6 déchlóra- α -(4-clóraifeinil)-4-(4,5 déhidrea-3,5-dé-ocsó-1,2,4-trí-aisín-2 (3H) —il) α -meitilbeinséin-aicéitínítríl (déchlorasairil mheitle)
- 3.9.1. Buntuaslagán caighdeánach inmheánach, 500 µg/ml
- Déan 25 mg de shubstaint chaighdeánach inmheánach (pointe 3.9) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml. Tuaslaig in DMF (pointe 3.6), líon go dtí an toirt inmhianaithe le DMF (pointe 3.6) agus measc é. Fill scragall alúmanaim ar an bhfleascán nó úsáid fleascán ómrach agus stóráil sa chuisneoir é. Ag teocht is lú ná 4 °C nó cothrom leis, tá an tuaslagán cobhsaí ar feadh 1 mhí amháin.
- 3.9.2. Tuaslagán caighdeánach inmheánach, 50 µg/ml
- Aistrigh 5,00 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.9.1) inmheánach chuig fleascán toirtmhéadrach 50 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le DMF (pointe 3.6) agus measc é. Fill scragall alúmanaim ar an bhfleascán nó úsáid fleascán ómrach agus stóráil sa chuisneoir é. Ag teocht is lú ná 4 °C nó cothrom leis, tá an tuaslagán cobhsaí ar feadh 1 mhí amháin.
- 3.9.3. Tuaslagán caighdeánach inmheánach le haghaidh réamh-mheascán, p/1 000 mg/ml (p = an cion ainmniúil déchlorasairile sa réamh-mheascán in mg/kg)
- Déan p/10 mg den tsubstaint chaighdeánach inmheánach a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml, tuaslaig in DMF (pointe 3.6) i ndabhach ultrasonach (pointe 4.7), líon go dtí an toirt inmhianaithe le DMF agus measc é. Fill scragall alúmanaim ar an bhfleascán nó úsáid fleascán ómrach agus stóráil i gcuisneoir é. Ag teocht is lú ná 4 °C nó cothrom leis, tá an tuaslagán cobhsaí ar feadh 1 mhí amháin.
- 3.10. Tuaslagáin chalabhrúcháin
- 3.10.1. Tuaslagán calabhrúcháin, 1 µg/ml (déchlorasairil)
- Le pípéad, cuir 1,00 ml de thuaslagán caighdeánach déchlorasairile (pointe 3.8.2) agus 2,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.9.2) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml. Cuir 17 ml de DMF leis (pointe 3.6), líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce (pointe 3.1) agus measc é. Ní mór an tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.
- 3.10.2. Tuaslagán calabhrúcháin, 2 µg/ml (déchlorasairil)
- Le pípéad, cuir 2,00 ml de thuaslagán caighdeánach déchlorasairile (pointe 3.8.2) agus 2,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.9.2) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml. Cuir 16 ml de DMF leis (pointe 3.6), líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce (pointe 3.1) agus measc é. Ní mór an tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.
- 3.10.3. Tuaslagán calabhrúcháin, 3 µg/ml (déchlorasairil)
- Le pípéad, cuir 3,00 ml de thuaslagán caighdeánach déchlorasairile (pointe 3.8.2) agus 2,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.9.2) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml. Cuir 15 ml de DMF leis (pointe 3.6), líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce (pointe 3.1) agus measc é. Ní mór an tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.

⁽¹⁰⁾ D'fhéadfadh sé go mbeadh cobhsaíocht níos faide ann (suas le 1 bhliain amháin), ach is gá don tsaotharlann aonair é sin a dheimhniú.

- 3.10.4. Tuaslagán calabrúcháin, 4 µg/ml (déchlasairil)
Le pípéad, cuir 4,00 ml de thuaslagán caighdeánach déchlasairile (pointe 3.8.2) agus 2,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.9.2) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml. Cuir 14 ml de DMF leis (pointe 3.6), líon go dtí an toirt inmheánaithe le huisce (pointe 3.1) agus measc é. Ní mór an tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.
- 3.10.5. Tuaslagán calabrúcháin, 5 µg/ml (déchlasairil)
Le pípéad, cuir 5,00 ml de thuaslagán caighdeánach déchlasairile (pointe 3.8.2) agus 2,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.9.2) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml. Cuir 13 ml de DMF leis (pointe 3.6), líon go dtí an toirt inmheánaithe le huisce (pointe 3.1) agus measc é. Ní mór an tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.
- TABHAIR FAOI DEARA: leis na tuaslagáin chalabrúcháin (pointí 3.10.1, 3.10.2, 3.10.3, 3.10.4 agus 3.10.5) cumhdaítear raon tiúchana déchlasairile i mbeatha ó 0,5 go 2,5 mg/kg agus an prótacal atá i bhfeidhm faoi láthair á úsáid.
- 3.11. cartús eastósctha pas sholadaigh C₁₈, e.g. Mega Bond Elut, méid: 20 cc, meáchan súiteáin: 5 000 mg (réamhoiriúnú de réir threoirilínte an tsoláthróra).
- 3.12. Tuaslagóir eastósctha: meatánól aigéadaithe.
Le pípéad, cuir 5,0 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.7) isteach in 1 000 ml de mheatánól (pointe 3.5) agus measc é.
- 3.13. Pas gluaisteach le haghaidh HPLC
- 3.13.1. Ionlán A: tuaslagán aicéatáite amóiniam – sulfáite hidrigine teitrebúitiolamóiniam.
Déan 5 g d'aicéatáit amóiniam (pointe 3.2) agus 3,4 g TBHS (pointe 3.3) a thuaslagadh in 1 000 ml d'uisce (pointe 3.1) agus measc é.
- 3.13.2. Ionlán B: aicéitinítríl (pointe 3.4).
- 3.13.3. Ionlán C: meatánól (pointe 3.5).
4. **Gaireas**
- 4.1. Croiteoir meicniúil.
- 4.2. Trealamh le haghaidh HPLC ina mbaintear úsáid as grádáin thrínártha:
- 4.2.1. Colún leachtchrómatagrafach, Hypersil ODS, pacáil 3 µm, 100 mm × 4,6 mm, nó a choibhéis.
- 4.2.2. Brathadóir UV ag a bhfuil coigeartú tonnfhaid inathraithe nó brathadóir eagair dé-óidí.
- 4.3. Sceoghalaitheoir rothlach.
- 4.4. Scagaire scannáin (e.g. nílón atá friotaíoch in aghaidh ceimiceán), 0,45 µm.
- 4.5. Steallaire indiúscartha, 5 ml.
- 4.6. Folús iolracháin.
- 4.7. Dabhach ultrasonach.
5. **Nós imeachta**
- 5.1. *Ginearálta*
- 5.1.1. Beatha bhán
Déanfar anailís ar bheatha bhán chun a sheiceáil nach ann do dhéchlasairil ná do shubstaintí trasnaíochta. Beidh an bheatha bhán comhchosúil leis an sampla ó thaobh cineáil de agus ní bhraithfear déchlasairil ná substaintí trasnaíochta nuair a dhéanfar anailís uirthi.

5.1.2. Tástáil aisghabhála

Déanfar tástáil aisghabhála trí anailís a dhéanamh ar an mbeatha bhán a treisíodh trí chainníocht déchlasairile a chur léi, ar cainníocht í atá comhchosúil lena bhfuil sa sampla. Chun í a threisiú ag leibhéal 1 mg/kg, cuir 0,1 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.8.1) le 50 g den bheatha bhán, measc go maith agus fág ar feadh 10 nóiméad í, measc arís roinnt uaireanta í sula rachfar ar aghaidh (pointe 5.2).

De rogha air sin, mura bhfuil beatha bhán ar fáil a bhfuil a cineál comhchosúil leis an sampla (féach pointe 5.1.1), is féidir tástáil aisghabhála a dhéanamh trí bhíthin mhodh an ionchuir chaighdeánaigh. Sa chás sin, treisítear an sampla a bhfuil anailís le déanamh air le cainníocht déchlasairile, agus í comhchosúil leis an gcainníocht atá sa sampla cheana féin. Déantar anailís ar an sampla sin in éineacht leis an sampla neamhthreisithe agus is féidir an aisghabháil a ríomh trí dhealú.

5.2. Eastóscadh

5.2.1. Sicíní lena Ramhrú

Déan thart ar 50 g den sampla a mheá don 0,01 g is gaire. Aistrigh chuig fleascán cónúil 500 ml é, cuir 1,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.9.2) agus 200 ml de thuaslagóir eastósctha (pointe 3.12) leis agus cuir stopallán ar an bhfleascán. Croith an meascán ar an gcroiteoir (pointe 4.1) thar oíche. Lig dó socrú ar feadh 10 nóiméad. Déan slánchuid 20 ml den fhorleacht a aistriú chuig coimeádán gloine oiriúnach agus a chaolú le 20 ml d'uisce (pointe 3.1). Aistrigh an tuaslagán sin ar chartús eastósctha (pointe 3.11), agus cuir tríd é trí fholús a chur i bhfeidhm (pointe 4.6). Nigh an cartús le 25 ml de mheascán tuaslagóra eastósctha (pointe 3.12) agus uisce (pointe 3.1), $65 + 35 (V + V)$. Diúscair na codáin bhailithe agus ionnail na comhdhúile le 25 ml de mheascán tuaslagóra eastósctha (pointe 3.12) agus uisce, $80 + 20 (V + V)$. Galaigh an codán sin go dtí go mbeidh tirimeacht díreach bainte amach aige trí bhíthin an sceoghalaithora rothlaigh (pointe 4.3) ag 60 °C. Déan an t-iarmhar a thuaslagadh in 1,0 ml de DMF (pointe 3.6), cuir 1,5 ml d'uisce leis (pointe 3.1) agus measc é. Déan é a scagadh trí scagaire scannáin (pointe 4.4) atá gléasta ar steallaire indiúscartha (pointe 4.5). Téigh ar aghaidh chuig cinntiúchán HPLC (pointe 5.3).

5.2.2. Réamh-mheascáin

Déan thart ar 1 g den sampla a mheá don 0,001 g is gaire. Aistrigh chuig fleascán cónúil 500 ml é, cuir 1,00 ml de thuaslagán caighdeánach inmheánach (pointe 3.9.3) agus 200 ml de thuaslagóir eastósctha (pointe 3.12) leis agus cuir stopallán ar an bhfleascán. Croith an meascán ar an gcroiteoir (pointe 4.1) thar oíche. Lig dó socrú ar feadh 10 nóiméad. Déan slánchuid 10 000/p ml (p = an cion ainmniúil déchlasairile sa réamh-mheascán in mg/kg) den fhorleacht a aistriú chuig fleascán réthónach de mhéid oiriúnach. Galaigh é go dtí go mbeidh tirimeacht díreach bainte amach aige, faoi bhrú laghdaithe ag 60 °C trí bhíthin an ghalaitheora rothlaigh (pointe 4.3). Atuaslaig an t-iarmhar in 10,0 ml de DMF (pointe 3.6), cuir 15,0 ml d'uisce leis (pointe 3.1) agus measc é. Téigh ar aghaidh chuig cinntiúchán HPLC (pointe 5.3).

5.3. Cinntiúchán HPLC

5.3.1. Paraiméadair

Tugtar na coinníollacha seo a leanas mar threoraíocht, féadfar coinníollacha eile a úsáid ar choinníoll go mbeidh torthaí coibhéiseacha nó níos fearr orthu.

- Colún leachtchrómatagrafach (pointe 4.2.1): 100 mm x 4,6 mm, Hypersil ODS, pacáil 3 µm, nó a choibhéis.
- Pas gluaisteach
 - Ionlán A (pointe 3.13.1): Tuaslagán uiscí aicéatáite amóiniam agus sulfáite hidrigine teitreabúitiolamóiniam.
 - Ionlán B (pointe 3.13.2): aicéitinítril.
 - Ionlán C (pointe 3.13.3): meatánól.
- Modh ionnalta - grádán líneach
 - coinníollacha tosaigh: $A + B + C = 60 + 20 + 20 (V + V + V)$;
 - tar éis ghrádán 10 nóiméad, ionnail le linn 30 nóiméad go dtí: $A + B + C = 45 + 20 + 35 (V + V + V)$;
 - sruthlaigh le B ansin le linn 10 nóiméad.
- Ráta sreafa: 1,5-2 ml/nóiméad

- Toirt insteallta: 20 µl
- Tonnfhad brathadóra: 280 nm.

Seiceáil cobhsaíocht an chórais chrómatagraigh, agus an tuaslagán calabrúcháin (pointe 3.10.2) ina bhfuil 2 µg/ml déchlorasairile agus de chaighdeán inmheánach á instealladh roinnt uaireanta, go dtí go mbainfear amach airdí buaice agus tréimhsí coinneála tairiseacha.

5.3.2. Anailís chrómatagrafach ar thuaslagáin chalabrúcháin

Déan 20 µl de na tuaslagáin chalabrúcháin (pointí 3.10.1, 3.10.2, 3.10.3, 3.10.4 agus 3.10.5) a instealladh faoi dhó an ceann, sainaithin agus comhtháthaigh na buaiceanna déchlorasairile agus caighdeán inmheánaigh, agus tarraing an cuar calabrúcháin bunaithe ar an gcóimheas idir an meánairde buaice nó buaicachar déchlorasairile agus an meánairde buaice nó buaicachar caighdeán inmheánaigh in aghaidh na tíuchana déchlorasairile sna tuaslagáin chalabrúcháin (µg/ml).

5.3.3. Anailís chrómatagrafach ar thuaslagáin shamplacha

Déan 20 µl den tuaslagán samplach (pointe 5.2.1 nó 5.2.2) a instealladh faoi dhó agus meánachar buaice nó buaicachar na déchlorasairile agus na buaiceanna caighdeán inmheánaigh a chinneadh.

6. Na torthaí a ríomh

6.1. Sicíní lena Ramhrú

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar an cion déchlorasairile, w (mg/kg), sa sampla:

$$w = \frac{\frac{Height(d,s)}{Height(i,s)} - b}{a} \times \frac{10V}{m} \text{ nó } w = \frac{\frac{Area(d,s)}{Area(i,s)} - b}{a} \times \frac{10V}{m}$$

i gcás inarb amhlaidh:

- Is é airde(d,s) airde buaice déchlorasairile sa tuaslagán samplach (pointe 5.2.1)
- Is é achar(d,s) an buaicachar déchlorasairile sa tuaslagán samplach (pointe 5.2.1)
- Is é airde(i,s) airde buaice an chaighdeán inmheánaigh sa tuaslagán samplach (pointe 5.2.1)
- Is é achar(i,s) buaicachar an chaighdeán inmheánaigh sa tuaslagán samplach (pointe 5.2.1)
- is é b idirlíne an chuair calabrúcháin a bhreachtar ó na tuaslagáin chalabrúcháin (pointí 3.10.1, 3.10.2, 3.10.3, 3.10.4 and 3.10.5) de réir pointe 5.3.2
- a , sin é claonadh an chuair calabrúcháin arna bhreacadh ó na tuaslagáin chalabrúcháin (pointí 3.10.1, 3.10.2, 3.10.3, 3.10.4 agus 3.10.5) de réir pointe 5.3.2
- is é m mais na triailchoda i ngram
- Is é V toirt deiridh an eastóscáin shamplaigh i millilítir tar éis atuaslagadh de réir pointe 5.2.1 (i.e. 2,5 ml)

6.2. Réamh-mheascáin

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar an cion déchlorasairile, w (mg/kg), sa sampla:

$$w = \frac{\frac{Height(d,s)}{Height(i,s)} - b}{a} \times \frac{0.02V}{m} \times p \text{ nó } w = \frac{\frac{Area(d,s)}{Area(i,s)} - b}{a} \times \frac{0.02V}{m} \times p$$

i gcás inarb amhlaidh:

- Is é airde(d,s) airde buaice déchlorasairile sa tuaslagán samplach (pointe 5.2.2)
- Is é achar(d,s) an buaicachar déchlorasairile sa tuaslagán samplach (pointe 5.2.2)
- Is é airde(i,s) airde buaice an chaighdeán inmheánaigh sa tuaslagán samplach (pointe 5.2.2)
- Is é achar(i,s) buaicachar an chaighdeán inmheánaigh sa tuaslagán samplach (pointe 5.2.2)

- is é b idirlíne an chuair calabrucháin a bhreactar ó na tuaslagáin chalabrucháin (pointí 3.10.1, 3.10. 2, 3.10.3, 3.10.4 agus 3.10.5) de réir pointe 5.3.2
- a, sin é claonadh an chuair calabrucháin arna bhreacadh ó na tuaslagáin chalabrucháin (pointí 3.10.1, 3.10.2, 3.10.3, 3.10.4 agus 3.10.5) de réir pointe 5.3.2
- is é m mais na triailchoda i ngraim
- Is é V toirt deiridh an eastóscáin shamplaigh i millilítir tar éis atuaslagadh de réir pointe 5.2.2 (i.e. 25 ml)
- is é p an cion ainmniúil déchlasairile sa réamh-mheascán in mg/kg

7. Na torthaí a bhailíochtú

7.1. Sainaitheantas

Is féidir sainaitheantas na hanailíte a dheimhniú trí chomh-chrómatagrafaíocht, nó trí bhrathadóir eagair dé-oidí a úsáid lena ndéantar comparáid idir speictrim an eastóscáin shamplaigh (pointe 5.2.1 nó 5.2.2) agus an tuaslagáin calabrucháin (pointe 3.10.2).

7.1.1. Comhchrómatagrafaíocht

Treisítear eastóscán samplach (pointe 5.2.1 nó 5.2.2) trí mhéid iomchuí tuaslagáin calabrucháin a chur leis (pointe 3.10.2). Ní mór an méid déchlasairile breise a bheith comhchosúil leis an méid déchlasairile a fhaightear san eastóscán samplach.

Is é airde na buaice déchlasairile agus an chaighdeán inmheánaigh agus é sin amháin a fheabhsófar tar éis an méid díobh a cuireadh leis agus caolú an eastóscáin araon a chur san áireamh. Ní mór an leithead buaice, ag leath a airde, a bheith laistigh de $\pm 10\%$ de leithead bunaidh bhuaic déchlasairile nó bhuaic chaighdeánach inmheánach an eastóscáin shamplaigh neamhthreisithe.

7.1.2. Brath eagair dé-oidí

Déantar meastóireacht ar na torthaí de réir na gcritéar seo a leanas:

- (a) Tonnfhad ionsú uasta an tsampla agus na speictream caighdeánach, arna dtaifeadadh ag an rinn buaice ar an gcrómatagram, ní mór iad a bheith mar an gcéanna laistigh de lamháil arna cinneadh ag cumas taifigh an chórais braite. I gcás brath eagair dé-oidí, bíonn sé sin laistigh de ± 2 nm de ghnáth.
- (b) Idir 230 agus 320 nm, an sampla agus na speictrim chaighdeánacha a thaifeadtar ag an rinn buaice ar an gcrómatagram, ní mór gan iad a bheith éagsúil le chéile i gcás na gcodanna sin den speictream laistigh de raon 10 %–100 % d'ionsúiteacht choibhneasta. Comhlíontar an critéar sin nuair a bhíonn na huasmhéideanna céanna ann agus nuair nach mó ná 15 % d'ionsú na hanailíte caighdeánaí an diall idir an dá speictream ag pointe ar bith a bhreathnaítear.
- (c) Idir 230 agus 320 nm, na speictrim ag fána aníos, rinn agus fána anuas na buaice a tháirgeann an t-eastóscán samplach, ní mór gan iad a bheith éagsúil le chéile i gcás na gcodanna sin den speictream laistigh de raon 10 %–100 % d'ionsúiteacht choibhneasta. Comhlíontar an critéar sin nuair a bhíonn na huasmhéideanna céanna ann agus nuair nach mó ná 15 % d'ionsú speictream na rinne buaice an diall idir na speictrim ag na pointí uile a bhreathnaítear.

Mura gcomhlíontar ceann amháin de na critéir sin, níor deimhníodh go bhfuil an anailít ann.

7.2. In-atriallacht

An difríocht idir torthaí dhá thomhas neamhspleácha arna ndéanamh ar dhá fhoshampla, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

- 30 % i gcoibhneas leis an luach is airde de chion déchlasairile ó 0,5 mg/kg go 2,5 mg/kg,
- 0,75 mg/kg i gcás cion ampróiliam idir 2,5 mg/kg agus 5 mg/kg,
- 15 % i gcoibhneas leis an luach is airde i gcás ina mbeidh an cion déchlasairile níos mó ná 5 mg/kg.

7.3. Aisghabháil

Aisghabháil 80 % ar a laghad a bheidh ann i gcás sampla (bán) treisithe.

8. **Torthaí staidéir chomhoibríoch**

Eagraíodh dhá staidéar chomhoibríocha. Sa chéad cheann, a rinne grúpa eile saotharlann in 1994, ba iad dhá réamh-mheascán (O 100, A 100) agus trí shampla de bheatha chomhlántach éanlaithe clóis (L1, Z1, K1) na samplaí a ndearnadh anailís orthu. Bhí sampla réamh-mheascáin amháin measctha le maitrís orgánach (O 100) agus bhí an ceann eile measctha le maitrís neamhorgánach (A 100). Is é 100 mg an cion teoiriciúil déchlorasairile in aghaidh kg. Treoraíodh do na saotharlanna anailís a dhéanamh ar gach ceann de na samplaí uair amháin nó faoi dhó. (Tá faisnéis níos mionsonraithe maidir leis an gcéad staidéar comhoibríoch le fáil in *Journal of AOAC International*, Imleabhar 77, Uimh. 6, 1994, lgh. 1359-1 361).

Sa dara staidéar comhoibríoch, rinneadh anailís ar thrí cinn de bheathaí cumaisc éanlaithe clóis, dhá cheann ina raibh tiúchaintí déchlorasairile 0,9 mg/kg (MAT 1) agus 1,5 mg/kg (MAT 2) agus ceann eile ina raibh beatha bhán (MAT 3). Tá faisnéis mhionsonraithe maidir leis an dara staidéar le fáil i dTuarascáil Theicniúil JRC (2016) agus in *Journal of AOAC International*, Imleabhar 102, Uimh. 2, 2019, lgh. 646-652. Tugtar torthaí an dá staidéar chomhoibríocha sa tábla seo a leanas.

	Sampla 1A 100	Sampla 2O 100	Sampla 3 L1	Sampla 4 Z1	Sampla 5 K1	Sampla 6 MAT 1	Sampla 7 MAT 2	Sampla 8 MAT 3
L	11	11	11	11	6	10	9	10
n	19	18	19	19	12	20	18	10
Meán (mg/kg)	100,8	103,5	0,89	1,15	0,89	1,0	1,5	<LOQ
S _r (mg/kg)	5,88	7,64	0,15	0,02	0,03	0,11	0,07	—
CV _r (%)	5,83	7,38	17,32	1,92	3,34	11,2	4,5	—
S _R (mg/kg)	7,59	7,64	0,17	0,11	0,12	0,18	0,21	—
CV _R (%)	7,53	7,38	18,61	9,67	13,65	18,1	14,3	—
Cion ainmniúil (mg/kg)	100	100	1,0	1,0	1,0	0,9	1,5	—
Tagairt (*)	An chéad staidéar ó 1 994	An chéad staidéar ó 1 994	An chéad staidéar ó 1 994	An chéad staidéar ó 1 994	An chéad staidéar ó 1 994	An dara staidéar ó 2 015	An dara staidéar ó 2 015	An dara staidéar ó 2 015

- L = an líon saotharlann
- N = an líon luachanna aonair
- S_r = diall caighdeánach in-atrialltachta
- CV_r = comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta
- S_R = diall caighdeánach in-atáirgtheachta
- CV_R = comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta
- LOQ = Teorainn chainníochtaithe

(*) An chéad staidéar ó 1994: *Journal of AOAC International*, Imleabhar 77, Uimh. 6, 1994, lgh. 1 359-1 361; An dara staidéar ó 2015: Tuarascáil Theicniúil JRC Re-validation of a method for the determination of diclazuril by collaborative study [Modh chun déchlorasairil a chinneadh a athbhailíochtú trí staidéar comhoibríoch] (2016).

9. **Barúlacha ginearálta**

Ní mór é a bheith léirithe roimhe sin go bhfuil an fhreagairt déchlorasairile líneach i gcaitheamh an raoin tiúchaintí atá á dtomhas.

I gcás ina ndéanfar anailís ar dhéchlorasairil i mbeatha chumaisc ina bhfuil ardchion saille (ar mó é ná 12 % saille chun na críche sin), agus sa chás sin ar a laghad, féadfar modhanna eile bunaithe ar HPLC a chur in ionad an mhodha anailíse, e.g. modh bunaithe ar chrómataagrafaíocht leachta ardfheidhmíochta in éineacht le mais-speictriméadracht (HPLC-MS), ar choinníoll go bhfuil saintréithe feidhmíochta coibhéiseacha ag an modh malartach (ráta aisghabhála, beachtas ag coinníollacha in-atrialltachta agus in-atáirgtheachta).

G. SÓIDIAM LASALAICIDE A CHINNEADH

Salann sóidiam d'aigéad monacarbocsaileach poiléitir a tháirgeann Streptomyces lasaliensis.

Tá an cion sóidiam lasalaicide le cinneadh tríd:

- An modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicideastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicideastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardfheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht (LC-MS/MS), nó
- trí leachtchrómatagrafaíocht ardfheidhmíochta phas-aisiompaithe (HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir speictreafluaraimeadrach (fluaraiseachta), mar a thuairiscítear i bpointí 1 go 8 ina dhiaidh seo.

1. **An cuspóir agus an raon feidhme**

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal sóidiam lasalaicide a chinneadh i mbeatha. Is í 5 mg/kg an teorainn braite, agus is í 10 mg/kg an teorainn chainníochtaithe.

2. **Prionsabal**

Déantar sóidiam lasalaicide a eastóscadh ón sampla isteach i meatánól aigéadaithe agus a chinneadh trí leachtchrómatagrafaíocht ardfheidhmíochta phas-aisiompaithe (HPLC) agus úsáid á baint as brathadóir speictreafluaraimeadrach (fluaraiseachta).

3. **Imoibrithe**

3.1. Fosfáit déhidrigine potaisiam (KH_2PO_4).

3.2. Aigéad fosfarach, w (w/w) = 85 %.

3.3. Tuaslagán aigéid fhosfaraigh, c = 20 %.

Déan 23,5 ml d'aigéad fosfarach (pointe 3.2) a chaolú le huisce go dtí go mbeidh 100 ml ann.

3.4. 6-Meitol-2-heptiolaimín (1,5-démheitolheicsiolaimín), w (w/w) = 99 %.

3.5. Meatánól, coibhéiseach le grád HPLC.

3.6. Aigéad hidreaclórach, dlús = 1,19 g/ml.

3.7. Tuaslagán maolánach fosfáit, c = 0,01 mol/l.

Déan 1,36 g de KH_2PO_4 (pointe 3.1) a thuaslagadh in 500 ml d'uisce (pointe 3.11), cuir 3,5 ml d'aigéad fosfarach (pointe 3.2) agus 10,0 ml de 6-meitol-2-heptiolaimín (pointe 3.4) leis. Coigeartaigh pH chuig 4,0 le tuaslagán aigéid fhosfaraigh (pointe 3.3) agus caolaigh le huisce é go dtí 1 000 ml (pointe 3.11).

3.8. Meatánól aigéadaithe

Déan 5,0 ml d'aigéad hidreaclórach (pointe 3.6) a aistriú isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 1 000 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól (pointe 3.5) agus measc é. Ní mór an tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.

3.9. Pas gluaisteach HPLC, tuaslagán de mhaolán fosfaite agus meatánól 5 + 95 (V + V)

Measc 5 ml de thuaslagán maolánach fosfaite (pointe 3.7) le 95 ml de mheatánól (pointe 3.5).

3.10. Substaint chaighdeánach sóidiam lasalaicide ag a bhfuil íonacht ráthaithe, $\text{C}_{34}\text{H}_{53}\text{O}_8\text{Na}$ (salann sóidiam d'aigéad monacarbocsaileach poiléitir a tháirgeann *Streptomyces lasaliensis*), E763

3.10.1. Buntuaslagán caighdeánach sóidiam lasalaicide, 500 µg/ml

Déan 50 mg de shóidiam lasalaicide (pointe 3.10) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml, tuaslaigh i meatánól aigéadaithe (pointe 3.8), líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagán céanna sin agus measc é. Ní mór na tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.

3.10.2. Tuaslagán caighdeánach idirmheánach sóidiam lasalaicide, 50 µg/ml

Le pípéad, cuir 10,0 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.10.1) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an meatánól aigéadaithe (pointe 3.8) agus measc é. Ní mór an tuaslagán sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear é.

3.10.3. Tuaslagáin chalabhrúcháin

Aistrigh 1,0, 2,0, 4,0, 5,0 agus 10,0 ml den tuaslagán caighdeánach idirmheánach (pointe 3.10.2) chuig sraith fleascán toirtmhéadrach 50 ml. Líon go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól aigéadaithe (pointe 3.8) agus measc é. Comhfhreagraíonn na tuaslagáin sin do 1,0, 2,0, 4,0, 5,0 agus 10,0 µg de shóidiam lasalaicide in aghaidh ml faoi seach. Ní mór na tuaslagáin sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear iad.

3.11. Uisce, coibhéiseach le grád HPLC.

4. Gaireas

4.1. Dabhach ultrasonach (nó dabhach chreathach uisce) ag a bhfuil rialú teochta.

4.2. Scagairí scannáin, 0,45 µm.

4.3. Trealamh HPLC ag a bhfuil córas insteallta, atá oiriúnach do thoirteanna insteallta 20 µl.

4.3.1. Colún leachtchrómatagrafach 125 mm × 4 mm, C₁₈ pas-aisiompaithe, pacáil 5 µm nó a choibhéis.

4.3.2. Speictreafluaraiméadar ag a bhfuil coigeartú tonnfhaid inathraithe tonnfhad flosctha agus astaíochta.

5. Nós imeachta

5.1. Ginearálta

5.1.1. Beatha bhán

Chun an tástáil aisghabhála a dhéanamh (pointe 5.12) déanfar anailís ar bheatha bhán chun a sheiceáil nach ann do shóidiam lasalaicide ná substaintí trasnaíochta. Beidh an bheatha bhán comhchosúil leis an sampla ó thaobh cineáil de agus ní bhraithfear sóidiam lasalaicide ná substaintí trasnaíochta.

5.1.2. Tástáil aisghabhála

Déanfar tástáil aisghabhála trí anailís a dhéanamh ar an mbeatha bhán a treisíodh trí chainníocht sóidiam lasalaicide a chur léi, ar cainníocht í atá comhchosúil lena bhfuil sa sampla. Chun é a threisiú ag leibhéal 100 mg/kg, aistrigh 10,0 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.10.1) chuig fleascán cónúil 250 ml agus galaigh an tuaslagán go dtí thart ar 0,5 ml. Cuir 50 g den bheatha bhán leis, measc go maith agus fág ar feadh 10 nóiméad é, agus measc arís roinnt uaireanta é sula rachfar ar aghaidh leis an gcéim eastósctha (pointe 5.2).

De rogha air sin, mura bhfuil beatha bhán ar fáil a bhfuil a cineál comhchosúil leis an sampla (féach pointe 5.1.1), is féidir tástáil aisghabhála a dhéanamh trí bhíthin mhodh an ionchuir chaighdeánaigh. Sa chás sin, treisítear an sampla a bhfuil anailís le déanamh air le cainníocht sóidiam lasalaicide, agus í comhchosúil leis an gcainníocht atá sa sampla cheana féin. Déantar anailís ar an sampla sin in éineacht leis an sampla neamhthreisithe agus ríomhtar an aisghabháil trí dhealú.

5.2. Eastóscaidh

5.2.1. Beatha

Déan idir 5 g agus 10 g den sampla a mheá don 0,01 g is gaire isteach i bhfleascán cónúil a bhfuil stopallán air. Le pípéad, cuir 100,0 ml de mheatánól aigéadaithe leis (pointe 3.8). Cuir stopallán go scaoilte air agus suaith chun a easrú. Cuir an fleascán i ndabhach ultrasonach (pointe 4.1) ag thart ar 40 °C ar feadh 20 nóiméad, agus bain ansin é agus fuaraigh go dtí teocht an tseomra. Lig dó seasamh ar feadh thart ar 1 uair an chloig go dtí go mbeidh an t-ábhar ar fuaidreamh socraithe, ansin déan slánchuid a scagadh trí scagaire scannáin 0,45 µm (pointe 4.2) isteach i soitheach oiriúnach. Téigh ar aghaidh chuig cinntiúchán HPLC (pointe 5.3).

5.2.2. Réamh-mheascáin

Déan thart ar 2 g den réamh-mheascán neamh-mheilte a mheá don 0,001 g is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 250 ml. Cuir 100,0 ml de mheatánól aigéadaithe leis (pointe 3.8) agus suaith chun a easrú. Cuir an fleascán agus a bhfuil ann i ndabhach ultrasonach (pointe 4.1) ag thart ar 40 °C ar feadh 20 nóiméad, agus bain ansin é agus fuaraigh go dtí teocht an tseomra. Caolaigh go dtí an toirt inmhianaithe le meatánól aigéadaithe (pointe 3.8) agus measc go maith é. Lig dó seasamh ar feadh 1 uair an chloig go dtí go mbeidh an t-ábhar ar fuaidreamh socraithe, ansin déan slánchuid a scagadh trí scagaire scannáin 0,45 µm (pointe 4.2). Déan toirt iomchuí den scagáit ghlan a chaolú le meatánól aigéadaithe (pointe 3.8) chun tuaslagán tástála deiridh a tháirgeadh ina mbeidh thart ar 4 µg/ml de shóidiam lasalaicide. Téigh ar aghaidh chuig cinntiúchán HPLC (pointe 5.3).

5.3. Cinntiúchán HPLC

5.3.1. Paraiméadair

Tugtar na coinníollacha seo a leanas mar threoraíocht; féadfar coinníollacha eile a úsáid ar choinníoll go mbeidh torthaí coibhéiseacha orthu:

Leachtchrómatagrafach colún (pointe 4.3.1):	125 mm × 4 mm, pas-aisiompaithe C ₁₈ , pacáil 5 µm nó a choibhéis
Pas gluaisteach (pointe 3.9):	Meascán de thuaslagán maolánach fosfáite (pointe 3.7) agus meatánól (pointe 3.5), 5 + 95 (V + V)
Ráta sreafa:	1,2 ml/nóiméad
Tonnfhaid braite:	Floscadh: 310 nm Astaíocht: 419 nm
Toirt insteallta:	20 µl

Seiceáil cobhsaíocht an chórais chrómatagrafaigh, agus an tuaslagán calabrúcháin (pointe 3.10.3) ina bhfuil 4,0 µg/ml á instealladh roinnt uaireanta, go dtí go mbainfear amach airdí buaice (nó buaicachair) agus tréimhsí coinneála tairiseacha.

5.3.2. Graf calabrúcháin

Déan gach tuaslagán calabrúcháin a instealladh (pointe 3.10.3) roinnt uaireanta agus na meánairdí buaice (buaicachair) a chinneadh i gcás gach tiúchana. Breac graf calabrúcháin agus úsáid á baint as na meánairdí buaice (buaicachair) mar na hordanáidí agus as na tiúchaintí comhfhreagracha in µg/ml mar aibsise.

5.3.3. Tuaslagán samplach

Déan na heastóscáin shamplacha a fuarthas i bpointe 5.2.1 nó 5.2.2 a instealladh roinnt uaireanta, agus úsáid á baint as an toirt chéanna agus a tógadh le haghaidh an tuaslagáin calabrúcháin, agus déan meánairdí buaice (buaicachair) na mbuaiceanna sóidiam lasalaicide a chinneadh.

6. Na torthaí a ríomh

Ón meánairde buaice (buaicachair) a chruthaítear de bharr instealladh an tuaslagáin shamplaigh (pointe 5.3.3), déan an tiúchan sóidiam lasalaicide (µg/ml) a chinneadh faoi threoir an ghraif calabrúcháin.

6.1. Beatha

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar an cion sóidiam lasalaicide, w (mg/kg), sa sampla:

$$w = \frac{c \times V_1}{m} \text{ [mg/kg]}$$

i gcás inarb amhlaidh:

- c = tiúchan sóidiam lasalaicide an tuaslagáin shamplaigh (pointe 5.2.1) in µg/ml
- V₁ = toirt an eastóscáin shamplaigh de réir pointe 5.2.1 in ml (i.e. 100)
- m = meáchan na triailchoda in g

6.2. Réamh-mheascáin

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar an cion sóidiam lasalaicide, w (mg/kg), sa sampla:

$$w = \frac{c \times V_2 \times f}{m} \text{ [mg/kg]}$$

i gcás inarb amhlaidh:

- c = tiúchan sóidiam lasalaicide an tuaslagáin shamplaigh (pointe 5.2.2) in µg/ml
- V₂ = toirt an eastóscáin shamplaigh de réir pointe 5.2.2 in ml (i.e. 250)
- f = fachtóir caolúcháin de réir pointe 5.2.2
- m = meáchan na triailchoda in g

7. Na torthaí a bhailíochtú

7.1. Sainaitheantas

Modhanna bunaithe ar speictreafluairiméadracht, is lú a bhíonn siad faoi réir trasnaíochta ná iad siúd ina n-úsáidtear brath UV. Is féidir sainaitheantas na hanailíte a dheimhniú trí chomh-chrómatagrafaíocht.

7.1.1. Comhchrómatagrafaíocht

Treisiúir eastóscán samplach (pointe 5.2.1 nó 5.2.2) trí mhéid iomchuí tuaslagáin calabrúcháin a chur leis (pointe 3.10.3). Ní mór an méid sóidiam lasalaicide breise a bheith comhchosúil leis an méid sóidiam lasalaicide a fhaightear san eastóscán samplach. Is é airde na buaice sóidiam lasalaicide agus é sin amháin a fheabhsófar tar éis an méid den sóidiam lasalaicide a cuireadh leis agus caolú an eastóscáin a chur san áireamh. Ní mór an leithead buaice, ag leath a airde, a bheith laistigh de ± 10 % den leithead bunaidh a bhí ag an eastóscán samplach neamhthreisiithe.

7.2. In-atriallacht

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

- 15 % i gcoibhneas leis an luach is airde i gcás ina mbeidh an cion sóidiam lasalaicide ó 30 mg/kg go 100 mg/kg;
- 15 mg/kg i gcás cion sóidiam lasalaicide ó 100 mg/kg go 200 mg/kg;
- 7,5 % i gcoibhneas leis an luach is airde i gcás ina mbeidh an cion sóidiam lasalaicide níos mó ná 200 mg/kg.

7.3. Aisghabháil

Aisghabháil 80 % ar a laghad a bheidh ann i gcás an tsampla de bheatha (bhán) threisiithe. Aisghabháil 90 % ar a laghad a bheidh ann i gcás samplaí de réamh-mheascán treisiithe.

8. Torthaí staidéir chomhoibríoch

Socraíodh staidéar comhoibríoch (*) ina ndearna 12 shaotharlann anailís ar 2 réamh-mheascán (samplaí 1 agus 2) agus 5 bheatha (samplaí 3-7) Rinneadh anailísí dúblacha ar gach sampla. Tugtar na torthaí sa tábla seo a leanas:

	Sampla 1 Réamh- mheascán do shicíní	Sampla 2 Réamh- mheascán do thurcailthe	Sampla 3 Millíní do thurcailthe	Sampla 4 Grabhróga do shicíní	Sampla 5 Beatha turcailthe	Sampla 6 Beatha Éanlaithe Clóis A	Sampla 7 Beatha Éanlaithe Clóis B
L	12	12	12	12	12	12	12
n	23	23	23	23	23	23	23
Meán [mg/kg]	5 050	16 200	76,5	78,4	92,9	48,3	32,6

s _r [mg/kg]	107	408	1,71	2,23	2,27	1,93	1,75
CV _r [%]	2,12	2,52	2,24	2,84	2,44	4,00	5,37
s _R [mg/kg]	286	883	3,85	7,32	5,29	3,47	3,49
CV _R [%]	5,66	5,45	5,03	9,34	5,69	7,18	10,70
Cion ainm-niúil [mg/kg]	5 000 (**)	16 000 (**)	80 (**)	105 (**)	120 (**)	50 (*)	35 (*)
L =	an líon saotharlann						
n =	an líon torthaí aonair						
s _r =	diall caighdeánach in-atrialltachta						
s _R =	diall caighdeánach in-atáirgtheachta						
CV _r =	comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta, %						
CV _R =	comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta, %						
(*)	Analyst, 1995, 120, lch. 2 175-2 180.						
(**)	Cion arna dhearbhu ag an monaróir.						
(*)	Beatha arna hullmhú sa tsaotharlann.						

H. AMPRÓILIAM HIDEACLÓIRÍDE A CHINNEADH

Clóiríd (1-[(4-aimínea-2-próipil-5-pirimidinil)meitil]-2-meitilpiridiniam monaihidgeaclóiríd

- 1.**Cuspóir agus Raon Feidhme**

Leis an modh sin, is féidir an leibhéal ampróiliam a chinneadh i mbeatha. Is í 1 mg/kg an teorainn braite, agus is í 5 mg/kg an teorainn chainníochtaithe.
- 2.**Prionsabal**

Eastósctar an sampla le meascán meatánóil agus uisce. Tar éis a chaolaithe leis an bpas gluaisteach agus a scagtha trí scannán, déantar an cion ampróiliam a chinneadh trí chrómatagraíocht leachtach ardheidhmíochta (HPLC) malartaithe caitian agus úsáid á baint as brathadóir UV.
- 3.**Imoibrithe**

3.1. Meatánól

3.2. Aicéitinítríl, coibhéiseach le grád HPLC

3.3. Uisce, coibhéiseach le grád HPLC

3.4. Tuaslagán fosfáit déhidrigine sóidiam, c = 0,1 mol/l

Déan 13,80 g de mhonaihiodráit fosfáite déhidrigine sóidiam a thuaslagadh in uisce (pointe 3.3) i bhfleascán toirtmhéadrach 1 000 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce (pointe 3.3) agus measc é.

3.5. Tuaslagán sárchlóráite sóidiam, c = 1,6 mol/l

Déan 224,74 g de mhonaihiodráit sárchlóráite sóidiam a thuaslagadh in uisce (pointe 3.3) i bhfleascán toirtmhéadrach 1 000 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce (pointe 3.3) agus measc é.

3.6. Pas gluaisteach le haghaidh HPLC (féach barúil pointe 9.1).

Meascán d'aicéitinítríl (pointe 3.2), tuaslagán fosfáite déhidrigine sóidiam (pointe 3.4) agus tuaslagán sárchlóráite sóidiam (pointe 3.5), 450 + 450 + 100 (v+v+v). Scag an tuaslagán trí scagaire scannáin 0,22 µm (pointe 4.3) agus díghásaigh é (e.g. sa dabhach ultrasonach (pointe 4.4) ar feadh 15 nóiméad) roimh úsáid.

3.7. Substaint chaighdeánach: ampróiliam íon, hidreaclóiríd clóiríde 1-[(4-aimínea-2-próipil-5-pirimidinil)meitil]-2-meitil-piridiniam clóiríde, E 750 (féach pointe 9.2)

- 3.7.1. Buntuaslagán caighdeánach ampróiliam, 500 µg/ml
Déan 50 mg d'ampróiliam (pointe 3.7) a mheá don 0,1 mg is gaire isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 100 ml, tuaslaig in 80 ml de mheatánól (pointe 3.1) é agus cuir an fleascán i ndabhach ultrasonach ar feadh 10 nóiméad (pointe 4.4). Tar éis cóireáil ultrasonach, tabhair an tuaslagán chuig teocht an tseomra, líon go dtí an toirt inmhianaithe le huisce agus measc é. Ag teocht ≤ 4 °C, tá an tuaslagán cobhsaí ar feadh 1 mhí amháin.
- 3.7.2. Tuaslagán caighdeánach idirmheánach ampróiliam, 50 µg/ml
Le pípéad, cuir 5,0 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.7.1) isteach i bhfleascán toirtmhéadrach 50 ml, líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an tuaslagóir eastósctha (pointe 3.8) agus measc é. Ag teocht ≤ 4 °C, tá an tuaslagán cobhsaí ar feadh 1 mhí amháin.
- 3.7.3. Tuaslagáin chalabhrúcháin
Aistrigh 0,5, 1,0 agus 2,0 ml den tuaslagán caighdeánach idirmheánach (pointe 3.7.2) chuig sraith fleascán toirtmhéadrach 50 ml. Líon go dtí an toirt inmhianaithe leis an bpasdeighilt (pointe 3.6) agus measc é. Comhfhreagraíonn na tuaslagáin sin do 0,5, 1,0 agus 2,0 µg d'ampróiliam in aghaidh ml faoi seach. Ní mór na tuaslagáin sin a bheith úrullmhaithe sula n-úsáidfear iad.
- 3.8. Tuaslagóir eastósctha
Meascán meatánóil (pointe 3.1)-uisce 2 + 1 (v + v)
4. **Gaireas**
- 4.1. Trealamh HPLC ag a bhfuil córas insteallta, atá oiriúnach do thoirteanna insteallta 100 µl.
- 4.1.1. Colún leachtchrómatagrafach 125 mm × 4 mm, malartú caitian Nucleosil 10 SA, pacáil 5 nó 10 µm, nó a choibhéis.
- 4.1.2. Brathadóir UV ag a bhfuil coigeartú tonnfhaid inathraithe nó brathadóir eagair dé-óidí.
- 4.2. Scagaire scannáin, ábhar PTFE, 0,45 µm.
- 4.3. Scagaire scannáin, 0,22 µm.
- 4.4. Dabhach ultrasonach.
- 4.5. Croiteoir meicniúil nó corraitheoir maighnéadach.
5. **Nós imeachta**
- 5.1. *Ginearálta*
- 5.1.1. Beatha bhán
Chun an tástáil aisghabhála a dhéanamh (pointe 5.12) déanfar anailís ar bheatha bhán chun a sheiceáil nach ann d'ampróiliam ná substaintí trasnaíochta. Beidh an bheatha bhán comhchosúil leis an sampla ó thaobh cineáil de agus ní mór gan ampróiliam ná substaintí trasnaíochta a bhrath.
- 5.1.2. Tástáil aisghabhála
Déanfar tástáil aisghabhála trí anailís a dhéanamh ar an mbeatha bhán a treisíodh trí chainníocht ampróiliam a chur léi, ar cainníocht í atá comhchosúil lena bhfuil sa sampla. Chun é a threisiú ag leibhéal 100 mg/kg, aistrigh 10,0 ml den bhuntuaslagán caighdeánach (pointe 3.7.1) chuig fleascán cónúil 250 ml agus galaigh an tuaslagán go dtí thart ar 0,5 ml. Cuir 50 g den bheatha bhán leis, measc go maith agus fág ar feadh 10 nóiméad é, agus measc arís roinnt uaireanta é sula rachfar ar aghaidh leis an gcéim eastósctha (pointe 5.2).
De rogha air sin, mura bhfuil beatha bhán ar fáil a bhfuil a cineál comhchosúil leis an sampla (féach pointe 5.1.1), is féidir tástáil aisghabhála a dhéanamh trí bhíthin mhodh an ionchuir chaighdeánaigh. Sa chás sin, treisítear an sampla a bhfuil anailís le déanamh air le cainníocht ampróiliam, agus í comhchosúil leis an gcainníocht atá sa sampla cheana féin. Déantar anailís ar an sampla sin in éineacht leis an sampla neamhthreisithe agus is féidir an aisghabháil a ríomh trí dhealú.

- 5.2.

Eastóscadh
- 5.2.1.

Réamh-mheascáin (cion ampróiliam < 1 %) agus beatha

Déan idir 5 g agus 40 g den sampla, ag brath ar an gcion ampróiliam, a mheá don 0,01 g is gaire isteach i bhfleascán cónúil 500 ml agus cuir 200 ml de thuaslagóir eastósctha leis (pointe 3.8). Cuir an fleascán sa dabhach ultrasonach (pointe 4.4) agus fág ar feadh 15 nóiméad é. Bain an fleascán den dabhach ultrasonach agus croith é ar feadh 1 uair an chloig amháin ar an gcroiteoir nó corraigh ar an gcorraitheoir maighnéadach (pointe 4.5) é. Déan slánchuid den eastóscán a chaolú leis an bpas gluaisteach (pointe 3.6) go cion ampróiliam 0,5 – 2 µg/ml agus measc í (féach barúil pointe 9.3). Scag 5 - 10 ml den tuaslagán caolaithe sin ar scagaire scannáin (pointe 4.2). Téigh ar aghaidh chuig cinntiúchán HPLC (pointe 5.3).
- 5.2.2.

Réamh-mheascáin (cion ampróiliam ≥ 1 %)

Déan idir 1 g agus 4 g den réamh-mheascán, ag brath ar an gcion ampróiliam, a mheá don 0,001 g is gaire isteach i bhfleascán cónúil 500 ml agus cuir 200 ml de thuaslagóir eastósctha leis (pointe 3.8). Cuir an fleascán sa dabhach ultrasonach (pointe 4.4) agus fág ar feadh 15 nóiméad é. Bain an fleascán den dabhach ultrasonach agus croith é ar feadh 1 uair an chloig amháin ar an gcroiteoir nó corraigh ar an gcorraitheoir maighnéadach (pointe 4.5) é. Déan slánchuid den eastóscán a chaolú leis an bpas gluaisteach (pointe 3.6) go cion ampróiliam 0,5 - 2 µg/ml agus measc í. Scag 5 - 10 ml den tuaslagán caolaithe sin ar scagaire scannáin (pointe 4.2). Téigh ar aghaidh chuig cinntiúchán HPLC (pointe 5.3).
- 5.3.

Cinntiúchán HPLC
- 5.3.1.

Paraiméadair:

Tugtar na coinníollacha seo a leanas mar threoraíocht, féadfar coinníollacha eile a úsáid ar choinníoll go mbeidh torthaí coibhéiseacha orthu.

Leachtchrómatagrafach colún (pointe 4.1.1):

125 mm × 4 mm, malartú caitian Nucleosil 10 SA, pacáil 5 nó 10 µm, nó coibhéis

Pas gluaisteach (pointe 3.6):

Meascán d'aicéitinítríl (pointe 3.2), sóidiam tuaslagán fosfáit déhidrigine (pointe 3.4) agus tuaslagán sárchlóráite sóidiam (pointe 3.5), 450 + 450 + 100 (v + v + v).

Ráta sreafa:

0,7–1 ml/nóiméad

Tonnfhad braite:

264 nm

Toirt insteallta:

100 µl

Seiceáil cobhsaíocht an chórais chrómatagraigh, agus an tuaslagán calabrúcháin (pointe 3.7.3) ina bhfuil 1,0 µg/ml á instealladh roinnt uaireanta, go dtí go mbainfear amach airdí buaice agus tréimhsí coinneála tairiseacha.
- 5.3.2.

Graf calabrúcháin

Déan gach tuaslagán calabrúcháin a instealladh (pointe 3.7.3) roinnt uaireanta agus na meánairdí buaice (buaicachair) a chinneadh i gcás gach tiúchana. Breac graf calabrúcháin agus úsáid á baint as meánairdí buaice bhuaicachair na dtuaslagán calabrúcháin mar na hordanáidí agus as na tiúchaintí comhfhreagracha in µg/ml mar aibsise.
- 5.3.3.

Tuaslagán samplach

Déan an t-eastóscán samplach (pointe 5.2) a instealladh roinnt uaireanta, agus úsáid á baint as an toirt chéanna agus a tógadh le haghaidh na dtuaslagán calabrúcháin, agus déan an meánairde buaice (buaicachar) na mbuaiceanna ampróiliam a chinneadh.
6.

Na torthaí a ríomh

Ó mheánairde (achar) bhuaiceanna ampróiliam an tuaslagáin shamplaigh, déan tiúchan an tuaslagáin shamplaigh in µg/ml a chinneadh faoi threoir an ghraif calabrúcháin (pointe 5.3.2).

Leis an bhfoirmle seo a leanas tugtar cion ampróiliam an tsampla, w in mg/kg:

$$w = \frac{V \times c \times f}{m} \text{ [mg/kg]}$$

inarb amhlaidh:

V = toirt an tuaslagóra eastósctha (pointe 3.8) in ml de réir pointe 5.2 (i.e. 200 ml)
 c = tiúchan ampróiliam an tuaslagáin shamplaigh (pointe 5.2) in µg/ml
 f = fachtóir caolúcháin de réir pointe 5.2
 m = meáchan na triailchoda in g

7. Na torthaí a bhailíochtú

7.1. Sainaitheantas

Is féidir sainaitheantas na hanailíte a dheimhniú trí chomh-chromatagrafaíocht, nó trí bhrathadóir eagair dé-oidí a úsáid lena ndéantar comparáid idir speictrim an eastóscáin shamplaigh (pointe 5.2) agus an tuaslagáin calabrúcháin (pointe 3.7.3) ina bhfuil 2,0 µg/ml.

7.1.1. Comhchromatagrafaíocht

Treisétear eastóscán samplach (pointe 5.2) trí mhéid iomchuí tuaslagáin calabrúcháin a chur leis (pointe 3.7.3). Ní mór an méid ampróiliam breise a bheith comhchosúil leis an méid ampróiliam a fhaightear san eastóscán samplach.

Is é airde na buaice ampróiliam agus é sin amháin a fheabhsófar tar éis an méid de a cuireadh leis agus caolú an eastóscáin araon a chur san áireamh. Ní mór an leithead buaice, ag leath a airde, a bheith laistigh de $\pm 10\%$ de leithead bunaidh bhuaic ampróiliam an eastóscáin shamplaigh neamhthreisithe.

7.1.2. Brath eagair dé-oidí

Déantar meastóireacht ar na torthaí de réir na gcritéar seo a leanas:

- Tonnfhad ionsú uasta an tsampla agus na speictream caighdeánach, arna dtaifeadadh ag an rinn buaice ar an gcrómagram, ní mór iad a bheith mar an gcéanna laistigh de lamháil arna cinneadh ag cumas taifigh an chórais braite. I gcás brath eagair dé-oidí, bíonn sé sin laistigh de ± 2 nm de ghnáth.
- Idir 210 agus 320 nm, an sampla agus na speictrim chaighdeánacha a thaifeadtar ag an rinn buaice ar an gcrómagram, ní mór gan iad a bheith éagsúil le chéile i gcás na gcodanna sin den speictream laistigh de raon 10-100 % d'ionsúiteacht choibhneasta. Comhlíontar an critéar sin nuair a bhíonn na huasmhéideanna céanna ann agus nuair nach mó ná 15 % d'ionsú na hanailíte caighdeánaí an diall idir an dá speictream ag pointe ar bith a bhreathnaítear.
- Idir 210 agus 320 nm, na speictrim ag fána aníos, rinn agus fána anuas na buaice a tháirgeann an t-eastóscán samplach, ní mór gan iad a bheith éagsúil le chéile i gcás na gcodanna sin den speictream laistigh de raon 10-100 % d'ionsúiteacht choibhneasta. Comhlíontar an critéar sin nuair a bhíonn na huasmhéideanna céanna ann agus nuair nach mó ná 15 % d'ionsú speictream na rinne buaice an diall idir na speictrim ag na pointí uile a bhreathnaítear.

Mura gcomhlíontar ceann amháin de na critéir sin, níor deimhníodh go bhfuil an anailít ann.

7.2. In-atrialltacht

An difríocht idir torthaí dhá chinntiúchán chomhthreomhara arna ndéanamh ar an sampla céanna, ní mór gan í a bheith níos mó ná:

- 15 % i gcoibhneas leis an luach is airde i gcás ina mbeidh an cion ampróiliam ó 25 mg/kg go 500 mg/kg,
- 75 mg/kg i gcás cion ampróiliam idir 500 mg/kg agus 1 000 mg/kg,
- 7,5 % i gcoibhneas leis an luach is airde i gcás ina mbeidh cion ampróiliam níos mó ná 1 000 mg/kg.

7.3. Aisghabháil

Aisghabháil 90 % ar a laghad a bheidh ann i gcás sampla (bán) treisithe.

8. Torthaí staidéir chomhoibríoch

Socraíodh staidéar comhoibríoch ina ndearnadh anailís ar thrí cinn de bheathaí éanlaithe clóis (sampla 1-3), aon bheatha mhianrach (sampla 4) agus aon réamh-mheascán (sampla 5). Tugtar na torthaí sa tábla seo a leanas:

	sampla 1 (beatha bhán)	sampla 2	sampla 3	sampla 4	sampla 5
L	14	14	14	14	15
n	56	56	56	56	60
meán[mg/kg]	–	45,5	188	5 129	25 140
s _r [mg/kg]	–	2,26	3,57	178	550
CV _r [%]	–	4,95	1,90	3,46	2,20
s _R [mg/kg]	–	2,95	11,8	266	760
CV _R [%]	–	6,47	6,27	5,19	3,00
cion ainm- niúil [mg/kg]	–	50	200	5 000	25 000
L:	an líon saotharlann				
n:	an líon luachanna aonair				
s _r :	diall caighdeánach in-atrialltachta				
CV _r :	comhéifeacht athrúcháin in-atrialltachta				
s _R :	diall caighdeánach in-atáirgtheachta				
CV _R :	comhéifeacht athrúcháin in-atáirgtheachta				

9.
- Barúlacha
- 9.1.
- Má tá tiaimín sa sampla, tagann ann don bhuaic tiaimín sa chrómatagram go gairid roimh an mbuaic ampróiliam. De réir an mhodha sin, ní mór ampróiliam agus tiaimín a dheighilt. Mura ndéantar an t-ampróiliam agus an tiaimín a dheighilt leis an gcolún (pointe 4.1.1) a úsáidtear sa mhodh sin, déan suas le 50 % de chuid aicéitinítríle an phas ghluaistigh (pointe 3.6) a athsholáthar le meatánól.
- 9.2.
- De réir *British Pharmacopoeia*, léiríonn speictream an tuaslagáin ampróiliam (c = 0,02 mol/l) in aigéad hidreaclórach (c = 0,1 mol/l) uasmhéideanna ag 246 nm agus 262 nm. Is éard a bheidh san ionsú 0,84 ag 246 nm agus 0,80 ag 262 nm.
- 9.3.
- Ní mór an t-eastóscán a chaolú leis an bpas gluaisteach i gcónaí, toisc go bhféadfadh athrú mór teacht ar thréimhse choinneála na buaice ampróiliam ina mhalairt de chás, i ngeall ar athruithe ar an neart ianach.

I. NARASIN A CHINNEADH

Tá an cion naraisine le cinneadh tríd:

-
- an modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicideastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicideastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardtheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht (LC-MS/MS), nó
-
- an modh dá bhforáiltear le EN ISO 14183 Beatha ainmhithe – Cion monainsine, naraisine agus salanaimícine a chinneadh – Modh leachtchrómatagrafach ina n-úsáidtear díorthúchán iarcholúin

J. NIOCARBAISIN A CHINNEADH

Tá an cion niocarbaisine le cinneadh tríd:

-
- an modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicideastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicideastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardtheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht (LC-MS/MS), nó

- an modh dá bhforáiltear le EN 15782 Beatha ainmhithe – Cion niocarbaíne a chinneadh – Modh leachtchrómatagrafach ardfheidhmíochta.

K. DÉ-COICIÓNÁIT A CHINNEADH

Tá an cion dé-coicínáite le cinneadh tríd:

- an modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicid eastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicid eastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardfheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht (LC-MS/MS), nó
- an modh dá bhforáiltear le EN ISO 16162 Beatha ainmhithe – Dé-coicínáit a chinneadh trí HPLC le brath fluaraiseachta.

L. MONAINSIN A CHINNEADH

Tá an cion monainsine le cinneadh tríd:

- an modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicid eastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicid eastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardfheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht Tandaim (LC-MS/MS), nó
- an modh dá bhforáiltear le EN ISO 14183 Beatha ainmhithe – Cion monainsine, naraíne agus salanaimícine a chinneadh – Modh leachtchrómatagrafach ina n-úsáidtear díorthúchán iarcholúin.

M. SALANAIMÍCIN A CHINNEADH

Tá an cion salanaimícine le cinneadh tríd:

- an modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicid eastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicid eastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardfheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht (LC-MS/MS), nó
- an modh dá bhforáiltear le EN ISO 14183 Beatha ainmhithe – Cion monainsine, naraíne agus salanaimícine a chinneadh – Modh leachtchrómatagrafach ina n-úsáidtear díorthúchán iarcholúin.

N. SEAMDARAIMÍCIN A CHINNEADH

Tá an cion seamdaramicín le cinneadh tríd:

- an modh anailíse dá bhforáiltear le EN 17299 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Scagthástáil agus cinneadh ar choicid eastait údaraithe ar leibhéal breiseáin agus ar leibhéal traséillithe 1 % agus 3 %, agus ar choicid eastait neamhchláraithe agus ar antaibheathach amháin ar leibhéal fo-bhreiseáin, i mbeatha chumaisc trína mbrath trí Chrómatagrafaíocht Leachta Ardfheidhmíochta in éineacht le Mais-Speictriméadracht (LC-MS/MS), nó
- an modh dá bhforáiltear le EN 16158 16158 Beatha ainmhithe – Cion seamdaramicín a chinneadh – Modh leachtchrómatagrafach ina n-úsáidtear cur chuige crann-anailíse.

O. CAIGHDEÁIN EN

Chun Airteagal 34 (2) (a) de Rialachán (AE) 2017/625 a chur i bhfeidhm, tá na caighdeáin EN seo a leanas ábhartha:

EN ISO 30024 Beatha ainmhithe – Gníomhaíocht fíotáise a chinneadh

EN 17050 Beatha ainmhithe – modhanna samplála agus anailíse – Iaidín i mbeatha ainmhithe a chinneadh trí ICP-MS

EN 17550 Beatha ainmhithe: caraitéanóidigh i mbeatha chumaisc ainmhithe agus i réamh-mheascáin a chinneadh trí leachtchrómatagrafaíocht ardfheidhmíochta maille le brath UV (HPLC-UV)

EN 15784 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – *Bacillus* spp toimhdean a bhrath agus a áireamh

EN 15785 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – *Bifidobacterium* spp a leithlisiú agus a áireamh

EN 15786 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – *Pediococcus* spp a bhrath agus a áireamh

EN 15787 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – *Lactobacillus* spp. a úsáidtear mar bhreiseán beathaithe a bhrath agus a áireamh

EN 15788 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – *Enterococcus* (*E. faecium*) spp. a úsáidtear mar bhreiseán beathaithe a bhrath agus a áireamh

EN 15789 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – *Saccharomyces cerevisiae* a úsáidtear mar bhreiseán beathaithe a bhrath agus a áireamh

EN 15510 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cailciam, sóidiam, fosfar, maignéisiam, potaisiam, iarann, sinc, copar, mangainéis, cóbalt, molaibdéineam agus luaidhe a chinneadh trí ICP-AES (chun anailís a dhéanamh ar chóbalt agus molaibdéineam mar bhreiseáin bheathaithe)

EN 15621 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cailciam, sóidiam, fosfar, maignéisiam, potaisiam, sulfar, iarann, sinc, copar, mangainéis agus cóbalt a chinneadh tar éis díleá faoi bhrú trí ICP-AES (chun anailís a dhéanamh ar chóbalt mar bhreiseán beathaithe)

EN 16159 Beatha ainmhithe — Seiléniam a chinneadh trí speictriméadracht ionsú adamhaigh le giniúint hidríd (HGAAS) tar éis díleá micreathonnach (díleá le 65 % aigéad nítreach agus 30 % sárocsaíd hidrigine) (chun anailís a dhéanamh ar sheiléniam mar bhreiseán beathaithe)

EN 17053: Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse - Riandúile, trom-mhiotail agus dúile eile a chinneadh i mbeatha trí ICP-MS (ilmhodha) (chun anailís a dhéanamh ar chóbalt, molaibdéineam agus seiléniam mar bhreiseáin bheathaithe)

—

IARSCRÍBHINN V

IARSCRÍBHINN V

MODHANNA ANAILÍSE CHUN RIALÚ A DHÉANAMH AR SHUBSTAINTÍ NEAMH-INMHIANAITHE I mBEATHA

A. LEIBHÉIL DÉ-OCSAINÍ (PCDD/PCDF) AGUS PCBanna A CHINNEADH

CAIBIDIL I

MODHANNA SAMPLÁLA AGUS LÉIRMHÍNITHE AR THORTHÁÍ ANAILÍSE

1. Raon feidhme agus sainmhínithe

Na samplaí atá beartaithe chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar na leibhéil débheinsi-p-dé-ocsainí polaclóirínithe (PCDDanna) agus débheinsafúrán polaclóirínithe (PCDFanna), débheiniú polaclóirínithe (PCBanna) de chineál dé-ocsaine ⁽¹⁾ agus PCBanna neamh-dhé-ocsaineacha i mbeatha, tógfar iad i gcomhréir le forálacha Iarscríbhinn I. Cuirfear i bhfeidhm na ceanglais chainníochtúla i ndáil leis an rialú ar shubstaintí nó táirgí arna ndáileadh go haonfhoirmeach ar fud na beatha dá bhforáiltear i bpointe 5.1. d'Iarscríbhinn I. Samplaí comhiomlána a fhaightear dá réir sin, breithneofar iad a bheith ionadaíoch ar na luchtóga nó na fo-luchtóga as a dtógtar iad. Bunófar comhlíontacht leis na huasleibhéil a leagtar síos le Treoir 2002/32/CE ar bhonn na leibhéil a chinntear sna samplaí saotharlainne.

Chun críocha na Coda seo, beidh feidhm ag na sainmhínithe a leagtar síos in Iarscríbhinn I a ghabhann le Rialachán Cur Chun Feidhme (AE) 2021/808 ón gCoimisiún ⁽²⁾.

I dteannta na sainmhínithe sin, beidh feidhm ag na sainmhínithe seo a leanas chun críoch na Coda seo:

⁽¹⁾ Tábla TEF (= Fachtóirí Tocsaineachta Coibhéis) i gcás PCDDanna, PCDFanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine: WHO-TEFanna le haghaidh measúnú riosca don duine bunaithe ar chonclúidí shainchruinníú na saineolaithe de chuid na hEagraíochta Domhanda Sláinte (WHO) – an Chláir Idirnáisiúnta um Shábháilteacht Cheimiceach (IPCS) a tionóladh sa Ghinéiv i Meitheamh 2005 (Martin van den Berg et al. 2005, The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds [Atmheastóireacht 2005 na hEagraíochta Domhanda Sláinte ar Fhachtóirí Tocsaineacha Coibhéisí Daonna agus Mamacha do Dhé-ocsainí agus Comhdhúile Dhé-ocsainiúla]. *Toxicological Sciences* 93(2), 223–241 (2006)).

Comhaicmeach	Luach TEF	Comhaicmeach	Luach TEF
Débheinsi-p-dé-ocsainí polaclóirínithe ('PCDDanna') agus débheinsafúrán pholaclóirínithe ('PCDFanna')		PCBanna 'dé-ocsainiúla'	
2,3,7,8-TCDD	1	PCBanna neamhortacha + PCBanna mona-ortacha	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCBanna neamhortacha	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0003
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,03
OCDD	0,0003	PCBanna mona-ortacha	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,00003
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	PCB 114	0,00003
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	PCB 118	0,00003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,00003
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,00003
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,00003
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00003
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,00003
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0003		

Giorrúcháin a úsáidtear: 'T' = teitrea; 'Pe' = peinti; 'Hx' = heicsea; 'Hp' = heiptea; 'O' = ochta; 'CDD' = clóraibeinsó-dé-ocsain; 'CDF' = clóraibeinsafúrán; 'CB' = clóraidhéheinil.

⁽²⁾ Rialachán Cur Chun Feidhme (AE) 2021/808 ón gCoimisiún an 22 Márta 2021 maidir le modhanna anailíse a fheidhmiú i leith iarmhair substaintí atá gníomhach ó thaobh na cógaseolaíochta de agus a úsáidtear i mbia-ainmhíthe agus maidir le torthaí a léirmhíniú agus freisin maidir leis na modhanna atá le húsáid le haghaidh samplála agus lena n-aisghairtear Cinntí 2002/657/CE agus 98/179/CE (IO L 180, 21.5.2021, lch. 84).

Ciallaíonn ‘modhanna scagthástála’ modhanna a úsáidtear chun na samplaí sin, lena ngabhann leibhéil PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine atá níos mó ná na huasleibhéil nó na tairseacha gníomhaíochta, a roghnú. Beifear in ann tréchar ard costéifeachtach samplaí a dhéanamh leo, rud lena méadófar an seans go n-aimseofaí teagmhais nua lena ngabhann rioscaí arda teagmhála agus sláinte do thomhaltóirí. Beidh modhanna scagthástála bunaithe ar mhodhanna bithanailíseacha nó ar mhodhanna GC-MS. Torthaí ó shamplaí a sháraíonn an scoithluach a úsáidtear chun comhlíontacht leis an uasleibhéal a sheiceáil, fíorófar iad trí athanailís iomlán ón sampla bunaidh agus úsáid á baint as modh deimhniúcháin.

Ciallaíonn ‘modhanna deimhniúcháin’ modhanna lena soláthraítear faisnéis iomlán nó faisnéis chomhlántach lenar féidir débheinsi-p-dé-ocsainí polaclóirínithe agus débheinséafúráin pholaclóirínithe agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a shainaithint agus a chainníochtú ar an uasleibhéal nó i gcás inar gá ag an tairseach gníomhaíochta. Le modhanna den sórt sin, úsáidtear crómatagrafaíocht gháis in éineacht le mais-speictriméadracht ardaifeach (GC-HRMS) nó crómatagrafaíocht gháis in éineacht le mais-speictriméadracht sraithe (GC-MS/MS).

2. Comhlíontacht na luchtóige nó na fo-luchtóige leis an uasleibhéal

2.1. A mhéid a bhaineann le PCBanna neamh-dhé-ocsaineacha

Comhlíonann an luchtóg nó an fho-luchtóg an t-uasleibhéal mura bhfuil an toradh anailíse le haghaidh shuim PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 agus PCB 180 (a dtagraítear anseo feasta dóibh mar PCBanna neamh-dhé-ocsaineacha) níos mó ná an t-uasleibhéal a leagtar síos le Treoir 2002/32/CE, agus an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe á cur san áireamh ⁽³⁾. Ní chomhlíonann an luchtóg nó an fho-luchtóg an t-uasleibhéal mar a leagtar síos le Treoir 2002/32/CE má tá meán dhá thoradh anailíse cuimse uachtair ⁽⁴⁾ a fhaightear ó anailís dhúblach ⁽⁵⁾, agus an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe á cur san áireamh, níos mó ná an t-uasleibhéal thar amhras réasúnach, i.e. is í an tiúchan a ndéantar anailís uirthi tar éis an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe a asbhaint a úsáidtear chun measúnú a dhéanamh ar chomhlíontacht.

Ríomhtar an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe agus úsáid á baint as fachtóir cuimsiúcháin 2 lena dtugtar leibhéal muiníne de thart ar 95 %. Tá luchtóg nó fo-luchtóg neamhchomhlíontach má tá meán na luachanna tomhaiste lúide neamhchinnteacht fhairsingithe an mheáin os cionn an uasleibhéil.

Na rialacha a luaitear sna míreanna thuas faoin bpointe seo, beidh feidhm acu maidir leis an toradh anailíse a fhaightear ón sampla le haghaidh rialú oifigiúil. I gcás anailís chun críocha an dara tuairim shaineolach nó chun críoch tagartha, beidh feidhm ag na rialacha náisiúnta.

2.2. A mhéid a bhaineann le PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine

Comhlíonann an luchtóg nó an fho-luchtóg an t-uasleibhéal más amhlaidh

- go léiríonn toradh anailíse aonair, arna déanamh trí mhodh scagthástála a bhfuil a ráta comhlíontach bréagach faoi bhun 5 %, nach bhfuil an leibhéal níos mó ná uasleibhéal PCDD/Fanna agus suim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine faoi seach a leagtar síos le Treoir 2002/32/CE,
- go léiríonn toradh anailíse aonair, arna déanamh trí mhodh deimhniúcháin, nach bhfuil an leibhéal níos mó ná uasleibhéal PCDD/Fanna agus suim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine faoi seach a leagtar síos le Treoir 2002/32/CE, agus an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe á cur san áireamh.

⁽³⁾ I gcás inarb infheidhme, leanfar na prionsabail ar a dtugtar tuairisc in Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry [Treirdhoiciméad maidir le Neamhchinnteacht Tomhais do Shaotharlanna a dhéanann Anailís PCDD/F agus PCB agus úsáid á baint as Mais-speictriméadracht Caolaithe Iseatópaigh] (https://food.ec.europa.eu/system/files/2017-05/animal-feed-guidance_document_pcdd-f_pcb_en.pdf).

⁽⁴⁾ Leis an gcoincheap ‘cuimse uachtair’, is gá an teorainn chainníochtaithe a úsáid le haghaidh rannchuidiú gach comhaicmigh neamhchainníochtaithe. Leis an gcoincheap ‘cuimse íochtair’, is gá nialas a úsáid le haghaidh rannchuidiú gach comhaicmigh neamhchainníochtaithe. Leis an gcoincheap ‘cuimse mheánach’, is gá leath na teorainn cainníochtaithe a úsáid chun rannchuidiú gach comhaicmigh neamhchainníochtaithe a ríomh.

⁽⁵⁾ Anailís dhúblach: Anailís ar leithligh ar na hanailítí i dtrácht agus úsáid á baint as an dara slánchuid den sampla homaiginithe céanna. Go ginearálta, is infheidhme na ceanglais maidir le hanailís dhúblach dá bhforáiltear in Iarscríbhinn II, Caibidil C, pointe 3. Mar sin féin, i gcás modhanna ina n-úsáidtear caighdeán inmheánach ar a bhfuil an lipéad ¹³C le haghaidh na n-anailítí ábhartha, níl gá leis an anailís dhúblach ach amháin mura bhfuil an chéad chinneadh comhlíontach. Is gá anailís dhúblach a dhéanamh chun an fhéidearthacht gur tharla traséiliú inmheánach nó gur meascadh samplaí trí thimpiste a chur as an áireamh. I gcás ina ndéanfar an anailís le linn teagmhais éillithe, féadfár deimhniú trí anailís dhúblach a fhágáil ar lár i gcás ina mbeidh na samplaí arna roghnú le haghaidh anailíse nasctha trí inrianaitheacht leis an teagmhais éillithe agus ina suífead go bhfuil an leibhéal go mór os cionn an uasleibhéil.

I gcás measúnachtaí scagthástála, bunófar scoithluach le haghaidh cinntí maidir le comhlíontacht samplaí leis na huasleibhéil arna socrú i ndáil le PCDD/Fanna, nó i ndáil leis an tsuim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine, faoi seach.

Ní chomhlíonann an luchtóg nó an fho-luchtóg an t-uasleibhéal mar a leagtar síos le Treoir 2002/32/CE má tá meán dhá thoradh anailíse cuimse uachtair ⁽⁶⁾ a fhaightear ó anailís dhúblach ⁽⁷⁾ agus úsáid á baint as modh deimhniúcháin, níos mó ná an t-uasleibhéal thar amhras réasúnach, i.e. is í an tiúchan a ndéantar anailís uirthi tar éis an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe a asbhaint a úsáidtear chun measúnú a dhéanamh ar chomhlíontacht.

Ríomhtar an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe agus úsáid á baint as fachtóir cuimsiúcháin 2 lena dtugtar leibhéal muiníne de thart ar 95 %. Tá luchtóg nó fo-luchtóg neamhchomhlíontach má tá meán na luachanna tomhaiste lúide neamhchinnteacht fhairsingithe an mheáin os cionn an uasleibhéil.

Suim neamhchinnteachtaí fairsingithe measta na dtorthaí anailíse ar leithligh ar PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine, úsáidfear í le haghaidh shuim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine.

Na rialacha a luaitear sna míreanna thuas faoin bpointe seo, beidh feidhm acu maidir leis an toradh anailíse a fhaightear ón sampla le haghaidh rialú oifigiúil. I gcás anailíse chun críoch cosanta nó tagartha, beidh feidhm ag na rialacha náisiúnta.

3. **torthaí atá níos mó ná na tairseacha gníomhaíochta mar a leagtar síos in Iarscríbhinn II a ghabhann le Treoir 2022/32/CE**

Fónann tairseacha gníomhaíochta mar uirlis chun samplaí a roghnú sna cásanna sin inar gá foinse éillithe a shainaithint agus bearta a dhéanamh chun é a laghdú nó a dhíchur. Le modhanna scagthástála, bunófar na scoithluachanna is iomchuí do roghnú na samplaí sin. I gcás ina mbeidh gá le hiarrachtaí móra chun foinse a shainaithint agus chun an t-éilliú a laghdú nó a dhíchur, is iomchuí sárú na dtairseach gníomhaíochta a dheimhniú trí anailís dhúblach agus úsáid á baint as modh deimhniúcháin agus an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe á cur san áireamh ⁽⁸⁾.

CAIBIDIL II

ULLMHÚ SAMPLAÍ AGUS CEANGLAIS MAIDIR LE MODHANNA ANAILÍSE A ÚSÁIDTEAR CHUN RIALÚ OIFIGIÚIL A DHÉANAMH AR LEIBHÉIL DÉ-OCSEINÍ (PCDD/Fanna) AGUS PCBanna DE CHINEÁL DÉ-OCSEINÍ I MBEATHA

1. **Raon feidhme**

Na ceanglais a leagtar amach sa Chaibidil seo, cuirfear i bhfeidhm iad i gcás ina ndéantar anailís ar bheatha chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar leibhéil PCDD/Fanna 2,3,7,8-mhalartaithe agus PCBanna de chineál dé-ocsaine agus a mhéid a bhaineann le hullmhú samplaí agus ceanglais anailíseacha chun críoch rialála eile, lena n-áirítear na rialuithe a dhéanann an t-oibreoir gnólachta beatha chun comhlíontacht le forálacha Rialachán (CE) Uimh. 183/2005 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle a áirithiú ⁽⁹⁾.

Féadfar dhá chineál éagsúla modhanna anailíse a úsáid chun faireachán a dhéanamh ar láithreach PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine i mbeatha:

- ⁽⁶⁾ Leis an gcoincheap 'cuimse uachtair', is gá an teorainn chainníochtaithe a úsáid le haghaidh rannchuidiú gach comhaicmigh neamhchainníochtaithe leis an gCoibhéis Thocsaineach (TEQ). Leis an gcoincheap 'cuimse íochtair', is gá nialas a úsáid le haghaidh rannchuidiú gach comhaicmigh neamhchainníochtaithe le TEQ. Leis an gcoincheap 'cuimse mheánach', is gá leath na teorainn cainníochtaithe a úsáid chun rannchuidiú gach comhaicmigh neamhchainníochtaithe le TEQ a ríomh.
- ⁽⁷⁾ Go ginearálta, is infheidhme na ceanglais maidir le hanailís dhúblach dá bhforáiltear in Iarscríbhinn II, Caibidil C, pointe 3. Mar sin féin, i gcás modhanna deimhniúcháin ina n-úsáidtear caighdeán inmheánach ar a bhfuil an lipéad ¹³C le haghaidh na n-anailítí ábhartha, níl gá leis an anailís dhúblach ach amháin mura bhfuil an chéad chinneadh comhlíontach. Is gá anailís dhúblach a dhéanamh chun an fhéidearthacht gur tharla traséiliú inmheánach nó gur meascadh samplaí trí thimpiste a chur as an áireamh. I gcás ina ndéantar an anailís le linn teagmhas éillithe, féadfar deimhniú trí anailís dhúblach a fhágáil ar lár i gcás ina mbeidh na samplaí arna roghnú le haghaidh anailíse nasctha trí inrianaitheacht leis an teagmhas éillithe agus ina suífear go bhfuil an leibhéal go mór os cionn an uasleibhéil.
- ⁽⁸⁾ Míniúcháin agus ceanglais maidir le hanailís dhúblach chun rialú a dhéanamh ar thairseacha gníomhaíochta atá comhionann lena bhfuil i bhfónta 5 i gcás uasleibhéil.
- ⁽⁹⁾ Rialachán (CE) Uimh. 183/2005 ó Pharlaimint na hEorpa agus ón gComhairle an 12 Eanáir 2005 lena leagtar síos na ceanglais i ndáil le sláinte agus beatha ainmhithe (IO L 35, 8.2.2005, lch. 1).

(a) *Modhanna scagthástála*

Is é is sprioc do mhodhanna scagthástála na samplaí sin lena ngabhann leibhéil PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine atá níos mó ná na huasleibhéil nó na tairseacha gníomhaíochta a roghnú. Áiríteofar tréachur ard costéifeachtach samplaí leis na modhanna scagthástála, lena méadófar dá réir an seans go n-aimseofaí teagmhais nua lena ngabhann rioscaí arda teagmhála agus sláinte do thomhaltóirí. Féachfar le torthaí comhlíontacha bréagacha a sheachaint lena gcur i bhfeidhm. D'fhéadfadh modhanna bithanailíseacha nó modhanna GC-MS a bheith iontu.

Cuireann modhanna scagthástála an toradh anailíse i gcomparáid le scoithluach, lena soláthraítear cinneadh maidir le cé acu a sháraítear nó nach sáraítear an t-uasleibhéil nó an tairseach ghníomhaíochta. Is trí mhodh deimhniúcháin a chinnfear nó a dheimhneofar tiúchan PCDD/Fanna agus suim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine i samplaí a bhfuil amhras ann nach bhfuil siad comhlíontach leis an uasleibhéil.

Ina theannta sin, d'fhéadfadh modhanna scagthástála léiriú a thabhairt ar leibhéil PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine atá sa sampla. I gcás ina gcuirfear modhanna scagthástála bithanailíseacha i bhfeidhm, sloinntear an toradh mar Choibhéisí Bithanailíseacha (BEQ), agus i gcás ina gcuirfear modhanna GC-MS fisiceimiceacha i bhfeidhm, sloinntear mar Choibhéisí Thocsaineach (TEQ) é. Torthaí modhanna scagthástála a léirítear go huimhriúil, tá siad oiriúnach chun comhlíontacht nó neamhchomhlíontacht amhrasta nó sárú ar thairseacha gníomhaíochta a léiriú agus tugann siad tásc ar an raon leibhéil i gcás ina ndéanfar bearta leantacha trí mhodhanna deimhniúcháin. Níl siad oiriúnach chun críoch eile amhail meastóireacht a dhéanamh ar leibhéil chúlra, meastachán a dhéanamh ar iontógaíl, treochtaí ama sna leibhéil a leanúint ná athmheastóireacht a dhéanamh ar thairseacha gníomhaíochta agus uasleibhéil.

(b) *Modhanna deimhniúcháin*

Le modhanna deimhniúcháin is féidir PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine i sampla a shainaithint agus a chainníochtú gan amhras agus soláthraítear faisnéis iomlán ar an leibhéil comhaicmeach aonair. Dá bhrí sin, leis na modhanna sin is féidir rialú a dhéanamh ar uasleibhéil agus tairseacha gníomhaíochta, lena n-áirítear deimhniú torthaí a fhaightear trí mhodhanna scagthástála. Thairis sin, féadfar úsáid a bhaint as torthaí chun críoch eile amhail leibhéil ísle chúlra san fhaireachán ar bheatha a chinneadh, treochtaí ama a leanúint, measúnú a dhéanamh ar nochtadh agus bunachar sonraí a chruthú chun athmheastóireacht fhéideartha a dhéanamh ar thairseacha gníomhaíochta agus uasleibhéil. Tá siad tábhachtach freisin chun patrúin chomhaicmigh a bhunú chun foinse éillithe fhéideartha a shainaithint. Úsáidtear GC-HRMS i modhanna den sórt sin. Chun comhlíontacht nó neamhchomhlíontacht leis an uasleibhéil a chinneadh, is féidir GC-MS/MS a úsáid freisin.

2. **Cúlra**

Chun tiúchaintí TEQ a ríomh, déanfar tiúchaintí na substaintí aonair i sampla ar leith a iolrú faoina bhFachtóir Tocsaineachta Coibhéisí (TEF) féin (féach fonóta 1 de Chaibidil I) agus a shuimiú ina dhiaidh sin chun an tiúchan iomlán de chomhdhúile de chineál dé-ocsaine a thabhairt arna sloinneadh mar TEQanna.

Chun críocha Chuid A seo, ciallaíonn an teorainn chainníochtaithe shonrach a nglactar léi i gcás comhaicmeach aonair an cion is ísle den anailít is féidir a thomhas le cinnteacht staidrimh réasúnta, a chomhlíonann na critéir sainitheantais mar a thuairiscítear i gcaighdeáin a aithnítear go hidirnáisiúnta, mar shampla, i gcaighdeán EN 16215:2012 (Beatha ainmhithe - Dé-ocsainí agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a chinneadh trí GC-HRMS agus PCBanna táscaire a chinneadh trí GC-HRMS) agus/nó i modhanna EPA 1613 agus 1668 arna n-athbhreithniú.

Féadfar teorainn chainníochtaithe comhaicmigh aonair a shainaithint mar na nithe seo a leanas:

- tiúchan anailíte san eastóscán ó shampla a tháirgeann freagairt ionstraime ag dhá ian éagsúla ar a bhfuil faireachán le déanamh le cóimheas S/N (comhartha le fuaim) 3:1 i gcás an chomhartha sonraí loma nach bhfuil chomh dian céanna; nó
- más amhlaidh ar chúiseanna teicniúla nach soláthraítear torthaí iontaofa leis an ríomh comhartha le fuaim, an pointe tiúchana is ísle ar chuar calabrúcháin lena dtugtar diall inghlactha ($\leq 30\%$) agus comhsheasmhach (arna thomhas ar a laghad ag tús agus deireadh sraithe anailísí samplaí) ón meánfhachtóir freagartha coibhneasta arna ríomh le haghaidh gach pointe ar an gcuair calabrúcháin i ngach sraith samplaí. Ríomhtar an teorainn chainníochtaithe (LOQ) ón bpointe tiúchana is ísle agus aisghabháil caighdeán inmheánach agus iontógaíl an tsampla á gcur san áireamh.

Ní sholáthróidh modhanna scagthástála bithanailíseacha torthaí ar leibhéal an chomhaicmigh, ach tabharfaidh siad táscair (¹⁰) ar leibhéal TEQ, arna shloinneadh in BEQ chun a aithint go bhféadfadh sé nach ndéanfaidh gach comhdhúil a fhaightear in eastóscán samplach agus a tháirgeann freagairt sa tástáil ceanglais uile phrionsabal TEQ a chomhlíonadh.

Ní fhéadfar modhanna scagthástála agus deimhniúcháin a chur i bhfeidhm chun rialú a dhéanamh ar mhaistrís áirithe ach amháin má tá na modhanna íogair go leordhóthanach chun leibhéil a bhrath go hiontaofa ag an tairseach gníomhaíochta nó ar an uasleibhéal.

3. Ceanglais dearbhaithe cáilíochta

- 3.1. Déanfar bearta chun traséiliú a sheachaint ag gach céim den nós imeachta samplála agus anailíse.
- 3.2. Déanfar na samplaí a stóráil agus a iompar i gcoimeádáin ghloine, alúmanaim, pholapróipiléine nó phoileitiléine atá oiriúnach le haghaidh stórála gan aon tionchar ar leibhéil PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine sna samplaí. Bainfear rianta deannaigh páipéir de choimeádán an tsampla.
- 3.3. Stórálfar agus iomprófar sampla ar bhealach a gcoinníonn sláine an tsampla beatha ar bun.
- 3.4. A mhéid is ábhartha, déanfar gach sampla saotharlainne a mheilt go mín agus a mheascadh go maith trí úsáid a bhaint as próiseas ar léiríodh go mbaintear homaiginiú iomlán amach leis (meilte chun go rachaidh sé trí chriathar 1 mm, mar shampla). Triomófar samplaí sula meilfear iad má bhíonn an cion taise ró-ard.
- 3.5. Déanfar rialú ar imoibrithe, earraí gloine agus trealamh i ndáil le tionchar féideartha ó thorthaí bunaithe ar TEQ nó BEQ.
- 3.6. Déanfar banchinneadh tríd an nós imeachta anailíse iomlán a dhéanamh ach an sampla a fhágáil ar lár agus é sin amháin.
- 3.7. I gcás modhanna bithanailíseacha, déanfar na hearraí gloine agus na tuaslógóirí uile a úsáidtear san anailís a thástáil chun a shuí go bhfuil siad saor ó chomhdhúile a chuireann isteach ar bhrath na gcomhdhúil sprice sa raon oibre. Déanfar earraí gloine a shruthlú le tuaslógóirí nó a théamh ag teochtaí atá oiriúnach chun rianta PCDD/Fanna, comhdhúil de chineál dé-ocsaine agus comhdhúil trasnaíochta a bhaint dá ndromchla.
- 3.8. Caimníocht an tsampla a úsáidtear le haghaidh eastóscadh, beidh sí leordhóthanach chun na ceanglais a chomhlíonadh maidir le raon oibre sách íseal lena n-áirítear tiúchaintí na n-uasleibhéil nó na tairisí gníomhaíochta.
- 3.9. Na nósanna imeachta sonracha um shamplaí a ullmhú a úsáidtear le haghaidh na dtáirgí i dtrácht, leanfaidh siad treoirlínte a nglactar leo go hidirnáisiúnta, i.e. EN ISO 6498.

4. Ceanglais maidir le saotharlanna

- 4.1. I gcomhréir le forálacha Rialachán (AE) Uimh. 2017/625, beidh saotharlanna arna gcreidiúnú ag comhlacht aitheanta a oibríonn i gcomhréir le Treoir ISO/IEC 58 chun a áirithiú go bhfuil dearbhú cáilíochta anailíse á chur i bhfeidhm acu. Beidh saotharlanna creidiúnaithe de réir chaighdeán EN ISO/IEC 17025. Leanfar na treoirlínte ar a dtugtar tuairisc sa Treoirlínte Teicniúla maidir le meastachán a dhéanamh ar neamhchinnteacht tomhais agus teorainneacha cainníochtaithe le haghaidh anailís ar PCDD/F agus PCB (¹¹).
- 4.2. Cruthófar ábaltacht saotharlainne trí rannpháirtíocht rathúil leanúnach i staidéir idirshaotharlainne chun PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a chinneadh i maitrísí beatha agus raonta tiúchana ábhartha.

(¹⁰) Ní bhaineann modhanna bithanailíseacha go sonracha leis na comhaicmigh sin a áirítear i scéim TEF. D'fhéadfadh comhdhúile AhR-ghníomhacha eile atá gaolmhar ó thaobh struchtúir de a bheith san eastóscán samplach a rannchuidíonn leis an bhfreagairt fhoriomlán. Dá bhrí sin, ní féidir torthaí bithanailíseacha a bheith ina meastachán ar leibhéal TEQ sa sampla, ach léiriú ar an leibhéal sin is ea iad.

(¹¹) *Guidance Document on Measurement Uncertainty for Laboratories performing PCDD/F and PCB Analysis using Isotope Dilution Mass Spectrometry* (Treoir dhoiciméad maidir le Neamhchinnteacht Tomhais do Shaotharlanna a dhéanann Anailís PCDD/F agus PCB agus úsáid á baint as Mais-speictriméadracht Caolaithe Iseatópaigh) (https://food.ec.europa.eu/system/files/2017-05/animal-feed-guidance_document_pcdd-f_pcb_en.pdf), *Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food* (Treoir dhoiciméad maidir le Teorainn Bhraite agus Teorainn Chainníochtaithe a Mheas i gcás Tomhais i Réimse na nÉilleán i mBeatha agus i mBia) (https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf).

- 4.3. Saotharlanna a chuireann modhanna scagthástála i bhfeidhm chun gnáthrialú a dhéanamh ar shamplaí, bunóidh siad dlúthchomhar le saotharlanna a chuireann an modh deimhniúcháin i bhfeidhm, chun cáilíocht a rialú agus chun toradh anailíse samplaí amhrasta a dheimhniú araon.
5. **Buncheanglais atá le comhlíonadh trí nós imeachta anailíse um dhé-ocsainí (PCDD/Fanna) agus PCBanna de chineál dé-ocsaine**
- 5.1. *Raon íseal oibre agus teorainneacha cainníochtaithe*
- I gcás PCDD/Fanna, beidh cainníochtaí inbhraite sa raon uachtair feimteagram (10^{-15} g) i ngeall ar fhíorthocsaineacht cuid de na comhdhúile sin. I gcás an chuid is mó de chomhaicmigh PCB, is leormhaith cheana féin teorainn chainníochtaithe sa raon nanagram (10^{-9} g) Chun tomhas a dhéanamh ar chomhaicmigh PCB de chineál dé-ocsaine atá níos tocsainí (go háirithe comhaicmigh mhalartaithe neamhortacha), bainfidh ceann íochtair an raoin oibre na léibhéil ísle píceagram (10^{-12} g) amach. I gcás gach comhaicmigh PCB eile, is leormhaith teorainn chainníochtaithe sa raon nanagram (10^{-9} g).
- 5.2. *Roghnaíocht (sainiúlacht) ard*
- 5.2.1. Is gá idirdhealú a dhéanamh idir PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine agus iliomad comhdhúl eile a chomh-eastósctar agus a d'fhéadfadh a bheith ina gcomhdhúile trasnaíochta a fhaightear ag tiúchaintí suas le roinnt oird méadaíochta níos airde ná tiúchaintí na n-anailítí i dtrácht. I gcás mhodhanna GC-MS, is gá idirdhealú a dhéanamh idir comhaicmigh éagsúla, amhail idir cinn thocsaineacha (na 17 PCDD/F 2,3,7,8-mhalartaithe agus an 12 PCB de chineál dé-ocsaine, mar shampla) agus comhaicmigh eile.
- 5.2.2. Beidh modhanna bithanailíseacha in ann na sprioc-chomhdhúile a bhrath mar shuim PCDD/Fanna agus/nó PCBanna de chineál dé-ocsaine. Beidh sé d'aidhm ag glantachán an tsampla comhdhúile is cúis le torthaí neamhchomhlíontacha bréagacha nó comhdhúile a d'fhéadfadh an fhreagairt a laghdú, rud is cúis le torthaí comhlíontacha bréagacha, a bhaint.
- 5.3. *Ardchruinneas (fíre agus beachtas, gnóthú dealraitheach bithmheasúnachta)*
- 5.3.1. I gcás mhodhanna GC-MS, soláthróidh an cinntiúchán meastachán bailí ar an bhfíorthiúchan i sampla. Tá ardchruinneas ag teastáil ionas nach ndiúltófar toradh anailíse ar shampla ar bhonn drochiontaofacht leibhéal TEQ arna chinneadh. Déantar cruinneas a shloinneadh mar *fhíre* (an difríocht idir an meánluach a thomhaistear le haghaidh anailíse in ábhar deimhnithe agus a luach deimhnithe, arna sloinneadh mar chéatadán den luach sin) agus mar *bheachtas* (RSD_R diall caighdeánach coibhneasta a ríomhtar ó thorthaí arna nginiúint faoi dhálaí in-atáirgtheachta).
- 5.3.2. I gcás modhanna bithanailíseacha, déanfar an gnóthú dealraitheach bithmheasúnachta a chinneadh. Ciallaíonn gnóthú dealraitheach bithmheasúnachta leibhéal BEQ arna ríomh ó chuar calabrucháin TCDD nó PCB 126 arna cheartú i leith an bháinchinnidh agus arna roinnt ansin ar leibhéal TEQ arna chinneadh tríd an modh deimhniúcháin. Is é is aidhm dó fachtóirí amhail caillteanas PCDD/Fanna agus comhdhúl de chineál dé-ocsaine le linn na gcéimeanna eastósctha agus glantacháin, méadú nó laghdú freagartha ag comhdhúile comh-eastósctha (éifeachtaí agónaitheacha agus freasúla), cáilíocht na cuaroiriúna, nó difríochtaí idir luachanna TEF agus luachanna Neartúlachta Coibhéisí (REP) a cheartú. Déantar an gnóthú dealraitheach bithmheasúnachta a ríomh ó shamplaí tagartha oiriúnacha a bhfuil patrúin chomhaicmigh ionadaíocha acu timpeall an leibhéil spéise.
- 5.4. *Bailíochtú i raon an uasleibhéil agus bearta rialaithe cáilíochta ginearálta*
- 5.4.1. Léireoidh saotharlanna feidhmíocht mhodha i raon an uasleibhéil, mar shampla 0,5x, 1x agus 2x an uasleibhéil ag a bhfuil comhéifeacht athrúcháin inghlactha le haghaidh anailís atriallta, le linn an nós imeachta bailíochtúcháin agus le linn gnáthanailíse.
- 5.4.2. Déanfar cóimheastóirí caocha agus turgnaimh spíceála nó anailís ar shamplaí cóimheasa (ábhar tagartha deimhnithe is fearr, más infhaighte) go tráthrialta mar bhearta rialaithe cáilíochta inmheánacha. Cairteacha rialaithe cáilíochta le haghaidh cóimheastóirí caocha, turgnaimh spíceála nó anailís ar shamplaí cóimheasa, taifeadfar agus seiceálfar iad chun a áirithiú go bhfuil an feidhmiú anailíseach i gcomhréir leis na ceanglais.

5.5. *Teorainn chainníochtaithe*

5.5.1. I gcás modh scagthástála bithanailíseach, ní ceanglas fíor-riachtanach é teorainn chainníochtaithe (LOQ) a bhunú ach cruthófar leis an modh gur féidir idirdhealú a dhéanamh idir an banchinneadh agus an scoithluach leis. I gcás ina soláthrófar leibhéal BEQ, bunófar leibhéal tuairiscithe chun déileáil le samplaí a léiríonn freagairt faoi bhun an leibhéil sin. Léireofar go bhfuil an leibhéal tuairiscithe trí oiread níos difriúla, ar a laghad, ó shamplaí bána nós imeachta, agus freagairt faoi bhun an raoin oibre ann. Ríomhfar é dá bhrí sin ó shamplaí ina bhfuil thart ar an íosleibhéal sprioc-chomhdhúl is gá, agus ní ó chóimheas S/N ná banchinneadh.

5.5.2. Thart ar aon chúigiú den uasleibhéal a bheidh in LOQ i gcás modh deimhniúcháin.

5.6. *Critéir anailíse*

Chun torthaí iontaofa a fháil le modhanna deimhniúcháin nó scagthástála, comhlíonfar na critéir seo a leanas laistigh de raon uasleibhéal luach TEQ nó BEQ, faoi seach, cibé acu a chinntítear iad mar TEQ iomlán nó BEQ iomlán (mar shuim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine) nó ar leithligh i gcás PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine.

	Scagthástáil trí mhodhanna bithanailíseacha nó fisiceimiceacha	Modhanna deimhniúcháin
Ráta comhlíontach bréagach (*)	< 5 %	
Fíre		– 20 % go + 20 %
In-atriallacht (RSD _i)	< 20 %	
Beachtas idirmheánach (RSD _R)	< 25 %	< 15 %

(*) Maidir leis na huasleibhéil.

5.7. *Ceanglais shonracha maidir le modhanna scagthástála*

5.7.1. Féadfar GC-MS agus modhanna bithanailíseacha araon a úsáid le haghaidh scagthástála. I gcás mhodhanna GC-MS, comhlíonfar na ceanglais a leagtar síos i bpointe 6. I gcás modhanna bithanailíseacha cillbhunaithe, leagtar síos ceanglais shonracha i bpointe 7.

5.7.2. Saotharlanna a chuireann modhanna scagthástála i bhfeidhm chun gnáthrialú a dhéanamh ar shamplaí, bunóidh siad dlúthchomhar le saotharlanna a chuireann an modh deimhniúcháin i bhfeidhm.

5.7.3. Is gá fíorú feidhmíochta a dhéanamh ar an modh scagthástála le linn gnáthanailíse, trí rialú cáilíochta anailíse agus bailíochtú leanúnach modha. Beidh clár leanúnach ann chun rialú a dhéanamh ar thorthaí comhlíontacha.

5.7.4. Seiceáil an bhfuil sochtadh féideartha ar an bhfreagairt cheallach agus cíteatocsaineacht ann:

Déanfar 20 % de na heastóscáin shamplacha a thomhas le linn gnáth-scagthástála nach gcuirtear agus a gcuirtear 2,3,7,8-TCDD leo a chomhfhreagraíonn don uasleibhéal nó don tairseach gníomhaíochta, chun a sheiceáil an amhlaidh go bhféadfadh an fhreagairt a bheith sochta ag substaintí trasnaíochta atá san eastóscán samplach. Cuirfear tiúchan thomhaiste an tsampla spíceáilte i gcomparáid le suim thiúchan an eastóscáin neamhspeiceáilte móide an tiúchan spíceála. Más mó an tiúchan thomhaiste sin ná 25 % níos ísle ná an tiúchan (an tsuim) ríofa, léiríonn sé sin go bhféadfadh sochtadh comhartha a bheith ann agus cuirfear an sampla faoi réir anailís deimhniúcháin GC-HRMS. Déanfar faireachán ar thorthaí i gcairteacha rialaithe cáilíochta.

5.7.5. Rialú cáilíochta ar shamplaí comhlíontacha:

Is trí GC/HRMS a dheimhneofar thart ar 2 go 10 % de na samplaí comhlíontacha, ag brath ar an maitrís shamplach agus ar thaithí na saotharlainne.

5.7.6. Rátaí comhlíontacha bréagacha a chinneadh ó shonraí rialaithe cáilíochta:

Cinnfear an ráta torthaí comhlíontacha bréagacha ón scagthástáil ar shamplaí faoi bhun an uasleibhéil nó na tairisí gníomhaíochta agus os a gcionn. Beidh rátaí comhlíontacha bréagacha iarbhrí faoi bhun 5 %. I gcás ina mbeidh 20 toradh deimhnithe ar a laghad in aghaidh na maitrise/an ghrúpa maitrise ar fáil ón rialú cáilíochta ar shamplaí comhlíontacha, tiocfar ar chonclúidí ón mbunachar sonraí sin maidir leis an ráta comhlíontach bréagach. Na torthaí ó shamplaí a ndéantar anailís orthu i dtástálacha idirshaotharlainne nó le linn teagmhais éillithe, lena gcumhdaítear raon tiúchana suas le 2x an uasleibhéil (ML) mar shampla, féadfar iad sin a áireamh freisin san íoslíon 20 toradh chun meastóireacht a dhéanamh ar an ráta comhlíontach bréagach. Cumhdófar leis na samplaí na patrúin chomhaicmigh is minice a fheictear, arb as foinsí éagsúla iad.

Cé gur fearr go bhféachfaidh measúnachtaí scagthástála le samplaí a sháraíonn an tairseach gníomhaíochta a bhrath, is é an t-uasleibhéil an critéar le haghaidh rátaí comhlíontacha bréagacha a chinneadh, agus neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe an mhodha deimhniúcháin á cur san áireamh.

5.7.7. Déanfar samplaí neamhchomhlíontacha ionchasacha ón scagthástáil a fhíorú i gcónaí trí athanailís iomlán a dhéanamh ar an sampla bunaidh le modh anailíse deimhniúcháin. Féadfar na samplaí sin a úsáid freisin chun meastóireacht a dhéanamh ar an ráta torthaí neamhchomhlíontacha bréagacha. I gcás modhanna scagthástála, is é bheidh sa ráta torthaí neamhchomhlíontacha bréagacha an codán de thorthaí a dheimhnítear a bheith comhlíontach trí anailís deimhniúcháin ach a dearbhaíodh i scagthástáil roimhe sin ar an sampla go bhféadfaidís a bheith neamhchomhlíontach. Beidh meastóireacht ar bhuntáistí an mhodha scagthástála bunaithe ar chomparáid idir samplaí neamhchomhlíontacha bréagacha agus an líon iomlán samplaí a seiceáladh. Beidh an ráta sin íseal a dhóthain chun go mbeidh sé buntáisteach uirlis scagthástála a úsáid.

5.7.8. Faoi choinníollacha bailíochtúcháin, soláthróidh modhanna bithanailíseacha tásca bailí ar leibhéal TEQ, arna ríomh agus arna shloinneadh mar BEQ.

I gcás modhanna bithanailíseacha freisin arna ndéanamh faoi choinníollacha atriailta, bheadh RSD_r idirshaotharlainne ní ba lú de ghnáth ná faoi choinníollacha in-atáirgtheachta (RSD_R).

6. **Ceanglais shonracha maidir le modhanna GC-MS atá le comhlíonadh chun críoch scagthástála nó deimhniúcháin**

6.1. *Difríochtaí inghlactha idir torthaí WHO-TEQ cuimse uachtair agus cuimse íochtair*

Ní bheidh an difríocht idir toradh anailíse cuimse uachtair agus toradh anailíse cuimse íochtair níos mó ná 20 % chun a dheimhniú go sáraítear an t-uasleibhéil nó i gcás ina mbeidh gá le tairseacha gníomhaíochta.

6.2. *Aisghabhálacha a rialú*

6.2.1. Déanfar caighdeán inmheánacha PCDD/F 2,3,7,8-clóirín-mhalartaithe a mbeidh lipéad ^{13}C orthu agus caighdeán inmheánacha PCB de chineál dé-ocsaine a mbeidh lipéad ^{13}C orthu a chur leis ag fíorthús an mhodha anailíse, e.g. roimh an eastóscadh chun an nós imeachta anailíse a fhíorú. Cuirfear leis comhaicmeach amháin ar a laghad le haghaidh gach ceann de na grúpaí homalógacha teitrea- go hochtaclóirínithe i gcás PCDD/Fanna agus comhaicmeach amháin ar a laghad le haghaidh gach ceann de na grúpaí homalógacha i gcás PCBanna de chineál dé-ocsaine (de rogha air sin, comhaicmeach amháin ar a laghad le haghaidh gach feidhme taifeadta buaiceanna il-ian ar mhais-speictriméadar a úsáidtear chun faireachán a dhéanamh ar PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine). I gcás modhanna deimhniúcháin, úsáidfear gach ceann de na 17 gcaighdeán inmheánacha PCDD/F 2,3,7,8-malartaithe a bhfuil lipéad ^{13}C orthu agus gach ceann den 12 chaighdeán inmheánacha PCB de chineál dé-ocsaine a bhfuil lipéad ^{13}C orthu.

6.2.2. Déanfar fachtóirí freagartha coibhneasta a chinneadh freisin le haghaidh na gcomhaicmeach sin nach ndéantar aon analóg a bhfuil lipéad ^{13}C uirthi a chur leo trí thuaslagáin chalabhrúcháin iomchuí a úsáid.

6.2.3. I gcás beatha de thionscnamh plandúil agus beatha de thionscnamh ainmhíoch ina bhfuil cion saille is lú ná 10 %, beidh sé éigeantach na caighdeán inmheánacha a chur léi roimh an eastóscadh. I gcás beatha de thionscnamh ainmhíoch ina bhfuil cion saille is mó ná 10 %, cuirfear na caighdeán inmheánacha léi roimh an eastóscadh saille nó ina dhiaidh. Déanfar bailíochtú iomchuí ar an éifeachtúlacht eastósctha, ag brath ar an gcéim ina dtugtar caighdeán inmheánacha isteach.

6.2.4. Roimh anailís GC-MS, cuirfear caighdeán (ionadach) aisghabhála nó dhá chaighdeán (ionadacha) aisghabhála léi.

6.2.5. Is gá rialú a dhéanamh ar aisghabháil. I gcás modhanna deimhniúcháin, beidh aisghabhálacha na gcaighdeán inmheánach aonair laistigh de raon 60 go 120 %. Aisghabhálacha níos ísle nó níos airde i gcás comhaicmigh aonair, go háirithe roinnt débheinsi-p-dé-ocsainí agus débheinséafúrín heiptea- agus octaclóirínithe, beidh siad inghlactha ar choinníoll nach gcuireann siad níos mó ná 10 % de luach iomlán TEQ le luach TEQ (bunaithe ar shuim PCDD/F agus PCBanna de chineál dé-ocsaine). I gcás modhanna scagthástála GC-MS, beidh na haisghabhálacha laistigh de raon 30 go 140 %.

6.3. *Substaintí trasnaíochta a bhaint*

- PCDD/Fanna a dheighilt ó chomhdhúile clóirínithe trasnaíochta amhail PCBanna de chineál dé-ocsaine agus éitir dhéheinile chlóirínithe, déanfar trí theicnící crómatagrafacha oiriúnacha iad (agus is fearr go ndéanfar le colún flórasaile, alúmana agus/nó carbóin iad).
- Beidh deighilt isiméirí trí chrómatagrafaíocht gháis < 25 % ó bhuaic go buaic idir 1,2,3,4,7,8-HxCDF agus 1,2,3,6,7,8-HxCDF.

6.4. *Calabhrúchán le cuar caighdeánach*

Le raon an chuaisir calabhrúcháin cumhdófar raon ábhartha an uasleibhéil nó na dtairseach gníomhaíochta.

6.5. *Ceanglais shonracha maidir le modhanna deimhniúcháin*

- I gcás GC-HRMS:

In HRMS, de ghnáth bíonn an taifeach níos mó ná 10 000 nó cothrom leis don mhaisraon iomlán de réir 10 % de ghleann.

Critéir bhreise sainaitheantais agus deimhniúcháin a chomhlíonadh mar a thuairiscítear i gcaighdeán a aithnítear go hidirnáisiúnta, mar shampla, i gcaighdeán EN 16215:2012 (Beatha ainmhithe – Dé-ocsainí agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a chinneadh trí GC-HRMS agus PCBanna táscaire a chinneadh trí GC-HRMS) agus/nó i modhanna EPA 1613 agus 1668 arna n-athbhreithniú.

- I gcás GC-MS/MS:

Faireachán a dhéanamh ar dhá mháthair-ian shonracha ar a laghad, a mbeidh ian táirge trasdula comhfhreagrach sonrach amháin ag gach ceann díobh i gcás gach anailíte lipéadaithe agus neamhlipéadaithe faoi raon na hanailíse.

Uasleibhéal ceadaithe lamhálaís déine ian coibhneasta $\pm 15\%$ i ndáil le hian táirge trasdula roghnaithe i gcomparáid le luachanna ríofa nó tomhaiste (an meán ó chaighdeán chalabhrúcháin), agus coinníollacha mais-speictriméadrachta sraithe comhionanna á gcur i bhfeidhm, go háirithe fuinneamh imbhualte agus brú gáis imbhualte, i gcás gach trasdula d'anailít.

Tá taifeach gach anailíseora cheathairpholaigh le socrú sa chaoi go bhfuil sé cothrom leis an taifeach aonaid maise nó níos fearr ná an taifeach sin (taifeach aonaid maise: taifeach atá leordhóthanach chun dhá bhuaic a bhfuil aonad maise amháin eatarthu a dheighilt ó chéile) chun íoslaghdú a dhéanamh ar thrasnaíochtaí féideartha ar na hanailítí i dtrácht.

Na critéir bhreise a chomhlíonadh mar a thuairiscítear i gcaighdeán a aithnítear go hidirnáisiúnta, mar shampla, i gcaighdeán EN 16215:2012 (Beatha ainmhithe - Dé-ocsainí agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a chinneadh trí GC-HRMS agus PCBanna táscaire a chinneadh trí GC-HRMS) agus/nó i modhanna EPA 1613 agus 1668 arna n-athbhreithniú, cé is moite den oibleagáid GC-HRMS a úsáid.

7. *Ceanglais shonracha maidir le modhanna bithanailíseacha*

Is éard is modhanna bithanailíseacha ann modhanna bunaithe ar úsáid prionsabal bitheolaíoch amhail measúnachtaí cillbhunaithe, measúnachtaí nascachta idir gabhdóir agus liogann nó imdhíon-mheasúnachtaí. Leis an bpointe seo bunaítear ceanglais maidir le modhanna bithanailíseacha i gcoitinne.

Is éard a dhéantar i bprionsabal le modh scagthástála sampla a aicmiú mar shampla comhlíontach nó mar shampla a bhfuil amhras ann go bhfuil sé neamhchomhlíontach. Chuige sin, cuirtear leibhéal BEQ ríofa i gcomparáid leis an scoithluach (féach pointe 7.3). Dearbhaítear samplaí faoi bhun an scoithluacha mar shamplaí comhlíontacha; samplaí atá os cionn an scoithluacha nó cothrom leis, tá amhras ann go bhfuil siad neamhchomhlíontach agus is gá anailís a dhéanamh orthu trí modh deimhniúcháin. Sa chleachtas, leibhéal BEQ a chomhfhreagraíonn do dhá thrían den uasleibhéal, d'fhéadfadh sé feidhmiú mar scoithluach ar choinníoll go n-áiríthítear ráta comhlíontach bréagach faoi bhun 5 % agus ráta inghlactha le haghaidh torthaí neamhchomhlíontacha bréagacha. Ós rud é go bhfuil uasleibhéil ar leithligh ann do PCDD/Fanna agus do shuim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine, tá scoithluachanna bithmheasúnachta iomchuí le haghaidh PCDD/Fanna ag teastáil chun seiceáil a dhéanamh ar chomhlíontacht samplaí gan chodánúchán. Chun samplaí a sháraíonn na tairseacha gníomhaíochta a sheiceáil, beidh céatadán iomchuí den tairseach gníomhaíochta faoi seach oiriúnach mar scoithluach.

Má dhéantar leibhéal tásach a shloinneadh in BEQanna, beidh torthaí sampla laistigh den raon oibre agus beidh siad níos mó ná an teorainn tuairiscithe (féach pointí 7.1.1 agus 7.1.6).

7.1. Meastóireacht ar an bhfreagairt tástála

7.1.1. Ceanglais ghinearálta

- I gcás ina mbeidh na tiúchaintí ó chuar calabhrúcháin TCDD á ríomh, beidh athrúcháin níos airde le sonrú sna luachanna ag ceann ard an chuair (ard-chomhéifeacht athrúcháin (CV)). Is é an raon oibre an t-achar ina bhfuil an CV sin níos lú ná 15 %. Socrófar ceann íochtair an raoin oibre (an teorainn tuairiscithe) ag méid atá trí oiread níos airde, ar a laghad, ná na samplaí bána nós imeachta. Is é atá i gceann uachtair an raoin oibre de ghnáth luach EC₇₀ (70 % den uastiúchan éifeachtach), ach luach is ísle ná sin má tá CV níos airde ná 15 % sa raon sin. Bunófar an raon oibre le linn bailíochtú. Beidh scoithluachanna (féach pointe 7.3) achar maith laistigh den raon oibre.
- Déanfar tástáil faoi thrí nó tástáil dhúblach ar a laghad ar thuaslagáin chaighdeánacha agus eastóscáin shamplacha. I gcás ina mbeidh dúblaigh á n-úsáid, tuaslagán caighdeánach nó eastóscán rialaithe arna thástáil i gceithre nó sé cinn de thoibreacha arna roinnt ar an bpláta, soláthróidh sé freagairt nó tiúchan (nach féidir ach amháin sa raon oibre) bunaithe ar CV < 15 %.

7.1.2. Calabhrú

7.1.2.1. Calabhrúcháin le cuar caighdeánach

- Déanfar meastachán ar leibhéil i samplaí tríd an bhfreagairt tástála a chur i gcomparáid le cuar calabhrúcháin TCDD (nó PCB 126 nó meascán caighdeánach PCDD/PCDF/PCB de chineál dé-ocsaine) chun leibhéal BEQ san eastóscán agus ina dhiaidh sin sa sampla a chinneadh.
- Beidh idir 8 agus 12 thiúchan (in anailísí dúblacha ar a laghad) i gcuar calabhrúcháin, agus beidh tiúchaintí leordhóthanacha ag ceann íochtair an chuair (an raon oibre). Tabharfar aird ar leith ar cháilíocht an chuair-oiriúnaithe sa raon oibre. Dá réir sin, is beag an luach atá ag R², nó níl aon luach aige, chun meastachán a dhéanamh ar fheabhas oiriúna i gcúlchéimniú neamhlíneach. Bainfear oiriúint níos fearr amach trí íoslaghdú a dhéanamh ar an difríocht idir leibhéil ríofa agus bhreathnaithe i raon oibre an chuair, trí shuim chearnóga na n-iarmhar a íoslaghdú mar shampla.
- Déanfar an leibhéal measta san eastóscán samplach a cheartú ina dhiaidh sin i leith leibhéal BEQ arna ríomh le haghaidh maitrise nó banchinneadh tuaslagóra (chun go gcuirfear san áireamh eisíontais ó thuaslagóirí agus ceimiceáin a úsáidtear), agus i leith an ghnóthaithe dhealraithe (arna ríomh ó leibhéal BEQ samplaí tagartha oiriúnacha ina bhfuil patrúin chomhaicmigh ionadaíocha timpeall an uasleibhéil nó na tairsí gníomhaíochta). Chun ceartú aisghabhála a dhéanamh, beidh an aisghabháil dhealraitheach laistigh den raon is gá (féach pointe 7.1.4). Samplaí tagartha a úsáidtear le haghaidh ceartú aisghabhála, comhlíonfaidh siad na ceanglais a leagtar síos i bpointe 7.2.

7.1.2.2. Calabhrúcháin le samplaí tagartha

De rogha air sin, cuar calabhrúcháin arna ullmhú ó cheithre shampla tagartha ar a laghad (féach pointe 7.2.4): féadfar úsáid a bhaint as banchinneadh maitrise amháin, móide trí shampla tagartha ag 0,5x, 1x agus 2x an uasleibhéil nó na tairsí gníomhaíochta, rud a chuirfidh deireadh leis an ngá le ceartúcháin a dhéanamh i leith banchinnidh agus aisghabhála más ionann airíonna maitrise na samplaí tagartha agus airíonn maitrise na samplaí anaithnid. Sa chás sin, féadfar an fhreagairt tástála a chomhfhreagraíonn do dhá thrían an uasleibhéil (féach pointe 7.3) a ríomh go díreach ó na samplaí sin a úsáid mar scoithluach. Chun samplaí a sháraíonn na tairseacha gníomhaíochta a sheiceáil, beidh céatadán iomchuí de na tairseacha gníomhaíochta sin oiriúnach mar scoithluach.

7.1.3. PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a chinneadh ar leithligh

Féadfar eastóscáin a roinnt ina gcodáin ina bhfuil PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine, rud a fhágann gur féidir léiriú ar leithligh a thabhairt ar PCDD/Fanna agus leibhéil TEQ PCB de chineál dé-ocsaine (in BEQ). Úsáidfear cuar calabhrúcháin caighdeánach PCB 126 go fabhrach chun meastóireacht a dhéanamh ar thorthaí le haghaidh an chodáin ina bhfuil PCBanna de chineál dé-ocsaine.

7.1.4. Gnóthuithe dealraitheacha bithmheasúnachta

Déanfar an 'gnóthú dealraitheach bithmheasúnachta' a ríomh ó shamplaí tagartha oiriúnacha a bhfuil patrúin chomhaicmigh ionadaíocha acu timpeall an uasleibhéil spéise nó na tairisí gníomhaíochta uasta agus a shloinntear mar chéatadán leibhéil BEQ i gcomparáid le leibhéil TEQ. Ag brath ar an gcineál measúnachta agus ar an gcineál TEFanna ⁽¹²⁾ a úsáidtear, is féidir leis na difríochtaí idir tosca TEF agus REP maidir le PCBanna de chineál dé-ocsaine a bheith ina gcúis le gnóthaithe dealraitheacha ísle le haghaidh PCBanna de chineál dé-ocsaine i gcomparáid le PCDD/Fanna. Dá bhrí sin, má dhéantar PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a chinneadh ar leithligh, beidh na gnóthaithe dealraitheacha bithmheasúnachta: le haghaidh PCBanna de chineál dé-ocsaine idir 20 % agus 60 %, i gcás PCDD/Fs 50 % go 130 % (tá feidhm ag raonta maidir le cuar calabrúcháin TCDD). Ós rud é gur féidir le rannchuidiú PCBanna de chineál dé-ocsaine le suim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a bheith éagsúil idir maitrisí agus samplaí éagsúla, léirítear na raonta sin leis an méid a chuireann PCBanna de chineál dé-ocsaine le suim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine agus beidh sé idir 30 % agus 130 %. Maidir le haon impleacht a bhaineann le luachanna TEF arna n-athbhreithniú go substaintiúil le haghaidh reachtaíocht an Aontais maidir le PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine, is gá athbhreithniú a dhéanamh ar na raonta sin.

7.1.5. Gnóthaithe a rialú maidir le glantachán

Déanfar caillteanas na gcomhdhúl le linn an ghlantacháin a sheiceáil le linn an bhailíochtaithe. Cuirfear sampla bán spéiceáilte le meascán de na comhaicmigh éagsúla isteach le glanadh ($n = 3$ ar a laghad) agus déanfar an aisghabháil agus an inathraitheacht a sheiceáil le modh deimhniúcháin. Beidh an gnóthú laistigh de 60 % go 120 % go háirithe i gcás comhaicmigh a chuireann níos mó ná 10 % le leibhéil TEQ i meascáin éagsúla.

7.1.6. Teorainn tuairiscithe

Agus leibhéil BEQ á dtuairisciú, cinnfear teorainn tuairiscithe ó shamplaí maitrise ábhartha lena mbaineann patrúin chomhaicmigh thipiciúla, ach ní ó chuar calabrúcháin na gcaighdeán mar gheall ar bheachtas íseal i raon níos ísle an chuair. Cuirfear éifeachtaí ó eastóscadh agus glantachán san áireamh. Socrófar an teorainn tuairiscithe ag méid atá trí oiread níos airde, ar a laghad, ná na samplaí bána nós imeachta.

7.2. Úsáid samplaí tagartha

7.2.1. Is éard a bheidh i gceist le samplaí tagartha maitris shamplach, patrúin chomhaicmigh agus raonta tiúchana le haghaidh PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine timpeall an uasleibhéil nó na tairisí gníomhaíochta.

7.2.2. Beidh bánchinneadh maitrise, agus i gcás nach féidir é sin a dhéanamh, áireofar nós imeachta bán, agus sampla tagartha ag an uasleibhéil nó an tairseach gníomhaíochta i ngach sraith tástála. Déanfar na samplaí sin a eastóscadh agus a thástáil an tráth céanna faoi choinníollacha comhionanna. Taispeánfaidh an sampla tagartha freagairt atá ardaithe go soiléir i gcomparáid leis an sampla bán, lena n-áiríteofar oiriúnacht na tástála dá réir sin. Féadfar na samplaí sin a úsáid le haghaidh ceartúcháin fholmha agus cheartúcháin aisghabhála.

7.2.3. Beidh na samplaí tagartha a roghnófar chun ceartúcháin aisghabhála a dhéanamh ionadaíoch do na samplaí tástála, rud a chiallaíonn go bhféadfadh sé nach mbeadh gannmheastachán ar leibhéil mar thoradh ar phatrúin chomhaicmigh.

7.2.4. Samplaí tagartha breise ag e.g. 0,5x agus 2x, féadfar an t-uasleibhéil nó an tairseach gníomhaíochta a áireamh chun feidhmíocht heart na tástála a léiriú sa raon spéise chun an t-uasleibhéil nó an tairseach gníomhaíochta a rialú. Agus iad comhcheangailte, féadfar na samplaí sin a úsáid chun leibhéil BEQ a ríomh i samplaí tástála (féach pointe 7.1.2.2).

7.3. Scoithluachanna a chinneadh

Bunófar an caidreamh idir torthaí bithanailíseacha in BEQ agus torthaí ón modh deimhniúcháin in TEQ, mar shampla trí thurgnaimh chalabrúcháin mhaitrismheaitseáilte, ina mbeidh samplaí tagartha spéiceáilte ag 0, 0,5x, 1x agus 2x an ML, le 6 athrá ar gach leibhéil ($n = 24$). Féadfar meastachán a dhéanamh ar fhachtóirí ceartúcháin (bán agus aisghabháil) ón gcaidreamh sin ach déanfar iad a sheiceáil i gcomhréir le pointe 7.2.2.

⁽¹²⁾ Tá na ceanglais atá i bhfeidhm faoi láthair bunaithe ar na TEFanna a fhoilsítear in: M. Van den Berg et al, Toxicol Sci 93 (2), 223–241 (2006).

Bunófar scoithluachanna le haghaidh cinntí maidir le comhlíontacht samplaí le huasleibhéil nó chun tairseacha gníomhaíochta a rialú, más ábhartha, de réir na n-uasleibhéil nó na tairisí gníomhaíochta faoi seach a shocraítear do PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine amháin, nó do shuim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine. Is é an chríochphointe *níos ísle* de dháileadh na dtorthaí bithanailíseacha (arna cheartú le haghaidh torthaí bána agus aisghabhála) a chomhfhreagraíonn do theorainn chinnidh an mhodha deimhniúcháin bunaithe ar leibhéil muiníne 95 %, rud a thugann le tuiscint go bhfuil ráta bréagach comhlíontach < 5 %, agus ar RSD_R < 25 %. Is í teorainn chinnidh an mhodha deimhniúcháin an t-uasleibhéil, agus an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe á cur san áireamh.

Féadfar an scoithluach (in BEQ) a ríomh i gcomhréir le ceann de na cuir chuige a leagtar amach i bpointí 7.3.1, 7.3.2 agus 7.3.3. (féach Fíor 1).

7.3.1. An banda *níos ísle* den eatramh tuartha 95 % a úsáid ag teorainn chinnidh an mhodha deimhniúcháin

$$\text{Scoithluach} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - s_{y,x} \times t_{\alpha, f = m-2} \sqrt{1/n + 1/m + (x_1 - \bar{x})^2 / Q_{xx}}$$

ag a bhfuil:

BEQ_{DL}	BEQ a chomhfhreagraíonn do theorainn chinnidh an mhodha deimhniúcháin, arb é an t-uasleibhéil é agus an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe á cur san áireamh
$s_{y,x}$	diall caighdeánach iarmharach
$t_{\alpha, f = m-2}$	fachtóir na mac léinn ($\alpha = 5 \%$, $f =$ céimeanna saoirse, aontaobhach)
m	an líon iomlán pointí calabrúcháin (innéacs j)
n	an líon athrá ar gach leibhéil
x_i	tiúchan shamplach (in TEQ) de phointe calabrúcháin i arna chinneadh trí mhodh deimhniúcháin
$\bar{x}$	meán comhchruinnithe (in TEQ) na samplaí calabrúcháin uile
$Q_{xx} = \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2$	paraiméadar na suime cearnaí, $i =$ innéacs le haghaidh pointe calabrúcháin i

7.3.2. Ríomh ó thorthaí bithanailíseacha (ceartaithe le haghaidh torthaí bána agus aisghabhála) ilanailís ar shamplaí ($n > 6$) atá éillithe ag teorainn chinnidh an mhodha deimhniúcháin, mar chríochphointe *níos ísle* dháileadh na sonraí ag an meánluach comhfhreagrach BEQ:

$$\text{Scoithluach} = \text{BEQ}_{\text{DL}} - 1,64 \times \text{SD}_R$$

ag a bhfuil:

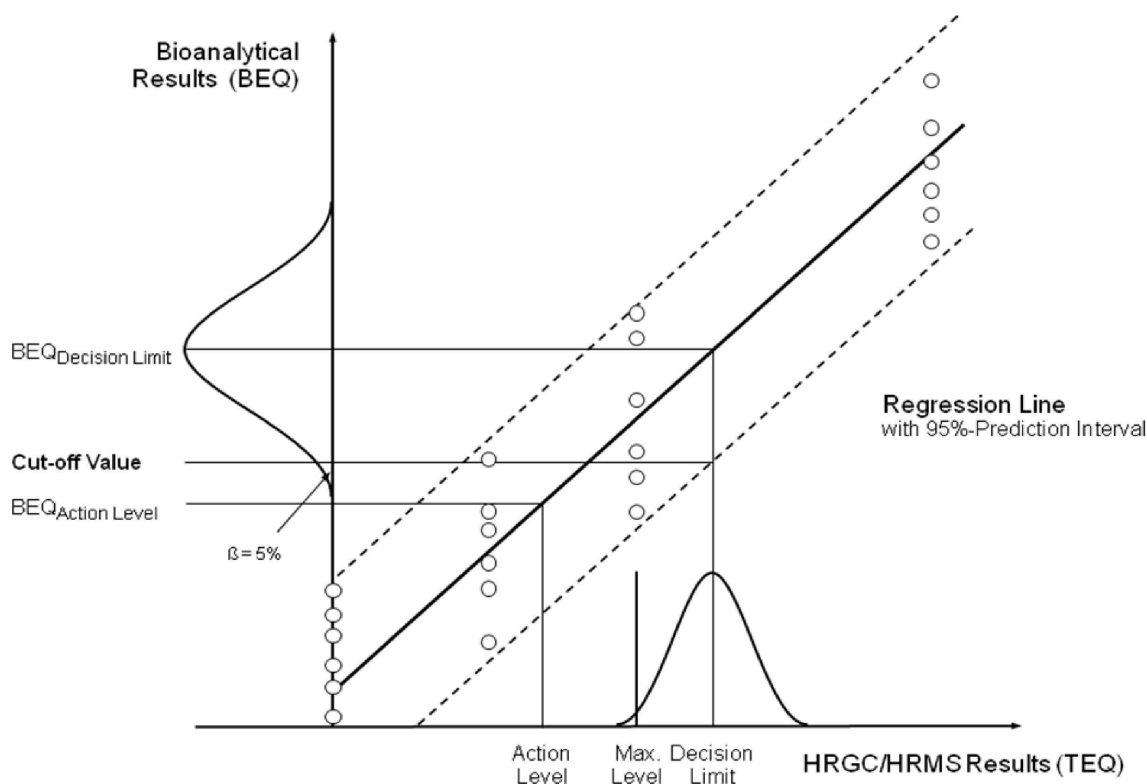
SD_R	diall caighdeánach na dtorthaí bithmheasúnachta ag BEQ_{DL} , arna dtomhas faoi choinníollacha in-atáirgtheachta lasmuigh den tsaotharlann
---------------	--

7.3.3. Ríomh mar mheánluach na dtorthaí bithanailíseacha (in BEQ, ceartaithe le haghaidh bán agus aisghabhála) ó ilanailís ar shamplaí ($n > 6$) atá éillithe ag dhá thrian den uasleibhéil nó den tairseach ghníomhaíochta, bunaithe ar an mbreathnóireacht go mbeidh an leibhéil sin thart ar an luach scoite a chinntear i bpointe 7.3.1 nó pointe 7.3.2:

Ríomh na scoithluachanna bunaithe ar leibhéil muiníne 95 %, rud a thugann le tuiscint go bhfuil ráta bréagach comhlíontach < 5 %, agus ar RSD_R < 25 %:

- (1) ón mbanda *níos ísle* den eatramh tuartha 95 % ag teorainn chinnidh an mhodha deimhniúcháin.
- (2) ó ilanailís ar shamplaí ($n > 6$) atá éillithe ag teorainn chinnidh an mhodha deimhniúcháin, mar chríochphointe *níos ísle* dháileadh na sonraí (arna léiriú i bfhigiúr 1 le cuar clogchruthach) ag an meánluach comhfhreagrach BEQ.

Fíor 1



7.3.4. Sriannta ar scoithluachanna:

D'fhéadfadh sé go mbeadh scoithluachanna bunaithe ar BEQ arna ríomh ón RSD_R a baineadh amach le linn an bhailíochtaithe agus úsáid á baint as líon teoranta samplaí le patrúin mhaitrise/chomhaicmigh dhifriúla níos airde ná na huasleibhéil nó na tairseacha gníomhaíochta bunaithe ar TEQ mar gheall ar bheachtas níos fearr ná mar is féidir a bhaint amach i ngnáthchúrsa nuair is gá speictream anaithnid de phatrúin chomhaicmigh fhéideartha a rialú. Sna cásanna sin, déanfar scoithluachanna a ríomh ó $RSD_R = 25\%$, nó is fearr dhá thrían den uasleibhéal nó den tairseach ghníomhaíochta.

7.4. Saintréithe feidhmíochta

- 7.4.1. Ós rud é nach féidir aon chaighdeáin inmheánacha a úsáid i modhanna bithanailíseacha, déanfar tástálacha ar in-atriallacht modhanna bithanailíseacha chun faisnéis a fháil maidir leis an diall caighdeánach laistigh den tsraith tástála agus idir an tsraith tástála. Beidh an in-atriallacht faoi bhun 20 % agus beidh an in-atáirgtheacht laistigh den tsaotharlann faoi bhun 25 %. Beidh sé sin bunaithe ar na leibhéil arna ríomh in BEQ tar éis ceartúchán bán agus ceartúchán aisghabhála.
- 7.4.2. Mar chuid den phróiseas bailíochtaithe, taispeánfar go ndéanann an tástáil idirdhealú idir sampla bán agus leibhéal ag an luach scoite, rud a fhágann gur féidir samplaí os cionn an scoithluacha chomhfhreagraigh a shainnithint (féach pointe 7.1.2).
- 7.4.3. Sainmhíneofar comhdhúile sprice, trasnaíochtaí féideartha agus uasleibhéil fholmha infhulaingthe.
- 7.4.4. Ní fhéadfaidh diall caighdeánach faoin gcéad sa fhreagairt nó sa tiúchan arna ríomh ó fhreagairt (i raon oibre amháin) cinnidh thrípháirtigh eastóscáin shamplaigh a bheith os cionn 15 %.
- 7.4.5. Úsáidfear torthaí neamhcheartaithe an tsampla/na samplaí tagartha arna sloinneadh in BEQ (bán agus ag an uasleibhéal nó an tairseach ghníomhaíochta) chun meastóireacht a dhéanamh ar fheidhmíocht an mhodha bhithanailísigh thar thréimhse ama sheasta.

- 7.4.6. Cairteacha rialaithe cáilíochta le haghaidh samplaí bána nós imeachta agus gach cineál sampla tagartha, taifeadfar agus seiceálfar iad chun a áirithiú go bhfuil an feidhmiú anailíseach i gcomhréir leis na ceanglais, go háirithe maidir leis na samplaí bána nós imeachta bán i dtaca leis an difríocht íosta a iarradh le ceann íochtair an raoin oibre agus le haghaidh na samplaí tagartha maidir le hin-atáirgtheacht laistigh den tsaotharlann. Déanfar nósanna imeachta bána a rialú ar bhealach chun torthaí comhlíontacha bréagacha a sheachaint nuair a bhaintear iad.
- 7.4.7. Déanfar na torthaí ó mhodhanna deimhniúcháin na samplaí amhrasta agus idir 2 % agus 10 % de na samplaí comhlíontacha (íosmhéid de 20 sampla in aghaidh na maitrise) a bhailiú agus a úsáid chun meastóireacht a dhéanamh ar fheidhmíocht an mhodha scagthástála agus ar an gcaidreamh idir BEQ agus TEQ. Féadfar an bunachar sonraí sin a úsáid chun athmheastóireacht a dhéanamh ar na scoithluachanna is infheidhme maidir le gnáthshamplaí i gcás na maitrisí bailíochtaithe.
- 7.4.8. Is féidir feidhmiú anailíseach rathúil a léiriú freisin trí rannpháirtíocht i dtástálacha idirshaotharlainne. Na torthaí ó shamplaí a ndéantar anailís orthu i dtástálacha idirshaotharlainne, lena gcuimhdeáir raon tiúchana suas le e.g. 2x an uasleibhéil, féadfar iad sin a áireamh chun meastóireacht a dhéanamh ar an ráta comhlíontach bréagach, má tá saotharlann in ann a fheidhmíocht rathúil a léiriú. Cumhdófar leis na samplaí na patrúin chomhaicmigh is minice a fheictear, arb as foinsí éagsúla iad.
- 7.4.9. Le linn teagmhas, féadfar na luachanna a athmheastóireacht, rud a léiríonn maitrís shonrach agus patrúin chomhaicmigh an teagmhais aonair sin.

8. tuairiscíú a dhéanamh ar na torthaí

8.1. *Modhanna deimhniúcháin*

- 8.1.1. Is éard a bheidh sna torthaí anailíseacha leibhéil na gcomhaicmeach PCDD/F aonair agus PCB de chineál dé-ocsaine agus luachanna-TEQ dé-ocsaine, déanfar iad a thuairiscíú mar chomhaicmeoirí faoi cheangal íochtarach, faoi cheangal uachtarach agus faoi cheangal meánach d'fhonn uasmhéid faisnéise a áireamh i dtuairiscíú na dtorthaí agus léiriú na dtorthaí a chumasú de réir ceanglas sonrach.
- 8.1.2. Áireofar sa tuarascáil an modh a úsáidtear chun PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a eastóscadh.
- 8.1.3. Cuirfear aisghabhálacha na gcaighdeán inmheánach aonair ar fáil i gcás ina bhfuil na haisghabhálacha lasmuigh den raon dá dtagraítear i bpointe 6.2.5, i gcás ina sárófar an t-uasleibhéil (sa chás sin, na haisghabhálacha le haghaidh ceann amháin den dá anailís dhúblacha) agus i gcásanna eile arna iarraidh sin.
- 8.1.4. Ós rud é go bhfuil an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe le cur san áireamh agus cinneadh á dhéanamh maidir le comhlíontacht sampla, cuirfear an paraiméadar seo ar fáil. Dá réir sin, déanfar na torthaí anailíseacha a thuairiscíú mar 'x +/- U', inarb é 'x' an toradh anailíseach agus inarb é U an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe, agus úsáid á baint as fachtóir cuimsiúcháin 2 lena dtugtar leibhéal muiníne tuairim is 95 %. I gcás cinneadh ar leithligh maidir le PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine, suim neamhchinnteacht fhairsingithe mheasta na dtorthaí anailíse ar leithligh ar PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine, úsáidfeadh í le haghaidh shuim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine.
- 8.1.5. Sloinnfear na torthaí sna haonaid chéanna agus leis an líon céanna figiúirí suntasacha ar a laghad agus atá ag na huasleibhéil a leagtar síos i dTreoir 2002/32/CE.

8.2. *Modhanna scagthástála bithanailíseacha*

- 8.2.1. Cuirfear in iúl go bhfuil toradh na scagthástála 'comhlíontach' nó go bhfuil 'amhras ann go bhfuil sé neamhchomhlíontach' ('amhrasta').
- 8.2.2. Ina theannta sin, is féidir toradh tascach a thabhairt le haghaidh PCDD/Fanna agus/nó PCBanna de chineál dé-ocsaine arna sloinneadh in BEQ, seachas in TEQ.
- 8.2.3. Déanfar samplaí a bhfuil freagra faoi bhun na teorann tuairiscithe acu a shloinneadh mar 'níos ísle ná an teorainn tuairiscithe'. Tuairisceofar samplaí le freagairt os cionn an raoin oibre mar shampla 'níos mó ná an raon oibre' agus tabharfar an leibhéal a chomhfhreagraíonn do cheann uachtair an raoin oibre in BEQ.
- 8.2.4. I gcás gach cineáil maitrise samplaí, luafar sa tuarascáil an t-uasleibhéil nó an tairseach gníomhaíochta ar a bhfuil an mheastóireacht bunaithe.

- 8.2.5. Luafar sa tuarascáil an cineál tástála a cuireadh i bhfeidhm, an bunphrionsabal tástála agus an cineál calabrúcháin.
- 8.2.6. Áireofar sa tuarascáil an modh a úsáidtear chun PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a eastóscadh.
- 8.2.7. I gcás ina bhfuil amhras ann go bhfuil samplaí neamhchomhlíontach, ní mór nóta a chur san áireamh sa tuarascáil maidir leis an mbeart atá le déanamh. Ní mór tiúchan PCDD/Fanna agus suim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine sna samplaí sin a bhfuil leibhéil arda acu a chinneadh/a dheimhniú trí mhodh deimhniúcháin.
- 8.2.8. Ní thuairisceofar torthaí neamhchomhlíontacha ach amháin ó anailís deimhniúcháin.
- 8.3. *Modhanna scagthástála fisiceimiceacha*
- 8.3.1. Cuirfear in iúl go bhfuil toradh na scagthástála ‘comhlíontach’ nó go bhfuil ‘amhras ann go bhfuil sé neamhchomhlíontach’ (‘amhrasta’).
- 8.3.2. I gcás gach cineáil maitrise samplaí, luafar sa tuarascáil an t-uasleibhéil nó an tairseach gníomhaíochta ar a bhfuil an mheastóireacht bunaithe.
- 8.3.3. Ina theannta sin, féadfar leibhéil a thabhairt le haghaidh comhaicmigh aonair PCDD/F agus/nó PCB de chineál dé-ocsaine agus luachanna TEQ a thuairiscítear mar chomhaicmigh faoi cheangal íochtarach, faoi cheangal uachtair agus faoi cheangal meánach. Sloinnfear na torthaí sna haonaid chéanna agus leis an líon céanna figiúirí suntasacha ar a laghad agus atá ag na huasleibhéil a leagtar síos i dTreoir 2002/32/CE.
- 8.3.4. Cuirfear aisghabhálacha na gcaighdeán inmheánach aonair ar fáil i gcás ina bhfuil na haisghabhálacha lasmuigh den raon dá dtagraítear i bpointe 6.2.5, i gcás ina sárófar an t-uasleibhéil (sa chás sin, na haisghabhálacha le haghaidh ceann amháin den dá anailís dhúblacha) agus i gcásanna eile arna iarraidh sin.
- 8.3.5. Luafar sa tuarascáil an modh GC-MS a cuireadh i bhfeidhm.
- 8.3.6. Áireofar sa tuarascáil an modh a úsáidtear chun PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine a eastóscadh.
- 8.3.7. I gcás ina bhfuil amhras ann go bhfuil samplaí neamhchomhlíontach, ní mór nóta a chur san áireamh sa tuarascáil maidir leis an mbeart atá le déanamh. Ní mór tiúchan PCDD/Fanna agus suim PCDD/Fanna agus PCBanna de chineál dé-ocsaine sna samplaí sin a bhfuil leibhéil arda acu a chinneadh/a dheimhniú trí mhodh deimhniúcháin.
- 8.3.8. Ní féidir cinneadh a dhéanamh faoi neamhchomhlíontacht ach amháin tar éis anailís deimhniúcháin a dhéanamh.

CAIBIDIL III

ULLMHÚ SAMPLAÍ AGUS CEANGLAIS MAIDIR LE MODHANNA ANAILÍSE A ÚSÁIDTEAR CHUN RIALÚ OIFIGIÚIL A DHÉANAMH AR LEIBHÉIL PCBanna NEAMH-DHÉ-OCSAINEACHA I mBEATHA

1. **Raon feidhme**

Na ceanglais a leagtar amach sa Chaibidil seo, cuirfear i bhfeidhm iad i gcás ina ndéanfar anailís ar bheatha chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar leibhéil PCBanna neamh-dhé-ocsaineacha agus a mhéid a bhaineann le hullmhú samplaí agus ceanglais anailíseacha chun críoch rialála eile, lena n-áirítear na rialuithe a dhéanann an t-oibreoir gnólachta beatha chun comhlíontacht le forálacha Rialachán (CE) Uimh. 183/2005 a áirithiú.

2. **Modhanna braite is infheidhme**

Crómatagrafaíocht gháis/Brath leictreonghabhála (GC-ECD), GC-LRMS, GC-MS/MS, GC-HRMS nó modhanna coibhéiseacha.

3. **Anailítí ar díol spéise iad a shainithint agus a dheimhniú**

- 3.1. Aga coinneála coibhneasta i ndáil le caighdeáin inmheánacha nó caighdeáin tagartha (diall inghlactha $\pm 0,25\%$).

3.2. Deighilt chrómatagrafach gáis ar na PCBanna neamh-dhé-ocsaineacha ó shubstaintí trasnaíochta, go háirithe PCBanna comh-ionnaltá, go háirithe má tá leibhéil na samplaí i raon na dteorainneacha dlíthiúla agus má tá neamhchomhlíontacht le deimhniú ⁽¹³⁾.

3.3. Ceanglais maidir le teicnící GC-MS

Faireachán a dhéanamh ar an líon ian móilíneach nó na hiain shainiúla seo a leanas ar a laghad ón gcnuasach mhóilíneach:

(a) dhá ian shonracha le haghaidh HRMS;

(b) trí ian shonracha le haghaidh LRMS;

(c) dhá mháthair-ian shonracha ar a laghad, a mbeidh ian táirge trasdula comhfhreagrach sonrach amháin ag gach ceann díobh le haghaidh MS-MS.

Uaslamhálaí cheadaithe le haghaidh cóimheasa flúirse i gcás píosaí maise roghnaithe:

Diall coibhneasta an chóimheasa flúirse de phíosaí maise roghnaithe ó fhluirse theoiriciúil nó ó chaighdeán calabrúcháin don sprioc-ian (a ndéantar faireachán ar an ian is flúirsí) agus d'ian diagnóiseach/ian dhiagnóiseacha: $\pm 15\%$.

3.4. Ceanglais maidir le teicnící GC-ECD

Deimhneofar torthaí a sháraíonn an t-uasleibhéal le dhá cholún GC a bhfuil céimeanna do-aistrithe de pholaraíocht éagsúil acu.

4. Léiriú ar fheidhmíocht an mhodha

Déanfar feidhmíocht an mhodha a bhailíochtú i raon an uasleibhéil (0,5 go 2 oiread an uasleibhéil) ag a bhfuil comhéifeacht athrúcháin inghlachta le haghaidh anailís atriailta (féach na ceanglais maidir le beachtas idirmheánach i bpointe 9).

5. Teorainn chainníochtaithe

Ní bheidh suim LOQanna ⁽¹⁴⁾ de PCBanna neamh-dhé-ocsaineacha níos airde ná aon trian den uasleibhéal is infheidhme maidir le PCBanna nach bhfuil de chineál dé-ocsaine ⁽¹⁵⁾.

6. Rialú cáilíochta

Rialuithe bána tráthrialta, anailís ar shamplaí spíceáilte, samplaí rialúcháin cáilíochta, rannpháirtíocht i staidéir idirshaotharlainne maidir le maitrísí ábhartha.

7. Aisghabhálacha a rialú

7.1. Úsáidfeadh caighdeán inmheánach oiriúnach a bhfuil airíonna fisiceimiceacha acu atá incomparáide le hanailít ar díol péise iad.

7.2. Caighdeán inmheánach a chur leis:

Táirgí a chur le táirgí (roimh an bpróiseas eastóscha agus glantacháin).

7.3. Ceanglais maidir le modhanna ina n-úsáidtear gach ceann de na sé chomhaicmeach PCB de chineál dé-ocsaine iseatóp-lipéadaithe:

(a) ceartófar torthaí i gcás aisghabhálacha caighdeán inmheánach;

(b) beidh aisghabhálacha caighdeán inmheánach iseatóp-lipéadaithe idir 60 % agus 120 %;

(c) glactar le haisghabhálacha níos ísle nó níos airde do chomhaicmigh aonair a chuireann le suim na PCBanna neamh-dhé-ocsainiúla faoi bhun 10 %.

⁽¹³⁾ Is minic a fhaightear go gcomh-ionnaltar comhaicmigh, mar shampla PCB 28/31, PCB 52/69 agus PCB 138/163/164. I gcás GC-MS, déanfar thrasnaíochtaí féideartha ó phíosaí de chomhaicmigh ardclóirínithe a chur san áireamh.

⁽¹⁴⁾ Leanfar na prionsabail mar a dtugtar tuairisc orthu in 'Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for Measurements in the Field of Contaminants in Feed and Food' (Treoir dhoiciméad maidir le Teorainn Bhraite agus Teorainn Chainníochtaithe a Mheas i gcás Tomhais i Réimse na nÉileán i mBeatha agus i mBia) (<https://data.europa.eu/doi/10.2787/8931>) nuair is infheidhme.

⁽¹⁵⁾ Tá sé an-inmholta rannchuidiú níos ísle a bheith ag leibhéal bán an imoibrí le leibhéal an éilleáin i sampla. Is í an tsaotharlann atá freagrach as éagsúlacht na leibhéal bán a rialú, go háirithe, má bhaintear na leibhéil fholmha.

- 7.4. Ceanglais maidir le modhanna nach n-úsáideann gach ceann de na sé chaighdeán inmheánacha iseatóp-lipéadaithe nó caighdeán inmheánacha eile:
- (a) déanfar aisghabháil caighdeán inmheánaigh/caighdeán inmheánach a rialú i gcás gach sampla;
 - (b) beidh aisghabhálacha caighdeán inmheánaigh/caighdeán inmheánach idir 60 % agus 120 %;
 - (c) ceartófar torthaí i gcás aisghabhálacha caighdeán inmheánach.
- 7.5. Déanfar aisghabhálacha na gcomhaicmeach neamhlipéadaithe a sheiceáil le samplaí spíceáilte nó le samplaí rialaithe cáilíochta ina mbeidh tiúchain i raon an uasleibhéil. Measfar go bhfuil aisghabhálacha le haghaidh na gcomhaicmeach sin inghlactha, má tá siad idir 60 % agus 120 %.

8. **Ceanglais maidir le saotharlanna**

I gcomhréir le forálacha Rialachán (AE) Uimh. 2017/625, beidh saotharlanna arna gcreidiúnú ag comhlacht aitheanta a oibríonn i gcomhréir le Treoir ISO/IEC 58 chun a áirithiú go bhfuil dearbhú cáilíochta anailíse á chur i bhfeidhm acu. Beidh saotharlanna creidiúnaithe de réir chaighdeán EN ISO/IEC 17025. Ina theannta sin, leanfar na treoirlínte ar a dtugtar tuairisc sa Treoirlínte Teicniúla maidir le meastachán a dhéanamh ar neamhchinnteacht tomhais agus teorainneacha cainníochtaithe le haghaidh anailís ar PCB ⁽¹⁶⁾.

9. **Saintréithe feidhmíochta: critéir maidir le suim PCBanna neamh-dhé-ocsaineacha ag an uasleibhéal**

	Mais-speictriméadracht caolaithe iseatópaigh (*)	Teicnící eile
Fíre	Idir – 20 agus + 20 %	Idir – 30 agus + 30 %
Beachtas idirmheánach (RSD %)	≤ 15 %	≤ 20 %
Difríocht idir ríomh uachtarach agus ríomh faoi cheangal íochtarach	≤ 20 %	≤ 20 %

(*) Gach ceann de na sé analóg ¹³lipéadaithe C-lipéadaithe a úsáid mar chaighdeán inmheánacha a éilítear

10. **Tuairisciú a dhéanamh ar na torthaí**

- 10.1. Is éard a bheidh sna torthaí anailíseacha leibhéil na PCBanna aonair nach bhfuil de chineál dé-ocsaine agus suim na gcomhaicmeach PCB sin a tuairiscíodh mar chomhaicmeoirí faoi cheangal íochtarach, faoi cheangal uachtarach agus faoi cheangal meánach d'fhonn uasmhéid faisnéise a áireamh i dtuairisciú na dtorthaí agus léiriú na dtorthaí a chumasú de réir ceanglas sonrach.
- 10.2. Áireofar sa tuarascáil an modh a úsáidtear chun PCBanna a eastóscadh.
- 10.3. Cuirfear aisghabhálacha na gcaighdeán inmheánach aonair ar fáil i gcás ina bhfuil na haisghabhálacha lasmuigh den raon dá dtagraítear i bpointe 7, i gcás ina sárófar an t-uasleibhéal agus i gcásanna eile arna iarraidh sin.
- 10.4. Ós rud é go bhfuil an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe le cur san áireamh agus cinneadh á dhéanamh maidir le comhlíontacht sampla, cuirfear an paraiméadar sin ar fáil freisin. Dá réir sin, déanfar na torthaí anailíseacha a thuairisciú mar 'x +/- U', inarb é 'x' an toradh anailíseach agus inarb é U an neamhchinnteacht tomhais fhairsingithe, agus úsáid á baint as fachtóir cuimsiúcháin 2 lena dtugtar leibhéal muiníne tuairim is 95 %.
- 10.5. Sloinnfear na torthaí sna haonaid chéanna agus leis an líon céanna figiúirí suntasacha ar a laghad agus atá ag na huasleibhéil a leagtar síos i dTreoir 2002/32/CE.

⁽¹⁶⁾ Féach fonóta 9.

B. CAIGHDEÁIN EN

Chun Airteagal 34 (2) (a) de Rialachán (AE) 2017/625 a chur i bhfeidhm, tá na caighdeáin EN seo a leanas ábhartha:

EN 17194: Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Dé-ocsainiviléanól, Aflatocsain B1, Fúmainisin B1 & B2, tocsainí T-2 & HT-2, Searailionón agus Ócratocsain A a chinneadh in ábhair bheatha agus i mbeatha chumaisc trí LC-MS/MS

EN 17270: Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Teobróimín a chinneadh in ábhair bheatha agus i mbeatha chumaisc, lena n-áirítear comhábhair a dhíorthaítear ó chócó, trí chromatagrafaíocht leachta

EN 17504 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse. Gosapól i síol cadáis agus in ábhar beatha a chinneadh trí LC-MS/MS

EN 17362 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Peinteaclóraifeanól (PCP) a chinneadh in ábhair bheatha agus i mbeatha chumaisc trí LCMS/MS

EN 16279: Beatha ainmhithe – Cion fluairíde a chinneadh tar éis cóireáil aigéid hidreaclóraigh trí mhodh leictreoidí atá íogair ó thaobh ian de (ISE)

EN 17053: Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Riandúile, trom-mhiotail agus dúile eile a chinneadh i mbeatha trí ICP-MS (ilmhodha)

EN 15550 Beatha ainmhithe – Modhanna samplála agus anailíse – Caidmiam agus luaidhe a chinneadh trí speictriméadracht ionsú adamhaigh foirnéise graifíte (GF-AAS) tar éis díleá faoi bhrú

EN 16206 Beatha ainmhithe – Arsanaic a chinneadh trí speictriméadracht ionsú adamhaigh le giniúint hidríd (HGAAS) tar éis díleá micreathonnach faoi bhrú (díleá le 65 % aigéad nítreach agus 30 % sárocsaíd hidrigine)

EN 16277 Beatha ainmhithe – Mearcair a chinneadh trí speictriméadracht ionsú adamhaigh le giniúint hidríd (CVAAS) tar éis díleá micreathonnach faoi bhrú (eastóscadh le 65 % aigéad nítreach agus 30 % sárocsaíd hidrigine)

EN 16278 Beatha ainmhithe – Arsanaic neamhorgánach a chinneadh trí speictriméadracht ionsú adamhaigh le giniúint hidríd (HG-AAS) tar éis eastóscadh micreathoinne agus scaradh trí eastóscadh pas soladach (SPE)

EN 17374 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Arsanaic neamhorgánach i mbeatha ainmhithe a chinneadh trí ainianmhalartúchán HPLC-ICP-MS¹.

IARSCRÍBHINN VI

IARSCRÍBHINN VII

AN MODH CHUN AN LUACH FUINNIMH I mBEATHA ÉANLAITHE A RÍOMH

1. Modh ríofa agus léiriú ar luach fuinnimh

Ní mór luach fuinnimh beatha cumaisc éanlaithe clóis a ríomh i gcomhréir leis an bhfoirmle seo a leanas a leagtar amach ar bhonn na gcéatadán de chomhábhair anailíseacha áirithe den bheatha. Tá an luach seo le sloinneadh i meigigiúil (MJ) d'fhuinneamh in-mheitibilíthe (ME), arna cheartú le haghaidh nítrigine, in aghaidh an chileagraim de bheatha chumaisc: $MJ/kg \text{ of ME} = 0,1551 \times \% \text{ garbhphróitéin} + 0,3431 \times \% \text{ saill gharbh} + 0,1669 \times \% \text{ stáirse} + 0,1301 \times \% \text{ méid iomlán siúcra (a shloinntear mar siúcros)}$.

2. Lamháltais is infheidhme maidir le luachanna dearbhaithe

Má léiríonn an chigireacht oifigiúil go bhfuil neamhréireacht ann (luach fuinnimh méadaithe nó laghdaithe na beatha) idir toradh na cigireachta agus an luach fuinnimh dearbhaithe, ceadófar lamháltas 0,4 MJ/kg de ME.

3. Toradh a shloinneadh

Tar éis an fhoirmle thuas a chur i bhfeidhm, ní mór an toradh a fhaightear a thabhairt d'ionad deachúlach amháin.

4. Modhanna samplála agus anailíse

Ní mór sampláil a dhéanamh ar an mbeatha chumaisc agus cion na gcomhpháirteanna anailíseacha a luaitear sa mhodh ríofa a chinneadh i gcomhréir le modhanna samplála agus modhanna anailíse an Aontais chun rialú oifigiúil a dhéanamh ar bheatha faoi seach.

Cuirfear na nithe seo a leanas i bhfeidhm:

- chun an t-ábhar saille gairbhe a chinneadh: tá nós imeachta B an mhodha chun amholáí agus amhshailte a chinneadh, a leagtar amach i gCuid G d'Iarscríbhinn III;
- chun an cion stáirse a chinneadh: an modh polaraiméadrach, a leagtar síos i gCuid K d'Iarscríbhinn III.

AN MODH CHUN AN LUACH FUINNIMH IN ÁBHAIR BHEATHA AGUS I mBEATHA CHUMAISIC LE HAGHAIDH CAT AGUS MADRAÍ A RÍOMH

Déanfar an luach fuinnimh in ábhair bheatha agus i mbeatha chumaisc le haghaidh cat agus madraí a ríomh i gcomhréir le EN 16967 Beatha ainmhithe: Modhanna samplála agus anailíse – Cothromóidí tuarthacha le haghaidh fuinneamh in-mheitibilíthe in ábhair bheatha agus i mbeatha chumaisc (bia peataí) do chait agus do mhadraí lena n-áirítear bia diaitéiteach.