

## ШИНЭЭР БАТЛУУЛАХ СТАНДАРТЫН ТАНИЛЦУУЛГА

“Хүнсний бүтээгдэхүүнд төмрийн агуулгыг тодорхойлох атом шингээлтийн спектрометрийн арга MNS GB 5009.90:2021” стандартын төслийг батлуулах саналтай байна.

Энэхүү стандартын иш таталт хийсэн эх материал нь:

- GB 5009.90-2016 Atomic absorption spectrometric method for determination of iron content in food products

Тус стандарт нь хүнсний бүтээгдэхүүнд төмрийн агууламжийг мг/л, мг/кг-аар тодорхойлно. Уг шинжилгээний аргыг үндэсний стандарт болгох үндэслэлүүд нь:

1. Хүнсний бүтээгдэхүүнд төмрийн агуулгыг тодорхойлох үндэсний стандарт байхгүй.

2. Шинээр батлуулах стандарт нь дээж бэлтгэл болон дээжийг боловсруулах 4-н төрлийн шинжилгээний аргаас сонгож хийх боломжтой, шинжилгээ явуулах нөхцөлүүдийг нарийвчилан тодорхой тусгасан.

3. APLAC PT T105 буудайн гурилны референс материал ашиглан уг стандартын дагуу шинжилгээ хийж аргын баталгаажуулалт хийсэн ба үр дүнгийн таарц 1,06 % гарсан болно.

# МОНГОЛ УЛСЫН СТАНДАРТ

Ангилалтын код: 67.050

Хүнсний бүтээгдэхүүнд төмрийн агуулга тодорхойлох атом шингээлтийн спектрометрийн арга.	MNS GB 5009.90:2021
Atomic absorption spectrometric method for determination of iron content in food products	GB 5009.90-2016-ын оронд

Стандарт, хэмжил зүйн газрын даргын 20.. оны ... дугаар сарын ...-ний өдрийн ... дугаар тушаалаар батлав.

Энэхүү стандарт нь улсын бүртгэлд бүртгэсэн өдрөөс эхлэн хүчинтэй.

## 1 Хамрах хүрээ

Энэхүү стандарт нь дөлөн атом шингээлтийн спектрометрийн аргаар хүнсний бүтээгдэхүүнд агуулагдах төмрийн агуулгыг тодорхойлно.

## 2 Аргын үндэслэл

Дээжийг боловсруулсны дараа 248,3 нм-т дөлөн атомжуулагчаар шингээх чадварыг тодорхойлдог. Тодорхой концентрацийн мужид төмрийн агуулгыг стандарттай харьцуулан тоон үзүүлэлтээр тодорхойлох ба энэ нь төмрийн шингээх чадвартай пропорциональ хамааралтай. Дараа нь тоон утгыг стандарттай харьцуулна.

## 3 Хэрэглэх урвалж, материал

*Тайлбар: Энэ аргад хэрэглэгдэх урвалжууд баталгаажсан, ус нь GB/T 6682-т заасан 2-р зэрэгтэй ус хамаарна.*

### 3.1 Хэрэглэх урвалж

3.1.1 **Азотын хүчил**, Nitric acid  $\text{HNO}_3$

3.1.2 **Перхлорын хүчил**, Perchloric acid  $\text{HClO}_4$

3.1.3 **Хүхрийн хүчил**, Sulfuric acid  $\text{H}_2\text{SO}_4$

### 3.2 Шинжилгээнд хэрэглэх урвалж бэлтгэх

3.2.1 **Азотын хүчлийн уусмал бэлтгэх (5 : 95):** 1000 мл-ийн хэмжээст колбонд 900 мл орчим давхар нэрсэн ус хийж дээрээс нь концентрацитай азотын хүчил 50 мл-ийг нэмж давхар нэрсэн усаар хэмжээс хүртэл дүүргэж сайтар холино.

3.2.2 **Азотын хүчлийн уусмал бэлтгэх (1 : 1):** 500мл-ийн хэмжээст колбонд 250мл давхар нэрсэн ус хийж дээрээс нь концентрацитай азотын хүчил 250 мл-ийг аажмаар нэмж сайтар холино.

3.2.3 **Хүхрийн хүчлийн уусмал (1 : 3):** 200 мл-ийн хэмжээст колбонд 150 мл давхар нэрсэн ус хийж дээрээс нь 50 мл хүхрийн хүчлийн уусмал аажмаар нэмж сайтар холино.

### 3.3 Стандарт бодис

Аммони ферсульфат  $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ , CAS дугаар 7783-83-7]: цэвэршилт >99.99 %, эсвэл төмрийн агууламж нь тодорхой референс материал хэрэглэнэ.

### 3.4 Стандарт уусмал бэлтгэх

**3.4.1 Төмрийн стандарт үндсэн уусмал (1000 мг/л)** : 100 мл хэмжээст колбонд 0,8631 г аммоны персульфатыг (0,0001 г нарийвчлалтай) жинлэн авч бага зэрэг усанд уусгаад дээр нь 1 мл хүхрийн хүчлийн (1 : 3) уусмал нэмээд хэмжээс хүртэл усаар шингэрүүлнэ. Сайтар холино. Төмрийн уусмалын массын концентраци 1000 мг/л байна.

**3.4.2 Төмрийн стандарт ажлын уусмал (100 мг/л)**: 100 мл хэмжээст колбонд стандарт уусмалаас (100мг/л) 10 мл-ыг авч азотын хүчлийн (5 : 95) уусмалаар шингэлж сайтар холино. Төмрийн уусмалын массын концентраци 100 мг/л байна.

**3.4.3 Төмрийн стандарт уусмалууд**: 100 мл хэмжээст колбонд төмрийн стандарт уусмалаас (100 мг/л) 0,0 мл, 0,50 мл, 1,0 мл, 2,0 мл, 4,0 мл, 6,0 мл-ыг авч азотын хүчлийн (5+95) уусмалд уусгаад сайтар холино. Эдгээр төмрийн стандарт уусмалууд нь 0,0 мг/л, 0,50 мг/л, 1,0 мг/л, 2,0 мг/л, 4,0 мг/л, 6,0 мг/л тус тусын масс концентрацитай байна.

*Тайлбар: Төмрийн стандарт уусмалын тодорхой агууламжийг төхөөрөмжийн мэдрэмж, дээж дэх төмрийн бодит агууламжийг үндэслэн тодорхойлж болно.*

## 4 Хэрэглэх багаж хэрэгсэл

*Тайлбар: Хэрэглэгдэх бүх шил сав болон PTFE савыг азотын хүчлийн (1 : 5) уусмалд сойж хонуулаад усаар сайтар зайлна.*

**4.1 Атом шингээлтийн спектрометр**: Дөлөн атомжуулагч болон төмрийн хөндий катодон ламп.

**4.2 Аналитик жин**: 0,1 мг-аас 1 мг мэдрэх чадвартай байна.

**4.3 Хүчлийн задаргаа хийх шатаах зуух**, хүчлийн задаргаа хийх PTFE /polytetrafluoroethylene/ түбтэй

**4.4 Тохируулгатай цахилгаан халаалтын зуух**

**4.5 Халаагуур**, билетка

**4.6 Даралтаар боловсруулах сав**: PTFE хийгдсэн өндөр даралтаар боловсруулах сав

**4.7 Тогтмол температурт хатаах зуух**

**4.8 Шатаах зуух**

## **5 Шинжилгээний явц**

### **5.1 Дээж бэлтгэх**

*Тайлбар: Дээж авах, бэлтгэх явцад дээжийг бохирдохоос хамгаална.*

**5.1.1** Үр тариа, буурцагны дээжийг сав баглаанаас салган хуванцар саванд хадгална.

**5.1.2** Хүнсний ногоо, жимс, загас болон мах гэх мэт дээжийг усаар угааж хатаан, нэгэн төрөл болтол жижиглэнэ.

**5.1.3** Ундаа, согтууруулах ундаа, буурцагны соус, ургамлын тос болон шингэн сүү гэх мэт шингэн дээжний хувьд дээжийг сайтар сэгсэрнэ.

### **5.2 Дээжийг боловсруулах**

#### **5.2.1 Дээжинд хүчлийн задаргаа хийх буюу нойтон боловсруулалтын арга /Wet digestion/**

Шинжлэх дээж хуурай бол 0,5-3,0 г (0,001 г хүртэл нарийвчлалтай)-ийг жинлэн, шинжлэх дээж шингэн бол 1,0-5,0 мл-ийг соруулан авч хүчлийн задаргааны тюбэнд хийж 10 мл концентрацитай азотын хүчил, 0,5 мл концентрацитай перхлорын хүчил тус тус нэмээд хүчлийн задаргаа хийх зууханд байрлуулна. (Нөхцөл: Бэлтгэсэн дээжийг 120°C температурт 30 минутаас 1 цаг байлгаад 180°C хүртэл температурыг өсгөнө. 2-4 цаг байлгаад, 200-220°C хүртэл температурыг өсгөж дээжийг боловсруулна.) Хэрэв дээж хар бараан өнгөтэй байвал үнсэн саарал болтол дээж шатаалтыг дахин үргэлжлүүлнэ. Дээж шатаалт дууссаны дараа тигельтэй дээжийг нэрмэл усаар 2-3 удаа зайлж 25 мл хэмжээст колбонд юүлж дээжийг уусгана. Үүний зэрэгцээ хоосон буюу бланк туршилтыг явуулна. Нойтон үнсжүүлэлтийг халаагуур дээр явуулж болно.

#### **5.2.2 Бичил долгионы зууханд дээжийг боловсруулах (Антон паар) /Microwave digestion**

Шинжлэх дээж хуурай дээж бол 0,2-0,8 г (0,001 г нарийвчлалтай)-ийг жинлэн, шингэн дээж бол 1,0-3,0 мл-ыг соруулан тюбэд хийж дээр нь 5 мл азотын хүчил нэмж дээж боловсруулах заавар (А.1 хүснэгт)-ын боловсруулалтыг явуулна. Дээжийг боловсруулсны дараа хөргөөд 1 мл хүртэл 140-160°C-температурт халаагуур дээр халаана. Үүнийгээ хөргөөд, 25 мл хэмжээст колборуу тигелээ 2-3 удаа усаар зайлан хийж хэмжээс хүртэл нэрмэл усаар дүүргэнэ. Үүний зэрэгцээ хоосон буюу бланк туршилтыг явуулна.

#### **5.2.3 Даралтат саванд боловсруулах /Pressure tank digestion/**

Шинжлэх дээж хуурай бол 0,3-2,0 г (0,001 г хүртэл нарийвчилалтай)-ийг жинлэн, шинжлэх дээж шингэн бол 2,0-5,0 мл-ийг соруулан авч дээжийг боловсруулах савруу хийж дээр нь 5 мл концентрацитай азотын хүчил нэмнэ. Дотор тагийг нь таглаад, зэвэрдэггүй ган савыг чангалж, 140-160°C-ын тогтмол температурт 4-5 цаг даралтат саванд дээжийг

боловсруулна. Хөргөөд гадар савыг аажим сулруулж дотор савыг 140-160<sup>0</sup>С-тай халаагуур дээр тавин 1 мл хүчил нэмнэ. Хөргөсний дараа 2-3 удаа усаар зайлж 25 мл хэмжээст колбонд юүлнэ. Үүний зэрэгцээ хоосон буюу бланк туршилтыг явуулна

#### **5.2.4 Хуурай үнсжүүлэх арга**

Шинжлэх дээж хуурай бол 0,5-3,0 г (0,001 г хүртэл нарийвчлалтай)-ийг жинлэн, шинжлэх дээж шингэн бол 2,0-5,0 мл-ийг соруулан дээжийг тусгай зориулалтын шаазан тигельд авч бага температурт утаа гарахгүй болтол халааж карбонжуулалтыг явуулсны дараа 550 °С температурт шатаах зууханд 3-4 цагийн турш шатааж үнсжүүлнэ. Шатаах зуухнаас гаргаад хөргөнө. Хэрэв дээж бүрэн үнсжээгүй бол хэдэн дусал концентрацитай азотын хүчил дусааж бага температурт болгоомжтой хатаана. Дараа нь дахин 550 °С температурт шатаах зууханд 1-2 цагийн турш шатаана. Бүрэн үнсжсэн бол цайвар үнс гарна. Шатаах зуухнаас гаргаад хөргөнө. Тигелийг 2-3 удаа бага зэрэг усаар зайлаад 25мл хэмжээст колбонд юүлж хэмжээс хүргэнэ. Дээжтэй хамт хоосон буюу бланк туршилтыг явуулна.

### **5.3 Тодорхойлох**

#### **5.3.1 Багаж ашиглалт**

**Дөлөн атом шингээлтийг ажиллуулах нөхцлийг В.1 хүснэгтэд үзүүлэв.**

**Тэмдэглэл: Атом шингээлтийн спектрометр багажийн үйлдвэрлэгчийн онцлогоос хамаарч багажны тохируулга, нөхцөл өөр өөр байна.**

#### **5.3.2 Стандарт жиших муруй байгуулах**

Өөр өөр концентраци бүхий стандарт уусмал бэлдэн дөлөн атомжуулагчаар шингээлтийг хэмжинэ. Жиших муруйн  $X$  тэнхлэгийн дагуу төмрийн стандарт уусмал дахь концентраци,  $U$  тэнхлэгийн дагуу шингээлтийн утга байна.

#### **5.3.3 Дээжийг тодорхойлох**

Шинжлэх дээжийг стандарт уусмалын нэгэн адил нөхцлөөр хоосон уусмал ба дээжийг дөл атомчлагчид нэвтрүүлж, атомчласны дараа шингээлтийн утга хэмжигдэнэ. Үүнийг стандарт уусмалтай харьцуулж агууламжыг тодорхойлно.

### **6 Шинжилгээний үр дүн**

Дээжин дэх төмрийн агуулгыг дараах томъёогоор тооцно.

$$X = \frac{(\rho_1 - \rho_0) * V}{m}$$

$X$  – дээжин дэх төмрийн агуулга мг/кг, мг/л

$\rho_1$  – жиших муруйгаас олсон төмрийн агуулга, мг/л

$\rho_0$  – хоосон уусмалд агуулагдах төмрийн агуулга, мг/л

$V$  –дээжийг шингэрүүлэлтийн эзэлхүүн, мл

$m$  – дээжний жин, гр эсвэл мл

## 7 Нарийвлал

2 шинжилгээний үр дүнгийн хоорондох зөрөө нь арифметик дундаж утгын 10%-иас ихгүй байна.

## 8 Бусад

0,5 г (эсвэл 0,5 мл) дээжийг 25 мл-т шингэлэх замаар тооцоолж, энэ аргын илрүүлэх хязгаар нь 0,75 мг/кг (эсвэл 0,75 мг/л) ба 2,5 мг/кг (эсвэл 2,5мг/л) байна.

### А.1 хүснэгт - Бичил долгионы зууханд дээжийг боловсруулалт хийхэд ашиглах температурын тохируулга (Антон паар)

№	Урьдчилан тогтоосон температур °С	Температур нэмэгдэх хугацаа, мин	Хөргөх хугацаа, мин
1.	120	5	5
2.	160	5	10
3.	180	5	10

### В.1 хүснэгт - Дөлөн атом шингээлтийн спектрометрийн нөхцөл

Элемент	Долгионы урт, нм	Slit nm	Лампны гүйдэл, нм	Толгойны өндөр, мм	Агаарын урсгалын хурд, л/мин	Ацетилины урсгалын хурд, л/мин
Төмөр	248,3	0,2	5-15	3	9	2

ТӨГСӨВ.