

中华人民共和国国家标准

GB xxxx—xxxx

食品安全国家标准 紧压茶及其再制品含氟限量

(征求意见稿)

xxxx-xx-xx 发布

xxxx-xx-xx 实施

前 言

本标准代替GB 19965-2005《砖茶含氟量》。

本标准与GB 19965-2005相比, 主要变化如下:

- ——标准名称修改为"食品安全国家标准 紧压茶及其再制品含氟限量";
- ——将标准的适用范围限定在饮茶型地氟病流行省(自治区)的流行县;
- ——删除了砖茶的定义,增加了紧压茶和紧压茶再制品的定义;
- ——完善了附录A紧压茶及其再制品含氟量检测方法。

食品安全国家标准 紧压茶及其再制品含氟限量

1 范围

本标准规定了紧压茶及其再制品的含氟限量及含氟量检测方法。

本标准适用于在新疆、西藏、内蒙古、青海、甘肃、宁夏、四川等 7 个饮茶型地氟病流行省(自治区)流行县销售的紧压茶及其再制品。

2 术语和定义

2.1 紧压茶

以茶叶为原料,经筛分、拼配、汽蒸、压制成型、干燥等加工工艺制成的不同形状、类型的产品。 主要的品种包括黑砖茶、茯砖茶、花砖茶、青砖茶、康砖茶、紧茶、金尖茶、米砖茶、沱茶等。

2.2 紧压茶再制品

以紧压茶为原料,经解散、解块、破碎等方式,改变紧压茶原有形态,进而制成的各类产品。

2.3 紧压茶及其再制品含氟量

每1kg紧压茶及其再制品含水溶性无机氟的总量。

3 紧压茶及其再制品含氟限量

紧压茶及其再制品含氟限量为300mg/kg。

4 紧压茶及其再制品含氟量检测方法

紧压茶及其再制品中的含氟量按附录A规定的方法测定。

附录 A

紧压茶及其再制品含氟量检测方法——氟离子选择电极法

A. 1 原理

氟离子选择电极的氟化镧单晶对氟离子产生选择性的对数响应,氟电极和饱和甘汞电极在被测试液中,电位差可随溶液中氟离子活度的变化而改变,电位变化规律符合能斯特(Nernst)方程式,见式 A.1。

$$E = E^{0} - \frac{2.303RT}{F} \lg C^{F^{-}}$$
(A.1)

式中:

E——电池电动势,单位为毫伏(mV);

 E^0 ——在一定实验条件下为一定值,单位为毫伏(mV);

R——摩尔气体常数, 8.31441J/(mol⋅K);

T——热力学温度,单位为开(K);

F——法拉第常数,96486.70C/mol;

CF-——氟离子浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

E 与 lg C^F-成线性关系。2.303RT/F 为该直线的斜率(25℃时为 59.16)。与氟离子形成络合物的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 及 SiO_3^{2-} 等离子干扰测定,其他常见离子无影响,测量液的酸度为 $pH5\sim6$,用总离子强度调节缓冲液,消除干扰离子及酸度的影响。

A. 2 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水均为去离子水。

A. 2.1 试剂

A. 2. 1. 1 氟化钠 (NaF)

A. 2. 1. 2 氯化钠 (NaCl)

A. 2. 1. 3 柠檬酸钠(Na₃C₆H₅O₇ · 2H₂O)

A. 2. 1. 4 冰乙酸 (C2H4O2; CH3COOH)

A. 2. 1. 5 氢氧化钠(NaOH)

A. 2. 2 试剂配制

A. 2. 2. 1 氟化钠标准贮备液:将氟化钠于 120℃烘干 2h,准确称取 0.2210g,加水溶解,定容至 100mL,摇匀,转移至聚乙烯瓶中,置于 4℃冰箱中保存。此液含氟离子 1.0mg/mL。有证标准物质也可作为标准贮备液使用。

A. 2. 2. 2 氟化钠标准应用液 I: 准确吸取 10.0 mL 氟化钠标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,加水定容,摇匀,贮于聚乙烯瓶中。此液含氟离子 $100 \mu g/mL$ 。

A. 2. 2. 3 氟化钠标准应用液 II: 准确吸取氟化钠标准应用液I 10.0mL 于 100mL 容量瓶中,加水定容,摇匀,贮于聚乙烯瓶中。此液含氟离子 10μg/mL。

A. 2. 2. 4 总离子强度调节缓冲液(TISAB): 称取 58g 氯化钠,120g 柠檬酸钠,量取 57mL 冰乙酸,溶于 700mL 水中,加 10mol/L 氢氧化钠溶液或饱和氢氧化钠,冷却后调节 pH 值 $5.0\sim5.5$,定容至 1000mL。

A. 3 仪器

A. 3. 1 离子计或精密酸度计。

A. 3. 2 氟离子选择电极、饱和甘汞电极或等效复合氟离子选择性电极。

- A. 3. 3 电磁力搅拌器。
- A. 3. 4 分析天平: 感量为 0.1mg。

A. 4 分析步骤

A. 4.1 样品的制备

按 GB/T 8302 规定取紧压茶及其再制品样品,按 GB/T 8303 规定制备样品,取样量不低于 20g,粉碎、过 60 目筛,于 80℃烘干至恒定质量,贮于干燥器中。

A. 4. 2 标准曲线绘制

在一系列 50mL 容量瓶中分别加入氟化钠标准应用液II 2.5、5.0、10.0mL 和氟化钠标准应用液I 2.5、4.0、5.0mL,加水定容。此标准系列氟离子含量为 0.5、1.0、2.0、5.0、8.0、10.0mg/L。量取此标准系列溶液各 10.0mL 于 50mL 塑料烧杯中,分别加入 10.0mL TISAB,置电磁力搅拌器上,插入氟电极和饱和甘汞电极,按氟浓度由低到高测定平衡电位(mV)。以平衡电位为算术坐标,氟浓度为对数坐标,绘制标准曲线或计算回归方程。

A. 4. 3 紧压茶及其再品含氟量测定

准确称取 0.2g(精确至 0.1mg)制备好的紧压茶及其再制品样品,置于 50mL 具塞磨口三角烧瓶中,加入 40.0mL 沸水,置沸水浴 15min,取出后,冷却至室温。将提取液转移至 100mL 容量瓶中,用水定容、混匀、备用。吸取 10.0mL 样液于 50mL 塑料烧杯中,加入 10.0mL TISAB,测定平衡电位(mV)。

A. 5 分析结果的表述

式样中氟的含量按式 A.2 计算:

式中:

- C_F——紧压茶及其再制品含氟量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- V——样品溶液的总体积,100.0mL;
- C₀——样品溶液氟浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- m——样品称取质量,单位为克(g)。

A. 6 说明

- A. 6.1 以电极电位变化小于 0.5mV/min 判定电极的平衡电位。
- A. 6. 2 平行测定2份样品,2份测定结果相对标准偏差≤10%,计算其平均值作为该批紧压荼及其再制品含氟量。