



中华人民共和国国家标准

GB/T 21728—2008

砖茶含氟量的检测方法

Determination of fluoride content in brick tea

2008-05-04 发布

2008-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中华全国供销合作总社提出并归口。
本标准起草单位：中华全国供销合作总社杭州茶叶研究院。
本标准主要起草人：周卫龙、徐建峰、翁昆。

砖茶含氟量的检测方法

1 范围

本标准规定了用离子选择电极检测砖茶中氟含量的方法。
本标准适用于砖茶成品及其原料含氟量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 8302 茶 取样

GB/T 8303 茶 磨碎试样的制备及其干物质含量测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

砖茶 brick tea

包括黑砖茶、茯砖茶、花砖茶、青砖茶、康砖茶、米砖茶、金尖茶、紧茶、沱茶等。

4 原理

氟离子选择电极的氟化镧单晶膜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(1)。

$$E = E^{\circ} - \frac{2.303RT}{F} \lg c_{F^{-}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

E ——电池电动势，单位为毫伏(mV)；

E° ——在一定的实验条件下为一定值，单位为毫伏(mV)；

R ——摩尔气体常数，8.314 41 J/(mol·K)；

T ——热力学温度，单位为开(K)；

F ——法拉第常数，96 486.70 C/mol；

$c_{F^{-}}$ ——氟离子浓度，单位为摩尔每升(mol/L)。

E 与 $\lg c_{F^{-}}$ 成线性关系。2.303 RT/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pH5~6，用总离子强度调节缓冲液，消除干扰离子及酸度的影响。

5 仪器

5.1 氟电极：PF-1型或其他型号。

5.2 酸度计：pHS-2型或电位计。

5.3 磁力搅拌器。

- 5.4 饱和甘汞电极:232 型。
- 5.5 恒温水浴锅。
- 5.6 分析天平:感量 0.000 1 g。

6 试剂

本标准所用水为去离子水,除特殊规定外,所用试剂为分析纯。

- 6.1 1 mol/L 乙酸:取 3 mL 冰乙酸,加水稀释至 50 mL。
- 6.2 3 mol/L 乙酸钠溶液:称取 204 g 乙酸钠(CH₃COONa · 3H₂O),溶于 300 mL 水中,加 1 mol/L 乙酸(6.1)调节 pH 至 7.0,加水稀释至 500 mL。
- 6.3 0.75 mol/L 柠檬酸钠溶液:称取 110 g 柠檬酸钠(Na₃C₆H₅O₇ · 2H₂O),溶于 300 mL 水中,加 14 mL 高氯酸(HClO₄),再加水稀释至 500 mL。
- 6.4 总离子强度调节缓冲液:3 mol/L 乙酸钠溶液(6.2)与 0.75 mol/L 柠檬酸钠(6.3)等体积混合,临用时配制。
- 6.5 氟标准溶液:先将氟化钠经 100℃ 干燥 4 h,冷却后精密称取 0.221 0 g,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀,置 4℃ 冰箱中保存。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 氟。
- 6.6 氟标准工作液(10 μg/mL):吸取 10.0 mL 氟标准溶液(6.5),置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。如此反复稀释至此溶液每毫升相当于 10 μg 氟。

7 操作方法

7.1 取样

按 GB/T 8302 的规定。

7.2 试样制备

按 GB/T 8303 的规定。

7.3 测定步骤

- 7.3.1 称取 0.15 g(精确到 0.000 1 g)磨碎试样(7.2)于 100 mL 三角瓶中,加 20 mL 沸水,在沸水浴上煮提 30 min,取下冷却,用 25 mL 总离子强度调节缓冲液(6.4)将提取液转移至 50 mL 容量瓶中,加水定容、混匀,备用。同时做空白试验。
- 7.3.2 吸取 0.0, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 mL 氟标准工作液(6.6),分别置于 50 mL 容量瓶中,于各容量瓶中分别加入 25 mL 总离子强度调节缓冲液(6.4),加水至刻度,混匀,备用。
- 7.3.3 将氟电极和甘汞电极分别与测量仪器的负极与正极相连接。电极插入盛有水的 25 mL 塑料杯中,杯中放有套聚乙烯管的铁棒,在电磁搅拌中,读取平衡电位值,更换 2 次~3 次水,待电位值平衡后,即可进行样液与标准液的电位测定。
- 7.3.4 以电位差值为纵坐标,氟离子浓度的对数为横坐标,绘制标准曲线,根据样品电位值在曲线上求得含量。

8 结果表示

8.1 按式(2)计算试样中氟含量:

$$X = \frac{(A - A_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X——样品氟的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A——测定用样液中氟的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A₀——空白液中氟的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样液总体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

8.2 重复性

同一样品氟含量的两次测定值相对误差应 $\leq 10\%$,若测定值相对误差在此范围,则取两次测得值的算术平均值为结果,保留整数位。

9 回收率

该方法添加氟 333.3 mg/kg~2 000.0 mg/kg 的回收率在 95.0%~99.3%之间,平均回收率为 97.2%,变异系数为 2.1%。
