



中华人民共和国国家标准

GB XXXX—XXXX

食品安全国家标准

食品营养强化剂 钼酸铵

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品营养强化剂 钼酸铵

1 范围

本标准适用于以钼精矿为原料经氧化焙烧、氨浸、精制后制得食品营养强化剂钼酸铵。

2 化学名称、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

钼酸铵；四水合钼酸铵

2.2 分子式

$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$

2.3 相对分子质量

1235.92（按 2018 年国际相对原子质量）

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	无色或白色，有时为微带蓝绿色或黄色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察色泽和状态，嗅其气味
状态	晶体	
气味	略带有氨的气味	

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
含量[以 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 计], w/%	99.3~101.8	GB/T 657 中 5.3
不溶性杂质, w/% \leq	0.005	附录 A 中 A.4
氯化物	通过试验	附录 A 中 A.5
硫酸盐	通过试验	附录 A 中 A.6
镁及碱金属, w/% \leq	0.02	附录 A 中 A.7
硝酸盐	通过试验	附录 A 中 A.8
砷酸盐、磷酸盐与硅酸盐	通过试验	GB/T 657 中 5.9
磷酸盐	通过试验	附录 A 中 A.9
铅 (Pb) / (mg/kg) \leq	2.0	GB/T 4325.1
重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg) \leq	10.0	GB/T 657 中 5.10

附录 A

检验方法

A.1 安全提示（或警示）

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和健康措施。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在未注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 氨水。

A.3.1.2 硝酸。

A.3.1.3 磷酸氢二钠溶液：120 g/L。

A.3.1.4 氨水溶液：40.56mL→100mL。

A.3.1.5 垂熔玻璃滤器：孔径5 μm~15 μm。

A.3.1.6 电子天平：感量0.01 g。

A.3.2 鉴别方法

称取0.6 g试样（精确至0.01 g），加水1.4 mL和1.45 mL氨水（A.3.1.1）使其溶解，放至室温，缓慢加入已冷却的硝酸（A.3.1.2）3.2 mL 和水4 mL的混合溶液，混匀。放置24 h~48 h后，用垂熔玻璃滤器（A.3.1.5）过滤，取滤液5 mL，加磷酸氢二钠溶液（A.3.1.3）2 mL，应产生黄色沉淀。加入过量的氨水溶液（A.3.1.4），沉淀应溶解。

A.4 不溶性杂质的测定

A.4.1 方法提要

用水溶解试样，将不溶物滤出，用水洗涤滤渣，使之与试样主体完全分离，烘干后用天平称出水不溶性杂质的质量。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 玻璃砂芯坩埚：孔径5 μm~15 μm。

A.4.2.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在105℃±2℃。

A.4.2.3 电子天平：感量0.1 mg。

A.4.3 分析步骤

称取20 g试样（精确至0.0001 g），加200 mL水使其溶解，加热煮沸，覆盖表面皿，在沸水浴上加热1 h。用预先于105℃±2℃干燥至质量恒定的玻璃砂芯坩埚（A.4.2.1）趁热过滤，并用热水反复洗涤后置于电热恒温干燥箱（A.4.2.2）中，于105℃±2℃干燥2h。

A.4.4 结果计算

不溶性杂质的含量 w_1 ，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m_2 ——不溶性杂质与玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克（g）；

m_1 ——玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克（g）；

m_3 ——试样质量，单位为克（g）；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

A.5 氯化物的测定

A.5.1 方法提要

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液浑浊，可用于氯化物的目视比浊法测定。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 硝酸。

A.5.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

A.5.2.3 氯化物标准溶液（0.1 mg/mL）：按GB/T 602配制。

A.5.2.4 电子天平：感量0.1 mg。

A.5.3 分析步骤

称取1 g样品（精确至0.0001g），用水定容至25 mL，此液为试样溶液。

量取氯化物标准溶液（A.5.2.3）0.2 mL，用水定容至25 mL，此液为对照溶液。

在试样溶液和对照溶液中分别加入5.0 mL硝酸（A.5.2.1）及1.0 mL硝酸银溶液（A.5.2.2），摇匀，暗处放置10 min。在黑色背景下，比较两者浊度，试样溶液浊度不超过对照溶液浊度，即试样中氯化物浓度不大于0.002%为通过试验。

A.6 硫酸盐的测定

A.6.1 方法提要

在盐酸介质中，钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡。当硫酸根含量低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液浑浊，可用于硫酸盐的目视比浊法测定。

A. 6.2 试剂和材料

A. 6.2.1 盐酸溶液：25 mL→100 mL。

A. 6.2.2 氯化钡溶液：120 g/L。

A. 6.2.3 硫酸盐(SO₄)标准溶液：按GB/T 602配制后，稀释至每1mL相当于0.05 mg硫酸根离子。

A. 6.2.4 电子天平：感量0.1 mg。

A. 6.3 分析步骤

称取0.25 g试样（精确至0.0001 g），置于50 mL具塞比色管中，加入30~40 mL水溶解，此液为试样溶液。必要时用盐酸中和至石蕊试纸显中性。

取另一根50 mL具塞比色管，量取硫酸盐标准溶液（A.6.2.3）1.0 mL，加入30~40 mL水溶解，此液为对照溶液。必要时用盐酸中和至石蕊试纸显中性。

在试样溶液和对照溶液中分别加入盐酸溶液（A.6.2.1）1.0 mL，氯化钡试液（A.6.2.2）3.0 mL，加水稀释至50 mL，混匀，放置10 min。在黑色背景下，比较两者浊度，试样溶液浊度不超过对照溶液浊度，即试样中硫酸盐（以SO₄²⁻计）浓度不大于0.02%为通过试验。

A. 7 镁及碱金属的测定

A. 7.1 试剂和材料

A. 7.1.1 碳酸钠。

A. 7.1.2 氢氧化钠溶液：100 g/L。

A. 7.1.3 氨水溶液：67.6 mL→1000 mL。

A. 7.1.4 无灰滤纸。

A. 7.2 仪器和设备

A. 7.2.1 高温炉：温度可控制在800℃±25℃。

A. 7.2.2 电子天平：感量0.1 mg。

A. 7.3 分析步骤

称取5 g试样（精确至0.0001g），加入50 mL水使其溶解，过滤。在滤液中加入0.5 g碳酸钠（A.7.1.1）和25 mL氢氧化钠溶液（A.7.1.2）。加热使其微沸5 min，冷却后用无灰滤纸过滤，并用氨水溶液（A.7.1.3）分次洗涤杯中残渣和滤纸，直至洗净为止。再将滤纸连同残渣移入预先灼烧至800℃±25℃恒重的坩埚内，炭化后置于800℃±25℃灼烧至恒重。

A. 7.4 结果计算

镁及碱金属的含量 w_2 ，按式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{m_5 - m_4}{m_6} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_4 ——坩埚的质量，单位为克（g）；

m_5 ——坩埚和灰分的质量，单位为克（g）；

m_6 ——试样的质量，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

A.8 硝酸盐的测定

A.8.1 方法提要

在硫酸介质中，靛兰胭脂红被硝酸盐氧化成黄色的巯崧而使蓝色消退，用目视比色法测定。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 氯化钠溶液：0.5 g/100 mL。

A.8.2.2 硫酸溶液：量取192 mL硫酸，缓慢加入到约400 mL水中，冷却至室温后加水稀释到1000 mL。

A.8.2.3 靛兰胭脂红溶液：称取1 g靛兰胭脂红，加硫酸溶液（A.8.2.2）稀释至1000 mL。

A.8.2.4 电子天平：感量0.01 g。

A.8.3 分析步骤

称取1 g试样（精确至0.01 g），加入氯化钠溶液（A.8.2.1）10 mL，混匀。加入0.10 mL靛兰胭脂红溶液（A.8.2.3），5 min内溶液所显蓝色不消失为通过试验。

A.9 磷酸盐

A.9.1 方法提要

在酸性硝酸溶液介质中，正磷酸盐与钼酸铵反应，生成黄色的磷钼杂多酸，可用目视比色法测定。

A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 氨水。

A.9.2.2 氨水溶液：20.28 mL→100 mL。

A.9.2.3 磷酸盐储备溶液（1 mg/mL PO_4^{3-} ）：称取在 $105^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$ 干燥4 h的磷酸二氢钾1.433 g，溶于水中，并稀释至1 L。

A.9.2.4 磷酸盐工作溶液（0.1 mg/mL PO_4^{3-} ）：取上述储备溶液，用水准确稀释10倍。

A.9.2.5 硝酸铁溶液：称取10 g九水硝酸铁，用水溶解后稀释至100 mL。

A.9.2.6 氨水溶液：10.14 mL→100 mL。

A.9.2.7 硝酸溶液：26.7 mL→100 mL。

A.9.2.8 钼酸铵溶液：称取钼酸细粉6.5 g，加水14 mL和氨水14.5 mL的混合溶液溶解，放冷，缓缓加入已冷却的硝酸32 mL和水40 mL的混合溶液，并不断搅拌。静置48 h后过滤。

注：上述钼酸铵混合溶液放置后会变质，按5 mL钼酸铵混合溶液加2 mL磷酸氢二钠溶液，在室温下或微热后不会立即产生大量的黄色沉淀。钼酸铵混合溶液应放置在暗处保存，若贮存时产生少量沉淀，可用上清液测定。

A.9.2.4 电子天平：感量0.01 g。

A.9.3 分析步骤

试样溶液：称取试样20 g（精确至0.01 g），加入氨水溶液（A.9.2.2）溶解并稀释至100 mL。

对照溶液：量取磷酸盐工作溶液（A.9.2.4）1.0 mL，加入氨水溶液（A.9.2.2）溶解并稀释至100 mL。

分别在对照溶液和试样溶液中加入3.5 mL硝酸铁溶液（A.9.2.5），放置15 min。缓慢加热（但不要沸腾）使沉淀凝聚，过滤，并用氨水溶液（A.9.2.6）洗涤滤渣数次，充分洗净。再用60 mL温热的硝酸溶液（A.9.2.7）溶解滤纸上的残留物，收集该滤液至250 mL具塞烧瓶中。加入13 mL氨水（A.9.2.1），水浴加热至40℃，加入50 mL钼酸铵溶液（A.9.2.8），剧烈振摇5 min，然后在40℃±5℃水浴中放置2 h。

试样溶液中产生的黄色沉淀不多于对照溶液，即试样中磷酸盐不大于5 mg/kg为通过试验。
