



中华人民共和国国家标准

GB 1903.68—2024

食品安全国家标准 食品营养强化剂 钼酸铵

2024-02-08 发布

2024-08-08 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

1 235.92(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(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O计],w/%	99.3~101.8	GB/T 657 中 5.3
不溶性杂质,w/%	≤0.005	附录 A 中 A.4
氯化物,w/%	≤0.002	附录 A 中 A.5
硫酸盐,w/%	≤0.02	附录 A 中 A.6
镁及碱金属,w/%	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,w/%	≤0.001	GB/T 657 中 5.9
磷酸盐/(mg/kg)	≤5	附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg/kg)	≤2.0	GB/T 4325.1
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤10.0	GB/T 657 中 5.10

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

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(10%):量取 40.56 mL 氨水,稀释至 100 mL。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 垂熔玻璃滤器:孔径 5 μm ~15 μm 。

A.3.2.2 电子天平:感量 0.01 g。

A.3.3 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.3.2.1)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 $^{\circ}\text{C}$ $\pm$ 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.2.3 电子天平:感量 0.000 1 g。

A.4.3 分析步骤

称取 20 g 试样(精确至 0.000 1 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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, $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h。

A.4.4 结果计算

不溶性杂质的含量 w_1 ,按式(A.1)计算:

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

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.5.3 仪器和设备

电子天平:感量 0.000 1 g。

A.5.4 分析步骤

称取 1 g 样品(精确至 0.000 1 g),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,为试样中氯化物浓度不大于 0.002%。

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(9%):量取 25 mL 盐酸,稀释至 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 1 mL 相当于 0.05 mg 硫酸根离子。

A.6.3 仪器和设备

电子天平:感量 0.000 1 g。

A.6.4 分析步骤

称取 0.25 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 具塞比色管中,加入 30 mL~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(SO₄)标准溶液(A.6.2.3)1.0 mL,加入 30 mL~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,为试样中硫酸盐(以 SO₄²⁻计)浓度不大于 0.02%。

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(1.6%):量取 67.6 mL 氨水,稀释至 1 000 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 °C ± 25 °C。

A.7.2.2 电子天平:感量 0.000 1 g。

A.7.3 分析步骤

称取 5 g 试样(精确至 0.000 1 g),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。将滤纸连同残渣移入预先灼烧至 800 °C ± 25 °C 恒重的坩埚内,炭化后 800 °C ± 25 °C 下灼烧至恒重。

A.7.4 结果计算

镁及碱金属的含量 w_2 ,按式(A.2)计算:

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

式中:

m_5 ——坩埚和灰分的质量,单位为克(g);

m_4 ——坩埚的质量,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靛崧而使蓝色消退,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,缓慢加入约 400 mL 水中,冷却至室温后加水稀释至 1 000 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 1 000 mL。

A.8.3 仪器和设备

电子天平:感量 0.01 g。

A.8.4 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(5%):量取 20.28 mL 氨水,稀释至 100 mL。

A.9.2.3 磷酸盐储备溶液(1 mg/mL PO_4^{3-}):称取在 105 °C ± 2 °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 九水合硝酸铁,用水溶解后稀释至 100 mL。

A.9.2.6 氨水溶液(2.5%):量取 10.14 mL 氨水,稀释至 100 mL。

A.9.2.7 硝酸溶液(18%):量取 26.7 mL 硝酸,稀释至 100 mL。

A.9.2.8 钼酸铵溶液:称取钼酸细粉 6.5 g,加水 14 mL、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:钼酸铵溶液(A.9.2.8)放置后会变质而不适于使用。在 5 mL 钼酸铵溶液(A.9.2.8)中加入 2 mL 磷酸氢二钠溶液(A.3.1.3),室温下或微热后没有立即产生大量黄色沉淀,则钼酸铵溶液(A.9.2.8)没有变质。钼酸铵溶液(A.9.2.8)放置在暗处保存,若贮存时产生少量沉淀,可取上清液用于测定。

A.9.3 仪器和设备

电子天平:感量 0.01 g。

A.9.4 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。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,为试样中磷酸盐不大于 5 mg/kg。
