

《食品安全国家标准 食品营养强化剂 钼酸铵》(征求意见稿) 编制说明

一、标准起草的基本情况

本标准于 2018 年立项(项目编号为 spaq-2018-026),项目承担单位为上海市食品添加剂和配料行业协会、国家食品安全风险评估中心、上海市质量监督检验技术研究院。2018 年 11 月正式启动,2019 年 7 月 18 日召开《食品安全国家标准 食品营养强化剂 钼酸铵》研制工作启动会,2019 年 2 月 1 日至 2020 年 5 月 25 日开展钼酸铵样品检测和验证工作,解决了钼酸铵检测方法的重现性不稳定问题,2020 年 8 月 21 日形成草案,2020 年 8 月 22 日至 9 月 21 日进行行业内征求意见,2020 年 9 月 24 日形成《食品安全国家标准 食品营养强化剂 钼酸铵》草稿。2021 年 4 月 27 日,经第二届食品安全国家标准审评委员会营养与特殊膳食食品专业委员会第四次会议审议通过。

二、标准的重要内容及主要修改情况

通过对国内外相关技术标准资料的分析对比,结合我国产品的特点、企业生产实际情况,在此基础上提出了本标准的指标体系,包括鉴别指标、感官分析指标和质量指标(钼酸铵含量、不溶性杂质、氯化物、硫酸盐、镁及碱金属、硝酸盐、(砷酸盐、磷酸盐与硅酸盐)、磷酸盐、铅、重金属),以及相应试验方法。表 1 是国内外钼酸铵同类产品标准指标对比情况,表 2 是国内外钼酸铵同类产品检测方法对比情况。

三、国内国际相关标准情况

本标准根据国内外产品质量和检验实际情况进行制定,符合《食品安全法》、GB 14880-2012《食品安全国家标准营养强化剂使用标准》等我国有关法律法规的规定要求。

目前,搜集到的钼酸铵国内外标准和资料有:《化学试剂四水合钼酸铵(钼酸铵)》(GB/T657-2011)、美国药典 USP34、美国药典 USP42、韩国食品公典、ACS Reagent Chemicals Book。本标准的制定主要参照上述资料,结合国内企业生产实际情况制定。

四、其他需要说明的事项

暂无。

表 1 国内外钼酸铵同类产品标准技术要求一览表

| 项目 | 美国药典 USP34 | 美国药典 USP42 | 韩国食品公典 | ACS | GB/T657-2011 化学试剂四水合钼酸铵 | 本标准制定 |
|---|--------------|----------------------|------------------------------|-------------------------------|--------------------------------------|---|
| 范围 | | | | | | 本标准适用于以钼精矿为原料经氧化焙烧、氨浸、净化后，与硝酸作用，再经分离、干燥、筛分制得食品营养强化剂钼酸铵。 |
| 色泽 | - | - | 白色至浅绿色 | 无色或白色，有时为浅绿色或黄色 | 无色或微带蓝绿色 | 无色或白色，有时为微带蓝绿色或黄色 |
| 状态、气味 | - | - | 结晶，略带有氨的气味 | 固体 | 结晶，溶于水，不溶于乙醇 | 晶体，略带有氨的气味 |
| 含量[以 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 计]，% | 99.3~101.8 | 99.3~101.8 | 99.3~101.8 | 81.0~83.0（以 MoO_3 计） | 分析纯 ≥ 99.0 化学纯 ≥ 99.0 | 99.3~101.8 |
| 不溶性杂质，% | ≤ 0.005 | ≤ 0.005 | ≤ 0.005 | ≤ 0.005 | 分析纯 ≤ 0.01 化学纯 ≤ 0.03 | ≤ 0.005 |
| 氯化物，% | ≤ 0.002 | $\leq 20\text{ppm}$ | 通过试验（ $\leq 20\text{ppm}$ ） | ≤ 0.002 | 分析纯 ≤ 0.001 化学纯 ≤ 0.003 | 通过试验（ ≤ 0.002 ） |
| 硫酸盐，% | ≤ 0.02 | $\leq 200\text{ppm}$ | 通过试验（ $\leq 200\text{ppm}$ ） | ≤ 0.02 | 分析纯 ≤ 0.02 化学纯 ≤ 0.05 | 通过试验（ ≤ 0.02 ） |
| 镁及碱金属，% | ≤ 0.02 | ≤ 0.02 | ≤ 0.02 | - | - | ≤ 0.02 |

| 项目 | 美国药典 USP34 | 美国药典 USP42 | 韩国食品公典 | ACS | GB/T657-2011 化学试剂四水合钼酸铵 | 本标准制定 |
|--------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------|--------------------------|------------------------------------|
| 硝酸盐 | 加入靛红溶液, 5 分钟内所显的蓝色不消失。 | 加入靛红溶液, 5 分钟内所显的蓝色不消失。 | 加入靛红溶液, 5 分钟内所显的蓝色不消失。 | 加入靛红溶液, 5 分钟内所显的蓝色不消失。 | - | 加入靛红溶液, 5 分钟内所显的蓝色不消失为通过试验 |
| 砷盐、磷酸盐与硅酸盐, % | 通过试验 (≤10ppm) | 通过试验 (≤10ppm) | - | ≤0.001 | 分析纯≤0.001 化学纯≤0.003 | ≤0.001 |
| 磷酸盐, % | 通过试验 (≤5ppm) | 通过试验 (≤5ppm) | 通过试验 (≤5ppm) | ≤5ppm | - | 通过试验 (≤0.005) |
| 铅, mg/kg | - | - | ≤2.0ppm | - | - | ≤2.0 |
| 重金属 (以 Pb 计) mg/kg | ≤10μg/g | - | - | ≤0.001% | 分析纯≤0.001% 化学纯≤0.003% | ≤10 |
| 配制溶液试验 | - | - | - | - | 分析纯: 合格 化学纯: 合格 | - |
| 澄清度试验 | - | - | - | - | 分析纯: ≤4 号 化学纯: ≤6 号 | - |
| Mg | - | - | - | ≤0.005% | - | - |
| K | - | - | - | ≤0.01% | - | - |
| Na | - | - | - | ≤0.01% | - | - |
| 鉴别试验 | 加磷酸氢二钠试液产生黄色沉淀, 加入过量的 6N 氨水, 沉淀溶解。 | 加磷酸氢二钠试液产生黄色沉淀, 加入过量的 6N 氨水, 沉淀溶解。 | 加磷酸氢二钠试液产生黄色沉淀, 加入过量的 6N 氨水, 沉淀溶解。 | - | - | 加磷酸氢二钠试液产生黄色沉淀, 加入过量的 6N 氨水, 沉淀溶解。 |

表 2 国内外钼酸铵同类产品检测方法一览表

| 项目 | 美国药典 USP34 | 美国药典 USP42 | 韩国食品公典 | ACS | GB/T657-2011 化学试剂 四水合钼酸铵（钼酸铵） | 本标准制定 |
|-------|--|---|--|--|--|--|
| 色泽 | - | - | - | - | - | 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- |
| 性状 | - | - | - | - | - | - |
| 含量 | 重量法 精密称取本品约 1g，用甲基橙为指示剂，加热至沸并加入醋酸铅试液。加入饱和醋酸铵溶液直至溶液显黄色，加入醋酸铅试液。用恒重的砂芯瓷坩埚过滤，560~625℃ 灼灼至恒重，每 1mg 得到的钼酸铅相当于 0.4809mg 的 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 容量法 称取本品 0.7g，加入 0.2mL 的 0.1% 4-[2-吡啶基偶氮]间苯二酚乙醇溶液。用 0.1mol/L 硝酸铅标准溶液为指示剂滴定，从黄色滴定到粉红色且粉色不消失。每 mL 的 0.1mol/L 硝酸铅等于 17.66mg 的 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 重量法 精密称取本品约 1g，用甲基橙为指示剂，加热至沸并加入醋酸铅试液。加入饱和醋酸铵溶液直至溶液显黄色，加入醋酸铅试液。用恒重的砂芯瓷坩埚过滤，560~625℃ 灼灼至恒重，每 1mg 得到的钼酸铅相当于 0.4809mg 的 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 容量法 精确称量约 0.7 克，用 0.1mol/L 硝酸铅容量溶液滴定。加入 0.2mL 1.1% PAR 指示剂，并从黄色滴定至第一个永久性粉红色终点。每 mL 的 0.1mol/L 硝酸铅相当于 0.01439 g 的 MoO_3 。 | 容量法 称取 0.3g 样品，加 4g 六次甲基四胺，用 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚-钠盐作指示剂，用 0.05mol/L 硝酸铅标准滴定溶液滴定至溶液由橙色明显变为粉红色。 | 容量法 称取 0.3g 样品，加 4g 六次甲基四胺，用 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚-钠盐作指示剂，用 0.05mol/L 硝酸铅标准滴定溶液滴定至溶液由橙色明显变为粉红色。 |
| 不溶性杂质 | 重量法 (105℃, 2h) | 重量法 (105℃, 2h) | 重量法 (105℃, 2h) | 重量法 (105℃至恒重) | 重量法 (105℃至恒重) | 重量法 (105℃, 2h) |
| 氯化物 | 目视比浊法 (0.5g 样品，对照管：0.3mL 0.01mol/L 盐酸) | 目视比浊法 (0.5g 样品，对照管：0.3mL 0.01mol/L 盐酸) | 目视比浊法 (0.5g 样品，对照管：0.3mL 0.01mol/L 盐酸) | 目视比浊法 (0.5g 样品，对照管：1mL 0.01mg/mL 氯离子标准溶液) | 目视比浊法 (1g 样品，对照管：0.01mg 氯化物标准溶液) | 目视比浊法 (1.0g 样品，对照管：0.2mL 0.1mg/mL 氯化物标准溶液) |

| 项目 | 美国药典 USP34 | 美国药典 USP42 | 韩国食品公典 | ACS | GB/T657-2011 化学试剂 四水合钼酸铵（钼酸铵） | 本标准制定 |
|------------------------|---|---|--|---|--|--|
| 硫酸盐 | 目视比浊法 (0.25g 样品, 对照管: 1.0mL 0.001mol/L 硫酸溶液) | 目视比浊法 (0.25g 样品, 对照管: 1.0mL 0.001mol/L 硫酸 溶液) | 目视比浊法 (0.25g 样品, 对照管: 1.0mL 0.001mol/L 硫酸溶 液) | 目视比浊法 (0.25g 样品, 对照管: 0.05mg 硫酸盐标准溶 液) | 目视比浊法 (1g 样品, 对照管: 0.02mg 硫酸盐标准溶 液) | 目视比浊法 (0.25g 样品, 对照管: 1.0mL 0.001mol/L 硫 酸标准溶液) |
| 镁及碱 金属 | 重量法 (800±25℃, 30 min) | 重量法 (800±25℃, 30 min) | 重量法 (800±25℃, 30 min) | 仪器法 按照 flame AAS 方法 进行试验。 | - | 重量法 (800±25℃至恒重) |
| 硝酸盐 | 目视比色法 (1g 样品, 靛红溶液) | 目视比色法 (1g 样品, 靛红溶液) | 目视比色法 (1g 样品, 靛红溶液) | 目视比色法 (1g 样品, 靛红溶液) | - | 目视比色法 (1g 样品, 靛红溶液) |
| 砷盐、 磷酸盐 与硅酸 盐 | 目视比色法 (试样组: 2.5g 样品, 用 丁醇及 4-甲基-2-戊酮萃 取, 对照组: 0.5g, 加入硅 酸钠溶液, 用新制氯化亚锡溶液显 色) | 目视比色法 (试样组: 2.5g 样品, 用丁醇及 4-甲基-2-戊 酮萃取, 对照组: 0.5g, 加入硅酸钠溶液, 用新制氯化亚锡溶液 显色) | - | 目视比色法 (试样组: 2.5g 样品, 用丁醇及 4-甲基-2-戊 酮萃取, 对照组: 0.5g, 加入硅酸钠溶液, 用新制氯化亚锡溶液 显色) | 目视比色法 (用异丁醇-乙醚 (1+1) 萃取, 加入偏重亚硫酸 钠, 对氨基酚硫酸盐, 还原溶液显色。对照管: 0.01mg 硅酸盐标准液) | 目视比色法 (用异丁醇-乙醚 (1+1) 萃取, 加入偏重亚硫酸 钠, 对氨基酚硫酸盐, 还原溶液显色。对照管: 0.01mg 硅酸盐标准液) |
| 磷酸盐 | 目视法 (20g 样品, 对照组: 干燥 后的磷酸二氢钠 143.3g 配 置成的溶液, 加钼酸铵试 液显色) | 目视法 (20g 样品, 对照组: 干燥后的磷酸二氢钠 143.3g 配置成的溶液, 加钼酸铵试液显色) | 目视法 (20g 样品, 对照组: 干燥后的磷酸二氢钠 143.3g 配置成的溶液, 加钼酸铵试液显色) | 目视法 (20g 样品, 对照组: 干燥后的磷酸二氢钠 143.3g 配置成的溶液, 加钼酸铵试液显色) | - | 目视法 (20g 样品, 对照组: 干燥后的磷酸二氢钠 143.3g 配置成的溶液, 加钼酸铵试液显色) |
| 铅 | - | - | 用“偏磷酸钠”铅含量 检测方法 | - | - | GB/T 4325.1 《钼化学 分析方法 第 1 部分: |

| | | | | | | |
|-----------------|---|--------------------------------------|--------------------------------------|---------|--|--------------------------------------|
| 项目 | 美国药典 USP34 | 美国药典 USP42 | 韩国食品公典 | ACS | GB/T657-2011 化学试剂 四水合钼酸铵（钼酸铵） | 本标准制定 |
| | | | | | | 铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法》 |
| 重金属 (以 Pb 计) | 目视比色法 (2.0g 样品, 对照组: 1.0mL 标准铅溶液, 硫代乙酰胺甘油及醋酸盐 缓冲液显蓝色) | - | - | ICP-OES | 方法一: 饱和硫化氢水 溶液比色法 方法二: 硫化钠-丙三醇 比色法 | GB/T 657 |
| 配制溶液 试验 | - | - | - | - | 称取 3g 样品, 溶于 8mL 水中, 在搅拌下将溶液 滴加到硫酸铵硝酸溶液 中, 冷却, 稀释至 20mL, 摇匀放置 48h, 不得有钼 酸析出 (允许有少量的 黄色磷钼酸铵沉淀)。 | - |
| 澄清度 试验 | - | - | - | - | 称取 10g 样品, 溶于 100mL 水中, 其浊度不 得大于 HG/T3484 规定 的澄清度标准。 | - |
| 鉴别 | 加磷酸氢二钠溶液产生黄色沉淀, 加入过量的 6N 氨水溶液, 沉淀溶解。 | 加磷酸氢二钠溶液产生黄色沉淀, 加入过量的 6N 氨水溶液, 沉淀溶解。 | 加磷酸氢二钠溶液产生黄色沉淀, 加入过量的 6N 氨水溶液, 沉淀溶解。 | - | - | 加磷酸氢二钠溶液产生黄色沉淀, 加入过量的 6N 氨水溶液, 沉淀溶解。 |