# 《水处理剂分析方法 第3部分: 氨氮含量的测定》国家标准编制说明(征求意见稿)

# 一、工作简况

# (一) 任务来源

# 1 基本信息

根据国家标准化管理委员会国标委发[2024]50号《国家标准化管理委员会关于下达2024年第八批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》的要求,制定推荐性国家标准《水处理剂分析方法 第3部分: 氨氮含量的测定》,计划编号为20243166-T-606。按照制修订计划,本标准应于2026年4月完成制定工作。

本标准由浙江方圆检测集团股份有限公司、等共同起草。本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口,由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC63/SC5)执行。

# 2 制定背景

# 2.1 目的及意义

近年来我国水资源短缺问题日益突出。提高工业用水的利用率,减少工业废水排放,实现节能减排甚至零排放是水处理行业的主要任务。水处理剂能够抑制腐蚀、结垢与粘泥滋生,去除水体污染物,除臭脱色、净化水质,在水处理行业应用广泛。

水处理剂作用是除去水中的大部分有害物质(如腐蚀物、重金属、污垢或微生物等),从而得到符合要求的工业用水、民用水或排水要求。随着经济的发展及环保的要求越来越高,我国原水、城市污水、工业废水处理量都在迅速增加,水处理剂特别是混凝剂、碳源等需求量巨大,用于水处理的复配药剂种类也越来越多。氨氮含量作为判断水体污染程度的重要指标之一,已成为我国各级水体环境监测站点及工厂清洁生产过程中的必测项目之一。此外,由于利益的驱使,一些含有机氮的工业废酸开始流入水处理剂行业,对人类健康和工业生产的用水安全造成了隐患,水处理剂中的氨氮含量将直接影响处理后出水中的氨氮含量,必须对水处理剂中的氨氮含量进行控制,因此对水处理单剂及复配药剂中的氨氮进行准确检测十分必要。

水处理剂单剂中含有氨氮项目的测定标准仅有 GB/T22627-2022《水处理剂聚氯化铝》和HG/T5959-2021《生化法处理废(污)水用碳源乙酸钠》,采用的检测方法均是纳氏试剂-分光光度法,前处理方法采用直接稀释和蒸馏的方法进行。但是由于复配的水处理药剂的种类较多,基体复杂,产品质量良莠不齐,比如复合碳源,由于经常有甲醇、甲酸等添加其中,直接稀释在测试过程中容易出现浑浊,产品偏酸、影响测定的准确性;硫酸亚铁、硫酸铝等由于产品的颜色不一,采用蒸馏法时也较容易造成颜色干扰,导致分光光度法测定时结果偏高。目前,污水处理厂对混凝剂、碳源、pH调节剂等水处理剂氨氮含量都有限量要求,水处理剂氨氮通用检测方法标准的缺失导致不同的实验室间测试结果偏差较大,验收纠纷层出不穷。因此,本标准对于不同类型的水处理剂产品的氨氮检测方法进行规范和统一,监测和控制水处理剂的产品质量,避免二次污染,提升水处理效果,具有重要的环保意义和应用前景。

水质分析常用的氨氮分析方法主要包括气相分子吸收光谱法、纳氏试剂分光光度法、水杨酸分光光度法、蒸馏-中和滴定法、连续流动注射-水杨酸分光光度法等。由于水处理剂产品基体复杂,无机类产品、水溶性差的产品、颜色深的产品以及二元、三元等复配产品中的多种成分都会对测定过程造成严重于扰,因此水质中氨氮的测定方法并不适用。针对不同的水处理剂产品的基体特点并结合行业需求,制

定合适的前处理方法并建立适用于不同水处理剂产品的氨氮测试方法标准,对于提升行业内氨氮的检测 和监控水平,引领水处理剂高质量绿色发展十分必要。目前国内尚无这方面的国家和行业标准,本标准 部分将为水处理剂的绿色产品研发和高质量发展提供技术支撑。

# 2.2 国内外相关标准情况

本标准无对应的国际标准或国外先进标准。

目前国内外的氨氮的测定主要是针对水质进行,美标 ASTMD1426-2015(2021)e1、欧盟标准 EN ISO11732-2005《水质 氨氮的测定 流体分析法(CFA 和 FIA)和光谱测定法》,国内环境标准 HJ195-2023 《水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法》、HJ537-2009《水质 氨氮的测定 蒸馏-中和滴定法》;HJ536-2009《水质 氨氮的测定 水杨酸分光光度法》、HJ535-2009《水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法》、GB/T 34532-2017《稀土废渣、废水化学分析方法 第5部分: 氨氮量的测定》,均是针对水质中氨氮的含量进行测试分析,并不适用水处理剂尤其是复配水处理剂中氨氮的测定。水处理药剂单剂中涉及氨氮测定方法的标准有 GB/T22627-2022《水处理剂聚氯化铝》、HG/T5959-2021《生化法处理废〔污〕水用碳源乙酸钠》、HG/T 4538-2022《水处理剂 氯化亚铁》,但方法仅仅适用于单一成分药剂进行检测,不适于用复配、有色、掺杂的水处理药剂。本标准参考国外先进标准,结合水处理剂产品特点和行业需求,研制了适用于大部分类型水处理剂产品的分析方法,包括纳氏试剂分光光度法,水杨酸分光光度法、蒸馏中和-滴定法和水杨酸快速光度法,既保证了测定的准确性,又显著提高分析效率和行业检测水平。

目前水处理剂单剂产品标准,尤其是无机混凝剂中氨氮含量已开始有相应规定,现有标准中单一成分药剂进行检测,不适于用复配、有色、掺杂的水处理药剂,因复配产品的行业标准较少,对于复配使用的水处理剂中的氨氮更是没有准确的检测方法标准可循,这对于产品的生产企业、使用方和检测机构带来了不便,不利于规范市场,因此急需制定本标准,为贸易和行业高质量发展提供依据。

# (二) 主要工作过程

1 起草阶段(2024年12月-2025年10月)

# 1.1 起草工作组

由、、组成。

#### 1.2 分工情况

为了按计划完成本标准的制定工作,使本标准的技术内容先进、合理,测定方法科学、准确,制标任务下达后,对任务进行分工,天津院主要负责标准制定工作总体协调及资料收集、组织召开标准工作会议、提出试验方案、筛选与收集试验样品,组织开展方法验证,试验数据统计与分析;浙江方圆检测集团股份有限公司共同负责编写、修改标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。

其他单位主要负责参与试验方案的讨论、开展试验方法验证和数据统计、参加工作会议讨论、对标准过程稿件提出修改意见等。各主要参加单位及工作组成员所做工作见表1。

#### 表 1 主要参加单位及工作组成员所做工作

#### 1.3 调查研究过程

执行单位接到上级部门下达的《水处理剂分析方法 第3部分: 氨氮含量的测定》国家标准的制定 计划后,成立标准编制组,同时对国内外标准及有关技术资料进行了检索,并向相关单位发函,进行产 品方法调查并广泛征求对标准制定工作的意见。

经调查查询,国内针对氨氮含量的测定方法的标准有 HJ195-2023《水质 氨氮的测定 气相分子吸

收光谱法》、HJ537-2009《水质 氨氮的测定 蒸馏-中和滴定法》;HJ536-2009《水质 氨氮的测定 水杨酸分光光度法》、HJ535-2009《水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法》、GB/T 34532-2017《稀土废渣、废水化学分析方法 第5部分:氨氮量的测定》等,分光光度法、水杨酸分光光度法、蒸馏中和滴定法作为传统的氨氮分析方法应用广泛。

目前水处理剂领域的标准体系中以单剂产品标准为主,其中水处理剂乙酸钠、聚氯化铝中均已经有 氨氮含量的测定方法。大部分的无机混凝剂、杀菌消毒剂、复配水处理剂药剂均没有相应的测试方法及 要求,为避免产品在应用过程中对水体造成二次污染,目前药剂使用单位开始越来越重视水处理剂中氨 氮的含量对水体的影响。现有氨氮含量的测定标准体系主要是针对单一物质,水质等简单基体,由于水处理剂的复配成分越来越多,市场竞争加剧,越来越多的企业采用的原料也原来越复杂,氨氮引入的来源原来原来越多,因此水处理剂中氨氮含量的测定方法的出台越来越迫切,因此本标准的验证样品选择主要包括了铝铁盐类无机混凝剂、缓释阻垢剂、氨水高效清洁剂、聚合硫酸铁、三氯华铁、非氧化杀菌剂、混合碳源、有机复合聚氯化铝等代表性样品,不仅能够考察方法的通用性和适用性,更能够验证不同基体对于方法的干扰情况。

2024年11月~2025年3月,调研和收集国内外相关标准和技术资料,了解水处理剂中氨氮含量测定现状,筛选典型水处理剂样品并进行相应的试验,在此基础上制定标准草案和编制说明。

2025年3月20日~3月23日,全国化学标准化技术委员会水处理剂分会在福建省漳州市召开2025年年会暨2025年标准制修订启动会,出席会议的有分会秘书处、分会委员、标准起草单位、科研院所、大专院校、标准出版社及生产厂家等共计80家单位的110位代表。会上,由起草单位详细讨论了标准草案具体内容,讨论了标准制定需做试验的具体内容、目标要求、试验方法等。

为了顺利推进下一阶段标准制定工作,起草小组采用电话沟通和微信群在线交流的方式,总结了前一阶段主要工作成果,讨论了草案中的主要技术内容,试验中应注意的关键点,交流了试验过程中存在的问题和对标准草案内容的修改意见,对下一阶段的工作任务进行了分配和安排。

# 1.4 验证过程

2025年5月至2025年10月,由浙江方圆、杭州环析、杭电化等单位对以下试验内容进行了验证试验:

- 1) 校准曲线的绘制;
- 2) 标准曲线法精密度试验:
- 3) 加标回收验证试验。
- 4) 实验室间比对

验证试验的结果详见"三、主要试验(或验证)的分析"。

# 1.5 工作组讨论稿(征求意见稿)的形成

根据前期讨论及试验验证等起草阶段工作情况,起草工作组于2025年9月提出工作组讨论稿。

2 标准征求意见阶段(2025年10月-2025年11月)

# 2.1 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上,起草小组提出标准草案征求意见稿及编制说明,经归口单位修改后,于2025年9月30日向水处理剂分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了电子文件征求意见稿及编制说明,并在网上公开征求意见。

# 2.2 意见的反馈与处理

XXXXX

3 标准审查阶段(2026年3月)

XXXX

4 报批阶段(2026年4月)

XXX

#### 二、标准编制原则、标准体系和确定标准主要内容

# (一) 标准编制原则

本标准在制定过程中,起草单位遵循规范性、科学性、适用性原则,对标准的技术内容进行反复确 认和验证,旨在为水处理剂产品提供先进、科学、适用的氨氮含量的检验方法,以便完善现有方法标准 体系,提高水处理剂中氨氮含量的检测效率和准确性,促进分析技术的更快更好的发展。

- 1、规范性原则: 根据 GB/T 1.1-2020、GB/T 20000、GB/T 20001 等相关规定进行编写。
- 2、科学性原则:任务下达后,归口单位联合起草单位查阅了相关的国内外资料。由此确定了科学准确的测定方法,并进行了相关验证试验,确保标准试验方法的可行性和可靠性,保障了标准的科学性要求。
- 3、适用性原则:本标准制定过程中,归口单位、起草单位以及相关检测单位多次相互交换意见及建议,探讨标准内容的可行性,确保标准可以有效适用于我国水处理剂产品中氨氮含量的准确检测。

# (二) 标准体系

本标准在水处理剂标准体系中的位置:

体系类目名称: 水处理剂-方法-水处理剂测定方法-通用测定方法;

体系类目编号: 01-063-05-03-01-01;

该体系类目编号下现有国家标准 10 项, 行业标准 1 项。

#### (三)确定标准制定主要内容的论据

纳氏试剂分光光度法基于游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂反应生成淡红棕色络合物。在420nm的波长下,该络合物的吸光度与氨氮含量成正比,可利用标准曲线法准确定量样品中氨氮的含量。水杨酸分光光度法基于试样中氨经蒸馏后与共存离子分离。在碱性介质和亚硝基铁氰化钠存在下,试样中氨、铵离子与水杨酸盐和次氯酸离子反应生成蓝色化合物,在波长700nm处该络合物的吸光度与氨氮含量成正比,可利用标准曲线法准确定量样品中氨氮的含量。蒸馏一中和滴定法利用酸碱滴定的原理将试样中加入过量氢氧化钠溶液,采用蒸馏法将氨蒸出并吸收在过量硼酸溶液中,以甲基红亚甲基蓝为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定溜出液中的氨氮(以N计)。

#### 三、主要试验(或验证)的分析、综述报告,技术经济论证,预期的经济效果

1 对重要步骤过程的分析

#### 1.1 校准曲线的绘制

配制校准溶液,以浓度与吸光度为横、纵坐标绘制校准曲线,数据见表 2。

表2 不同方法的标准曲线汇制情况

	1 1 424 (MH4) 4 (MH4)								
	浓度,μg	吸光度 A		浓度,μg	吸光度 A				
纳氏分光光	浓度,μg	(扣空白后)	水杨酸分光光度	γκ/χ, με	(扣空白后)				
度计	0.0	0.04	法	0.0	0.025				
	10.0	0.079		0.5	0.083				

20.0	0. 146	1.0	0.139
40.0	0. 270	2.0	0. 235
60.0	0. 399	4.0	0. 434
80.0	0. 545	8.0	0. 642
100.0	0. 684	10.0	0.842

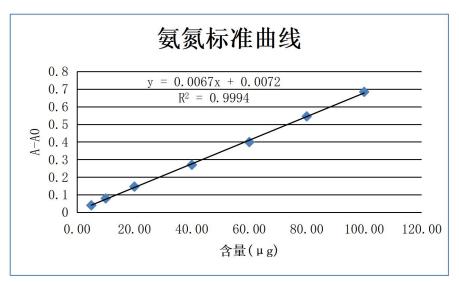


图 1 纳氏试剂分光光度法标准曲线

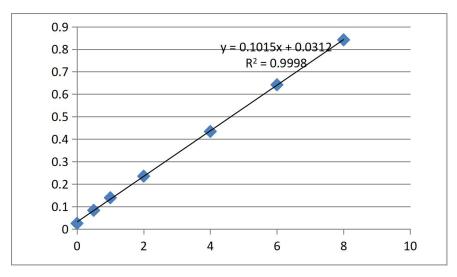


图 2 水杨酸分光光度法标准曲线

由图 1~2 可知,在 0.0μg~100μg 和 0.0μg~10μg 浓度范围内,每个浓度与吸光度的线性相关性良好,主要考虑不同方法的产品适用性,还要考虑特别样品的需求及加标回收率、测量精密度,本试验通过定制赋值的含有氨氮的不同水处理剂样品,考察纳氏试剂分光光度法、水杨酸分光光度法、蒸馏中和滴定法测定的稳定性及准确性。

# 1.2 纳氏试剂分光光度法

针对不同水处理剂样品,采用纳氏试剂分光光度法进行含量测定,精密度及加标回收率详见表 3 。 表 5 不同水处理剂样品测得值及精密度

水处理剂种类   测得值 1, %   测得值 2,	% 测得值 3, % 测得值 → 测得值 → 1	测得值 测得值 精密
----------------------------	--------------------------	------------

				4, %	5, %	6, %	度,%
聚氯化铝	0.00344	0.00339	0.00343	0.00324	0.00300	0.00350	0.02
乙酸钠	0.00394	0.00394	0.00394	0.00397	0.00394	0.00397	0.0015
聚合硫酸铁	0.00146	0.00113	0.00132	0.00116	0.00148	0.00154	0.017
硫酸铝	0.00012	0.00012	0.00015	0.00010	0.00017	0.00015	0.003
氯化亚铁	0.05846	0.06237	0.05787	0.05852	0.06604	0.06787	0.43
复合碳源	0.00011	0.00018	0.00010	0.00021	0.00022	0.00014	0.005

表 5 纳氏试剂分光光度法加标回收率

水处理剂种类	加标值,μg	测得值,%	回收率,%
	3.00	2.89	96. 3
聚氯化铝	5. 00	5. 28	105.6
	7. 00	6.80	97. 2
	3. 00	3. 03	101.0
乙酸钠	5. 00	4. 96	99. 2
	7. 00	6. 94	99. 1
	3. 00	3. 45	115.0
聚合硫酸铁	5. 00	5. 9	118.0
	7. 00	7. 45	106.0
	3.00	3. 27	109.0
硫酸铝	5.00	5. 34	106.8
	7. 00	7. 25	103.6
	3.00	3. 03	101.0
氯化亚铁	5.00	4. 75	95. 0
	7. 00	6. 93	99. 0
	3. 00	3. 09	103.0
复合碳源	5. 00	5. 15	103.0
	7. 00	7. 24	103. 4

# 1.3 水杨酸分光光度法

称分别移取8mL待测液至50mL比色管中,依次加入1.0mL显色剂(4.16)和1滴亚硝基铁氰化钠溶液(4.17),混匀后滴加2滴次氯酸钠溶液(4.9),加入0.7mL的1mol/L氢氧化钠溶液,用水稀释至刻度,混匀,在40℃的水浴中保温25min显色。用1cm比色皿,在波长700 nm处以试剂空白为参比测其吸光度。以测得的吸光度为纵坐标,相对应的氨氮的质量(μg)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。以空白校正后的吸光度为纵坐标,以其对应的氨氮含量(μg)为横坐标,绘制校准曲线。

平行测定样品 6 次, 计算结果相对标准差, 精密度数据见表 6, 加标回收率数据见表 7。

表 6 水杨酸分光光度法样品测定值及精密度

水处理剂种类	测得值 1, %	测得值 2,%	测得值 3, %	测得值 4,%	测得值 5,%	测得值 6,%	精密 度,%
聚氯化铝	0.00012	0.00011	0.00012	0.00012	0.00012	0.00012	0.02
乙酸钠	0.00045	0.00049	0.00048	0.00047	0.00045	0.00042	0.0015

硫酸铝	0.00027	0.00027	0.00027	0.00026	0.00024	0.00027	0.003
复合碳源	0.00007	0.00009	0.00008	0.00008	0.00009	0.00007	0.005

表 7 水杨酸分光光度法加标回收率

水处理剂种类	加标值,μg	测得值,%	回收率,%
	0.3	0. 28	93. 3
聚氯化铝	0.5	0.48	96. 0
	0.7	0.67	95. 7
	0.3	0.29	96. 6
乙酸钠	0.5	0.49	98. 0
	0.7	0.71	101.4
	0.3	0.33	110.0
硫酸铝	0. 5	0.51	102.0
	0.7	0.72	102.8
复合碳源	0.3	0. 28	93. 3
	0.5	0.49	98
	0.7	0.71	101.4

由于氯化亚铁和聚合硫酸铁在选取样品时,酸性较强,在与蒸馏调节时pH无法调节溶液混浊,导致分光无法进行。

# 1.4 蒸馏中和滴定法

将全部馏出液转移至锥形瓶中,加入2滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定,至馏出液由绿色变成淡紫红色为终点,记录消耗的盐酸标准滴定液的体积。平行测定样品2次,计算结果相对标准差,并通过实验室间比对,计算精密度偏差,确认方法可靠性。见表8

表 8 蒸馏中和滴定法实验室间比对数据

基质	购买浓度值	实验室1测得值	实验室 2 测得值	实验室3测得值	实验室偏差,%
聚合氯化铝	0.11%	0.10%	0.12%	0.11%	1.0
缓蚀阻垢剂	0.10%	0.09%	0.10%	0.11%	1.0
氨水高效清 洗剂	0.13%	0.13%	0.13%	0.14%	0.58
聚合硫酸铁	0.16%	0.16%	0.15%	0.16%	0.58
浊水清	0.11%	0.11%	0.11%	0.13%	0.012
三氯化铁	0.11%	0.11%	0.11%	0.12%	0.58

# 2 预期达到的经济效果

本标准的制定主要是为了满足目前检验检测机构、生产企业和市场的检测需求,使之可以更加科学 地规范水处理剂单剂及复配药剂中氨氮含量的测定方法,引导和促进行业高质量发展。通过本标准的制 定,使检测方法有通用性标准可依,提高检测效率和测定准确性,减少检测误差。本标准的实施对提高 水处理剂质量,促进产品向高端领域研发和升级,保障市场正常秩序,促进社会经济发展,消除贸易技术壁垒,促进国际贸易开展起到积极地推动作用。

# 四、采用国际标准和国外先进标准的程度,以及与国际、国外同类标准水平的对比情况,或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准无相关国际标准和国外先进标准。本标准分析方法科学、灵敏,结果可靠准确,能够满足水处理剂生产企业、用户、科研机构及第三方检测机构的检测需求。标准的发布实施将水处理剂单剂及复配药剂中氨氮含量的测定方法,使检测方法有标可依,提高检测效率和测定准确性,对提高水处理剂质量,促进产品向高端领域研发和升级,保障市场正常秩序,消除贸易技术壁垒,促进国际贸易开展起到积极地推动作用,其综合水平为国内先进水平。

# 五、以国际标准为基础的起草情况,以及是否合规引用或者采用国际国外标准,并说明未采用国际标准的原因

本标准无相关国际标准和国外先进标准, 故本条不涉及。

# 六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准遵循相关的法律、法规和强制性国家标准的要求,与我国现行相关法律、法规、规章及相关标准无冲突。

# 七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在制定过程中无重大分歧意见。

#### 八、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利。

#### 九、实施国家标准的要求,以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

建议尽快发布本标准并自发布之日起6个月实施。建议标准实施后组织标准宣贯,使标准应用单位 了解标准内容,促进标准实施应用。

#### 十、标准性质的建议说明

建议将本标准作为推荐性标准使用。

# 十一、废止现行有关标准的建议

无。

# 十二、其他应予说明的事项

无。

《水处理剂分析方法 第3部分: 氨氮含量的测定》标准编制组 2025年9月