



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

水处理剂分析方法 第3部分：氨氮含量的测定

Analysis of water treatment chemicals—Part 3: Determination of ammonia nitrogen

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/TXXXXX《水处理剂分析方法》的第3部分。GB/TXXXXX已经发布了以下部分

——第1部分：磷含量的测定；

——第2部分：砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法；

——第3部分：氨氮含量的测定。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

引 言

为了确保水系统的正常运行及节约用水,减少对环境的污染,需要在水中添加适量的化学处理药剂,来控制给水设备及输水管线造成的腐蚀、结垢、菌藻、黏泥等危害。随着水处理技术的发展,水质情况日趋复杂,不同配方组成的水处理剂产品种类不断增加。

GB/T XXXXX旨在确立水处理剂产品的化学分析方法,拟由3个部分组成。

——第1部分:磷含量的测定。目的在于确立磷含量的测定方法。

——第2部分:砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法。目的在于确立砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定方法。

——第3部分:氨氮含量的测定。目的在于确立氨氮含量的测定方法。

分光光度法、滴定法和快速光度法具有灵敏度高、精密度好、检测效率高等优点,已被广泛应用于水处理剂产品中氨氮含量的测定。

水处理剂分析方法 第3部分：氨氮含量的测定

1 范围

本文件描述了水处理剂中氨氮含量的测定方法。

本文件适用于水处理剂中氨氮含量的测定。纳氏试剂分光光度法：当取样质量为5g，使用20mm比色皿时，本方法的检出限为0.00002%，测定下限为0.0006%；水杨酸分光光度法：当取样体积为5g，使用30mm比色皿时，检出限为0.0001%，测定下限为0.0004%；蒸馏-中和滴定法：当取样体积为5g，检出限为0.0005%，测定下限为0.001%。

对于更高氨氮含量的水处理剂可以稀释后测定。

本文件不适用于铵盐类水处理剂产品中氨氮含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

HJ 535-2009 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法

HJ 536-2009 水质 氨氮的测定 水杨酸分光光度法

GB/T 602-2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试剂或材料

除非另有规定，分析时所用试剂均使用符合国家标准和分析纯及以上试剂。实验室用水，GB/T6682-2008，三级。

4.1 无氨水。

4.2 轻质氧化镁(MgO)。

4.3 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.4 乙醇。

4.5 氢氧化钠。

4.6 酒石酸钾钠。

4.7 亚硝基铁氰化钠。

4.8 氯化铵，优级纯。

4.9 次氯酸钠使用液：按照 HJ536 规定的方法制备。

4.10 硼酸溶液（20g/L）：称取 20g 硼酸溶于水，稀释至 1L。

4.11 纳氏试剂：按照 HJ535 规定的方法制备。

- 4.12 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。称取 200mg 甲基红溶于 100mL 乙醇中，另称取 100mg 亚甲基蓝溶于 100mL 乙醇中，取两份甲基红溶液溶与 1 份亚甲基蓝溶液混合备用，此溶液可稳定 1 个月。
- 4.13 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.02\text{mol/L}$ 。
- 4.14 硫酸溶液：1+5。
- 4.15 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=2\text{mol/L}$ 。称取 40g 氢氧化钠溶于水中，稀释至 500mL，注入聚乙烯容器中，密闭保存。
- 4.16 显色剂（水杨酸-酒石酸钾钠溶液）：称取 12.5g 水杨酸，加入约 25mL 水，再加入足量氢氧化钠（5.2.17），搅拌直至水杨酸完全溶解，并调节水杨酸溶液 pH 值为 6.0~7.4，再称取 12.5g 酒石酸钾钠（5.2.6），溶于水中，与上述溶液合并移入 250mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液在 2℃~5℃下聚乙烯瓶中避光保存，有效期为 1 个月。
- 4.17 亚硝基铁氰化钠溶液：10g/L。称取 0.1g 亚硝基铁氰化钠置于 10mL 具塞比色管中，加水稀释至刻度，混匀。试剂置于棕色试剂瓶中，在 6℃冷藏避光保存，当试剂变为蓝色时应重新配制。
- 4.18 溴百里酚蓝指示剂（0.5 g/L）：称取 0.05g 溴百里酚蓝溶于 50ml 水中，加入 10ml 乙醇（4.2），用水稀释至 100mL。
- 4.19 酒石酸钾钠溶液：500g/L。称取 50.0g 酒石酸钾钠（ $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ），溶于 100mL 水中，加热煮沸以驱除氨，充分冷却后稀释至 100mL。
- 4.20 硫酸吸收液， $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01\text{mol/L}$ 。量取 7.0ml 硫酸（4.3）加入水中，稀释至 250ml。临用前取 10ml，稀释至 500mL。
- 4.21 氨氮标准储备溶液：1000 $\mu\text{g/mL}$ 。称取 3.8190g 氯化铵（ NH_4Cl ），优级纯，在 100℃~105℃干燥 2h，溶于水中，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。可在 2℃~5℃保存 1 个月。
- 4.22 氨氮标准使用溶液：10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 5.00mL 氨氮标准储备溶液于 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。
- 4.23 氨氮标准溶液：1 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 10mL 氨氮标准使用溶液于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

5 仪器设备

- 5.1 分光光度计：配有 1cm~3cm 的吸收池。
- 5.2 氨氮蒸馏装置：由 500mL 凯氏烧瓶或蒸馏烧瓶、氮球、直形冷凝管和导管组成，冷凝管末端可连接一段适当长度的滴管，使出口尖端没入吸收液液面下。也可用定氮蒸馏仪器。
- 5.3 酸式滴定管 50mL A 级。
- 5.4 分析天平：感量为 0.0001g。

6 样品预处理

称取 5g 试样，精确至 0.2mg，用无氨的水溶解后转移至 250mL 容量瓶并稀释至刻度，摇匀。在接收瓶中加入 50mL 硼酸溶液（4.10）或硫酸溶液（4.20），确保冷凝管出口在吸收液液面之下。将试液全部转移至烧瓶中，加两至三滴溴百里酚蓝指示液，用氢氧化钠溶液（4.15）或硫酸溶液（4.14）调节 pH 值至 6.0（呈黄色）~7.4（呈蓝色）之间。加入 0.25g 轻质氧化镁及数粒玻璃珠，立即连接氮球和冷凝管。加热蒸馏，待馏出液约至 200mL 时，停止蒸馏，加水定容至 250mL，作为待测液。使用定氮蒸馏仪测定时，蒸馏瓶内的加水量和所需的氢氧化钠溶液浓度会因仪器的型号不同而有差异，使用者可根据一起型号选择最佳测试条件。

注：采用分光光度法测定时，无需预处理的样品，可直接取 5g，按与校准曲线相同的步骤测量吸光度。

7 测定方法

7.1 纳氏试剂分光光度法（仲裁法）

7.1.1 方法原理

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。该络合物的吸光度与氨氮含量成正比，于420nm波长处测量吸光度。

7.1.2 分析步骤

7.1.2.1 校准曲线

分别移取 0.00 mL (空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL (4.22) 氨氮标准溶液于7个50mL比色管中，其所对应的氨氮含量分别为 0.0μg、10.0μg、20.0μg、40.0μg、60.0μg、80.0μg、100μg，用水稀释至刻度。加入1.0mL酒石酸钾钠溶液，摇匀。再加入1.0mL纳氏试剂，摇匀，放置10min。在420nm波长处，用2cm吸收池，以水为参比测量吸光度。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。

7.1.2.2 样品测定

分别移取25mL待测液，然后加入1.0mL酒石酸钾钠溶液，摇匀。再加入1.0mL纳氏试剂，摇匀，放置10 min。在420nm波长处，用2cm吸收池，以水为参比测量吸光度。在校准曲线上查出或用回归方程计算出试验溶液中氨氮的质量。

7.1.2.3 空白试验

用水代替水样，按与样品相同的步骤进行前处理和测定。

7.1.2.4 结果计算

氨氮含量以质量分数 ω_1 计，数值以%表示，按公式（1）计算

$$\omega_1 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 V / V_0} \times 100$$

式中：

m ——从校准曲线上查得的或用回归方程计算出的氨氮的质量的数值，单位为微克(μg)；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

V ——移取馏出液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=25$)；

V_0 ——馏出液的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_0=250$)。

计算结果保留2位有效数字。

7.1.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.0001%。

7.2 水杨酸分光光度法

7.2.1 方法原理

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处测定。

7.2.2 分析步骤

7.2.2.1 校准曲线的绘制

分别移取0.00 mL (空白)、0.50mL、1.00 mL、2.00 ml、4.00 ml、8.00 mL、10 mL (4.23) 氨氮标准溶液，移入10mL 容量瓶中定容，其所对应的氨氮含量分别为 0.0μg、0.5μg、1μg、2.0μg、4.0μg、8.0μg、10μg。移取至50mL比色管中再依次加入1.0mL显色剂 (4.16) 和1滴亚硝基铁氰化钠溶液 (4.17)，混匀，滴加2滴次氯酸钠溶液 (4.9)，用水稀释至刻度，混匀。显色60min后，用1cm比色皿，在波长700nm处以水为参比测量吸光度。以氨氮的(μg)含量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

7.2.2.2 样品的测定

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。

7.2.2.3 空白试验

用水代替水样，按与样品相同的步骤进行前处理和测定。

7.2.2.4 结果计算

氨氮含量以质量分数 ω_2 计，数值以%表示，按公式 (1) 计算

$$\omega_1 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 V / V_0} \times 100$$

式中：

m -从校准曲线上查得的或用回归方程计算出的氨氮的质量的数值，单位为微克(μg)；

m_0 -试料的质量的数值，单位为克(g)；

V -移取馏出液的体积的数值,单位为毫升(mL),($V=8$)；

V_0 -馏出液的总体积的数值,单位为毫升(mL),($V_0=250$)。

计算结果保留2位有效数字。

7.2.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.0001%。

7.3 蒸馏-中和滴定法

7.3.1 方法原理

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馏出液中的氨氮（以N计）。

7.3.2 分析步骤

7.3.2.1 测定

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。

同时做空白试验。

7.3.2.2 结果计算

氨氮（以N计）含量以质量分数（ ω_5 ）计，数值以%表示，按公式（7）计算：

$$\omega_5 = \frac{(V - V_0) cM \times 10^{-3}}{m} \times 100$$

式中：

V——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M——氮（N）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（M=14.01）；

m——试料的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果保留2位有效数字。

7.3.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.002%。

7.4 水杨酸快速光度法

7.4.1 原理

在碱性介质中，试样中的氨、铵离子与二氯异氰尿酸溶液释放出来的次氯酸跟反应生产氯胺。在40℃和亚硝基铁氰化钠存在的条件下，氯胺与水杨酸盐反应形成蓝绿色化合物，于700nm波长处测量其吸光度。本方法适用于底色不深、不需蒸氨的样品。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 除非另有规定，仅使用分析纯及以上试剂和符合 GB/T6682-2008 规定的三级水。

7.4.2.2 水杨酸溶液：称取 15.47g 酒石酸钾钠，11.25g 柠檬酸钠，6.25g 氢氧化钠，20g 水杨酸钠，溶于 500mL 水中，放入避光密封试剂袋中保存。密闭良好时可使用 1 个月。

7.4.2.3 二氯异腈尿酸钠溶液：称取 1.0 g 二氯异腈尿酸钠溶于 500 mL 水中，放入避光密封试剂袋中保存。密闭良好时可使用 1 个月。

7.4.2.4 亚硝基铁氰化钠溶液：称取 0.5 g 亚硝基铁氰化钠溶于 500 mL 水中，放入避光密封试剂袋中保存。此溶液可稳定保存 1 个月。

7.4.2.5 氨氮标准储备溶液：1000 μ g/mL。准确称取 3.8190g 氯化铵（NH₄Cl，优级纯，在 100℃～105℃干燥 2h），溶于水，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至标线摇匀。

7.4.2.6 氨氮标准溶液：100 μ g/mL。准确移取 10.00mL 的 1000 μ g/mL 氨标准储备溶液于 100mL 容量瓶中，稀释至标线摇匀。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 氨氮快速分析仪或连续流动分光光度计：波长范围 700±10 nm，比色池光程 1～5 cm，仪器流路图见图 1。

7.4.3.2 样品管：管径 2.0mm。

7.4.3.3 试剂管：管径 1.2 mm。

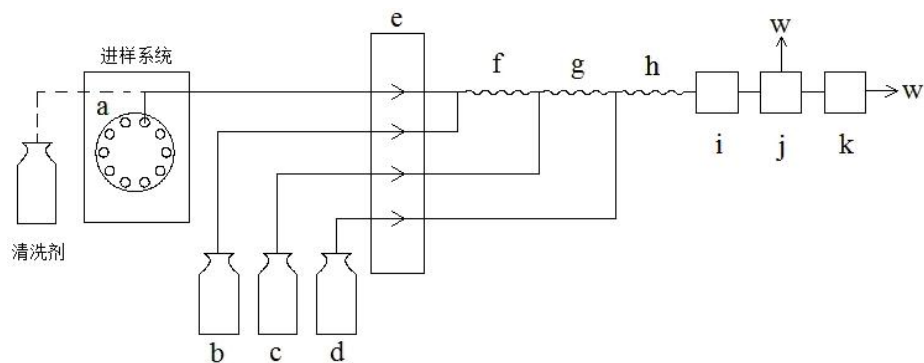


图 1 氨氮分析仪的分析流路

标引序号说明：

- a——进样器；
- b——水杨酸溶液；
- c——二氯异腈尿酸钠溶液；
- d——亚硝基铁氰化钠溶液；
- e——蠕动泵；
- f、g、h——混合盘管；
- i——恒温器；
- j——脱气装置；
- k——光度检测器；
- w——废液。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 系列校准溶液的配制

分别移取0.20mL，0.50mL，1.00mL，2.00mL和5.00mL的100 μ g/mL氨标准溶液于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，得到浓度分别为0.20 μ g/mL，0.50 μ g/mL，1.00 μ g/mL，2.00 μ g/mL和5.00 μ g/mL的氨氮系列校准溶液。

7.4.4.2 测定

将样品溶解或稀释至适宜浓度，按仪器说明书设定仪器操作条件，设定加热温度为40℃；进样时间1.0 min，清洗时间2.5 min，并输入稀释倍数。自动测量标准溶液和待测样品的吸光度并回归工作曲线，输出测定结果。

7.4.5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本文件编号

- b) 测试所使用的方法
 - c) 试验结果
 - d) 测试过程中的异常情况
 - e) 试验日期、试验报告出具日期、实验室名称和地址
-