



中华人民共和国国家标准

GB 29518—2013

柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液 (AUS 32)

Diesel engines NO_x reduction agent—Aqueous urea solution (AUS 32)

(ISO 22241-1:2006, Diesel engines— NO_x reduction agent AUS 32—Part 1: Quality requirements; ISO 22241-2:2006, Diesel engines— NO_x reduction agent AUS 32—Part 2: Test methods; ISO 22241-3:2008, Diesel engines— NO_x reduction agent AUS 32—Part 3: Handling, transportation and storage, MOD)

2013-05-07 发布

2013-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 标识	2
5 技术要求和试验方法	2
6 检验规则	3
7 标志、包装、运输和储存	3
8 加注接口	4
附录 A (规范性附录) AUS 32 中的尿素含量的测定(总氮法)	5
附录 B (规范性附录) AUS 32 碱度的测定	8
附录 C (规范性附录) AUS 32 中缩二脲的测定	11
附录 D (规范性附录) AUS 32 中醛类的测定	15
附录 E (规范性附录) AUS 32 中不溶物的含量(重量法)	18
附录 F (规范性附录) AUS 32 中磷酸盐含量的测定	20
附录 G (规范性附录) AUS 32 中金属含量的测定(电感耦合等离子发射光谱法)	24
附录 H (规范性附录) 傅里叶红外光谱仪检测 AUS 32 的一致性	29
附录 I (规范性附录) 取样	31
附录 J (规范性附录) AUS 32 的处理、储存及运输	33
附录 K (资料性附录) 加注接口	38
附录 L (资料性附录) 密闭式加注系统的相容性条件	45
附录 M (资料性附录) 本标准与 ISO 22241 相比的结构变化情况	47
附录 N (资料性附录) 本标准与 ISO 22241 的技术性差异及其原因	48

前 言

本标准的第4章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 22241-1:2006《柴油发动机氮氧化物还原剂 AUS 32 第1部分:质量要求》、ISO 22241-2:2006《柴油发动机氮氧化物还原剂 AUS 32 第2部分:试验方法》和 ISO 22241-3:2008《柴油发动机氮氧化物还原剂 AUS 32 第3部分:处理、运输和储存》。

本标准与 ISO 22241-1:2006、ISO 22241-2:2006 和 ISO 22241-3:2008 相比结构上有较多调整,附录 M 中列出了本标准与 ISO 22241-1:2006、ISO 22241-2:2006 和 ISO 22241-3:2008 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 22241-1:2006、ISO 22241-2:2006 和 ISO 22241-3:2008 相比存在技术性差异,附录 N 中给出了相应技术性差异及其原因一览表。

本标准由中华人民共和国环境保护部提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会(SAC/TC 280/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国石化销售有限公司华北分公司、中国环境科学研究院、中国石油化工股份有限公司润滑油分公司、中国环境科学研究院、中国石油销售分公司、中国石油兰州润滑油研究开发中心、四川美丰化工股份有限公司。

本标准主要起草人:张新昌、赵扬、耿立波、郝春晓、顾惠明、李爽、王永红、陶家明。

柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液 (AUS 32)

1 范围

本标准规定了柴油发动机氮氧化物还原剂——尿素水溶液(AUS 32)的术语和定义、标识、技术要求 and 试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存,并对该产品的加注接口做出了推荐要求。

本标准适用于柴油车选择性催化还原系统用氮氧化物还原剂——尿素水溶液(AUS 32)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 614 化学试剂 折光率测定通用方法(GB/T 614—2006,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)(GB/T 1884—2000,eqv ISO 3675:1998)

GB/T 1885 石油计量表(GB/T 1885—1998,eqv ISO 91-2:1991)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法(U形振动管法)(SH/T 0604—2000,eqv ISO 12185:1996)

ISO 4259 石油产品试验方法 精密度数据确定法(Petroleum products—Determination and application of precision data in relation to methods of test)

ISO 9020 色漆和清漆用黏合剂 胺类树脂的自由甲醛含量的测定 亚硫酸钠滴定法(Binders for paints and varnishes—Determination of free-formaldehyde content of amino resins—Sodium sulfite titrimetric method)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

选择性催化还原系统 selective catalytic reduction system;SCR

安装在柴油发动机排气系统中,通过注入还原剂,将排气中的氮氧化物催化还原成氮气 and 水的催化转化装置。

3.2

AUS 32 专用尿素 urea for AUS 32

工业上生产的只含有痕量缩二脲、氨 and 水的尿素,不含醛 and 其他物质(如抗结块剂),不含硫 and 硫化物、氯化物、硝酸盐 and 其他化合物。

注:对于上述所提到的污染物,在尿素生产过程中都会产生影响,要严格控制含量及测试方法,作为农业生产用的尿素通常都含有上述化合物。

3.3

纯水 pure water

用单次蒸馏、去离子化、超滤 or 反渗透等方法制取的符合 GB/T 6682 规定的三级水。

3.4

氮氧化物还原剂——尿素水溶液(AUS 32) NO_x reduction agent—Aqueous urea solution(AUS 32)

用不含其他任何添加物(如 3.2 所示)的 AUS 32 专用尿素与纯水一起配制的水溶液,该溶液中尿素含量为 32.5%(质量分数),并符合第 5 章所规定的技术要求,简称 AUS 32。

注:符合表 1 要求的示踪剂可作为添加物。

4 标识

符合本标准的 AUS 32 的加注泵和容器上应具有下列标识:

AUS 32 GB 29518

5 技术要求和试验方法

柴油发动机氮氧化物还原剂——尿素水溶液(AUS 32)的技术要求和试验方法见表 1。

表 1 柴油发动机氮氧化物还原剂——尿素水溶液(AUS 32)技术要求和试验方法

项 目			质量指标	试验方法
尿素含量 ^a (质量分数)/%			31.8~33.2	附录 A ^d
密度 ^b (20℃)/(kg/m ³)			1 087.0~1 093.0	SH/T 0604 ^e
折光率 ^c ₂₀ n _D			1.381 4~1.384 3	GB/T 614
杂质含量	碱度(以 NH ₃ 计)(质量分数)/%	不大于	0.2	附录 B
	缩二脲(质量分数)/%	不大于	0.3	附录 C
	醛类(以 HCHO 计)/(mg/kg)	不大于	5	附录 D
	不溶物/(mg/kg)	不大于	20	附录 E
	磷酸盐(以 PO ₄ 计)/(mg/kg)	不大于	0.5	附录 F
	钙/(mg/kg)	不大于	0.5	附录 G
	铁/(mg/kg)	不大于	0.5	
	铜/(mg/kg)	不大于	0.2	
	锌/(mg/kg)	不大于	0.2	
	铬/(mg/kg)	不大于	0.2	
	镍/(mg/kg)	不大于	0.2	
	铝/(mg/kg)	不大于	0.5	
	镁/(mg/kg)	不大于	0.5	
	钠/(mg/kg)	不大于	0.5	
	钾/(mg/kg)	不大于	0.5	
一致性确认			与参考谱图一致	附录 H

注:如果有必要向 AUS 32 中添加示踪剂,应保证示踪剂不影响 AUS 32 满足本表中的技术要求,也不会损害 SCR 系统。

^a 目标值 32.5%(质量分数)。

^b 目标值 1 090.0 kg/m³。

^c 目标值 1.382 9。

^d 计算时未从氮中扣除氨。

^e 也可使用 GB/T 1884 和 GB/T 1885,对结果有异议时,以 SH/T 0604 为仲裁方法。

6 检验规则

6.1 检验项目及分类

本产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验

出厂检验包括出厂批次检验和出厂周期检验。

出厂批次检验项目为尿素含量、密度、碱度、缩二脲。

本产品在原材料和工艺条件没有发生可影响产品质量变化时,出厂周期检验项目:醛类、磷酸盐、不溶物、折光率、一致性确认、钙、铁、铜、锌、铬、镍、铝、镁、钠、钾含量,每月检测一次。

6.1.2 型式检验

型式检验项目为第5章所规定的所有项目。

在下列情况下进行型式检验:

- a) 新产品投产或产品定型鉴定;
- b) 原料来源或生产工艺发生变化;
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异。

6.2 组批

在原料、工艺不变的条件下,产品每生产一釜或一罐为一批。

6.3 取样

按照附录I的规定取样,取样量应包括保留样品备查的量。

6.4 判定规则

出厂检验的结果全部符合表1中的技术要求时,则判定该批产品合格。

6.5 复检规则

如果出厂检验的结果中有不符合表1所规定的要求时,则按照6.3规定自同批产品中重新抽取双倍样品对不合格项目进行复检。若复检结果仍然不符合指标,则判定该批产品不合格。

7 标志、包装、运输和储存

7.1 标志

盛装AUS 32的容器应标志清楚,至少应包括以下内容:

- a) 产品名称、包装规格、产品标准编号;
- b) 产品的出厂日期;
- c) 生产厂名、地址、联系方式;

d) 防雨、防晒、储存温度($-5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$)、向上标志。

7.2 包装

包装材料不得影响 AUS 32 的质量,应按照附录 J 中的规定选择包装材料。

7.3 运输和储存

按照附录 J 的规定运输和储存。

8 加注接口

参照附录 K 和附录 L 的规定。

附录 A

(规范性附录)

AUS 32 中的尿素含量的测定(总氮法)

A.1 范围

本附录规定了总氮法测量 AUS 32 中尿素含量的方法。

本方法适合检测尿素含量在 30.0%~35.0%(质量分数)的尿素水溶液。

A.2 方法概要

样品在氧气流中高温燃烧,样品中的氮全部转化为氮氧化物。所生成的干扰成分被适当的吸收剂去除,氮氧化物被定量还原成分子氮后被热导检测器检测。尿素含量通过从总氮中扣除缩二脲中的氮计算得出。

A.3 仪器与设备

A.3.1 自动定氮仪

燃烧法自动定氮仪。

A.3.2 分析天平

感量 0.000 1 g。

A.3.3 辅助工具

示例:

- 镊子;
- 平头微量刮勺;
- 移液管,大小从 10 μL 到 1 000 μL 的固定或可变容量移液管;
- 实验室常用玻璃仪器。

A.4 试剂和材料

A.4.1 水

符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

A.4.2 助燃剂及其他耗材

根据所使用的定氮仪选用。下列示例仅供参考,可根据需要使用其他容器或物质。

示例:

- 锡囊或类似的样品容器;
- 不含氮的助燃剂,如蔗糖、纤维素;
- 不含氮的液体吸收剂,如氧化镁。

A.4.3 氮标准物质

优先选用认证的标准物质,如乙二胺四乙酸(ethylenediamine tetraacetic acid, EDTA)和烟酸酰胺(nicotinic acid amide),也可使用纯度较高的低缩二脲含量的尿素(如纯净的尿素晶体或分析纯尿素),或仪器生产商建议或提供的其他类似标准物质。

A.4.4 氧气

纯度不低于 99.995%。

A.4.5 其他气体

根据所使用定氮仪的要求选用。

A.5 分析步骤

A.5.1 样品的准备

样品应完全溶解,不能有尿素晶体。如有必要,可将样品加热到不超过 40℃。

A.5.2 标准曲线绘制

根据所使用定氮仪的要求,按照 A.5.4 的步骤建立标准曲线。

A.5.3 检验仪器的工作状态和标准曲线

用适当的标准物质检验仪器工作状态及标准曲线,最好使用经过认证的尿素标准溶液。检验频次视所用定氮仪的要求而定。

A.5.4 测定

称取一定质量的样品放在符合定氮仪要求的适当容器(如锡囊)中。样品的取样量应保证其含氮量在标准曲线的中间范围。

用大约三倍量的助燃剂(如不含氮的纤维素)和液体吸收剂(如氧化镁)。

当使用液体送样系统时,样品体积不得小于 100 μL。样品质量根据 SH/T 0604 得到的密度计算得到。

向定氮仪(或电脑)中输入所需数据(如质量、样品种类)。将已称量的样品送入分析仪中,开始燃烧。

每个样品至少做三次测定。

A.6 结果计算与表示

A.6.1 结果计算

应首先计算标准曲线的漂移,通过测量空白的读数来矫正分析的结果。然后使用仪器自带的程序来对标准曲线进行校正。

如果试验结果的相对标准偏差(RSD)大于 1%,则要重新对样品进行检测。

至少用三次氮含量试验结果计算平均值,样品的尿素含量按式(A.1)计算:

$$w_U = 2.1438 \times (w_N - F \times w_{Bi}) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

w_U ——尿素含量(质量分数), %;

w_N ——含氮量平均值(质量分数), 保留两位小数, %;

F ——缩二脲转化为氮的因子(0.407 6);

w_{Bi} ——根据附录 C 测定的缩二脲的浓度(质量分数), %。

A.6.2 结果表示

以三次独立测定结果的算术平均值做测定结果。计算结果保留到小数点后一位, 以%表示。

A.7 精密度

见表 A.1。

表 A.1 精密度

尿素含量(质量分数) w_U /%	重复性 r /%	再现性 R /%
30.0~35.0	0.4	1.0

A.8 试验报告

试验报告至少应包括如下内容:

- 被试样品的种类和描述;
- 对本标准的引用;
- 试验结果;
- 采用特定操作产生的偏差;
- 试验日期。

附 录 B
(规范性附录)
AUS 32 碱度的测定

B.1 范围

本附录规定了 AUS 32 碱度(以 NH_3 计)的测量方法,测量范围为 0.10%~0.50%(质量分数)。

B.2 方法概要

称取适量样品,加入 100 mL 水,用 0.01 mol/L 的标准盐酸溶液滴定至终点(pH 为 5.7),进而计算样品中的碱度(以 NH_3 计)。

B.3 仪器与设备

- B.3.1 分析天平:感量 0.000 1 g。
- B.3.2 pH 计:测定灵敏度 0.01 pH,配有玻璃 pH 电极。
- B.3.3 电磁搅拌器。
- B.3.4 150 mL 高型烧杯。
- B.3.5 100 mL 量筒。
- B.3.6 自动滴定仪。
- B.3.7 滴定管:容量 25 mL,分度值为 0.1 mL。
- B.3.8 移液管:经过检定的 10 mL 移液管。

B.4 试剂和材料**B.4.1 水**

符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

B.4.2 盐酸标准溶液

按照 GB/T 601 中规定的步骤配制浓度为 $[c(\text{HCl})]=0.1 \text{ mol/L}$ 盐酸标准溶液。

B.4.3 缓冲溶液

根据所用 pH 计的要求选用。一般为 4.008、8.00 及 9.184。

注:可依据所使用检测仪器要求的不同选择不同的校准用标准缓冲溶液。

B.5 分析步骤**B.5.1 pH 计标定**

用 pH 为 4.008 和 pH 为 9.180 的标准缓冲溶液检查电位计的功能,确保正常。pH 为 8.00 的标准缓冲溶液用于电位计的日常检验。

B.5.2 0.01 mol/L 盐酸标准滴定溶液的配制

用移液管准确量取 10 mL 标定好的 0.1 mol/L 的盐酸标准滴定溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到 0.01 mol/L 的盐酸标准滴定溶液。

B.5.3 初步测量

取 1 g 样品,精确至 0.05 g,把样品放入到 150 mL 烧杯中,并加入 100 mL 水。用 0.01 mol/L 的盐酸标准溶液滴定该溶液至 pH 为 5.7。

计算氮的含量,根据样品中氮的含量,按照表 B.1 确定样品的取样数量,精确到 0.05 g。

表 B.1 取样量

氮含量/%	0.02	0.05	0.1	0.2~0.5
取样量/g	10	5	2	1

B.5.4 测量

依据预实验的结果称取 m_s 质量的均质样品,准确至 0.05 g,放入盛有 100 mL 水的 150 mL 烧杯中。用 0.01 mol/L 的盐酸标准滴定溶液边搅拌边以正常速度滴定至 pH 为 7.5,再缓慢地滴定至 pH 为 5.7。

B.6 结果计算与表示

B.6.1 结果计算

碱度(以 NH_3 计)的质量分数,按式(B.1)计算:

$$w_{(\text{NH}_3)} = \frac{V \times c \times M}{m_s \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

$w_{(\text{NH}_3)}$ ——碱度(以 NH_3 计)(质量分数),%;

V ——滴定中消耗的盐酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氮的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $M=17.03$;

m_s ——样品质量,单位为克(g)。

B.6.2 结果表示

以两次试验结果的算术平均值作为试验最终结果,数据保留到 0.01%(质量分数)。

B.7 精密度

见表 B.2。

表 B.2 精密度

碱含量(质量分数) $w_{(\text{NH}_3)}/\%$	重复性 $r/\%$	再现性 $R/\%$
0.1~0.5	0.01	$0.2 \times x$
注： x 是两次试验结果的平均值。		

B.8 试验报告

报告应至少包括以下内容：

- a) 被试样品的种类和描述；
- b) 对本标准的引用；
- c) 试验结果；
- d) 采用特定操作产生的偏差；
- e) 试验日期。

附录 C

(规范性附录)

AUS 32 中缩二脲的测定

C.1 范围

本附录规定了用分光光度法测定 AUS 32 中缩二脲的含量,适用范围是缩二脲的含量为 0.1%~0.5%(质量分数)。

C.2 方法概要

在酒石酸钾钠的碱性溶液中,缩二脲与二价铜反应生成一种紫红色化合物,该化合物在波长 550 nm 处有最大吸收峰。用分光光度计在波长 550 nm 处测定该紫红色化合物的吸光度。用缩二脲标准溶液绘制成标准曲线,再由样品的吸光度在标准曲线上计算缩二脲的浓度。

C.3 仪器与设备

C.3.1 分析天平:感量 0.001 g。

C.3.2 真空抽滤装置:滤膜孔径 0.45 μm 。

C.3.3 分光光度计:可用于波长 550 nm 的测定,50 mm 的吸收池。

C.3.4 容量瓶:经检定的 1 000 mL、250 mL、50 mL 容量瓶。

C.3.5 恒温水浴:可恒温在 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

C.3.6 移液管:2 mL、5 mL、10 mL、20 mL 移液管。

C.3.7 旋转蒸发器。

C.4 试剂和材料

C.4.1 水

符合 GB/T 6682 中三级水的要求。使用前煮沸以除去二氧化碳。

C.4.2 饱和碳酸钾溶液

C.4.3 硫酸铜溶液

将 15 g 的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶解到无二氧化碳的水中,转移至 1 000 mL 容量瓶中并用水定容。

C.4.4 碱性酒石酸钾钠溶液

将 40 g NaOH 溶解在 500 mL 水中。冷却后,加入 50 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$),搅拌溶解,转移到 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度。静置 1 d 后使用。

C.4.5 缩二脲标准溶液,0.8 mg/mL

缩二脲使用前应在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 3 h。将 800 mg 缩二脲溶解于无二氧化碳的水中,并定容

至 1 000 mL。也可购买市售经过检定的产品。

缩二脲可通过以下方式提纯：

- 将 50 g 缩二脲加入到浓度为 25% 的 500 mL 氨溶液中,搅拌 15 min;
- 过滤,用无氨的水冲洗后烘干;
- 溶于乙醇(10 g/L)中,过滤,低温加热至初始体积的 1/4 使其浓缩;
- 冷却到 5 ℃后过滤;
- 在 80 ℃真空干燥器中烘干;
- 按步骤 C.5.5 用光度计检查其纯度。

在乙醇中重结晶应重复进行,直到不再能提纯为止。

C.5 分析步骤

C.5.1 可能的干扰因素

分光光度法要求待测溶液应透明,因此先将试样通过 0.45 μm 的过滤装置以获得透明溶液。

氨与二价铜形成吸收 550 nm 的光能的有颜色化合物。该方法只在氨含量不超过 500 mg/kg 的条件下适用。

为了去除超出 500 mg/kg 的氨,将 50 g 试样置于旋转蒸发器上的 1 L 烧瓶中,加入 15 mL 饱和碳酸钾溶液,在转速为 60 r/min,温度为 40 ℃,2 kPa~3 kPa 的真空压力下蒸发 1 h 至最终体积约为 20 mL。再将其转移至 250 mL 容量瓶中定容。

C.5.2 标准曲线绘制

分别移取 0 mL、2 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 和 25 mL 缩二脲标准溶液至 7 个 50 mL 容量瓶中,分别加水至混合物总体积约 25 mL。在每次加水后,边搅拌边加入 10 mL 碱性酒石酸钾钠溶液和 10 mL 硫酸铜溶液,将容量瓶放入 30 ℃±1 ℃恒温水浴中,放置 15 min。

取出容量瓶冷却至室温后,加水稀释至刻度,摇匀。用厚度为 50 mm 的吸收池,以水为参比溶液,在波长 550 nm 下进行吸光度测定。

用空白溶液的吸光度进行校正。以标准溶液的缩二脲含量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,建立标准曲线。标准曲线在浓度范围内应有良好的线性关系。

C.5.3 校正因子的计算

按式(C.1)计算校正因子:

$$F = \frac{\sum_{i=1}^6 m_{\text{Bi},i}}{\sum_{i=1}^6 (E_{1,i} - E_2)} = \frac{61.6}{\sum_{i=1}^6 (E_{1,i} - E_2)} \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中:

F ——校正因子,单位为毫克(mg);

$m_{\text{Bi},i}$ ——缩二脲第 i 个试样质量,单位为毫克(mg);

$E_{1,i}$ ——第 i 个试样的吸光度;

E_2 ——空白试验吸光度。

标准曲线和校正因子应每年重复测定一次,并存档。

C.5.4 光系数的计算

光系数应每星期测定一次。

取 10 mL 缩二脲标准溶液(含 8 mg 缩二脲),按分析步骤进行检测。然后按照式(C.2)计算光系数。

$$F_D = \frac{8}{(E_1 - E_2)} \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

F_D ——光系数,单位为毫克(mg);

E_1 ——标准溶液吸光度(两次试验的平均值);

E_2 ——空白试验吸光度。

光系数偏差应在校正因子的 $\pm 5\%$ 以内。在测定样品的时候,将用到光系数。

C.5.5 测量

称取 100 g 样品,准确至 0.01 g,在 250 mL 容量瓶中加水稀释至刻度线,并混合均匀。

取 10 mL 样品加到 50 mL 容量瓶中,加水至大约 25 mL。加入 10 mL 酒石酸钾钠溶液和 10 mL 硫酸铜溶液,每次加入后都搅拌。将容量瓶浸入 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中,放置约 15 min。

按照同样的步骤和试剂量平行进行空白试验。

冷却至室温后,用水定容至刻度,并混合均匀。用厚度为 50 mm 的吸收池,以水为参比溶液,在波长 550 nm 下进行吸光度测定。

C.6 结果计算与表示

C.6.1 结果计算

缩二脲含量按式(C.3)计算:

$$w_{Bi} = \frac{(E_S - E_B) \times F_D \times 250}{m_S \times 10 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C.3)$$

式中:

w_{Bi} ——缩二脲含量(质量分数),%;

E_S ——样品吸光度;

E_B ——空白试验吸光度(试剂空白+样品空白);

F_D ——光系数,单位为毫克(mg);

m_S ——试验溶液样品质量,单位为克(g)。

C.6.2 结果表示

以两次试验结果的算术平均值作为试验最终结果,数据保留到 0.01%(质量分数)。

C.7 精密度

见表 C.1。

表 C.1 精密度

缩二脲含量(质量分数) $w_{\text{Bi}}/\%$	重复性 $r/\%$	再现性 $R/\%$
0.1~0.5	0.01	0.04

C.8 试验报告

试验报告至少应包括如下内容：

- a) 被试样品的种类和描述；
- b) 对本标准的引用；
- c) 试验结果；
- d) 采用特定操作产生的偏差；
- e) 试验日期。

附 录 D
(规范性附录)
AUS 32 中醛类的测定

D.1 范围

本附录规定了测量 AUS 32 中游离醛和结合醛(以 HCOH 计)含量的方法,测量范围为 0.5 mg/kg~10 mg/kg。

D.2 方法概要

甲醛在浓硫酸溶液中与变色酸生成紫色化合物,该化合物在 565 nm 处有最大吸收峰,用分光光度计检测样品在 565 nm 处的吸光度,然后根据标准曲线计算样品中醛的含量。

D.3 仪器与设备

D.3.1 分析天平

感量 0.001 g。

D.3.2 分光光度计

能测量 565 nm 的吸收峰,10 mm 吸收池。

D.3.3 容量瓶

500 mL 容量瓶和经过检定的 50 mL 容量瓶。

D.3.4 移液管

经过检定的大小从 0.2 mL 到 25 mL 的固定或可变容量移液管均可。

D.4 试剂和材料

D.4.1 水

符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

D.4.2 硫酸

分析纯,98%(质量分数)。

D.4.3 变色酸(4,5-二羟基萘-2,7-二磺酸钠盐或 4,5-二羟基萘-2,7-二磺酸钠盐二水合物)溶液

浓度为 3%(质量分数)。为配制该溶液,将 41 mL 硫酸缓慢加入到 410 mL 水中,并不断搅拌。冷却到室温后,加入 15 g 变色酸后摇匀。

注:该溶液盛放在棕色玻璃瓶中,至少能使用三个月。

D.4.4 甲醛标准溶液

向 500 mL 容量瓶中加入浓度为 37% 的甲醛溶液 6.5 g~7 g, 加水稀释至刻度线, 混合均匀。

可采用 ISO 9020 的方法测定溶液中甲醛的含量。

稀释溶液比例 1:1 000。瓶身上标注甲醛含量的精确值(即上一步测定的甲醛含量除以 1 000 所得到的值)。

或者使用经过认证的甲醛标准溶液, 稀释成 5 μg/mL 的标准溶液。

D.5 分析步骤

D.5.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.2 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL 和 10 mL 甲醛标准使用溶液于 6 个 50 mL 容量瓶中, 加水至总混合溶液体积约 10 mL, 一边摇动, 一边加入 1 mL 变色酸溶液, 缓慢加入 20 mL 硫酸, 整个过程约 5 min。在加入硫酸的过程中, 温度会超过 100 °C, 有利于反应完全。在室温下放置 15 min, 不要采取任何降温措施。

同时进行空白试验, 与样品的试验步骤及所用试剂均相同。

溶液冷却至室温后, 加水稀释至刻度, 摇匀。用厚度为 10 mm 的吸收池, 以水为参比溶液, 在波长 565 nm 下进行吸光度测定。

用空白试验的吸光度进行校正, 建立标准曲线。标准曲线在浓度范围内应有良好的线性关系。

D.5.2 校正因子的计算

按式(D.1)计算校正因子。

$$F = \frac{\sum_{i=1}^6 m_{\text{HCHO},i}}{\sum_{i=1}^6 (E_{1,i} - E_2)} \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中:

F ——校正因子, 单位为微克(μg);

$m_{\text{HCHO},i}$ ——第 i 个样品甲醛的质量, 单位为微克(μg);

$E_{1,i}$ ——第 i 个样品的吸光度;

E_2 ——空白试验吸光度。

标准曲线和校正因子应每年进行绘制和计算, 并存档管理。

D.5.3 标准曲线的检查

标准曲线应每 3 个月按以下方法进行检查。

准备 3 个 50 mL 容量瓶, 取 2 mL 甲醛标准溶液注入其中, 加水使混合溶液体积约为 10 mL。按 D.5.4 的步骤和 D.6 规定的方法计算醛含量。

比较测量值与标准溶液的浓度, 如果偏差小于或等于 2%, 该曲线能继续使用。如果偏差大于 2%, 则要再次进行检查, 若还大于 2%, 则要重新建立曲线。

D.5.4 测量

称取 5 g~10 g 样品, 精确到 0.01 g, 置于 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至总混合溶液体积约 10 mL。一边搅拌, 一边加入 1 mL 变色酸溶液, 缓慢加入 20 mL 硫酸, 整个过程约 5 min。在加入硫酸的过程

中,温度会超过 100 ℃。在室温下中放置 15 min,不要采取任何降温措施。

同时进行空白试验的平行测定。试验步骤及所有试剂不变。

溶液冷却至室温后,加水稀释至刻度线,混匀。以水作为参比溶液,在波长 565 nm 处,用 10 mm 吸收池进行吸光度的测定。

D.6 结果计算与表示

D.6.1 结果计算

按式(D.2)计算 AUS 32 中醛类的含量。

$$w_A = \frac{(E_S - E_R) \times F}{m_S} \dots\dots\dots (D.2)$$

式中:

w_A ——醛类含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

E_S ——样品的吸光度;

E_R ——空白试验的吸光度(试剂空白和试样空白);

F ——校正因子,单位为微克(μg);

m_S ——试验溶液样品质量,单位为克(g)。

D.6.2 结果表示

以两次试验结果的算术平均值作为试验最终结果,试验结果精确到 0.1 mg/kg。

D.7 精密度

见表 D.1。

表 D.1 精密度

醛含量 w_A /(mg/kg)	重复性 r /(mg/kg)	再现性 R /(mg/kg)
0.5~10	0.14	$0.5 \times x$
注: x 是两次试验结果的平均值。		

D.8 试验报告

试验报告至少应包括如下内容:

- 被试样品的种类和描述;
- 对本标准的引用;
- 试验结果;
- 采用特定操作产生的偏差;
- 试验日期。

附录 E

(规范性附录)

AUS 32 中不溶物的含量(重量法)

E.1 范围

本附录规定了使用重量法检测 AUS 32 中不溶物含量的方法,适用于不溶物含量大于 1 mg/kg 的 AUS 32 的检测。

E.2 方法概要

样品通过滤膜过滤,不溶物的质量通过重量法计算。

E.3 仪器与设备

E.3.1 真空过滤装置:适用 47 mm~50 mm 直径的滤膜。

E.3.2 滤膜:孔径 0.8 μm ,混合纤维素酯膜。

E.3.3 培养皿:带盖培养皿,适合放置滤膜(如:80 mm $\times$ 15 mm)。

E.3.4 平头镊子。

E.3.5 分析天平:感量 0.01 mg。

E.3.6 烘箱:能恒温在(105 $\pm$ 2) $^{\circ}\text{C}$ 范围内。

E.3.7 干燥器:带有干燥剂的干燥器。

注:硫酸和氯化钙不适合作为本实验的干燥剂。

E.3.8 实验室常用玻璃仪器。

E.4 试剂

水:符合 GB/T 6682 中的二级或一级水。

E.5 分析步骤

E.5.1 样品准备

样品中不应有尿素晶体存在,若有必要,可在试验前加热,但不超过 40 $^{\circ}\text{C}$,以便尿素晶体全部溶解。

滤膜应在试验前用水清洗,用大约 100 mL 水在真空过滤装置中清洗滤膜,使水均匀地流过滤膜,滤膜在烘箱中干燥,直到质量保持恒定,并保存在培养皿中(一个滤膜使用一个培养皿),然后把培养皿放在干燥器中。滤膜应在试验前称量,精确到 0.01 mg。

注:滤膜应一直在培养皿中称量。

E.5.2 测量

样品在使用前应充分摇动使其保持均匀,然后取 100 mL~150 mL 样品放入到干燥的称量过的玻璃烧杯中,称量精确到 0.01 g,加入 200 mL 水。

过滤装置必须适合滤膜的安装,在开启真空前使用少许水(1 mL~2 mL)把滤膜弄湿。将准备好

的样品倒入过滤装置中,调整好真空泵的压力,使样品能快速通过滤膜。

玻璃烧杯应用水清洗 5 次,每次水用量在 30 mL~50 mL,清洗下来的水应通过滤膜。另外,真空过滤装置中的样品皿也要清洗。在第一次清洗前,应保证样品完全通过了滤膜(允许滤膜暂时干燥)。

拆除真空过滤装置,滤膜在 105 ℃的烘箱中干燥 2 h。拿出后放置在干燥器中冷却到室温,然后称量(精确至 0.01 mg),直至滤膜质量恒定。

注:应确保尿素中的所有残渣都转移到滤膜上,如果发现滤膜黏着在过滤装置玻璃板上,这说明滤膜的清洗还不够,这些滤膜应抛弃并重新开始试验。

E.6 结果计算与表示

E.6.1 结果计算

按式(E.1)计算 AUS 32 中不溶物的含量。

$$w_{\text{ins}} = \frac{m_{\text{FR}} - m_{\text{FL}}}{m_{\text{S}}} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (\text{E.1})$$

式中:

w_{ins} ——不溶物含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_{FR} ——干燥的滤膜与样品不溶物的总质量,单位为毫克(mg);

m_{FL} ——干燥空滤膜质量,单位为毫克(mg);

m_{S} ——样品质量,单位为克(g)。

E.6.2 结果表示

取两次试验的算术平均值作为试验结果,如果两次试验的差大于这两次试验中较大结果的 25%,则需再次进行试验。试验结果应按下面要求表示:

平均值 < 10 mg/kg, 试验结果精确到 0.1 mg/kg;

平均值 ≥ 10 mg/kg, 试验结果精确到 1 mg/kg。

E.7 精密度

见表 E.1。

表 E.1 精密度

不溶物含量 $w_{\text{ins}}/(\text{mg/kg})$	重复性 $r/(\text{mg/kg})$	再现性 $R/(\text{mg/kg})$
>1	$0.23 \times x$	$0.38 \times x$
注: x 是两次试验结果的平均值。		

E.8 试验报告

试验报告至少应包括如下内容:

- 被试样品的种类和描述;
- 对本标准的引用;
- 试验结果;
- 采用特定操作产生的偏差;
- 试验日期。

附录 F

(规范性附录)

AUS 32 中磷酸盐含量的测定

F.1 范围

本附录规定了使用分光光度计检测 AUS 32 中磷酸盐浓度的方法,检测范围为 0.05 mg/kg~10 mg/kg。

F.2 方法概要

样品与碳酸钙一起蒸发灼烧,使磷酸盐富集。然后用盐酸使磷酸盐转化为正磷酸盐。在酸性环境下,正磷酸盐离子与钼酸盐和锑离子反应形成锑磷钼化合物。这一化合物与抗坏血酸反应生成亮蓝色的络合物钼蓝,检测这种颜色的强度来计算正磷酸盐离子的浓度。

F.3 仪器与设备

F.3.1 分析天平:感量 0.01 g。

F.3.2 坩埚:容积为 150 mL 的石英或白金坩埚。

F.3.3 加热板。

F.3.4 马弗炉:能在 700 °C 控温。

F.3.5 分光光度计:能测量波长 800 nm 处的吸光度,10 mm 光学玻璃吸收池。

F.3.6 容量瓶:经过检定的 50 mL、100 mL、1 000 mL 容量瓶。

F.3.7 移液管:经过检定的 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 移液管。

F.4 试剂和材料

F.4.1 水

符合 GB/T 6682 中的二级或一级水。

F.4.2 碳酸钙溶液

浓度 10 g/L,取 1 g 分析纯碳酸钙溶于少量水中,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容。

F.4.3 盐酸

分析纯,浓度 25%(质量分数)。

F.4.4 硫酸

分析纯,浓度 98%(质量分数)。

F.4.5 四水合七钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$

分析纯。

F.4.6 半水合酒石酸氧锑钾 $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}]$

分析纯。

F.4.7 抗坏血酸溶液

浓度 100 g/L, 取 10 g 分析纯维生素 C 溶于 100 mL 容量瓶中后用水定容, 该溶液在冰箱中冷藏储存可使用两周, 若变色则不能使用。

F.4.8 钼酸盐溶液

将 13 g 四水合七钼酸铵溶于 250 mL 水中, 加入 150 mL 硫酸, 冷却, 搅匀。将 0.35 g 半水合酒石酸氧锑钾溶于 100 mL 水中, 与硫酸钼酸盐溶液混合均匀, 倒入棕色瓶中可使用两个月。

F.4.9 磷酸二氢钾 $[\text{KH}_2\text{PO}_4]$

分析纯, 于 105 °C 干燥。

F.4.10 磷酸盐标准溶液 A

浓度为 200 mg/L。称取 286.6 mg 磷酸二氢钾, 放置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水溶解。加入 2 mL 硫酸, 用水定容并摇匀。也可购买经过认证的产品。

F.4.11 磷酸盐标准溶液 B

浓度 2 mg/L, 将磷酸盐标准溶液 A 稀释 100 倍。

F.5 分析步骤

F.5.1 标准曲线的绘制

分别移取 1 mL、2 mL、5 mL 和 10 mL 磷酸盐标准溶液 B(对应磷酸盐含量为 2 μg、4 μg、10 μg 和 20 μg) 于 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至 40 mL。按 F.5.7 步骤测定, 每种浓度需测定 10 次。

F.5.2 计算校正因子

按式(F.1)计算标准曲线的校正因子。

$$C = \frac{\sum_{i=1}^4 m_{\text{phosphate}, i}}{\sum_{i=1}^4 (E_{1,i} - E_2)} \quad \dots\dots\dots (\text{F.1})$$

式中:

C ——校正因子, 单位为微克(μg);

$m_{\text{phosphate}, i}$ ——第 i 个样品磷酸盐的质量, 单位为微克(μg);

$E_{1,i}$ ——第 i 个样品吸光度;

E_2 ——空白试验吸光度。

F.5.3 方法检查

F.5.3.1 目的

检查方法能否得到正确的结果。

F.5.3.2 原理

把磷酸盐标准溶液 B 按照一般的样品处理,验证磷酸盐标准溶液 B 的浓度。

F.5.3.3 试验步骤

用移液管吸取 5 mL 磷酸盐标准溶液 B,放入到 50 mL 的容量瓶中,按照 F.5.7 步骤进行分析,按照 F.6 的方法计算磷酸盐浓度,至少重复检测三次。

如果检测值与给定值相差不超过给定值的 $\pm 2\%$,则认为该方法是有用的。

F.5.3.4 检查频次

应至少每三个月对方法进行一次检查。

F.5.4 标准曲线的检查

F.5.4.1 目的

在固定的检测范围内,检查标准曲线的斜率是否正确。

F.5.4.2 原理

把磷酸盐标准溶液 B 按照一般的样品处理,用给定浓度与标准曲线的浓度相比较。

F.5.4.3 试验步骤

与 F.5.1 相似,在标准曲线的范围内至少取三个浓度,每个浓度至少检测三次。如果给定的浓度与标准曲线显示的浓度差没超过给定浓度的 $\pm 2\%$,则认为该标准曲线是可用的。若超过这个范围,需进行再次检查。若依然超过 $\pm 2\%$,则应停止使用该标准曲线,按照 F.5.1 建立新的标准曲线。

F.5.4.4 检查频次

应每三年做一次。

F.5.5 样品的准备

样品需完全溶解至不存在尿素晶体。如必要,可将样品加热,加热温度不超过 40℃。

F.5.6 样品前处理

称取 100 g 样品(记录样品质量,准确至 0.01 g)放入到坩埚中,并加入 10 mL 碳酸钙溶液。把坩埚放到加热炉上缓慢加热直至样品完全蒸干(注意避免飞溅现象发生),然后把坩埚放到马弗炉中在 700℃下使样品完全灰化。样品冷却后加入 1 mL 盐酸和 20 mL~30 mL 水,把混合液煮沸使残渣完全溶解并赶尽二氧化碳,最后将混合液完全转移到 100 mL 的容量瓶中,用水定容并摇匀。

F.5.7 测量

用移液管量取适量处理后的溶液(不超过 40 mL),注入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至 40 mL。

摇动均匀后边搅拌边加入 1 mL 抗坏血酸溶液和 2 mL 钼酸盐溶液,加水定容后摇匀。

用相同步骤进行空白实验。

10 min~30 min 后用分光光度计在 800 nm 处测量样品和空白的吸光度。

F.6 结果计算与表示

F.6.1 结果计算

按照式(F.2)计算 AUS 32 中磷酸盐的含量。

$$w_p = \frac{(E_s - E_B) \times C \times V_s \times F_1}{V \times F_2 \times m_s} \dots\dots\dots (F.2)$$

式中：

w_p ——磷酸盐含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

E_s ——样品吸光度；

E_B ——空白试验吸光度；

C ——校正因子,单位为微克(μg)；

V_s ——经分解处理的样品溶液体积,单位为毫升(mL)；

F_1 ——1 000, kg 转化为 g 的因子；

V ——用于分光光度检测的体积,单位为毫升(mL)；

F_2 ——1 000, mg 转化为 μg 的因子；

m_s ——尿素溶液质量,单位为克(g)。

F.6.2 结果表示

取两次试验结果的算术平均值作为试验结果,精确到 0.01 mg/kg。

F.7 精密度

见表 F.1。

表 F.1 精密度

磷酸盐含量 w_p /(mg/kg)	重复性 r /(mg/kg)	再现性 R /(mg/kg)
0.1~1	0.02	0.03

F.8 试验报告

试验报告至少应包括如下内容：

- 被试样品的种类和描述；
- 对本标准的引用；
- 试验结果；
- 采用特定操作产生的偏差；
- 试验日期。

附录 G

(规范性附录)

AUS 32 中金属含量的测定(电感耦合等离子发射光谱法)

G.1 范围

本附录规定了使用电感耦合等离子发射光谱法测定 AUS 32 中的金属(包括钙、铁、铜、锌、铬、镍、铝、镁、钠、钾)含量的方法。

G.2 方法概要

样品经过前处理后,采用电感耦合等离子体发射光谱法测定痕量的金属元素,利用检测前制作好的标准曲线定量分析样品中的金属含量。

样品前处理方法:

- a) 灰化法:把样品蒸干后在马弗炉中灰化,这一方法时间长,准确度高;
- b) 直接进样法:样品与水按 1:5 稀释后直接检测。

G.3 仪器与设备

G.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)

雾化器:雾化系统应能把高含盐量的液体充分转化为气体,如:交叉流雾化器或 V 型凹槽雾化器等;

载气:氩气或液氩,纯度不低于 99.999%;

进样器:若采用自动进样器,则导管、进样针及进样管均要求使用聚合材料,如高密度聚乙烯(HDPE)、高密度聚丙烯(HDPP)、聚氟乙烯(PVF)和可熔性聚四氟乙烯(PFA)等,不能使用硼硅酸盐玻璃。

推荐使用 ICP 气体(氩气)增湿设施,以水增湿氩气,避免出现盐析现象。

G.3.2 容量瓶

100 mL 经过检定的塑料容量瓶或石英玻璃容量瓶,不能使用硼硅酸盐玻璃容量瓶。

G.3.3 马弗炉

具有程序升温功能和排气装置的马弗炉。马弗炉最好有排气装置。如果没有排气装置,还需要一个气体燃烧器。

G.3.4 煤气喷灯

注:如果灰化温度过高,碱性元素会挥发。

G.3.5 加热板

表面温度可达 500 ℃。也可采用带排气装置和石英玻璃板的微波马弗炉。

G.3.6 天平

感量 0.1 g。

G.3.7 100 mL 石英坩埚

禁止使用铂金坩埚,会导致结果偏小。

G.3.8 移液管

经过检定的 50 μL 、100 μL 、200 μL 、500 μL 、1 000 μL 、10 mL 或可变容量移液管。

G.4 试剂和材料

G.4.1 水

符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

G.4.2 硝酸

分析纯或以上级别,最小浓度 65%(质量分数)。

G.4.3 盐酸

分析纯或以上级别,最大浓度 37%(质量分数)。

G.4.4 标准溶液

每种金属元素浓度 1 000 $\mu\text{g/mL}$,可购买经过认证的市售产品。

G.4.5 多元素标准样品

每种元素 10 mg/L:用吸量管从各标准溶液中移取 1 000 μL 加入到 100 mL 容量瓶中,用水定容并摇匀。溶液需当天配制。

G.5 分析步骤

G.5.1 干扰因素

在灰化过程中,或灰化前在煤气喷灯或马弗炉中加热温度过高时,都可能发生样品物质飞溅,导致结果偏小(特别是钾和钠)。而矿质成分转移(例如炉绝缘材料的转移)则会导致结果偏大。应采取相关措施防止生成此种误差。

灰化程序:磷元素不能测定,因为灰化程序中生成的多磷酸盐不能溶解。

在直接测定程序中,一些元素可能因为生成含碳结构而影响测定。雾化系统也可能带来干扰。为避免直接测定程序中可能出现与仪器相关的问题,样品应按 G.2 的 b)处理。

试验过程中与样品接触的所有容器,包括塑料容器、样品瓶或容量瓶,都应事先用酸(HCl 、 HNO_3)洗净,以避免影响痕量元素的测定结果。

G.5.2 样品的前处理

G.5.2.1 灰化法的样品前处理

称取 $100\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 样品,放入石英坩埚中。在加热板上缓缓蒸发浓缩样品,直至样品蒸干至不再飞溅后,将样品放入马弗炉中灼烧,控制温度在 2 h 内从 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 升到 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$,直到样品完全灰化。将温度在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持至少 30 min。

如果没有带排气装置的可控温型马弗炉,样品应先在通风橱的火焰上烧掉大部分后,再在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中点燃。

如果灰化程序使用的是微波马弗炉,应遵循下列温度控制程序:

- 从室温开始;
- 30 min 内升温至 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 在 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持 10 min;
- 120 min 内升温至 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 至少保持 30 min。

待样品冷却至室温,边加热边在残渣中加入 5 mL 硝酸(或盐酸)和大约 20 mL 水。将溶液完全转移至 100 mL 容量瓶中。待容量瓶冷却至室温后,用水定容至刻度并摇匀。

G.5.2.2 直接进样法的样品前处理

使用适当的雾化器,且对每种元素来说检测器有足够低的检测限。样品应按下列方法准备:称取 $20\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 样品于 100 mL 定量瓶中,加入约 50 mL 水,再加入约 5 mL 硝酸(或盐酸),用水定容至刻度并摇匀。

G.5.3 建立标准曲线

标准曲线的建立取决于使用的检测器(可参考设备制造商的说明书),为检验曲线和校正偏移,应每天对曲线的最低浓度和最高浓度的标样进行检测。推荐的标样浓度在表 G.1(灰化法)和表 G.2(直接进样法)中列出。

表 G.1 灰化法标样浓度

标样序号	各元素含量/(mg/L)	酸加入量/(mL/L)
1	0	50
2	0.010	
3	0.030	
4	0.100	
5	0.300	
6	1.000	
7	5.000	

表 G.2 直接进样法标样浓度

标样序号	各元素含量/(mg/L)	酸加入量/(mL/L)	32.5%尿素溶液/(mL/L)
1	0	50	200
2	0.005		
3	0.010		
4	0.020		
5	0.050		
6	0.100		
7	0.200		
8	0.500		

G.5.4 测量

各种元素选用的检测波长如表 G.3 中所示。

表 G.3 各元素使用的检测波长

元素	波长/nm
Ca	396.85 或 317.93 或 393.37
Cr	205.56 或 267.72
Fe	259.94 或 239.56
K	766.49
Cu	324.75 或 327.39
Mg	279.55 或 285.21
Na	588.99 或 589.59
Ni	352.45 或 231.60 或 227.07 或 221.65
Zn	213.85 或 206.20 或 202.55
Al	396.15 或 394.40 或 167.08

每个样品前处理完成后至少测量三次,每次更换样品都有足够的冲洗时间。试验间的冲洗,建议用3%的硝酸(或盐酸)。

G.6 结果计算与表示

G.6.1 结果计算

如果检测结果单位是 mg/L,则需要转换为 mg/kg。

G.6.2 结果表示

每个元素的试验结果为三次检测数值的算术平均值,保留两位有效数字。

G.7 精密度

见表 G.4,对灰化法和直接进样法都适用。

表 G.4 精密度

元素	重复性 $r/(mg/kg)$	再现性 $R/(mg/kg)$
Ca	0.02	$0.1 \times x$
Fe	0.01	$0.3 \times x$
Cu	0.01	$0.2 \times x$
Zn	0.01	$0.3 \times x$
Cr	0.01	$0.3 \times x$
Ni	0.01	$0.3 \times x$
Mg	0.02	$0.3 \times x$
Na	0.03	$0.5 \times x$
K	0.03	$0.5 \times x$
Al	0.02	$0.3 \times x$
注： x 是平均值。		

G.8 试验报告

试验报告至少应包括如下内容：

- 被试样品的种类和描述；
- 对本标准的引用；
- 试验结果；
- 采用特定操作产生的偏差；
- 试验日期。

附录 H

(规范性附录)

傅里叶红外光谱仪检测 AUS 32 的一致性

H.1 范围

本附录规定的方法用于 AUS 32 样品的定性。所有的浓度大于 10% 的尿素水溶液都具有带相同特征峰的红外光谱。

用这种方法可比较未知 AUS 32 样品和已知样品是否一致。但此方法不能确定上述两种样品的尿素浓度或污染物含量的差别。

H.2 方法概要

当光线透射过尿素溶液薄层时,特定波长的红外线被吸收,通过已有的谱图比较可以确定尿素水溶液 AUS 32 的一致性。也可选择适当的衰减全反射法。

H.3 仪器与设备

H.3.1 傅里叶变换红外光谱仪(FTIR)

分辨率不高于 4 cm^{-1} 。或其他能够记录波数范围为 $600\text{ cm}^{-1}\sim 4\,000\text{ cm}^{-1}$ 的红外光谱仪。

H.3.2 适用于水溶液的吸收池

如 KRS5(TlBr/TlI)、ZnSe 等,厚度大约 $100\text{ }\mu\text{m}$ 。也可以选择其他适用于液体的衰减全反射(ATR)单元。

注:KRS5 窗片有剧毒。

H.4 分析步骤

用样品装满透过池,要求没有气泡。将透过池安装在 FTIR 光谱仪的光路上,使红外线吸收光谱能被记录。或者将样品装入 ATR 的石英槽内。

用已知 32.5% 浓度的 AUS 32 谱图与得到的谱图进行比较。

H.5 结果表示

根据测定结果作出以下描述:

- 是,表示与参考谱图一致;
- 否,表示与参考谱图不一致。

H.6 参考谱图示例

图 H.1 是使用透射技术得到的红外谱图,图 H.2 是使用衰减全反射得到的红外谱图,样品均为尿

素浓度为 32.5% 的 AUS 32。(X 轴为波数, Y 为吸收值)

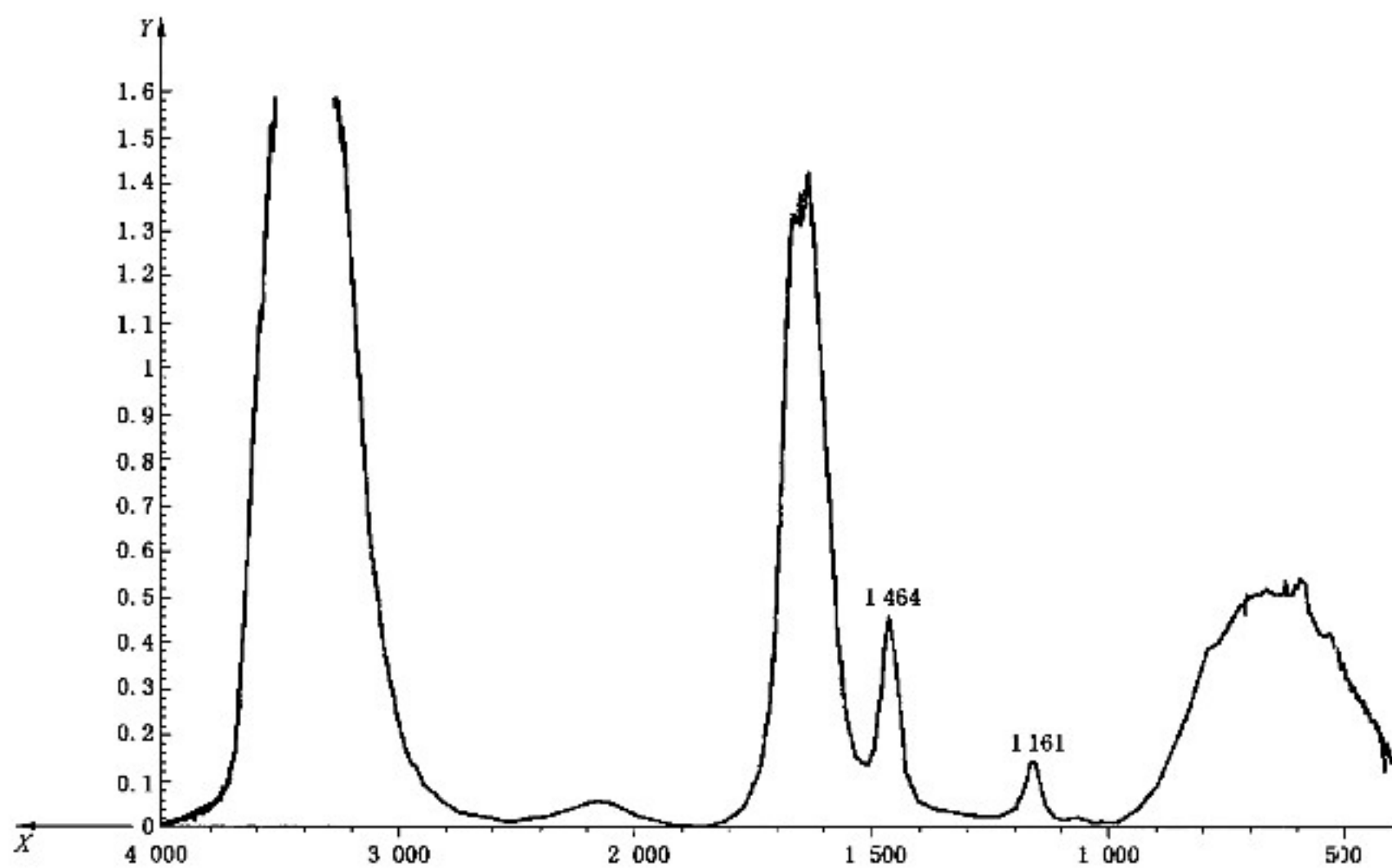


图 H.1 透射法参考谱图

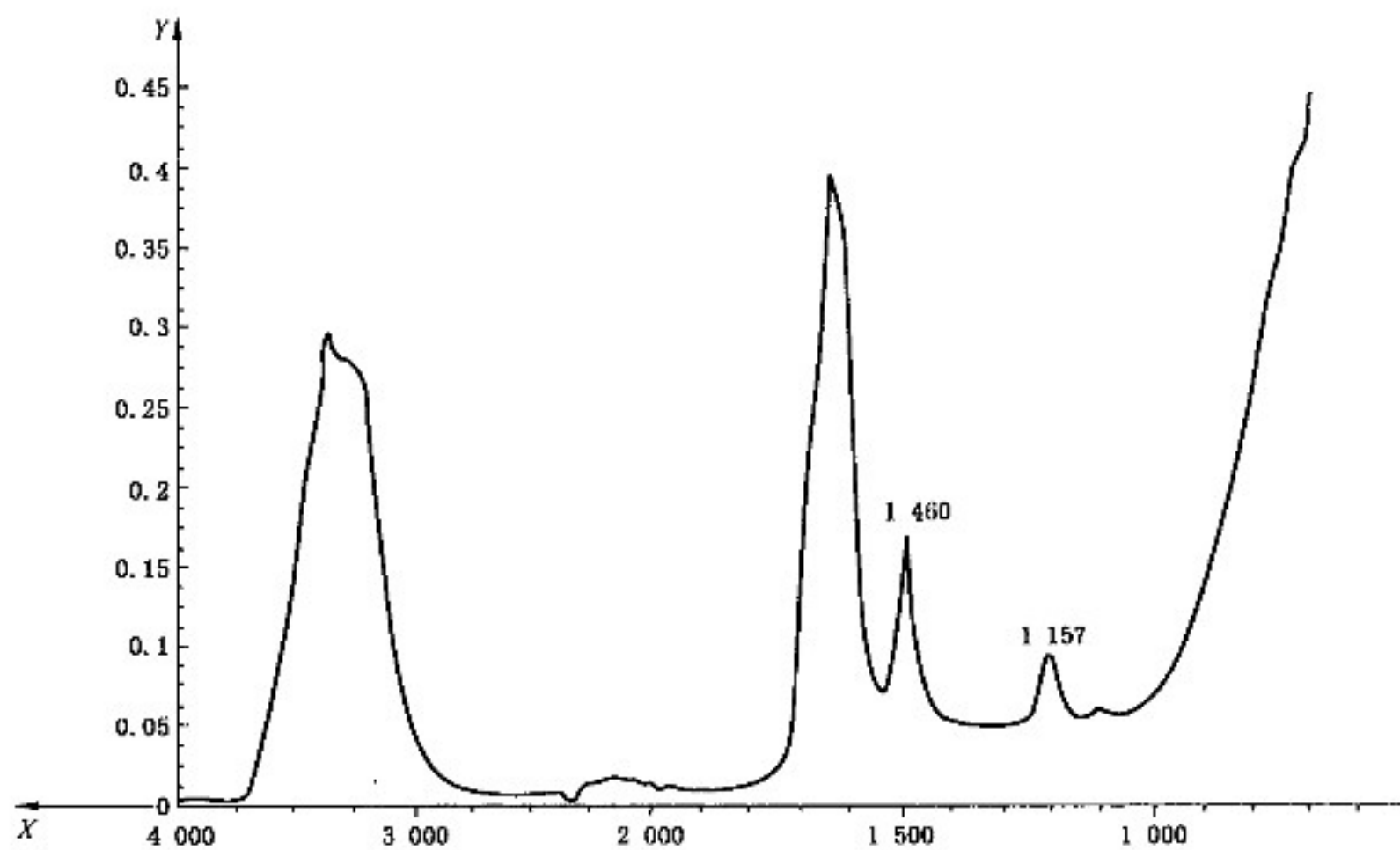


图 H.2 衰减全反射法参考谱图

附录 I

(规范性附录)

取 样

I.1 范围

本附录规定了 AUS 32 的取样方法。适用于 AUS 32 从生产直到进入汽车的 AUS 32 容器的整个供应链。

I.2 方法概要

要获得有代表性的分析结果来判断 AUS 32 的各项指标是否满足质量要求的限值,前提是样品在分析前没有受到任何污染。

因此,应使用适当的容器采样,既不污染样品(特别是痕量元素方面),又能最大程度避免藻类和细菌的生长。

I.3 可能的污染

在采样过程中,样品可能受到污染。在实际操作中,污染可能主要来自以下几个方面:

- 采样瓶生产过程的添加剂残留;
- 采样瓶空置保存期间沉积在瓶内的杂质;
- 采样过程中,周围空气中的灰尘或其他杂质;
- 用于清洗采样仪器和瓶子的洗涤剂残留;
- 燃油。

I.4 仪器与设备

I.4.1 样品瓶

使用 1 000 mL 的广口瓶。瓶子的材料可以是高密度聚乙烯(HDPE)、高密度聚丙烯(HDPP)、聚氟乙烯(PVF)和可熔性聚四氟乙烯(PFA)。若存在争议,使用可熔性聚四氟乙烯(PFA)材料的瓶子。

第一次用于 AUS 32 采样前,瓶子应清洗干净,然后用去离子水和 AUS 32 冲洗。

I.4.2 标签

每个采样瓶上应贴有大小约 10 cm×5 cm 的标签。标签及标签上的字应耐水和 AUS 32。

I.4.3 取样管

材质与取样瓶一致,大小可根据需要确定。在取样前应彻底清洗样品管,最后使用去离子水和 AUS 32 冲洗。

I.5 取样步骤

打开广口瓶的瓶盖,将瓶盖开口向下放置在清洁表面上。冲洗采样管后,从容器中取 AUS 32 样品装满采样瓶。第一次采的样品倒掉不用,立即再次取样,并盖严瓶盖。在采样瓶上贴上标签。采样过程中,应尽可能避免灰尘或液体污染物进入采样瓶。

应在最短的时间内把采样瓶中的样品送到实验室分析。在运输和储存过程中,应尽可能使样品处于低温环境,最好是在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 15\text{ }^{\circ}\text{C}$,并避光防止藻类生长。

宜在三周内进行分析,以避免样品中氮含量的变化。

I.6 取样量

最小采样量取决于所要进行分析项目。尽可能保证足够的采样量(建议取 1 L)。如果是进行 AUS 32 的全项指标检测至少需要 2 L 的采样量。若存在争议,按照 ISO 4259 采足够的量。

I.7 标签信息

标签应包含下列信息:

- 产品名称;
- 采样产品所属公司名称;
- 采样地址;
- 采样产品的生产商;
- 批号;
- 从何种容器中采样;
- 从容器中的哪个部位采样(采样点);
- 采样的日期和时间;
- 样品出货日期;
- 采样人姓名和签名。

附录 J

(规范性附录)

AUS 32 的处理、储存及运输

J.1 范围

本附录提出了处理、运输和储存 AUS 32 的最佳实用性建议和要求。这些建议和要求对于保证供应链上所有环节的 AUS 32 都满足质量要求,进而保证选择催化还原(SCR)转化器系统的正常功能是必要的。

J.2 总体要求与建议

J.2.1 兼容性材料要求

J.2.1.1 通则

为避免 AUS 32 被污染和对容器、管道、阀门、连接件、密封垫等的腐蚀,在处理、运输、储存和采样的各个环节都要保证 AUS 32 与直接接触的材料兼容。

应确保使用正确的材料。表 J.1 和表 J.2 中所列出的可用材料仅具有指导性,直到有更确定性的数据。

使用任何不确定兼容性的材料前应测试。测试条件要反映目标温度范围和接触时间,以评价对 AUS 32 各项质量指标的影响。另外,该测试要保证和 AUS 32 接触的材料的兼容性是持续的。可适当采取较高温度的加速测试。

如果在处理、运输和储存中发现 AUS 32 被污染,要调查确定污染的原因并采取适当的补救措施。

J.2.1.2 推荐使用的材料

可用于 AUS 32 的推荐材料示例列在表 J.1 中。

表 J.1 推荐材料示例

奥氏体高合金镍铬钢、镍铬钼钢、不锈钢
钛
Ni-Mo-Cr-Mn-Cu-Si-Fe 合金,例如镍基合金 c/c-276
聚乙烯,无添加剂
聚丙烯,无添加剂
聚异丁烯,无添加剂
全氟烷氧基树脂(PFA),无添加剂
聚氟乙烯(PFE),无添加剂
聚偏氟乙烯(PVDF),无添加剂
聚四氟乙烯(PTFE),无添加剂
偏氟乙烯和六氟丙烯的共聚物,无添加剂
注 1: 顺序不分先后。
注 2: 对于塑料中的添加剂要特别注意,因为这些添加剂可能会溶解在 AUS 32 中。所以,对于与 AUS 32 直接接触的塑料,应仔细检测添加剂对 AUS 32 的污染。

J.2.1.3 不能使用的材料

不能用于 AUS 32 的材料示例列在表 J.2 中。

表 J.2 不能使用的材料示例

碳钢、镀锌碳钢、软铁(这些材料会和 AUS 32 中微量的氨反应生成可能影响 SCR 系统正常工作的化合物)
非铁金属和合金:铜、铜合金、锌、铅
含铅、银、锌或铜的焊锡
铝或铝合金
镁或镁合金
镀镍塑料或镀镍金属

J.2.2 运输和储存的物理条件

J.2.2.1 一般性建议

- 为避免 AUS 32 的质量在运输和储存中受到任何影响,要考虑下列因素:
- 为避免尿素分解和非密封容器中水的挥发,应避免长时间在高于 25 ℃ 的条件下运输或储存。
注 1: 可要求运输车辆具有绝热功能。
注 2: 长时间在高于 25 ℃ 条件下储存会缩短 AUS 32 的保质期(见表 J.3),但短时间暴露在稍高温度的环境中一般不会影响 AUS 32 的质量。
 - 为避免 AUS 32 结冰,应避免在-5 ℃ 以下的环境中储存。
注 3: 可要求运输车辆具有绝热或加热功能。
注 4: 结成晶体的 AUS 32 会比结晶前的液体体积增加 7%,可能会导致 AUS 32 溢出容器,或容器胀裂。如果在使用 AUS 32 前发现已经结晶,可以在温度不高于 30℃ 的情况下小心加热至固体物质消失,这种情况不会影响 AUS 32 的质量。
 - 为避免温度升高,AUS 32 应避免光。
 - 为防止空气中的杂质污染 AUS 32,应使用密封的容器或在通风口安装过滤器。

J.2.2.2 保质期

在整个供应链中,AUS 32 的保质期与储存的环境温度有关,两者之间的关系见表 J.3。

表 J.3 不同储存温度下 AUS 32 的保质期

保持恒定储存环境温度/℃	保质期不少于/月
≤10	36
≤25 ^a	18
≤30	12
≤35	6
>35	— ^b
注:影响本表中保质期长短的主要因素是储存温度和 AUS 32 的初始碱度。另一个因素是通风和密封储存容器对挥发性的影响。	
^a 为避免尿素分解,应避免运输或储存温度高于 25 ℃。	
^b 保质期明显缩短,每次使用前都应检测。	

J.2.2.3 接触表面的洁净度要求

所有与 AUS 32 直接接触的表面上都不能有其他物质,包括燃油、机油、润滑脂、洗涤剂、灰尘或任何其他物质。

为防止 AUS 32 被微量元素、灰尘和杂质污染,非专用设备的表面应用蒸馏水或去离子水清洗,并在处理 AUS 32 之前用 AUS 32 做最后的冲洗。

由于自来水中含有高浓度的碱和碱土金属离子,因此尤其要避免使用自来水。但是,如果没有蒸馏水或去离子水,可以先用自来水清洗,不过要保证在用该设备处理 AUS 32 之前最后使用 AUS 32 冲洗。

无论是否在清洗过程中使用了清洁剂,应保证最后冲洗用过的 AUS 32 按照本标准中规定的试验方法检测满足规定的痕量元素要求。

要判断储存和运输设备是否达到理想的清洗效果,可以用本标准规定的试验方法分析用于最后一次冲洗的 AUS 32 来验证。

J.2.2.4 其他性质的建议

关于其他性质的信息应列在化学品安全说明书中,包括危险等级、操作规定,以及处理产品时为保护人员及环境所需采取的措施。

J.3 质量保证

J.3.1 通则

供应到市场上的每个容器中的 AUS 32 都应通过一个特定的批号可追溯到生产的批次。建议批号中包括原始生产时间或最后认证时间。

供应链中任何一个点的 AUS 32 质量都应满足标准规定的技术要求。J.3.2~J.3.5 给出了与散装产品或小包装产品的采样、测试/检验和监测相关的建议,以及中间操作(即中转罐存储,加注或二次加注)时的二次测试和/或二次检验的程序。

J.3.2 取样

除了附录 I 中规定的取样规程,下列规定适用于所有取样程序。

——应有书面记录的操作流程。

——具体的取样操作流程取决于取样的目的。

示例 1:如果要检测散装容器中 AUS 32 的质量,应从出口处流出 2 L~3 L 溶液后才开始取样。

示例 2:如果要测试与 AUS 32 直接接触的材料的兼容性,出口处最初流出的 2 L~3 L 溶液应该保留。

示例 3:如果检测从加注设备喷嘴流出的 AUS 32 的质量,应从最初流出的 3 L 中取样。

——当散装的 AUS 32 从生产厂装进不论何种运输工具的容器后,应该从运输工具的容器中取样。要严格遵守操作规程以保证样品的代表性。如果使用的是非 AUS 32 专用的运输工具,应该在开始销售之前完成样品分析。

——在销售 AUS 32 的过程中可能会在各个环节取样并保留样品。在未发现问题之前这些样品可暂不分析。至少在半个保质期的时间内要保留好样品。样品的运输和储存应符合 J.2.2 的规定。

——对于 AUS 32 专用的散装运输工具,如果上一次罐装品的储存条件与 J.2.2.1 规定的不同,宜对样品进行分析。

J.3.3 测试

每批 AUS 32 产品在发货前都要按照标准的规定测试质量是否合格。测试结果要有书面记录并在生产厂存档。

如有争议,可以选择下列实验室进行仲裁试验:

- 具备质量管理体系的实验室,如通过 ISO 9001 认证;
- 在过去的五年中成功参加了国际上组织的 AUS 32 实验室间比对试验;
- 国家权威部门认证的实验室。

J.3.4 产品出厂检验程序和对不合格产品的处理

当某一批次 AUS 32 的检测结果完全符合表 1 的技术要求,或生产过程核查数据可以证明该批次产品完全符合表 1 的技术要求,该批次产品可以出厂。

如果检测结果当中有任何项目不符合表 1 的技术要求,或怀疑产品可能存在质量问题(如容器上无标签,产品变色或出现浑浊,散发不明气味,或储存时间超过了保质期等),则应扣留该容器内的产品,加注标签后单独储存,以备进一步调查。

如果某一批次的 AUS 32 被反复检测出存在同一缺陷,该批次产品应作召回处理。

对于重新进入供应系统的 AUS 32,应再次检测,以保证其品质满足表 1 的技术要求。

对于密闭容器储存的超过保质期的 AUS 32,在判断是否能够继续使用之前只需要检测其碱度是否达标。

如果有多个带包装的 AUS 32 的储存时间超过了保质期,只要这些产品属于同一生产批次而且在相同物理条件下储存,就可以只对一个容器中的 AUS 32 进行检测。

J.3.5 质量监控

J.3.5.1 通则

每一批次的 AUS 32 在销售时,生产商都应该提供质量合格证,如执行标准和检测报告等。

可以通过一系列典型特性的测试结果来判断 AUS 32 产品的一致性,包括但不限于密度和折射率。

必要的污染测试包括检查产品颜色、悬浮颗粒物和氨以外的气味。该测试在每次 AUS 32 操作转移时都应进行。

J.3.5.2 核查

供应系统中的所有相关方都有责任核查他们所处环节上的 AUS 32 质量是否达标。

一旦发现问题,相关责任方应立即采取措施解决。

J.3.5.3 存档

AUS 32 的整个供应系统,包括生产、配送、装卸、储存、取样、测试、产品出厂、操作和核查的流程和记录应存档,例如按照 ISO 9001 的规定进行。质量档案至少保留 5 年。

J.4 容器和设备的操作程序

J.4.1 通则

容器和设备的一般性操作程序规定如下:

- 所有用于处理 AUS 32 的设备,无论是带包装的还是散装的,应是专用的并彻底清洗并证明是

干净的(见 J. 4. 4);

- 为了避免产品受到污染,应使用专用的、经过彻底清洗的并证明是干净的容器;
- 采取必要的温控措施保持 AUS 32 所处的环境符合 J. 2. 2 建议的温度范围;
- 灌装设备的使用后应清空、清洗干净并密封,防止 AUS 32 受到周围环境的污染。特别是软管,应该专用,每次用完后应盖上盖,存放在专用的地点。

J. 4. 2 一次性非散装容器

下列程序适用于一次性非散装容器:

- 每个容器应有识别标签或印章,从而保证可追溯到容器内 AUS 32 产品的供应商的原始生产批次。
- 为识别异物,如灰尘、昆虫或其他不溶物,在灌装前应按照书面程序目测检查容器内部。如发现异物,下一步按 J. 3. 4 操作。
- 在灌装一系列 AUS 32 小包装时,应从第一个容器中取 1 L 的样品。如果容器的容积不到 1 L,把第一个容器中的 AUS 32 全部作为样品。该样品作为保留样品。
- 灌装好的产品应密封,除非包装物上有通风口设计。

J. 4. 3 专用设备散装的操作

如果所有的阀、盖子和软管都在密闭条件下正确操作而没有受到污染,专门用于 AUS 32 运输、储存的散装操作设备在操作 AUS 32 前不需要额外清洗。可通过视觉检查和相应的文件来确定这些情况。

所有的产品装卸操作应按操作说明书操作,应有装卸清单来规范装卸程序。该清单应有负责产品装卸的负责人和负责运输的人签字,并交由装卸负责人保存。

在装卸 AUS 32 之前,应进行至少以下的几方面的检查,并有书面记录:

- 前次完成装卸后各种阀门和开关是否关闭合适;
- 检查清洁确认证书(只针对第一次使用的 AUS 32 专用散装容器);
- 散装运输和储存设备、装卸设备、附属设备和清洁系统的视觉检查;
- 按照交货清单核对装卸的产品。

如果在装卸过程中发生异常情况,装卸应立即停止。应从已灌装容器中采样分析,查明问题,根据获得的分析结果采取进一步的措施。

J. 4. 4 非专用设备的散装操作

非专用的散装运输和储存设备用于 AUS 32 前应彻底清洗干净。清洗过程应考虑到该设备曾运输或储存过的最后三种产品的化学性质。应在洁净确认证书上记录清洗过程和洁净度。这个文件应在装货点灌装前出示。另外,运输和储存设备的出口、入口和连接处应视觉检查。如果发现某容器不符合洁净度要求,则不对该容器进行灌装,而应进行清洗或更换。

非专用的灌装容器用于 AUS 32 前应彻底清洗干净。清洗过程应考虑到该设备曾装载过的最后三种产品的化学性质。从灌装的第一个容器中取 AUS 32 样品分析,确认各项指标符合表 1 的要求。该灌装设备曾装载过的产品和产品更换后的分析结果应存档。

附 录 K
(资料性附录)
加 注 接 口

K.1 范围

本附录规定了 AUS 32 的加注接口。

为了保证车辆加注系统和车外加注系统之间的兼容性,本附录规定了开放式加注系统最基本的功能要求和几何尺寸要求。

本附录也适用于固定式车外加注系统的喷嘴。

K.2 术语和定义

K.2.1

加注系统 refilling system

AUS 32 车辆加注系统和车外加注系统的统称。该系统的功能是把 AUS 32 加注到车辆的 AUS 32 容器中。

K.2.2

车外加注系统 off-board refilling system

为车辆的 AUS 32 容器加注 AUS 32 的固定设备,通常包括储存罐、泵、软管和加注嘴。

K.2.3

加注嘴 filler nozzle

车外加注系统的接口处,使操作员可以在加注过程中控制 AUS 32 流量。该加注嘴应具有标准的接口尺寸,且具有自动关闭功能。

K.2.4

车辆加注系统 on-board refilling system

车载 AUS 32 的设备,通常包括一个加注口、加注器颈、加注孔盖和一个容器。

K.2.5

加注器颈 filler neck

车辆加注系统上可以向容器加注的接口部分,其开口处为加注口。

K.2.6

加注口 inlet adapter

加注孔颈的永久固定部分,有标准的接口尺寸,并带有一个防止误将 AUS 32 加入燃油箱的磁环。

K.2.7

加注孔盖 filler cap

安装在加注器颈上,加注时可以打开或移走的部件,用于防止 AUS 32 溢出或受到污染。

K.2.8

开放式加注系统 open refilling system

加注嘴和加注器颈之间不要求气密性的普通加注系统。例如,可以用一个小的容器给开放式加注

系统注入 AUS 32。

K. 2.9

密闭式加注系统 sealed refilling system

加注嘴和加注器颈之间是密闭式的特殊加注系统。

K. 3 要求

K. 3.1 功能要求

车辆加注系统和车外加注系统都应满足表 K.1 的基本功能要求。

表 K.1 车辆加注系统和车外加注系统的基本功能要求

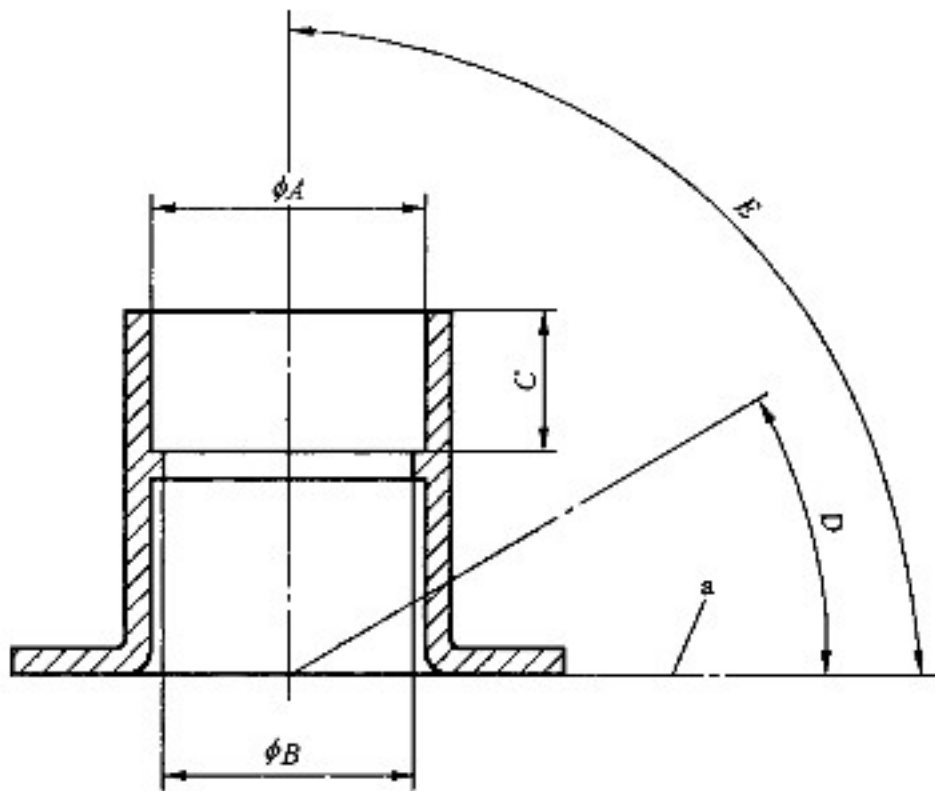
特性	要求	备注
最大流速	20 L/min ~ 40 L/min	—
加注嘴的自动关闭	满足 EN 13012 或等同标准的要求	防止溢出
车载罐的最大加注量	加注嘴的自动关闭功能应能够避免加注量超过最高加注限度。 车载罐应可以耐受 AUS 32 的膨胀	AUS 32 冻结后体积可以增加 7%
溢出	加注孔颈与水平之间的夹角在 50° ~ 90° 之间时,每次加注时的溢出量不超过 30 mL。 加注孔颈与水平之间的夹角在 30° ~ 50° 之间时,每次加注时的溢出量不超过 50 mL	应尽量减小 AUS 32 洒漏在设备上带来的影响
加注时通风	适用于车辆 AUS 32 容器	—
使用温度范围	对于安装在车辆上的部件, -30°C ~ $+80^{\circ}\text{C}$ 对于在服务站的部件, -20°C ~ $+40^{\circ}\text{C}$	对特殊地区,这个温度范围可能过窄或过宽。这时可以考虑针对特殊地区扩大或缩小温度范围
误将 AUS 32 加入燃油箱	每次不超过 80 mL	用加注嘴的磁开关或类似装置可以避免
误将燃油加入车辆 AUS 32 容器	应保证燃油不会加注到车辆 AUS 32 容器	加注口的直径要求可以防止燃油喷嘴插入 AUS 32 加注孔颈
材料	使用的材料应符合附录 J 的要求	与 AUS 32 接触的材料应与 AUS 32 具有兼容性,以防止 AUS 32 被污染和装置被腐蚀
AUS 32 的结冰	加注站应有防结冰措施。 车辆零部件的设计能够适应在运行温度范围内 AUS 32 的结晶和融解	AUS 32 在 -11.5°C 时结冰,且体积会增加约 7%

表 K.1 (续)

特性	要求	备注
清洁度	为了避免 AUS 32 被污染,所有车辆和车外加注系统的部件在生产、组装和安装过程中都要保证高清洁度	车外加注系统部件的洁净度应满足附录 J 的要求。 整车和零部件制造商应根据技术发展水平,就车辆加注系统零部件的清洁度达成一致
可靠性和耐久性	在车辆使用的整个周期内,应该保证加注器颈、加注口和加注孔盖都完全有效,并且不需任何服务、调整或更换	—
结晶 ^a	应有保护措施	尽量避免与空气接触
标识	信号装置的标志见 ISO 2575。产品标识见第 4 章	建议用蓝色加注孔盖
^a 只作为推荐。		

K.3.2 加注孔颈

加注孔颈的加注口应满足可拆装要求,以备需要开放式加注 AUS 32。
加注孔颈的具体尺寸参数见图 K.1 和表 K.2。
车辆制造商应详细说明车辆上加注孔颈的几何位置和方向,并给加注嘴预留适当的空间。



说明：
 a ——水平方向。

图 K.1 加注孔颈

表 K.2 加注孔颈的尺寸

符号	参数	尺寸
ϕA	入口或上止口直径	$\geq 39.5\text{ mm}$
ϕB	上支撑口直径	$\geq 37\text{ mm}$
C	止口的高度	$\leq 48\text{ mm}$
D	加注孔颈与水平方向的夹角 ^a	$\geq 30^{\circ b}$
E	加注孔颈与水平方向的夹角 ^a	$\leq 90^{\circ}$

^a 为减少溢出,建议角度为 $50^{\circ}\sim 90^{\circ}$ 。

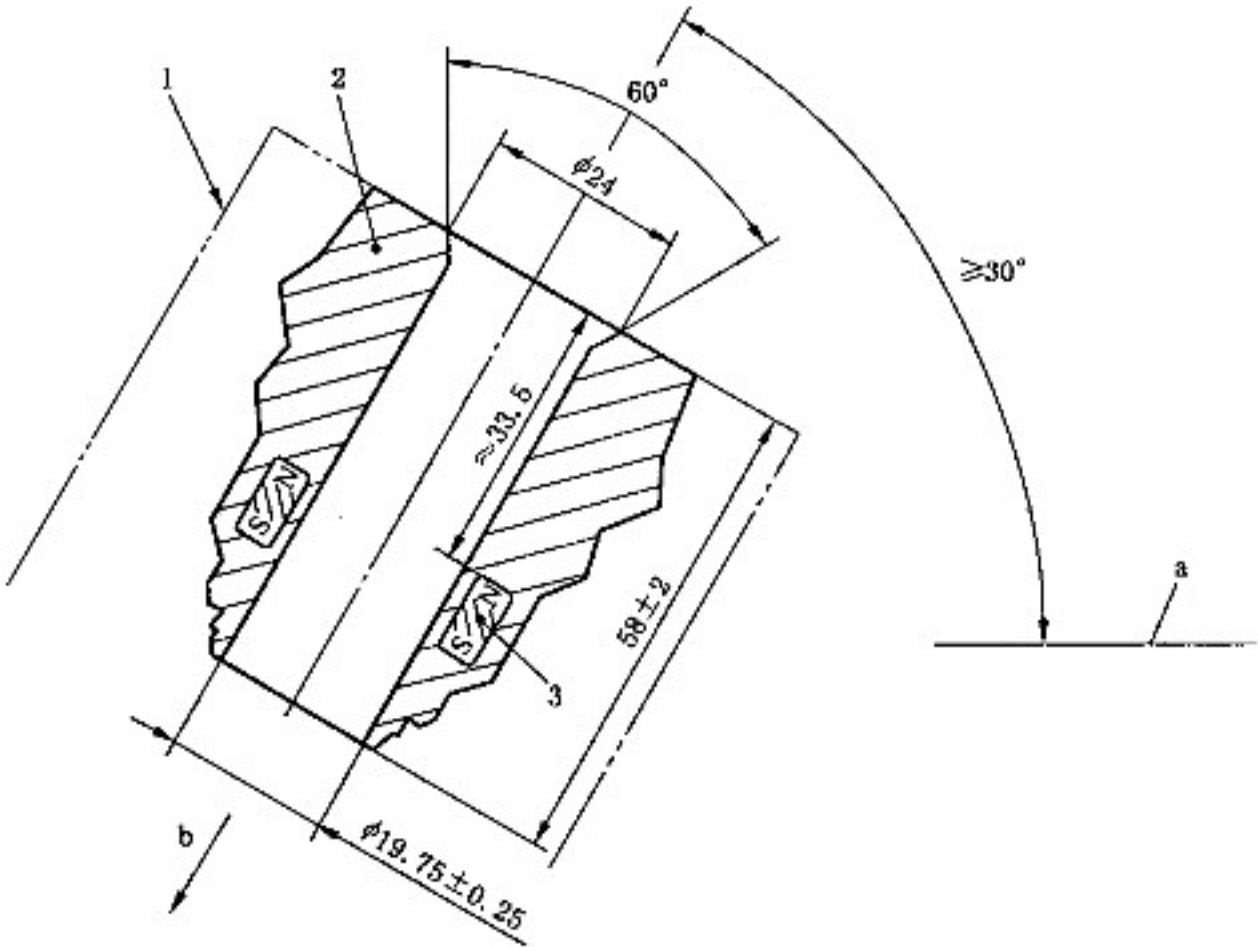
^b 如果角度小于 30° ,溢出量通常会增加,甚至有可能超过表 1 规定的限值。在这种情况下,喷嘴的功能可能受到影响。

K.3.3 加注口

加注口应与加注孔颈配套。加注口的内径设计应能够避免管口直径大于 20.0 mm 的加注嘴进入加注口。

如图 K.2 所示,加注口应配备一个磁环。磁环的特性要求见表 K.3。

单位为毫米



- 说明:
- 1——加注孔径;
 - 2——加注口;
 - 3——磁环;
 - a——水平方向;
 - b——流动方向。

图 K.2 加注口

表 K.3 磁环的特性要求

参数		要求
尺寸	外径	34 mm
	内径	24 mm
	高	10 mm
材料		钕铁硼(NdFeB)
磁性	剩磁	1.2T~1.3T
	矫顽磁性	800 kA/m~900 kA/m
方向		N极从容器指向罐外

K.3.4 加注孔盖

加注孔盖关闭时要保证 AUS 32 不外漏。
建议加注孔盖为蓝色。

K.3.5 加注嘴

加注嘴管口应为圆柱体,其外径为 19 mm±0.25 mm,长度为 70 mm±2 mm,见图 K.3。
加注嘴管口应配置一个与加注口磁环相作用的磁开关,见图 K.4。若误将喷嘴插入油箱或者其他液体容器时,磁开关能防止误加注。

单位为毫米

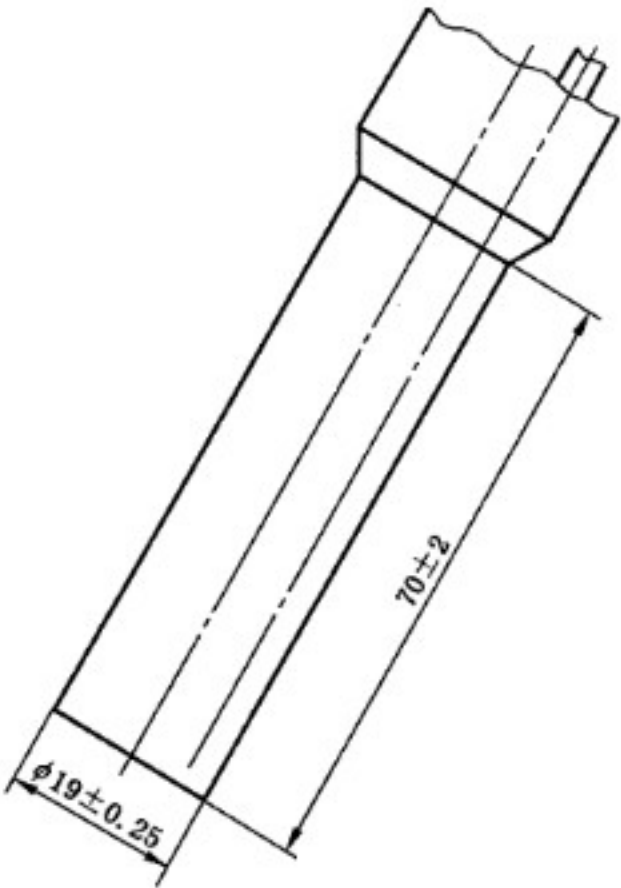
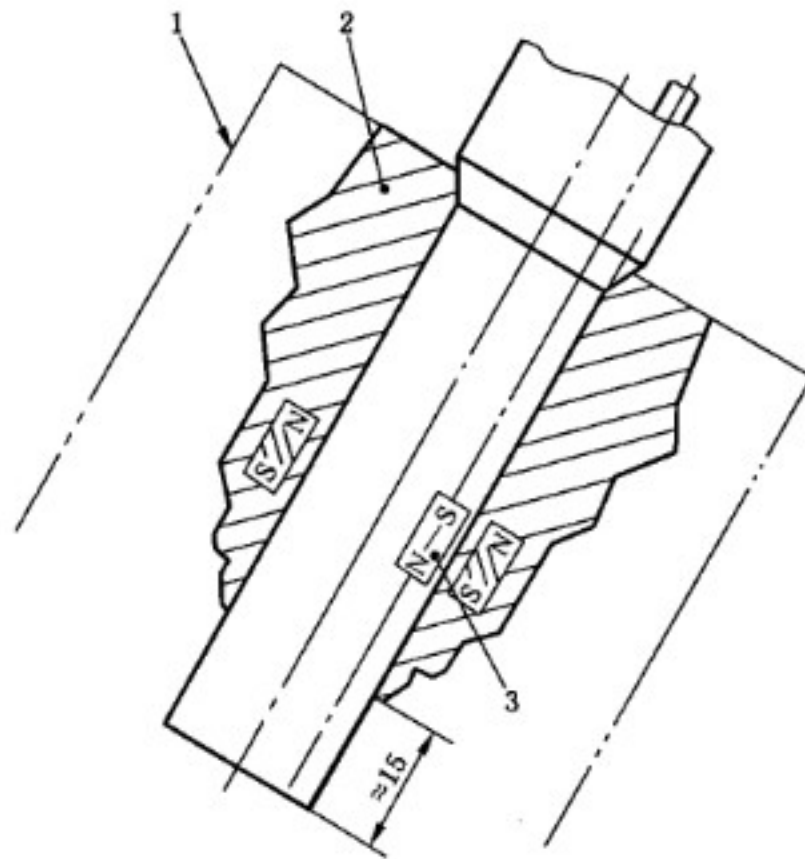


图 K.3 加注嘴



说明

- 1——加注管(颈);
- 2——磁适配器;
- 3——磁开关。

图 K. 4 带有磁开关的喷嘴管口插入到加注口的位置示意图

K. 3.6 加注的最小空间

车辆及其零件制造商和 AUS 32 加注嘴制造商应满足图 K. 5 和图 K. 6 中所示的空间要求,以保证加注 AUS 32 时,加注嘴可以不受任何阻挡地在加注孔颈中插拔。

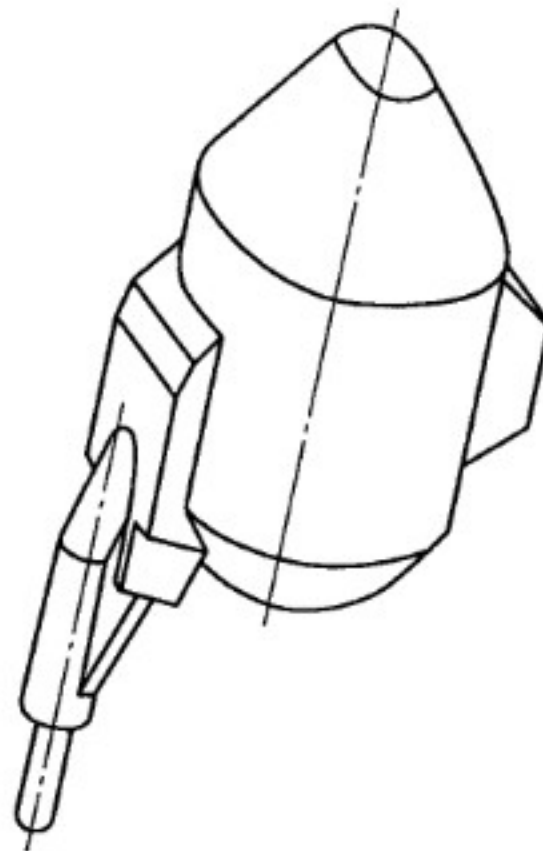
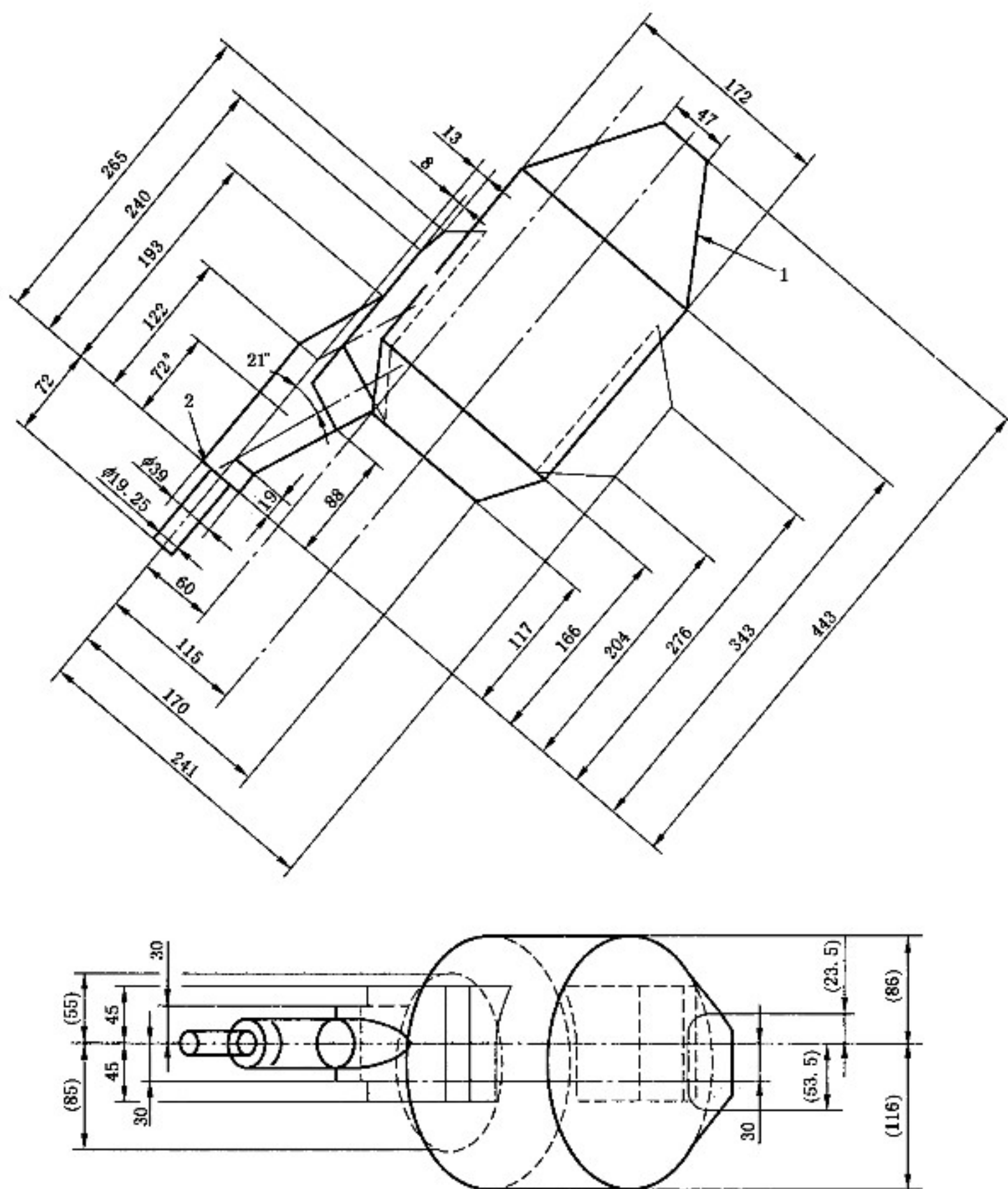


图 K. 5 加注所需自由空间的三维视图



说明:

1——操作员手握的空间;

2——适配器的顶面。

°——运动距离。

图 K.6 加注所需的最小空间图示

附录 L

(资料性附录)

密闭式加注系统的相容性条件

L.1 功能要求

密闭式加注系统应满足表 K.1 中规定的基本功能要求,只是每次加注时的最大溢出量要求改为 20 mL。图 L.1 描述了一个密闭式加注系统实例。

在使用密闭式加注系统时,不可误将 AUS 32 加注到油箱中,也不可误将柴油加入到 AUS 32 车辆容器中。用小容器进行紧急加注是可行的,见图 L.3。应建立反馈系统来保证适时停止加注。

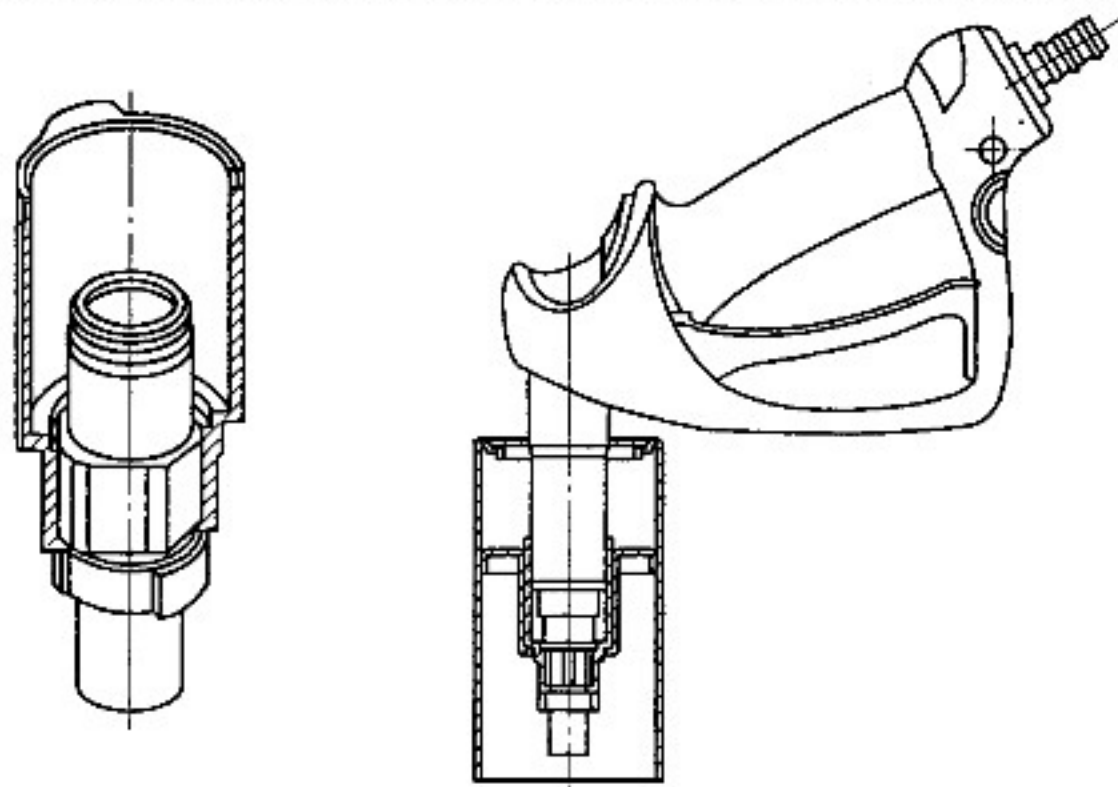


图 L.1 密闭式加注系统实例

L.2 加注孔颈

密闭式加注系统的加注孔颈应满足图 L.2 和表 L.1 中的要求。图 L.2 所示的加注孔颈用于带有法兰的加注口,这样可以使用较小的容器紧急加注。

对于密闭式加注系统的加注孔颈的弯角无特殊规定。密闭式加注系统应该考虑加注孔颈的柔性布置。

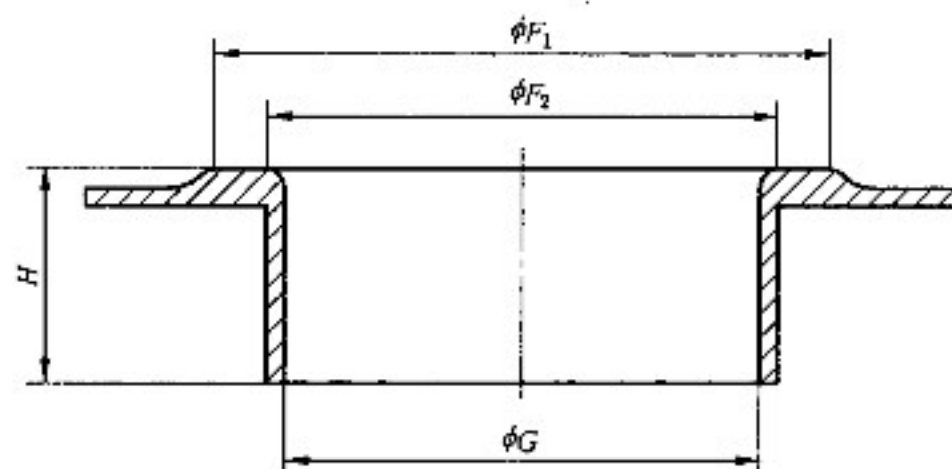


图 L.2 加注孔颈

表 L.1 加注孔颈的尺寸

单位为毫米

符号	参数	尺寸
ϕF_1	外端口面	≥ 117
ϕF_2	内端口面	≤ 97
ϕG	入口直径	88~90
H	高度	未规定

L.3 加注口

加注口设计适应于安装在加注孔颈内部。加注口还应有一个密闭式加注系统的耦合器。密闭式加注系统的耦合器外径应为 19.25 mm。

L.4 加注孔盖

该种加注孔盖只用来防尘。

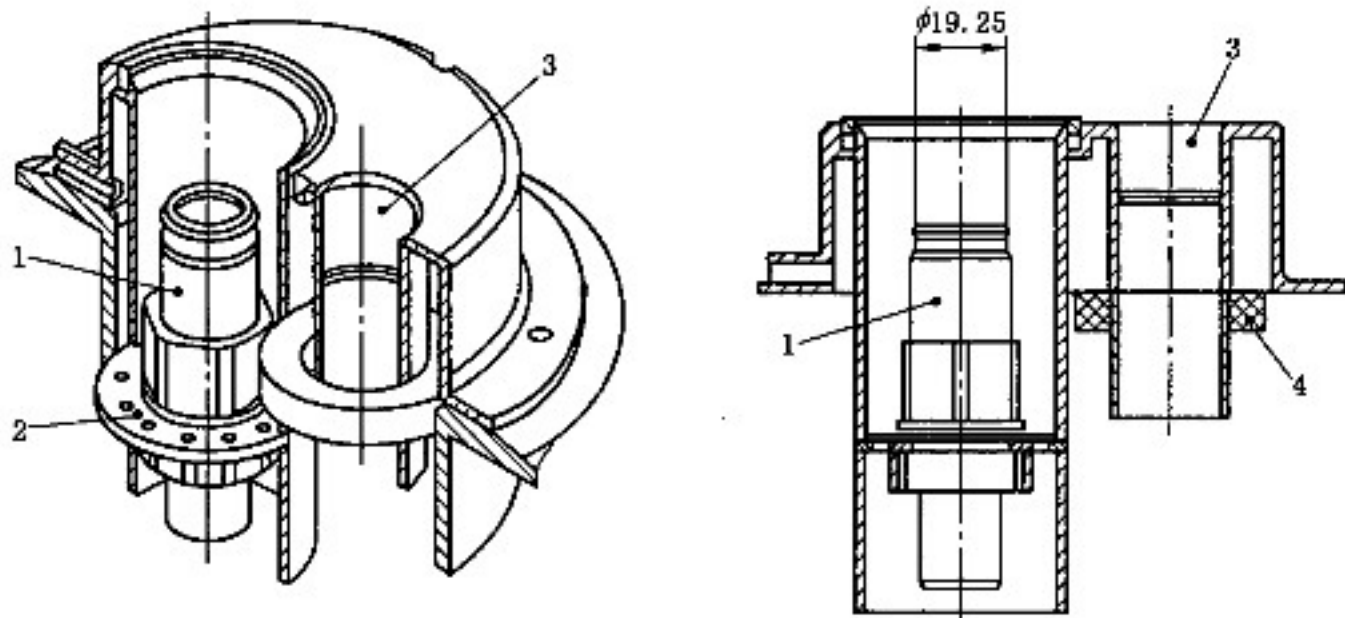
L.5 加注嘴

加注嘴应与密闭式加注系统的加注口相匹配。
如果喷嘴插入到非 AUS 32 车辆容器,也不会将 AUS 32 注入其中。

L.6 加注所需的最少空间

除了转接器(直径 19.25 mm×72 mm)顶面下部的尺寸外,密闭式加注系统加注所需最小空间要符合开放式系统的加注管道尺寸的要求。

单位为毫米



- 说明:
- 1——密闭式加注器的耦合器;
 - 2——密闭式加注器的通气阀;
 - 3——开放(紧急加注)加注进口;
 - 4——用于打开加注嘴的磁环。

图 L.3 一个可用于开放或密闭式加注系统的带有加注口的加注孔颈

附 录 M
(资料性附录)

本标准与 ISO 22241 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 22241-1:2006、ISO 22241-2:2006 和 ISO 22241-3:2008 相比在结构上有较多的调整,具体章条编号对照情况见表 M.1。

表 M.1 本标准与 ISO 22241 的章条编号对照情况

本标准的章条编号	对应国际标准的章条编号	对应国际标准号
1	1	ISO 22241-1:2006
2	2	
3.1	—	
3.2~3.3	3.2~3.3	
3.4	3.1	
4	4.7	
5	5	
6	—	
7	6,附录 C	
8	—	
—	附录 A	
—	附录 B	
—	1~5	ISO 22241-2:2006
附录 A	附录 B	
—	附录 C	
附录 B	附录 D	
附录 C	附录 E	
附录 D	附录 F	
附录 E	附录 G	
附录 F	附录 H	
附录 G	附录 I	
附录 H	附录 J	
附录 I	附录 A	
—	附录 K	
附录 J	1~6	ISO 22241-3:2008
附录 K	—	
附录 L	—	
附录 M	—	
附录 N	—	

附 录 N
(资料性附录)

本标准与 ISO 22241 的技术性差异及其原因

表 N.1 给出了本标准与 ISO 22241-1:2006、ISO 22241-2:2006 和 ISO 22241-3:2008 的技术性差异及其原因。

表 N.1 本标准与 ISO 22241 的技术性差异及其原因

本标准条款编号	技术性差异	原因
2	关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,调整的情况集中反映在第二章“规范性引用文件”中,具体调整如下: ——用等效采用国际标准的 GB/T 1884 和 GB/T 1885 代替了 ISO 3675(见第 5 章); ——用等效采用国际标准的 SH/T 0604 代替了 ISO 12185(见第 5 章); ——用修改采用国际标准的 GB/T 6682 代替了 ISO 3696(见第 5 章) ——增加引用了 GB/T 601、GB/T 614、ISO 9020(见 B.4.2、表 1 和 D.4.4)	适应我国技术条件
3.1	增加了选择性催化还原系统的定义	对标准中新增的术语进行了定义,便于使用
3.2	用“AUS 32 专用尿素”代替“technically pure urea”	“technically pure urea”没有相应的词语对应,意译为“AUS 32 专用尿素”更为恰当
—	删去了 ISO 22241-2 中 1~5 章	该部分论述了 ISO 22241-2 的范围、引用文件、精密度的概述等说明性内容,在本标准中相关章节均有论述,故删除
5	将密度检测方法修改为 GB/T 1884、GB/T 1885 和 SH/T 0604,并以 SH/T 0604 为仲裁方法	国内有与 ISO 标准对应的标准,直接采用即可;SH/T 0604 人为干预少,试验数据较 GB/T 1884 和 GB/T 1885 更为准确,所以将 SH/T 0604 定义为仲裁方法

表 N.1 (续)

本标准章条编号	技术性差异	原因
5	删除了 ISO 22241-2:2006 中的附录 C, 将折光率检测方法修改为 GB/T 614	根据试验比对数据, 使用 ISO 22241-2:2006 中附录 C 的试验结果与使用 GB/T 614 的试验结果相当, 可直接采用 GB/T 614
6	增加了检验规则	国内标准编制要求
B.3.7	增加了手动滴定管	用于手动滴定
B.3.8	增加了移液管	用于配制 0.01 mol/L 盐酸标准滴定溶液
附录 B.6.1	碱度的计算公式由“ $w_{(\text{NH}_3)} = (V \times 0.017) / m_s$ ”修改为“ $w_{(\text{NH}_3)} = \frac{V \times c \times M}{m_s \times 1\,000} \times 100$ ”	原公式直接将标准滴定溶液的浓度定义为 0.01 mol/L, 使用标准滴定溶液的实际浓度更为准确
附录 C.3.6	增加了“2 mL、5 mL、10 mL、20 mL 移液管”	明确了移液管的容量, 便于操作
附录 D.3.3	增加了“500 mL 容量瓶和经过检定的 50 mL 容量瓶”	明确了容量瓶的容量, 便于操作
附录 D.3.4	增加了“经过检定的大小从 0.2 mL 到 25 mL 的固定或可变容量移液管均可”	明确了移液管的容量, 便于操作
附录 D.4.2	硫酸浓度从 96% 修改为 98%	我国市售浓硫酸含量大部分为 98%, 实际反应过程中硫酸为过量, 也不参与计算。为方便使用, 将浓度修改为 98%
附录 F.3.6	增加了“经过检定的 50 mL、100 mL、1 000 mL 容量瓶”	明确了容量瓶的容量, 便于操作
附录 F.3.7	增加了“经过检定的 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 移液管”	明确了移液管的容量, 便于操作
附录 F.4.4	硫酸浓度从 96% 修改为 98%	我国市售浓硫酸含量大部分为 98%, 实际反应过程中硫酸为过量, 也不参与计算。为方便使用, 将浓度修改为 98%
附录 G.3.1	增加了载气纯度要求, 不低于 99.999%	便于使用者选择和操作
—	删除了 ISO 22241-2:2006 中的附录 K	该部分内容为试验方法精密度的总结, 本标准在试验方法后均附有精密度要求, 该部分重复, 故删除

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液
(AUS 32)

GB 29518—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 3.5 字数 100 千字
2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47261 定价 48.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB 29518-2013