

ICS 71.100.99

G 71

备案号: ×××××-××××

DB

北京市地方标准

DB11/ 552—2008

车用尿素溶液

Aqueous urea solution for motor vehicle

2008-05-28 发布

2008-07-01 实施

北京市质量技术监督局 发布

前 言

本标准第 4 章 指标要求、第 5 章 试验方法为强制性的，其它条文为推荐性的。

本标准修改采用了国际标准 ISO 22241 和德国标准 DIN V70070 Version 1.20。

本标准结合我国实际情况共设 20 项。比 ISO 22241 多氯化物、碳酸盐两项，比 DIN V70070 - Version 1.20 多氯化物一项。因氯化物有可能对汽车设备造成腐蚀。

本标准由北京市环境保护局和北京市质量技术监督局提出。

本标准由北京化工标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：北京化学试剂研究所。

本标准参加起草单位：国家化学试剂质量监督检验中心。

本标准主要起草人：孟蓉、李辉、韩宝英、邱夜明、强京林、宋国建、高原、郝玉林。

本标准于2008年5月首次发布。

引 言

经国务院批准，我市已于2008年3月1日起率先在全国实施国IV机动车排放标准。按照《关于北京市实施国家第四阶段机动车污染物排放标准的公告》（京环发〔2008〕34号）的要求，自2008年7月1日起，对在北京市经销和注册的公交、环卫、邮政使用的重型压燃式发动机汽车和重型气体燃料点燃式发动机汽车，实施国IV排放标准。由于受我市周边油品质量的限制，国内外重型柴油机厂家大多数选择了SCR（选择性催化还原）技术来满足国IV标准的要求。选用SCR技术的车辆必须添加尿素溶液作为催化还原剂，使车辆达标排放。2006年我市公交已有200辆采用SCR技术的国IV车辆在试运行，2007年又有2000辆公交车提前执行国IV标准，均已参照欧洲相关标准添加尿素溶液。

因此，制定尿素溶液的规格和测试方法的标准，是保障我市顺利执行重型柴油车国IV机动车排放标准的前提条件之一，是对尿素质量进行要求和监督的依据。

车用尿素溶液

1 范围

本标准规定了车用尿素溶液的性状、指标要求、试验方法、采样及验收和包装、贮存及标志。
本标准适用于车用尿素溶液的生产和检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
 GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602-2002, ISO 6353-1: 1982, NEQ)
 GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603-2002, ISO 6353-1: 1982, NEQ)
 GB/T 611 化学试剂 密度测定通用方法(GB/T 611-2006, ISO 6353-1: 1982, NEQ)
 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682-1992, neq ISO 3696: 1987)
 GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
 GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
 GB/T 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法(GB/T 9727-2007, ISO 6353-1: 1982, NEQ)
 GB/T 9734 化学试剂 铝测定通用方法(GB/T 9734-1988, neq ISO 6353-1: 1982)
 GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(GB/T 9738-1988, eqv ISO 6353-1: 1982)
 GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法(GB/T 9739-2006, ISO 6353-1: 1982, NEQ)
 GB 15346 化学试剂 包装与标志
 HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

无色透明水溶液,初始析晶点-11℃。

4 指标要求

车用尿素溶液的项目指标应符合表1的规定。

表 1

项目	指标要求
尿素含量 (H ₂ NCONH ₂) , w / %	31.8~33.3
密度 (20℃) , ρ / (g/ml)	1.0870~1.0920

表 1 (续)

项目	指标要求
折光率 n_D^{20}	1.3817~1.3840
不溶物/ (mg/kg) \leq	20
氯化物 (Cl) / (mg/kg) \leq	0.2
碱度 (以 NH_3 计), $w/\%$ \leq	0.2
磷酸盐 (PO_4) / (mg/kg) \leq	0.5
碳酸盐 (以 CO_2 计), $w/\%$ \leq	0.2
钠 (Na) / (mg/kg) \leq	0.5
镁 (Mg) / (mg/kg) \leq	0.5
铝 (Al) / (mg/kg) \leq	0.5
钾 (K) / (mg/kg) \leq	0.5
钙 (Ca) / (mg/kg) \leq	0.5
铬 (Cr) / (mg/kg) \leq	0.2
铁 (Fe) / (mg/kg) \leq	0.5
镍 (Ni) / (mg/kg) \leq	0.2
铜 (Cu) / (mg/kg) \leq	0.2
锌 (Zn) / (mg/kg) \leq	0.2
甲醛 (HCHO) / (mg/kg) \leq	9
缩二脲 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_2$), $w/\%$ \leq	0.3

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性, 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。

5.2 一般规定

本章中除另有规定外, 所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品, 均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备, 实验用水应符合GB/T 6682中三级水规格, 样品均按精确至0.01g称量, 所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 尿素含量

5.3.1 中性甲醛溶液的制备

量取100mL甲醛溶液, 加100mL水, 摇匀, 加2滴酚酞指示液 (10g/L), 用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色, 并保持30s。使用前制备。

5.3.2 测定方法

用称样瓶称取3g（约2.8mL）样品，精确至0.0001g，置于300mL锥形瓶中，加入5mL硫酸，摇匀，瓶口置一玻璃漏斗，并使锥形瓶呈45°角置于电炉上，在通风橱中，缓缓加热至无剧烈的二氧化碳气泡逸出，煮沸，使二氧化碳逸尽。当产生硫酸白烟时，停止加热，冷却。用80mL水缓缓冲洗漏斗及瓶壁，摇匀，冷却至室温，加2滴甲基红指示液（1g/L），用氢氧化钠溶液（300g/L）中和，近终点时，用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}]$ 滴定至溶液呈橙黄色，冷却。加40mL中性甲醛溶液，摇匀，放置5min，用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}]$ 滴定至溶液呈橙黄色，加5滴酚酞指示液（10g/L），继续滴定至溶液呈粉红色，并保持30s。同时做空白试验。

尿素的质量分数 w ，数值以“%”表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2 ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——尿素摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(1/2\text{H}_2\text{NCONH}_2)=30.03]$ ；

m ——样品质量的数值，单位为克（g）。

5.4 密度

按GB/T 611的规定测定。

5.5 折光率

按GB/T 614 的规定测定。

5.6 不溶物

称取100 g（约91.9 mL）样品，按GB/T 9738的规定测定。

5.7 氯化物

称取25g（约22.9 mL）样品，加1 mL硝酸溶液（50 g/L）及1 mL硝酸银溶液（17 g/L），稀释至25 mL，摇匀，放置10min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含0.005 mg的氯化物（Cl）标准溶液，与样品同时同样处理。

5.8 碱度

称取5g（约4.6mL）样品，溶于100 mL无二氧化碳的水，加2滴甲基红指示液（1g/L），用盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})]=0.1\text{mol/L}]$ 滴定至溶液呈红色。

碱度（以 NH_3 计）的质量分数 w ，数值以“%”表示，按式（2）计算：

$$w = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

V ——盐酸标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氨摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{NH}_3)=17.03]$ ；

m ——样品质量的数值，单位为克（g）。

5.9 磷酸盐

称取10g (约9.2mL) 样品, 于铂皿中, 加1mL碳酸钠溶液 (10g/L), 在水浴上蒸干后, 于电炉上加热至样品完全炭化后, 再将样品在700℃高温炉中完全灰化, 冷却, 残渣溶于5mL热水中, 以饱和2, 4-二硝基苯酚指示液为指示剂, 滴加硝酸溶液 (13%) 至溶液黄色刚刚消失, 稀释至10mL, 按GB/T 9727的规定测定。有机层所呈蓝色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含0.005mg的磷酸盐 (PO₄) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

5.10 碳酸盐

称取0.2g (约0.18mL) 样品, 用无二氧化碳的水稀释至40mL, 加5mL饱和氢氧化钡溶液, 摇匀, 放置3min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取0.4mg的二氧化碳 (CO₂) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

5.11 钠、镁、铝、钾、钙、铬、铁、镍、铜、锌

5.11.1 用电感耦合高频等离子体原子发射光谱法测定钠、镁、铝、钾、钙、铬、铁、镍、铜、锌为仲裁方法

5.11.1.1 测定条件

根据仪器、待测元素分析谱线波长和测定方法, 选择最佳测定条件:

- 入射功率: 0.8kw~1.3kw;
- 观测高度: 10mm~18mm;
- 冷却气 (氩气) 流量: 10L/min~20L/min;
- 辅助气 (氩气) 流量: 0 L/min~2.0L/min;
- 载气 (氩气) 流量: 0 L/min~1.0 L/min;
- 溶液提吸速率: 0.5mL/min~2 mL/min;
- 冲洗时间: 30s~60s。

5.11.1.2 测定方法

用石英坩埚称取1g (约0.9mL) 样品, 加0.2mL高纯硫酸, 在防尘罩内水封慢慢加热至样品完全炭化, 再将样品在550℃高温炉中完全灰化, 冷却。残渣用0.2mL盐酸、0.1mL硝酸及0.7mL水溶解, 摇匀后测定。同时做空白试验。

5.11.1.3 计算

根据仪器的要求, 采用两点或多点工作曲线法、内标法或标准加入法确定分析结果。

5.11.2 用火焰原子吸收光谱法测定钠、镁、钾、钙、铬、镍、铜、锌

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.11.2.1 钠、镁、钾、锌

5.11.2.1.1 仪器条件

仪器条件见表2。

表 2

测定项目	光源	波长 (nm)	火焰
钠	钠空心阴极灯	589.0	乙炔—空气
镁	镁空心阴极灯	285.2	乙炔—空气
钾	钾空心阴极灯	766.5	乙炔—空气
锌	锌空心阴极灯	213.9	乙炔—空气

5.11.2.1.2 测定方法

称取20g (约18.3mL)样品, 加1mL盐酸溶液(20%), 共四份, 按GB/T 9723—2007中7.2.2的规定测定, 结果按7.2.3的规定计算。

5.11.2.2 钙、铬、镍、铜

5.11.2.2.1 仪器条件

仪器条件见表3。

表 3

测定项目	光源	波长(nm)	火焰
钙	钙空心阴极灯	422.7	乙炔—空气
铬	铬空心阴极灯	357.9	乙炔—空气
镍	镍空心阴极灯	232.0	乙炔—空气
铜	铜空心阴极灯	324.7	乙炔—空气

5.11.2.2.2 测定方法

称取100g(约92mL)样品, 加2mL盐酸溶液(20%), 共四份, 按GB/T 9723—2007中7.2.2的规定测定, 结果按7.2.3的规定计算。

5.11.3 用化学分析法测定铝、铁

5.11.3.1 铝

称取10g(约9.2mL)样品, 稀释至10mL, 按GB/T 9734的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.005mg的铝(Al)标准溶液, 与样品同时同样处理。

5.11.3.2 铁

称取5g(约4.6mL)样品, 稀释至15mL, 用盐酸溶液(15%)将溶液的pH值调至2后, 按GB/T 9739的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.0025mg的铁(Fe)标准溶液, 与样品同时同样处理。

5.12 甲醛

按GB/T 9721的规定测定。

5.12.1 仪器条件

波长: 565 nm;

吸收池: 1cm。

5.12.2 变色酸溶液的配制方法

在500mL烧杯中, 加410mL水, 再加41mL硫酸, 搅拌均匀, 再加1.5g变色酸, 搅拌溶解摇匀即可。

5.12.3 测定方法

称取1.1g(约1.0mL)样品, 置于50mL容量瓶中, 加10mL水, 再一边搅拌, 一边加入1mL变色酸溶液和20mL硫酸, 放置至室温后, 稀释至刻度。同时做空白试验。以空白试验溶液为参比, 分别测定标准比色溶液和样品溶液的吸光度值。样品溶液的吸光度值不得大于标准比色溶液的吸光度值。

标准比色溶液的制备是取含0.01mg的甲醛(HCHO)标准溶液, 与样品同时同样处理。

5.13 缩二脲

5.13.1 硫酸铜溶液(10g/L)的配制

称取1.00g五水合硫酸铜(CuSO₄·5H₂O), 溶于水, 加1滴硫酸, 稀释至100mL。

5.13.2 测定方法

DB11/ 552—2008

称取1g (约0.9mL) 样品, 稀释至 10 mL。加1 mL氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})]=1\text{mol/L}]$, 摇匀, 加0.2mL 硫酸铜溶液 (10g/L), 摇匀, 放置10min。加4mL 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})]=1\text{mol/L}]$, 摇匀。溶液所呈粉红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含3.0 mg的缩二脲 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_2$) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

6 采样及验收

按HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装、贮存及标志

7.1 按 GB 15346 的规定进行包装和标志。

7.2 包装材质: 中压聚乙烯或高压聚乙烯。

7.3 贮存温度: $0^\circ\text{C}\sim 30^\circ\text{C}$ 。

7.4 包装规格: 按用户的要求而定。
