

## 深圳经济特区技术规范

SZJG 33—2010

---

### 车用尿素溶液(AUS 32)

Aqueous urea solution for motor vehicle (AUS 32)

2010-07-26 发布

2010-10-01 实施

---

深圳市市场监督管理局 发布

## 前 言

本标准修改采用ISO 22241-1: 2006。

本标准与ISO 22241-1: 2006标准的主要差异是：

- 规范性引用文件采用我国相应的国家标准和行业标准；
- 醛类指标根据我国生产实际情况，规定为不大于9 mg/kg。

本标准的附录A、附录B为资料性附录。

本标准由深圳市人居环境委员会提出。

本标准由深圳市计量质量检测研究院负责起草。

本标准由深圳市市场监督管理局归口并负责解释。

本标准主要起草人：赵彦、黄开胜、李思源、杨万颖、陈泽虹、欧阳克川、曹华庆、李明生、张瑜、陈建明、沈洪涛。

本标准于2010年首次发布。

## 车用尿素溶液(AUS 32)

### 1 范围

本标准规定了车用尿素溶液（AUS 32）的术语、技术要求、试验方法、取样及验收和贮存。  
本标准适用于在深圳市生产、销售和使用的车用尿素溶液（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，仅所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 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—2008, ISO 3696:1987, MOD)  
 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 9734 化学试剂 铝测定通用方法(GB/T 9734—2008, ISO 6353-1:1982, NEQ)  
 GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(GB/T 9738—2008, ISO 6353-1:1982, NEQ)  
 GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法(GB/T 9739—2006, ISO 6353-1:1982, NEQ)  
 HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则  
 ASTM D 4052 Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter

### 3 术语

下列术语适用于本标准。

#### 3.1 车用尿素溶液（AUS 32） Aqueous urea solution for motor vehicle（AUS 32）

车用尿素溶液(AUS 32)是用不含其他任何添加物的工业纯尿素和纯水一起配制的溶液(见附录A)，该溶液中尿素含量为32.5%(质量分数)，并符合本标准第4章规定的技术要求。

### 4 技术要求

车用尿素溶液（AUS 32）的技术要求应符合表1的规定。

表1 车用尿素溶液（AUS 32）技术要求

项 目	技 术 要 求
尿素含量 (H <sub>2</sub> NCONH <sub>2</sub> ) / %(质量分数)	31.8~33.2
密度 (20℃) / (kg/m <sup>3</sup> )	1087.0~1093.0
折光率n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1.3814~1.3843
不溶物 / (mg/kg)	≤ 20

表1 (续)

项 目	技术要求
碱度 (以 $\text{NH}_3$ 计) /%(质量分数)	$\leq$ 0.2
磷酸盐 (以 $\text{PO}_4$ 计) /(mg/kg)	$\leq$ 0.5
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
醛类 (以HCHO计) /(mg/kg)	$\leq$ 9
缩二脲 / %(质量分数)	$\leq$ 0.3
定性	与标准谱图一致

## 5 试验方法

### 5.1 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,所用试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

### 5.2 尿素含量

#### 5.2.1 仪器

##### 5.2.1.1 加热板

可调节加热功率。

#### 5.2.2 试剂

##### 5.2.2.1 中性甲醛溶液

量取 100 mL 甲醛溶液 (浓度 37%~40%),加 100 mL 水,摇匀,加 2 滴酚酞指示液 (10 g/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 30 s 不褪色。使用前制备。

##### 5.2.3 样品测定

称取 3 g (约 2.8 mL) 样品,精确至 0.000 1g,置于 300 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硫酸,摇匀,瓶口置一玻璃漏斗,并使锥形瓶呈  $45^\circ$  角置于加热板 (5.2.1.1) 上,在通风橱中,缓缓加热至有二氧化碳气泡逸出,煮沸,使二氧化碳逸尽。当产生硫酸白烟时,停止加热,冷却至室温。用 80 mL 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 (1 g/L),用氢氧化钠溶液 (300 g/L) 中和,近终点时,用氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ ] 中和至溶液呈橙黄色,冷却。加 40 mL 中性甲醛溶液 (5.2.2.1),摇匀,放置 5 min,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 (10 g/L),继续滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s 不褪色。同时做空白试验。

尿素的质量分数  $\omega$ ,数值以“%”表示,按式 (1) 计算:

$$w = \frac{(v_1 - v_2) \times c \times M}{m \times 1000 \times 2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $v_1$ ——样品消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;
- $v_2$ ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;
- $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;
- $M$ ——尿素的摩尔质量, 60.06 g/mol;
- $m$ ——样品的质量, g。

### 5.3 密度

5.3.1 按GB/T 611的规定测定, 为仲裁方法。

5.3.2 也可按ASTM D 4052进行测定。

### 5.4 折光率

按GB/T 614的规定测定。

### 5.5 不溶物

称取100 g (约91.9 mL) 样品, 按GB/T 9738的规定测定。

### 5.6 碱度

称取 20 g 样品, 溶于 100 mL 无二氧化碳的水中, 加 2 滴甲基红指示液 (1 g/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  $\text{NH}_3$  计) 的质量分数  $\omega$ , 数值以 “%” 表示, 按式 (2) 计算:

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

式中:

- $v$ ——样品消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;
- $c$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;
- $M$ ——氨的摩尔质量, 17.03 g/mol;
- $m$ ——样品的质量, g。

### 5.7 磷酸盐

#### 5.7.1 仪器

##### 5.7.1.1 分光光度计

应符合 GB/T 9721 的规定。

##### 5.7.1.2 马弗炉

可控温 (700±5) °C 或更高精度。

##### 5.7.1.3 加热板

可调节加热功率。

##### 5.7.1.4 电热恒温干燥箱

可控温 (105±5) °C 或更高精度。

#### 5.7.2 试剂

##### 5.7.2.1 碳酸钠溶液 (10g/L)

称取 10 g 无水碳酸钠, 用去离子水溶解于 1 L 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。

##### 5.7.2.2 磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

基准物质, 于 (105±5) °C 电热恒温干燥箱 (5.7.1.4) 中烘干 (2~3) h。

##### 5.7.2.3 磷酸盐标准储备溶液 (200 mg/L):

精确称取 0.2866 g 经烘干的磷酸二氢钾 (5.7.2.2), 用去离子水溶解于 1 L 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。

## 5.7.2.4 磷酸盐标准使用溶液 (2 mg/L)

用移液管移取磷酸盐标准储备溶液 (5.7.2.3) 5 mL 于 500 mL 容量瓶中, 用去离子水稀释至刻度, 摇匀。

## 5.7.2.5 钼酸铵溶液 (100 g/L)

称取 50 g 钼酸铵, 用去离子水溶解于 500 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。

## 5.7.3 标准工作曲线的绘制

分别移取 0.5、1.0、2.0、5.0 和 8.0 mL 磷酸盐标准使用溶液 (5.7.2.4) (对应磷酸盐含量为 1.0、2.0、4.0、10.0 和 16.0  $\mu\text{g}$ ) 于 50 mL 分液漏斗中, 按照 5.7.5 操作。

## 5.7.4 样品预处理

称取 10 g (约 9.2 mL) 样品于铂皿 (或石英皿) 中, 加 1 mL 碳酸钠溶液 (5.7.2.1), 置于加热板 (5.7.1.3) 上缓慢加热使样品蒸干后, 调大功率加热至样品完全炭化, 再将样品在  $(700 \pm 5)^\circ\text{C}$  马弗炉 (5.7.1.2) 中完全灰化, 冷却, 残渣用 5 mL 刚煮沸的去离子水溶于 50 mL 分液漏斗中, 按照 5.7.5 操作。

## 5.7.5 吸光度测定

加入 2 滴饱和 2, 4-二硝基苯酚指示液, 滴加硝酸溶液 (13%) 至溶液黄色刚刚消失, 用去离子水稀释至 10 mL。加入 10 mL 硝酸溶液 (13%), 此时溶液的酸度为  $(1.0 \sim 1.2) \text{ mol/L}$ 。加 2 mL 钼酸铵溶液 (5.7.2.5), 放置 20 min。准确加入 10 mL 乙酸丁酯, 萃取, 静置分层。弃去水相, 有机相用盐酸溶液 (5%) 洗涤两次, 每次 5 mL, 弃去水相。在有机相中加入 0.2 mL 氯化亚锡-抗坏血酸溶液 (此溶液使用前制备), 轻轻摇动, 静置分层。弃去水相, 加入 1 mL 无水乙醇, 摇匀。于波长 720 nm 处, 用 1 cm 比色池, 以试剂空白为参比, 进行吸光度测定并记录吸光度。以标准溶液的磷酸盐含量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制标准工作曲线。根据样品的吸光度计算样品中磷酸盐含量。

## 5.7.6 计算

磷酸盐含量以  $\omega$  (mg/kg) 计, 按式 (3) 计算:

$$w = \frac{r}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\rho$ ——样品吸光度在标准曲线上对应的磷酸盐含量,  $\mu\text{g}$ ;

$m$ ——样品的质量, g。

## 5.8 钠、镁、铝、钾、钙、铬、铁、镍、铜、锌

## 5.8.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES)

测定钠、镁、铝、钾、钙、铬、铁、镍、铜、锌含量, 为仲裁方法。

## 5.8.1.1 仪器

## 5.8.1.1.1 马弗炉

可控温  $(700 \pm 5)^\circ\text{C}$  或更高精度。

## 5.8.1.1.2 加热板

可调节加热功率, 可达到  $700^\circ\text{C}$ 。

## 5.8.1.1.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-AES)

按照生产厂家的仪器操作说明对 ICP-AES 光谱仪进行安装与操作。根据实际使用仪器的性能, 选择待测元素分析最佳谱线波长, 确定最佳仪器测定条件。

## 5.8.1.2 样品测定

用石英坩埚称取 100 g 样品, 在加热板 (5.8.1.1.2) 上缓缓 (防止飞溅) 加热浓缩样品直至干燥后, 把样品放入马弗炉 (5.8.1.1.1) 中, 控制温度在两小时内从  $350^\circ\text{C}$  升到  $700^\circ\text{C}$  (应注意: 马弗炉应有吹气装置, 否则, 应使用放置于通风橱中的控温电炉) 进行灼烧, 再在  $(700 \pm 5)^\circ\text{C}$  的马弗炉中保持半小时, 取出冷却至室温, 加入 5 mL 65% 硝酸 (或 37% 盐酸), 再加入 20 mL 水溶解, 将溶液完全转

移至 100 mL 容量瓶中，冷却至室温后，定容至刻度，摇匀后作为测试溶液，使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(5.8.1.1.3)测定。同时做空白试验。

### 5.8.1.3 计算

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。

## 5.8.2 用火焰原子吸收光谱法测定钠、镁、钾、钙、铬、镍、铜、锌、铁。

### 5.8.2.1 仪器条件

仪器条件见表 2。

表 2 仪器条件

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
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
铁	铁空心阴极灯	248.3	乙炔—空气

### 5.8.2.2 样品测定

称取 100 g(约 92 mL)样品于 250 mL 的烧杯中，加 2 mL 盐酸溶液(20%)，按 GB/T 9723-2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 GB/T 9723-2007 中 7.2.3 的规定计算。

### 5.8.3 铝——化学分析法

称取 10 g(约 9.2 mL)样品于 10 mL 的容量瓶中，用去离子水稀释至 10 mL，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。铝标准比色溶液的制备是取含 0.005 mg 铝(Al) 的标准溶液，与样品同时采用相同方法处理。

## 5.9 醛类

### 5.9.1 仪器

#### 5.9.1.1 分光光度计

应符合 GB/T 9721 的规定。

### 5.9.2 试剂

#### 5.9.2.1 铬变酸溶液

在 1000 mL 烧杯中，加 410 mL 水，缓缓加入 41 mL 硫酸，边加入边搅拌，再加入 1.5 g 铬变酸，搅拌溶解均匀即可。

#### 5.9.2.2 甲醛标准储备溶液

称取 37% 的甲醛溶液 13 g~14 g，按照 GB/T 602 的要求配制浓度约为 0.005 g/mL 的甲醛标准溶液并进行标定，记录准确浓度，备用。

#### 5.9.2.3 甲醛标准使用溶液

将甲醛标准储备溶液(5.9.2.2)稀释 1000 倍(约为 5 μg/mL)，备用。

### 5.9.3 标准曲线的绘制

分别移取 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 和 10.0 mL 甲醛标准使用溶液(对应的甲醛含量约为 1.0、2.5、5.0、10.0、25.0 和 50.0 μg)于 50 mL 烧杯中，加水至大约 10 mL，一边搅拌，一边加入 1 mL 铬变酸溶液(5.9.2.1)和 20 mL 硫酸，放置冷却至室温后，将溶液转移至 50 mL 容量瓶，并用水润洗烧杯三次，将润洗液转移至容量瓶中，稀释至刻度。同时做空白试验，于波长 565 nm 处，用 1 cm 比色池，以空白试验溶液为参比进行吸光度测定并记录吸光度。以标准溶液的甲醛含量为横坐标，对应的

吸光度为纵坐标，绘制标准工作曲线。

#### 5.9.4 样品测定

称取1 g (约0.9 mL) 样品，置于 50 mL烧杯中，加 10 mL水，一边搅拌，一边加入1 mL铬变酸溶液和20 mL硫酸，放置冷却至室温后，将溶液转移至50 mL容量瓶，并用水润洗烧杯三次，将润洗液转移至容量瓶中，稀释至刻度。同时做空白试验，于波长565 nm处，用1 cm比色池，以空白试验溶液为参比进行吸光度测定并记录吸光度。根据样品的吸光度利用标准工作曲线计算样品中甲醛含量。

#### 5.9.5 计算

甲醛含量以  $\omega$  (mg/kg) 计，按式 (4) 计算：

$$w = \frac{r}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$r$ ——样品吸光度在标准曲线上对应的甲醛含量， $\mu\text{g}$ ；

$m$ ——样品的质量，g。

#### 5.10 缩二脲

##### 5.10.1 仪器

##### 5.10.1.1 分光光度计

应符合 GB/T 9721 的规定。

##### 5.10.1.2 恒温水浴

能保持  $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$ 。

##### 5.10.2 试剂

##### 5.10.2.1 硫酸铜溶液 (15 g/L)：

称取 15 g 五水合硫酸铜 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )，用无二氧化碳的水溶解于 1 L 容量瓶中，稀释至刻度。

##### 5.10.2.2 碱性酒石酸钾钠溶液：

称取 40 g NaOH 于 1L 塑料烧杯中，加入 500 mL 水搅拌溶解，冷却至室温，加入 50 g 的酒石酸钾钠，搅拌溶解，转移至 1 L 容量瓶并定容至刻度，至少放置 1 天后使用。

##### 5.10.2.3 缩二脲标准溶液 (0.8 mg 缩二脲/ mL)：

称取 800 mg 经纯化的缩二脲，用无二氧化碳的水溶解于 1 L 容量瓶中，并定容至刻度。

##### 5.10.3 标准工作曲线的绘制

分别移取 0.0、2.0、5.0、10.0、15.0、20.0 和 25.0 mL 缩二脲标准溶液至 50 mL 容量瓶中，加水至约 25 mL 处，加入碱性酒石酸钾钠溶液 (5.10.2.2) 10 mL，摇匀，加入硫酸铜溶液 (5.10.2.1) 10 mL，将容量瓶放入  $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$  恒温水浴中，保持 15 min，取出恢复至室温，定容至刻度，摇匀。用空白做参比溶液，于波长 550 nm 处，用 1 cm 比色池，进行吸光度测定。以标准溶液的缩二脲含量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准工作曲线。

##### 5.10.4 样品测定

称取 4 g 样品于 50 mL 容量瓶中，加水至约 25 mL 处，加入酒石酸钾钠溶液 (5.10.2.2) 10 mL，摇匀，加入硫酸铜溶液 (5.10.2.1) 10 mL，将容量瓶放入  $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$  恒温水浴中，保持 15 min，取出恢复至室温，定容至刻度。以试剂空白做参比溶液，于波长 550 nm 处，用 1 cm 比色池，进行吸光度测定，记录吸光度。

##### 5.10.5 计算

缩二脲含量以质量百分数  $\omega$  计，数值以 “%” 表示，按式 (5) 计算：

$$w = \frac{r \times n \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：



$r$ ——样品吸光度在标准曲线上对应的质量浓度， mg/mL;

$n$ ——样品溶液的体积， mL;

$m$ ——样品的质量， g。

## 5.11 定性

### 5.11.1 概述

浓度不小于10% (m/m)的尿素水溶液能够在红外光谱上具有相同的特征吸收峰，利用这一特征，可以将被测样品与一个已知标准AUS 32进行比较，判定两者是否一致。但此方法不能对尿素溶液的浓度差别以及污染物进行区分。

### 5.11.2 仪器

傅立叶变换红外光谱仪（FTIR）或其他能够记录波数范围为  $600\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$  的红外光谱仪，分辨率为  $4\text{ cm}^{-1}$  或者更高。

适用于水溶液的光学池，比如 KRS5(TlBr/TlJ), ZnSe 等，层厚度大约  $100\text{ }\mu\text{m}$ ，也可以选择其他适用于液体的衰减全反射（ATR）单元。

### 5.11.3 操作步骤

将分析样品装入光学池，确保无气泡。把池放在 FTIR 光谱仪的光路中，检测记录红外吸收光谱图。也可以选择将样品装入 ATR 晶体池内进行检测。

将测定得到的样品红外光谱图与已知的 32.5%尿素溶液标准红外光谱图进行比较。

### 5.11.4 结果描述

根据测定结果作出以下描述：

——是 表示“与标准谱图一致”；

——否 表示“与标准谱图不一致”。

## 6 取样及验收

按HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

## 7 贮存

应在 $-5^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ 的环境下避光贮存，最好在 $10^{\circ}\text{C}$ 以下贮存。包装容器应注意留有适当的空间。应选择合适的包装容器，如：不含添加剂的聚乙烯、不含添加剂的聚丙烯、不含添加剂的聚四氟乙烯等材质的容器。

**附录 A**  
**(资料性附录)**  
**化学特性**

**A.1 尿素的化学性质**

化学式:	$(\text{NH}_2)_2\text{CO}$
摩尔质量:	60.06 g/mol
CAS号:	57-13-6 (CAS: 美国化学文摘服务社登记码)

**A.2 AUS 32的物理性质**

外观:	无色澄清液体
初始结晶点:	-11.5℃
运动粘度 (25℃)	约1.3 mm <sup>2</sup> /s
热传导率 (25℃)	约0.570 W/m·K
比热 (20℃)	约3.40 kJ/kg·K
表面张力 (20℃)	最小65 mN/m

**附录 B**  
**(资料性附录)**  
**参考标准谱图示例**

**B.1** 32.5%尿素水溶液的FTIR透射参考标准谱图见图1；

**B.2** 32.5%尿素水溶液的FTIR衰减全反射（ATR）参考标准谱图见图2。

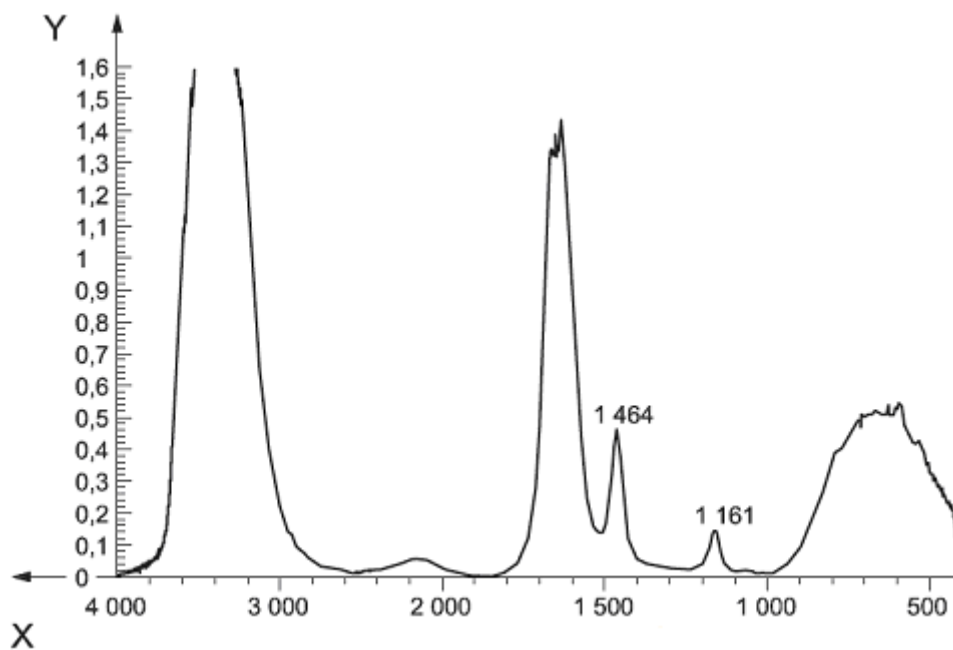


图 1: 32.5%尿素水溶液的 FTIR 透射参考标准谱图

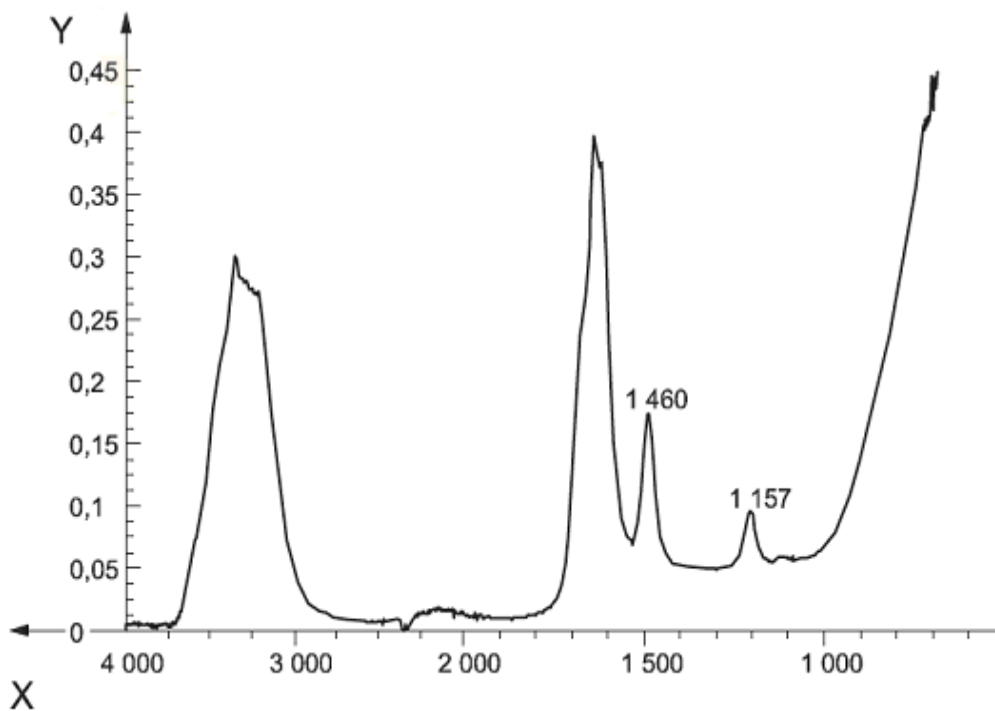


图 2: 32.5%尿素水溶液的FTIR衰减全反射（ATR）参考标准谱图