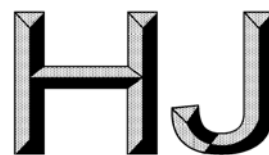


附件二：



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□—201□

柴油发动机氮氧化物还原剂 环境保护技术要求

Environmental protection technical standard for diesel engines NO_x
reduction agent

（征求意见稿）

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言	II
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 环保标志	3
5 化学特征	3
6 技术要求和试验方法	3
7 处理、运输及储存	4
8 加注接口	5
附录A （规范性附录） 试验方法.....	6
附录B （规范性附录） 处理、运输及储存.....	41
附录C （规范性附录） 加注接口.....	47

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，防治机动车污染，改善环境空气质量，制定本标准。

本标准规定了柴油发动机氮氧化物还原剂（AUS 32）的环境保护技术要求。

本标准修改采用 ISO 22241-1《柴油发动机氮氧化物还原剂 AUS 32 第 1 部分：质量要求》（英文版）、ISO 22241-2《柴油发动机氮氧化物还原剂 AUS 32 第 2 部分：试验方法》（英文版）、ISO 22241-3《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》（英文版）和 ISO 22241-4《柴油发动机氮氧化物还原剂 AUS 32 第 4 部分：加注接口》（英文版）。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为规范性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：中国环境科学研究院。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

柴油发动机氮氧化物还原剂环境保护技术要求

1 适用范围

本标准规定了柴油发动机氮氧化物还原剂（以下简称“AUS 32”）的质量要求、试验方法、处理、运输、储存以及加注接口。AUS 32 用于选择性催化还原（SCR）转化器，以降低柴油发动机的氮氧化物排放。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

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 3730.1 汽车和挂车类型的术语和定义

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6683 石油产品试验方法精密度数据确定法

GB/T 19001 质量管理体系 要求

HJ 565—2010 环境保护标准编制出版技术指南

SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法（U 形振动管法）

SN/T 2383 液体化工品 密度和相对密度的测定 数字式密度计法

ISO 2575 道路汽车操作件、指示器和信号装置的标志（Road vehicles – Symbols for control, indicators and tell-tales）

ISO 5661 石油产品 碳氢液体 折射率测定（Petroleum products—Hydrocarbon liquids—Determination of refractive index）

ISO 9020 色漆和清漆用粘合剂 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 aminoresins—Sodium sulfite titrimetric method）

EN 13012 汽油加油站 用于燃料自动售油机上的自动注油口的结构和性能（Petrol refilling stations – Construction and performance of automatic nozzles for use on fuel dispensers）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 氮氧化物还原剂 **NO_x reduction agent**

质量符合本标准第 6 章要求的 32.5%的尿素水溶液，由技术纯尿素（不含任何其他物质，符合表 1 要求的示踪剂除外）和纯水生产，简称 **AUS 32**。

3.2 技术纯尿素 **technically pure urea**

工业上生产的只含有痕量缩二脲、氨和水的尿素，不含醛和其他物质、如抗粘结剂，不含硫和含硫化合物、氯化物、硝酸盐和其他化合物。

3.3 纯水 **pure water**

水的级别，用单次蒸馏、去离子化、超滤或反渗透等方法制取。

3.4 保质期 **shelf life**

指某批次 AUS 32 从生产完成开始，在一定条件下，保持各项技术指标满足表 1 要求的期限。

3.5 AUS 32 的生产批次 **production batch of AUS 32**

指在同一地点同一工序中，AUS 32 产品经过（最后的）物理或化学改进而达到符合表 1 规定的质量要求。

3.6 散装操作 **bulk operation**

指用大型容器（包括道路罐车，机动轨道车，储罐和货船）对 AUS 32 进行操作。

3.7 打包出货 **packaged shipment**

指用小型容器（包括桶、罐、瓶、中型散装容器和手提袋）对 AUS 32 进行操作。

3.8 加注系统 **refilling system**

指 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 容器罐中。

3.9 车外加注系统 **off-board refilling system**

指为车辆的 AUS 32 容器罐加注 AUS 32 的固定设备，通常包括储存罐、泵、软管和加注喷嘴。

3.10 加注喷嘴 **filer nozzle**

指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。该喷嘴应具有标准的接口尺寸，且具有自动关闭功能。

3.11 车辆加注系统 **on-board refilling system**

指车辆上用于加注 AUS 32 的设备，通常包括一个进口连接器、加注器颈、加注孔盖和一个容器罐。

3.12 加注器颈 **filer neck**

指车辆加注系统上可以向容器罐加注的接口部分，其开口处为进口连接器。

3.13 进口连接器 **inlet adapter**

指加注孔径的永久固定部分，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。

3.14 加注孔盖 **filer cap**

指安装在加注器颈上，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。

3.15 开放式加注系统 **open refilling system**

指加注喷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。

3.16 密闭式加注系统 **sealed refilling system**

指加注喷嘴和加注器颈之间是密闭式的特殊加注系统。

3.17 车辆 **vehicle**

指 GB/T 3730.1 标准定义的最大总重量超过 3.5 吨、设计使用固定式车外加注系统的商用车

和公共汽车。

4 环保标志

在符合本标准要求 AUS 32 的加注泵和容器罐上应具有下列标志：

AUS 32 HJ □□□

5 化学特征

5.1 尿素的化学品说明

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）。

5.2 AUS 32 的物理性质

外观：	无色透明液体；
初始冰点：	-11.5 °C；
运动粘度（25°C）：	约 1.4mm ² /s（1.4m Pa·s）；
热传导率（25°C）：	约 0.570 W/m·K；
比热容（25°C）：	约 3.40 kJ/kg·K；
表面张力（20°C）：	不小于 65 mN/m。

6 技术要求和试验方法

AUS 32 的要求见表 1，试验方法应符合附录 A 的规定。AUS 32 生产商应按照有效测试计划持续监测各项指标。

表 1 AUS32 的要求

项目	单位	限值		试验方法
		最小	最大	
尿素含量 ^a	% (m/m) ^d	31.8	33.2	附件 AB ^e 附件 AC ^e
密度(20℃) ^b	kg/m ³	1087.0	1093.0	GB/T 1884 或 SH/T 0604
折射率 (20℃) ^c	—	1.3814	1.3843	附件 AC
碱度 (以 NH ₃ 计)	% (m/m) ^d		0.2	附件 AD
缩二脲	% (m/m) ^d		0.3	附件 AE
醛类	mg/kg		5	附件 AF
不溶物	mg/kg		20	附件 AG
磷酸盐 (PO ₄)	mg/kg		0.5	附件 AH
钙(Ca)	mg/kg		0.5	附件 AI
铁(Fe)	mg/kg		0.5	
铜(Cu)	mg/kg		0.2	
锌(Zn)	mg/kg		0.2	
铬(Cr)	mg/kg		0.2	
镍(Ni)	mg/kg		0.2	
铝(Al)	mg/kg		0.5	
镁(Mg)	mg/kg		0.5	
钠(Na)	mg/kg		0.5	
钾(K)	mg/kg		0.5	
一致性确认	—		与参考谱图一致	附件 AJ
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。 注 1: 在确定它们的限值时, 运用了 GB/T 6683 “石油产品试验方法精密度数据确定法” 中的条款, 在确定最大和最小值时考虑了最小差别为 4 R (R = 试验方法的再现性)。但是, 对于尿素浓度, 为了保证高质量没有应用 4 R 原则。 注 2: 尿素含量、密度和折射率所引用的是“真值”。(见 GB/T 6683 中关于真值的定义)。 注 3: AUS 32 的生产商应该以脚注 a、b、c 中的目标值来生产。 注 4: 如果有必要澄清 AUS 32 是否满足了技术要求的规定, 应该运用 GB/T 6683 中的条款。 a: 目标值 32.5% (m/m)。 b: 目标值 1090.0 kg/m³。 c: 目标值 1.3829。 d: 在本标准中, % (m/m) 用来表示物质的质量百分数。 e: 计算时未从氮中扣除氨。				

7 处理、运输及储存

按附录 B 执行。

8 加注接口

按附录 C 执行。

附录A
(规范性附录)
试验方法

A.1 适用范围

本附录规定了检测柴油发动机氮氧化物还原剂 AUS 32 质量的试验方法。

A.2 试验方法

表 1 中规定的 AUS 32 的各项指标应按照本附录附件 AB 到附件 AJ 规定的试验方法测定。

A.3 采样

采样按照附件 AA 进行。

A.4 精密度和争议

A.4.1 通则

本附录中的所有试验方法都包含一个 GB/T 6683 所指的精密度。若存在争议，可用 GB/T 6683 中规定的程序来解决。也可基于试验方法精密度对结果进行解释。各项指标试验方法的精密度汇总在附件 AK 中。

本附录所指的精密度的统计学定义见 A.4.2 和 A.4.3，其中“xx（单位）”代表了某试验方法的重复性和再现性。

A.4.2 重复性， r

在同一实验室，由同一操作者使用相同仪器，按相同的测试方法，并在短时间内从同一被测对象取得相互独立的两次试验结果之间的偏差。长期来看，在正确的试验方法操作下，该偏差的绝对值超过 xx（单位）的概率只有二十分之一。

A.4.3 再现性， R

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的仪器，按相同的测试方法，从同一被测对象取得测试相互独立的两次试验结果之间的偏差。长期来看，在正确的试验方法操作下，该偏差的绝对值超过 xx（单位）的概率只有二十分之一。

附件 AA
(规范性附件)
采样

AA. 1 通则

本附件规定的采样方法适用于 AUS 32 从生产厂出货直到进入汽车的 AUS 32 容器罐的整个供应链。

AA. 2 原理

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。

AA. 3 可能的污染物

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。

AA. 4 仪器

AA. 4.1 采样瓶

应使用 1000 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）和可溶性聚四氟乙烯（PFA）。若存在争议，使用可溶性聚四氟乙烯（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。

AA. 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。

AA. 5 采样

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，马上再次取样，并盖严瓶盖。在采样瓶上贴上标签（见 AA.4.2）。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 0~15 °C，并避光防止藻类生长。

宜在三周内进行分析，以避免考虑氨含量的变化。

AA. 6 采样量

最小采样量取决于所要进行分析类型。尽可能保证足够的采样量（建议取 1 L）。如果是进行 AUS 32 的全指标验证至少需要 2 L 的采样量。若存在争议，按照 GB/T 6683 采足够的量。

AA. 7 标签

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。

附件 AB
(规范性附件)
总氮法测定尿素含量

AB. 1 适用范围

本附件规定了用总氮法测定 AUS 32 中尿素含量的方法。

本方法适用于尿素含量为 30 %~35 % (m/m) 的 AUS 32。

AB. 2 原理

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。

AB. 3 仪器

AB. 3. 1 自动定氮仪：基于燃烧法

AB. 3. 2 分析天平

天平的准确度取决于使用的定氮仪和需要的试料质量。分辨率应不低于试料质量的0.1 %。

AB. 3. 3 样品准备辅助工具

示例：

- 钝尖镊子；
- 平头微量刮勺；
- 吸量管。

宜对吸量管称重，则不需校正。得到好的液滴大小（小液滴）很重要。可使用固定容量吸量管，或调节范围在 10 μ L 至 1000 μ L 的可变容量吸量管，或细头的一次性巴氏吸管。

AB. 3. 4 常用的耐化学玻璃仪器

AB. 4 试剂

AB. 4. 1 去离子水：电导率小于 0.1 mS/m，相当于 GB/T 6682 中 2 级水的要求。

AB. 4. 2 助燃剂及其他仪器：配合所使用的定氮仪。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。

AB. 4. 3 测定氮的标准物质：最好有氮含量认证。

示例：乙二胺四乙酸（ethylenediamine tetraacetic acid, EDTA）和烟酸酰胺(nicotinic acid amide)。

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。应优先使用认证的标准物质（液态标准物质不适用）。

AB. 4. 4 氧气：纯度不低于 99.995 %。

AB. 4. 5 运行定氮仪可能用到的其他纯气体，如纯度不低于 99.996 %的氦气。

AB. 4. 6 仪器需要的其他试剂或助剂。

AB. 5 分析步骤

AB 5. 1 通则

样品应完全溶解，无尿素晶体存在。如必要，在进行下一步操作前在不超过 40 °C 的条件下加热。

AB. 5. 2 工作曲线

先按要求对分析仪进行校正，然后按照相应的操作手册（如在更换燃烧管、试剂等后）开始 AB.5.4 的测定。反复称取与分析仪相适应的适量标准物质以建立工作曲线。

AB. 5. 3 检验仪器工作状态和工作曲线

用适当的标准物质检验仪器工作状态及工作曲线。最好使用经过认证的尿素标准溶液。

检验频次视分析仪而定。

AB. 5. 4 测定

称取一份试料放在符合分析仪要求的适当容器（如锡囊）中。试料的质量应保证绝对含氮量在工作曲线的中间范围。

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，使用的体积不得小于 100 μL。样品质量通过 SH/T 0604 得到的密度计算得到。

向分析仪（或电脑）中输入所需数据（如质量、样品种类）。将已称重的样品送入分析仪中，开始燃烧。

做三份试料的平行测定。

AB. 6 结果

AB. 6. 1 计算

在开始进行工作曲线、基线漂移或样品相关的计算前，先做空白试验。用空白试验的读数校正各分析序列。

用所用仪器的程序计算工作曲线和样品的漂移校正。

如果有某个值过于离散（相对标准偏差 RSD>1.0 %），该样品的试验应重做。

至少进行三次独立的氮测定，用得到的含氮量平均值计算尿素含量。

$$w_U = 2.1438 \times (w_N - F \times w_{Bi})$$

式中：

w_U ——尿素含量，单位为 % (m/m)；

w_N ——含氮量平均值，单位为 % (m/m)，保留两位小数；

w_{Bi} ——缩二脲含量的平均值，单位为 %，用附件 AE 的方法测定；

F ——缩二脲转化为氮的因子（0.4076）。

AB. 6. 2 结果的表达

试验结果为三次独立测定结果的算术平均值。计算结果表示到小数点后一位，单位为 % (m/m)。

AB. 7 精密度

参见A.4.2、A.4.3和表AB.1。

表AB. 1 精密度

尿素含量 w_U %(m/m)	重复性 r %(m/m)	再现性 R %(m/m)
30~35	0.4	1.0

AB. 8 试验报告

报告应至少包括以下内容：

- 被试样品的种类和描述；
- 所参照的附件；
- 所用的采样方法；
- 试验结果（见 AB.6）；
- 与规定的操作模式的差异，如果存在；
- 试验日期。

附件 AC
(规范性附件)
折射率及折射率法测定尿素含量

AC. 1 适用范围

本附件规定了测定AUS 32折射率的试验方法。本试验方法适用于折射率为1.33~1.39，温度为20℃~30℃的液体。

折射率法测定AUS 32中的尿素含量的适用范围是尿素浓度为30%~35 %(m/m)。

AC. 2 原理

在一定温度下，折射率与尿素溶液中的尿素含量呈线性正相关。通过获取工作曲线可以测定尿素溶液中的尿素含量（方法基于ISO 5661）。

AC. 3 仪器

AC. 3. 1 折射计：测定范围 1.33000~1.39000，分辨率 0.00001。

AC. 3. 2 分析天平：分辨率不低于 0.1 mg。

AC. 3. 3 恒温器：温度控制精密度 0.02 °C。

AC. 3. 4 干燥器。

AC. 3. 5 烧杯：150m L，高形。

AC. 3. 6 实验室常用玻璃仪器。

AC. 4 试剂

AC. 4. 1 去离子水：电导率小于 0.5 mS/m，相当于 ISO 3696 中三级水的要求。

AC. 4. 2 尿素晶体：缩二脲含量小于 0.1 %(m/m)。

在称重尿素，建立工作曲线前，应把尿素在 105 °C 下烘干 2 h。

AC. 4. 3 尿素试验溶液：32.5 %(m/m)。

准确称重尿素和水以获得试验溶液。通过 10 次测定获得目标值和允许离差。
溶液应于冰箱中密封保存。使用前最多存放四周。

AC. 5 分析步骤

AC. 5. 1 通则

样品应完全溶解，无尿素晶体存在。必要的话，在进行下一步操作前在不超过 40 °C 的条件下加热。

AC. 5. 2 建立工作曲线确定校正因子

称取一定量尿素于玻璃烧杯中,加入相应质量的去离子水,得到30.0 %(m/m)、31.5 %(m/m)、32.5%(m/m)、33.5%(m/m)和35.0%(m/m)五种不同浓度的溶液。

测定溶液折射率时的试验温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 0.02^{\circ}\text{C}$ 。

工作曲线应能体现折射率与尿素浓度的严格的线性关系。校正因子通过尿素浓度和折射率计算得到:

$$F = \frac{\sum_{i=1}^5 w_{U,i}}{\sum_{i=1}^5 (n_{U,i} - n_w)}$$

式中:

F ——校正因子, 单位为 %;

$w_{U,i}$ ——第 i 个标准溶液的浓度, 单位为 %(m/m);

$n_{U,i}$ ——第 i 个标准溶液的折射率;

n_w ——水的折射率, 使用分辨率为五位小数的折射计时为 1.33296。

AC. 5.3 检查仪器功能和工作曲线

仪器应用水或某个标准物质每周检查一次。如果与目标值偏差大于 0.00002, 应依据生产商提供的方法校正仪器。如校正后目标值仍不能获得, 则不能使用该仪器。

调节恒温器至目标温度, 在出水口的一侧读出温度计上显示的温度。保持水的流动以使温度保持在目标温度的上下 0.02°C 以内。

此外, 工作曲线应每周用浓度为 32.5 %的尿素试验溶液验证。测出折射率, 用 AC.5.2 中的校正因子计算出尿素浓度。如果计算出的尿素浓度偏离目标值 0.1%以上, 应重新制备尿素试验溶液。如果偏差持续存在, 应重新做工作曲线。

AC. 5.4 试样准备与测定

不必额外准备, 在 $20^{\circ}\text{C} \pm 0.02^{\circ}\text{C}$ 的温度下测定原始样品的折射率。

做两份试料的平行测定。如果两次测得的折射率相差 0.00005 以上, 应再次测定。

AC. 6 结果

AC. 6.1 计算

尿素含量通过下式计算:

$$w_U = (n_p - n_w) \times F - w_{Bi}$$

式中:

w_U ——尿素含量, 单位为 %(m/m);

n_p ——样品折射率, 保留五位小数;

n_w ——水的折射率, 保留五位小数;

F ——校正因子, 单位为 %;

w_{Bi} ——缩二脲浓度, 单位为 %(m/m), 用附件 AE 规定的方法测定; 缩二脲与尿素的折射

率相同。

AC. 6. 2 结果的表达

计算两次测定的平均值。折射率计算结果表示到小数点后四位。尿素含量计算结果表示到小数点后一位。

AC. 7 精密度

见A.4.2、A.4.3和表AC.1。

表 AC. 1 精密度

特性	重复性 r	再现性 R
折射率 n_D 1.33~1.39	0.0001	0.0010
尿素含量 w_U 30%~35 %(m/m)	0.1 %(m/m)	1.0 %(m/m)

AC. 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) 所参照的附件；
- c) 使用的采样方法；
- d) 试验结果（见 AC. 6）；
- e) 与规定的操作模式的差异，如果存在；
- f) 试验日期。

附件 AD
(规范性附件)
碱度的测定

AD. 1 适用范围

本附件规定了测定AUS 32碱度的方法。适用于碱度（以氨计）为0.1 %~0.5 %的AUS 32。

AD. 2 原理

本方法的原理是用一定体积的标准盐酸溶液电位滴定不含氨的AUS 32试料至终点pH=5.7。

AD. 3 仪器

AD. 3. 1 分析天平：分辨率不低于 0.1 mg。

AD. 3. 2 自动滴定管。

AD. 3. 3 电位计：测定灵敏度 0.01 pH，配有玻璃 pH 电极。

AD. 3. 4 电磁搅拌器。

AD. 3. 5 烧杯：150 mL，高形。

AD. 3. 6 量筒：100 mL。

AD. 4 试剂

AD. 4. 1 通则

分析过程中所用试剂均为分析纯。所用水为蒸馏水或去离子水，电导率小于0.5 mS/m，相当于GB/T 6682中三级水的要求。

AD. 4. 2 盐酸标准溶液：0.01 mol/L。

AD. 4. 3 缓冲溶液

——标准缓冲溶液，pH = 4.008；

——标准缓冲溶液，pH = 9.184；

——标准缓冲溶液，pH = 8.00。

AD. 5 分析步骤

AD. 5. 1 干扰因素

为避免氨的生成，AUS 32 样品的储存和运输温度应不高于 25 °C。

储存容器应密封。为避免氨的挥发，分析过程不能因受其他因素干扰而拖延。

AD. 5. 2 检查电位系统

用 $\text{pH} = 4.008$ 和 $\text{pH} = 9.180$ 的标准缓冲溶液检查电位计的功能，确保正常。

$\text{pH} = 8.00$ 的标准缓冲溶液用于电位计的日常检验。

AD. 5. 3 预实验

称取 1 g 均质样品，精确到 0.05 g，放入盛有 100 mL 蒸馏水或去离子水的 150 mL 烧杯中。用 0.01 mol/L 的盐酸标准溶液边搅拌边滴定至终点 $\text{pH}=5.7$ 。

计算氨的含量。

依据预实验测得的氨含量，称取如下质量的试料，精确到 0.05g。

——预实验得到的氨含量[% (m/m)]: 0.02 0.05 0.1 0.2~0.5
——样品质量 m_s (g): 10 5 2 1
——示例见 AD.6.1。

AD. 5. 4 测定

依据预实验的结果称取 m_s 质量的均质样品，准确至 0.05g，放入盛有 100 mL 蒸馏水或去离子水的 150 mL 烧杯中。用 0.01 mol/L 的盐酸溶液边搅拌边以正常速度滴定至终点 $\text{pH}=7.5$ ，再缓慢地滴定至 $\text{pH}=5.7$ 。

做两份试料的平行测定。

AD. 6 结果

AD. 6. 1 计算

碱度（以氨计）的质量分数，按下式计算：

$$w_{(\text{NH}_3)} = (V \times 0.017) / m_s$$

式中：

$w_{(\text{NH}_3)}$ ——碱度（以氨计），单位为 % (m/m)；

V ——滴定中消耗的标准盐酸溶液体积值，单位为 mL；

m_s ——样品质量，单位为 g。

AD. 6. 2 结果的表达

计算两次测定的平均值。计算结果表示到小数点后两位，单位为 % (m/m)。

AD. 7 精密度

见 A.4.2、A.4.3 和表 AD.1。

表 AD. 1 精密度

碱含量 $w_{(\text{NH}_3)}$ %(m/m)	重复性 r %(m/m)	再现性 R %(m/m)
0.1~0.5	0.01	$0.2 \times x$
x 是平均值		

AD.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) 所参照的附件；
- c) 所用的采样方法；
- d) 试验结果（见 AD.6）；
- e) 与规定的操作模式的差异，如果存在；
- f) 试验日期。

附件 AE
(规范性附件)
缩二脲含量的测定

AE. 1 适用范围

本附件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 %。缩二脲含量范围为 0.5 %~1.5 % 的 AUS 32 也可用本方法测定缩二脲含量, 但精密密度还不确定。

AE. 2 原理

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配合物, 该配合物的最大吸收峰出现在波长 550 nm 处。用分光光度计于波长 550 nm 处测定该紫红色配合物的吸光度。用标准缩二脲溶液建立工作曲线, 通过工作曲线计算得到待测样品的缩二脲浓度。

AE. 3 仪器

AE. 3. 1 实验室天平: 分辨率 0.001 g。

AE. 3. 2 真空抽滤装置: 孔径 0.45 μm 。

AE. 3. 3 分光光度计: 可用于波长 550nm 的测定, 带有厚度为 50 mm 的吸收池。

AE. 3. 4 容量瓶: 1000 mL, 250 mL, 100 mL, 50 mL。

AE. 3. 5 吸量管。

AE. 3. 6 旋转蒸发器。

AE. 3. 7 恒温水浴: 可恒温在 30 $^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

AE. 4 试剂

AE. 4. 1 分析纯化学试剂

适用于所有试验。水用去离子水, 并煮沸以去除二氧化碳。

AE. 4. 2 饱和碳酸钾溶液

AE. 4. 3 硫酸铜溶液

将 15 g 五水合硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 溶于无二氧化碳的水, 并稀释至 1000 mL。

AE. 4. 4 酒石酸钾钠碱性溶液

将 40g NaOH 溶解在 1000 mL 容量瓶中的 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, 向容量瓶中加水至刻度线。静置 1 天后使用。

AE. 4. 5 缩二脲标准溶液: 0.8 mg/mL

先将缩二脲在 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 3 h。然后将 800 mg 纯缩二脲溶于无二氧化碳的水, 并稀释至

1000 mL。

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（1 L/10 g）中，过滤，低温加热至初始体积的 1/4 使其浓缩；
- 冷却到 5 °C 后过滤；
- 在 80 °C 真空干燥器中烘干；
- 按 AE5.5 用光度计检查纯度。

在乙醇中重结晶应重复进行，直到不再能提纯为止。

AE. 5 分析步骤

AE. 5. 1 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 的光能的有颜色配合物。该方法只在氨含量不超过 500 mg/kg 的条件下适用。

为了去除氨含量超过 500 mg/kg 的部分，将 50 g 试样置于旋转蒸发器上的 1 L 烧瓶中，加入 15 mL 碳酸钾溶液，在转速为 60 r/min，温度为 40°C，2~3 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。

AE. 5. 2 工作曲线的绘制

分别移取 2 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 和 25 mL 缩二脲标准溶液至 6 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 °C±1 °C 恒温水浴中，放置 15 min。

同时进行空白试验的平行测定。试验流程及所用试剂质量不变。（见 AE.5.5）

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，建立工作曲线。工作曲线在浓度范围内应严格线性。

AE. 5. 3 计算校正因子

依据下式计算校正因子：

$$F = \frac{\sum_{i=1}^6 m_{Bi,i}}{\sum_{i=1}^6 (E_{1,i} - E_2)} = \frac{61,6}{\sum_{i=1}^6 (E_{1,i} - E_2)}$$

式中：

F ——校正因子，单位为 mg；

$m_{Bi,i}$ ——缩二脲第 i 个试样质量，单位为 mg；

$E_{1,i}$ ——第 i 个试样的吸光度;

E_2 ——空白试验吸光度。

工作曲线和校正因子应每年重复测定一次,并存档。

AE. 5. 4 寿命因子

寿命因子应每星期测定一次。

取 10 mL 缩二脲标准溶液 (含 8 mg 缩二脲), 按 AE5.5 分析步骤进行检测。

按下式计算:

$$F_D = \frac{8}{(E_1 - E_2)}$$

式中:

F_D ——寿命因子, 单位为 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。

寿命因子偏差应在校正因子的 $\pm 5\%$ 以内。在测定样品的时候, 将用到寿命因子。

AE. 5. 5 测定

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。

从试验溶液中取 10 mL 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 $30^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 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。

为保证测定结果的非特异性, 再取 10 mL 试验溶液放入 50 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 用同样的方法测定吸光度。

应进行重复测定。

AE. 6 结果

AE. 6. 1 计算

缩二脲含量以质量百分数计, 按下式计算:

$$w_{Bi} = \frac{(E_S - E_B) \times F_D \times 250}{m_S \times 10 \times 1000} \times 100$$

式中:

w_{Bi} ——缩二脲含量, 单位为 % (m/m);

E_S ——样品吸光度;

E_B ——空白试验吸光度 (试剂空白+样品空白);

m_s ——试验溶液样品质量，单位为 g；

F_D ——寿命因子，单位为 mg。

AE. 6. 2 结果的表达

试验结果表示到小数点后两位，单位为 %(m/m)。

AE. 7 精密度

见 A.4.2、A.4.3 和表 AE.1。

表 AE. 1 精密度

缩二脲含量 w_{Bi} %(m/m)	重复性 r %(m/m)	再现性 R %(m/m)
0.1~0.5	0.01	0.04
$\bar{x}$ 是平均值		

AE. 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) 所参照的附件；
- c) 所用的采样方法；
- d) 试验结果（见 AE.6）；
- e) 与规定的操作模式的差异，如果存在；
- f) 试验日期。

附件 AF
(规范性附件)
醛类含量的测定

AF. 1 适用范围

本附件规定了测定 AUS 32 中游离态醛和化合态醛总含量的方法，适用于醛类含量（以甲醛计）为 0.5~10 mg/kg 的 AUS 32。

AF. 2 原理

甲醛在浓硫酸溶液中与铬变酸生成最大吸收峰在 565 nm 的紫色化合物。用不同浓度的标准甲醛溶液来建立工作曲线，通过测定样品中甲醛（醛）与铬变酸生成的紫色化合物在 565 nm 的光谱吸光度，与工作曲线参比后得出样品中甲醛（醛）的浓度。

AF. 3 仪器

AF. 3. 1 实验室天平：分辨率为 0.001 g。

AF. 3. 2 分光光度计：可用于波长 565 nm 的测定，带有厚度为 10 mm 的吸收池。

AF. 3. 3 容量瓶。

AF. 3. 4 吸量管。

AF. 4 试剂

AF. 4. 1 分析纯化学试剂，适用于所有试验。

AF. 4. 2 硫酸溶液：96 %(m/m)。

AF. 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，在 15%(m/m)的硫酸中浓度为 3 %(m/m)。

为制备该溶液，可在 410 mL 水中缓慢加入 41 mL 硫酸，边加边搅拌，再加入 15 g 铬变酸，搅拌均匀即可。

注：若保存在棕色玻璃瓶中，至少三个月可用。

AF. 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。

——测定溶液中甲醛的含量，可采用 ISO 9020 的方法。

——稀释溶液比例 1:1000。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 1000 所得到的值）。

AF. 5 分析步骤

AF. 5. 1 工作曲线的绘制

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六个 50 mL 容量瓶中，加水至总混合溶液体积约 10 mL，一边搅拌，一边加入 1 mL 铬变酸溶液，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，这对反应的完成也是必要的。在空气中放置 15 min，不必额外冷却。

同时进行空白平行试验，试验流程及所用试剂质量均与试验相同。（见 AF.5.4）

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，建立工作曲线。工作曲线在浓度范围内应严格线性。

AF. 5. 2 计算校正因子

依据下式计算校正因子：

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

式中：

F ——校正因子，单位为 μg ；

$m_{HCHO,i}$ ——第 i 个样品甲醛的质量，单位为 μg ；

$E_{1,i}$ ——第 i 个样品的吸光度；

E_2 ——空白试验吸光度。

工作曲线和校正因子每年重复测定一次，并存档。

AF. 5. 3 方法验证

每三个月对方法进行一次验证，过程如下：

取三个 50 mL 容量瓶，分别向其中加入 2 mL 甲醛标准溶液，加水稀释至总体积约 10 mL。按 AF.5.4 的步骤操作，并按 AF.6 计算醛类含量。

将结果与标准溶液含量进行比较，如果相差小于或等于 2%，可使用本方法。如果相差大于 2%，则应重新验证。如验证后相差仍大于 2%，应建立新的工作曲线才可使用本方法。

AF. 5. 4 样品测定

称取 5~10 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。边搅拌边加入 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，这对反应的完成是必要的。在空气中放置 15 min，不必额外冷却。

同时进行空白试验的平行测定。试验流程及所有试剂的质量不变。

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，于波长 565 nm 处，用 10 mm 吸收池的光度计进行吸光度的测定。

AF. 6 结果

AF. 6. 1 计算

醛类含量计算公式如下：

$$w_A = \frac{(E_S - E_B) \times F}{m_s}$$

式中：

w_A ——醛类含量，单位为 mg/kg；

E_S ——样品吸光度；

E_B ——空白试验吸光度（试剂空白和试样空白）；

m_s ——试验溶液样品质量，单位为 g；

F ——校正因子，单位为 μg 。

AF. 6. 2 结果的表达

计算结果表示到小数点后一位，单位为 mg/kg。

AF. 7 精密度

见 A.4.2、A.4.3 和表 AF.1。

表 AF. 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	$0.5 \times X$
X 是平均值		

AF. 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) 所参照的附件；
- c) 所用的采样方法；
- d) 试验结果（见 AF.6）；
- e) 与规定的操作模式的差异，如果存在；
- f) 试验日期。

附件 AG
(规范性附件)
重量法测定不溶物含量

AG. 1 适用范围

本附件规定的方法适用于不溶物含量大于 1 mg/kg 的 AUS 32。

AG. 2 原理

本方法的原理是把 AUS 32 样品过滤称重。

AG. 3 仪器

AG. 3. 1 真空抽滤仪器：适用于直径为 47 mm~50 mm 薄膜过滤器。

AG. 3. 2 薄膜过滤器：孔径尺寸为 0.8 μm 的混合纤维素酯。

AG. 3. 3 有盖培养皿：与薄膜过滤器适配（如 80 mm $\times$ 15 mm）。

AG. 3. 4 平尖镊子。

AG. 3. 5 分析天平：分辨率不低于 0.01 mg。

AG. 3. 6 天平：分辨率不低于 0.01 g。

AG. 3. 7 玻璃烧杯：标称容积 400 mL 适用于容积式分离。

AG. 3. 8 烘干炉：温度可保持在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

AG. 3. 9 装满干燥剂的干燥器。

注：硫酸和氯化钙不适于作为干燥剂。

AG. 3. 10 实验室常用玻璃仪器。

AG. 4 试剂

AG. 4. 1 去离子水：电导率小于 0.1 mS/m，相当于 GB/T 6682 中的二级或一级水。

AG. 5 分析步骤

样品中的尿素应呈完全溶解状态，不能有晶体存在。有必要的話，可在不超过 40 $^{\circ}\text{C}$ 的条件下缓缓加热使尿素晶体溶解。

试验所用的滤膜应预先用水清洗。清洗的方法是在真空抽滤的条件下，让约 100 mL 的水通过滤膜。然后将滤膜放在干燥器中干燥至质量保持不变。最后放在干燥器中的培养皿里保存（一个培养皿存放一个滤膜）。在临分析前，称重滤膜，准确到 0.01 mg。

每次称重滤膜的时候都要保证滤膜在培养皿里。

充分摇匀样品，然后立即将 100 mL~150 mL 样品倒入干燥、带刻度的 400 mL 玻璃烧杯中，称重精确至 0.01 g，再加入 200 mL 水。不可以使用吸量管代替称重。

将准备好的滤膜在过滤器上放好。在不抽真空条件下，用 1 mL~2 mL 的水浸湿滤膜。将准备好的样品倒入过滤器。抽真空可以使样品快速通过滤膜。

玻璃烧杯用水冲洗 5 次，每次用水量 30~50 mL。将冲洗烧杯的溶液也通过滤膜（过滤器的样品容器也要冲洗）。要让全部样品通过滤膜后才开始第一次冲洗（允许滤膜短时间的干燥）。

从过滤器上取下滤膜，在 105 °C 下烘干至质量不再变化。在干燥器中冷却至室温，称重滤膜，精确至 0.01 mg。

要保证滤膜上的尿素残留完全被洗除。如果滤膜仍然粘在培养皿的玻璃底上，表明冲洗不完全，只能丢掉此滤膜，重做试验。

AG. 6 结果

AG. 6. 1 计算

$$W_{ins} = \frac{m_{FR} - m_{FL}}{m_s} \times 1000$$

式中：

- w_{ins} ——不溶物含量，单位为 mg/kg；
- m_{FL} ——干燥空滤膜质量，单位为 mg；
- m_{FR} ——干燥的滤膜与样品不溶物的总质量，单位为 mg；
- m_s ——样品质量，单位为 g。

AG. 6. 2 试验结果的表达

用计算的平均值作为结果。如果各计算值之间的差值大于较高值的 25 %，试验应重做。若计算结果小于 10 mg/kg，保留一位小数；若试验结果不小于 10 mg/kg，保留至个位数。

AG. 7 精密度

见 A.4.2、A.4.3 及表 AG.1。

表 AG. 1 精密度

不可溶物含量 w_{ins} mg/kg	重复性 r mg/kg	再现性 R mg/kg
>1	$0.23 \times x$	$0.38 \times x$
x 是平均值		

A. 8 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- a) 被试样品的种类和描述；
- b) 所参照的附件；
- c) 所用的采样方法；
- d) 试验结果（见 AG.6）

- e) 与规定的操作模式的差异，如果存在；
- f) 试验日期。

附件 AH
(规范性附件)
光度法测定磷酸盐的含量

AH. 1 适用范围

本方法适用于总磷酸盐含量为 0.05 mg/kg~10 mg/kg 的 AUS 32。改变样品质量可能扩大检测范围。

AH. 2 原理

首先将样品与碳酸钙一起蒸发和灰化，形成磷酸盐矿物质。再向磷酸盐中加入盐酸，使磷酸盐转化为正磷酸盐。正磷酸盐离子在酸性溶剂中与钼酸盐和铋离子反应，生成铋磷钼酸盐复合物。该复合物被抗坏血酸还原，生成亮蓝色的络合物-钼蓝。通过测定该络合物的吸光度可得到正磷酸盐离子的浓度。

AH. 3 仪器

AH. 3. 1 分析天平：分辨率不低于 0.01 g。

AH. 3. 2 焚化皿：铂皿或石英皿。

AH. 3. 3 加热板或沙浴。

AH. 3. 4 马弗炉：700 °C。

AH. 3. 5 分光光度计：可用于波长 800 nm 的测定，带有厚度为 1 cm 的吸收池。

AH. 3. 6 吸收池：光学玻璃材质，1 cm。

AH. 3. 7 量瓶。

AH. 3. 8 球吸管。

AH. 4 试剂

AH. 4. 1 去离子水：电导率小于 0.1 mS/m，相当于 GB/T 6682 中的二级或一级水。

AH. 4. 2 碳酸钙：分析纯。

AH. 4. 3 盐酸：浓度 25 %。

AH. 4. 4 硫酸：浓度 96 %。

AH. 4. 5 抗坏血酸：分析纯。

AH. 4. 6 四水合七钼酸铵：分析纯。

AH. 4. 7 半水合酒石酸氧铋钾。

AH. 4. 8 抗坏血酸溶液：浓度 100 g/L。

将 10 g 抗坏血酸（见 AH.4.5）溶解于 100 mL 水（见 AH.4.1）中制得。

注：溶液放置于冰箱中可保存两星期。只要溶液保持无色就可以使用。

AH. 4. 9 钼酸盐溶液。

将 13 g 四水合七钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ （见 AH.4.6）溶于 250 mL 水（见 AH.4.1）中，加入 150 mL 硫酸（见 AH.4.4），冷却，搅匀。之后，将 0.35 g 半水合酒石酸氧锑钾 $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}]$ （见 AH.4.7）溶于 100 mL 水（见 AH.4.1）中，与硫酸钼酸盐溶液混合均匀。

注：溶液在棕色玻璃瓶中可保存两个月。

AH. 4. 10 磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）：分析纯，于 105 °C 干燥。

AH. 4. 11 磷酸盐标准溶液：浓度为 200 mg/L。

称取 286.6 mg 磷酸二氢钾（见 AH.4.10），放置于 1 L 容量瓶（见 AH.3.7）中，用水（见 AH.4.1）溶解。加入 2 mL 硫酸（见 AH.4.4），用水（见 AH.4.1）定容至刻度，摇匀。

注：溶液于密封玻璃瓶中可保存三个月。

AH. 4. 12 磷酸盐标准溶液：浓度为 2 mg/L。

由 200 mg/L 的标准溶液（见 AH.4.11）加水（见 AH.4.1）稀释制得的 2 mg/L 标准溶液，稀释比例 1:100。

AH. 5 分析步骤

AH. 5. 1 工作曲线绘制

分别移取 1 mL、2 mL、5 mL 和 10 mL 磷酸盐标准溶液（2 mg/L）（见 AH.4.12）（对应磷酸盐含量为 2 μg 、4 μg 、10 μg 和 20 μg ）于 50 mL 量瓶（见 AH.3.7）中，用水（见 AH.4.1）稀释至 40 mL。按 AH.5.7 步骤测定，每种浓度需测定 10 次。

AH. 5. 2 计算校正因子

校正因子按下式计算：

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

式中：

C ——校正因子,单位为 μg ;

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

$E_{1,i}$ ——第 i 个样品吸光度；

E_2 ——空白试验吸光度。

AH. 5. 3 方法检验

AH. 5. 3. 1 目的

检验方法能否得到正确的结果。

AH. 5. 3. 2 原理

把磷酸盐标准溶液（见 AH.4.12）当作常规样品一样测定。测定验证标准溶液中的磷酸盐含量。

AH. 5. 3. 3 流程

用吸量管移取磷酸盐标准溶液 5 mL，注入 50 mL 量瓶（见 AH.3.7）中，分析（见 AH.3.7）计算（见 AH.6）磷酸盐的含量。重复操作三次。

如果测定值与已知磷酸盐含量相差小于 $\pm 2\%$ ，则认为该方法有效。

AH. 5. 3. 4 频度

应至少每三个月对方法进行一次检验。

AH. 5. 4 工作曲线的检验

AH. 5. 4. 1 目的

定期检查工作曲线的斜率是否正确。

AH. 5. 4. 2 原理

测定磷酸盐标准溶液的硫酸盐含量，将结果与工作曲线的值进行比较。

AH. 5. 4. 3 流程

与 AH5.1 类似，在工作曲线测试范围内至少取三个浓度进行确定，每个浓度进行三次试验。

如果得到的计算结果的平均值与工作曲线上对应的值相差不超过 $\pm 2\%$ ，则认为工作曲线有效。

如果偏差大于 $\pm 2\%$ ，应建立新的工作曲线（见 AH.5.1），才可使用本方法。

AH. 5. 4. 4 频度

应至少每三年对工作曲线进行一次检验。

AH. 5. 5 样品准备

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 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

AH. 5. 6 分解

称取约 100 g（记录质量）准备好的样品（见 AH.5.5）于焚化皿（见 AH.3.2）中，加入 100 mg 碳酸钙（见 AH.4.2），置于加热板上缓慢蒸干。再将样品放入 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉（见 AH.3.4）中灰化，直到样品完全分解。待样品冷却后，向皿中加入 1 mL 盐酸（见 AH.4.3）和 20~30 mL 的水（见 AH.4.1），煮沸，直到剩余物溶解，赶尽 CO_2 。将所得溶液转移至 100 mL 量瓶（见 AH.3.7）中，加水（见 AH.4.1）至刻度线，摇匀。

AH. 5. 7 测定吸光度

用球吸管（见 AH.3.8）从 AH.5.6 所得溶液中吸取一定体积（≤40 mL）的样品溶液到 50 mL 量瓶（见 AH.3.7）中。体积不到 40 mL 的，加水（见 AH.4.1）稀释至 40 mL。

边搅拌边加入 1 mL 抗坏血酸溶液（见 AH.4.8）和 2 mL 钼酸盐溶液（见 AH.4.9），加水（见 AH.4.1）至刻度线，摇匀。

进行空白试验的平行测定。

10~30 min 后，于波长 800 nm 处，利用分光光度计（见 AH.3.5）进行样品及空白参比的吸光度测定。

AH. 6 结果

AH. 6. 1 计算

磷酸盐含量按下式计算：

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

式中：

w_p ——磷酸盐含量，单位为 mg/kg；

E_s ——样品吸光度；

E_B ——空白试验吸光度；

C ——校正因子；

V_s ——经分解处理的样品溶液体积，单位为 mL；

F_1 ——1000，kg 转化为 g 的因子；

V ——用于分光光度检测的体积，单位为 mL；

F_2 ——1000，mg 转化为 μg 的因子；

m_s ——尿素溶液质量，单位为 g。

AH. 6. 2 结果的表达

计算结果保留两位小数，单位为 mg/kg。

AH. 7 精密度

见 A.4.2、A.4.3 和表 AH.1。

表 AH. 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

AH. 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) 所参照的附件;
- c) 所用的采样方法;
- d) 试验结果 (见 AH.6);
- e) 与规定的操作模式的差异, 如果存在;
- f) 试验日期。

附件 A1
(规范性附件)
电感耦合等离子原子发射光谱法测定痕量元素含量（铝、钙、铬、铜、铁、钾、镁、钠、镍、
锌）

A1.1 适用范围

本附件规定的方法用于测定 AUS 32 中痕量元素铝、钙、铬、铜、铁、钾、镁、钠、镍和锌的含量。

A1.2 原理

用电感耦合等离子原子发射光谱法（ICP-OES）来测定元素的含量，每种元素需要建立各自的工作曲线。

可以从下列两种样品准备程序中任选其一：

- a) 灰化程序：去除尿素溶液中的水，并用加热板或微波马弗炉将其灰化。该程序需要时间较长，但灵敏度稍佳。
- b) 直接测定程序（基本程序）：用水稀释（稀释比例 1:5）后直接测定。

A1.3 仪器

A1.3.1 灰化程序所需仪器

A1.3.1.1 容量瓶：标称容积 100 mL，A 或 B 型。

A1.3.1.2 马弗炉：自动调温器最好能设置温度梯度。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。

A1.3.1.3 煤气喷灯：如果适用。

注意：如果灰化温度过高，碱性元素会挥发。

A1.3.1.4 加热板：表面温度可达 500 °C。

也可采用带排气装置和石英玻璃板的微波马弗炉。

A1.3.1.5 分析天平：分辨率不低于 0.1 g。

A1.3.1.6 石英玻璃皿：标称容积 100 mL。

铂皿不适用，会导致结果偏小。

A1.3.2 直接测定程序所需仪器

A1.3.2.1 容量瓶：标称容积 100m L，A 型或 B 型。

可使用塑料或石英玻璃质地的容量瓶，硼硅玻璃容量瓶不适用。

A1.3.2.2 单刻度吸量管，容量 50 μ L、容量 100 μ L、容量 200 μ L、容量 500 μ L、容量 1000 μ L、容量 10 mL，或可变活塞吸量管。吸量管应校正。

A1.3.3 测定仪器（ICP-OES）

用一个可以将试样转化为气溶胶（十字形，V 型或类似状）的喷雾器。建议加湿 ICP 载气（氩气）。

当使用自动进样器时，光谱仪的容器、针头、进样管均应采用高分子材料(HDPE、PP、PTFE 等)制成，不能使用硼硅玻璃材料。

AI. 4 试剂

AI. 4.1 通则

除非另有陈述，化学试剂纯度至少达到分析纯。去离子水电导率小于 0.5 mS/m，相当于 GB/T 6682 中三级水的要求。

AI. 4.2 灰化程序所需化学试剂

包括：

——最小浓度 65 %的硝酸，或最大浓度 37 %的盐酸；

——ICP 标准溶液，每种元素 1000 g/L。

可使用市售的标准 ICP 溶液。

AI. 4.3 直接测定程序所需试剂

包括：

——32.5 %的尿素溶液，由生物学用途的尿素和水分别称重后制得；

——最小浓度 65 %的硝酸，或最大浓度 37 %的盐酸；

——ICP 标准溶液，每种元素 1000 g/L。

可使用市售的标准 ICP 溶液；

——多元素检测标准溶液，每种元素 10 mg/L：用吸量管从各标准溶液中移取 1000 μ L 加入到 100 mL 容量瓶中。

加水到刻度，摇匀。溶液应当天配制。

AI. 5 试验步骤

AI. 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 AI.2.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、HNO₃)洗净，以避免影响痕量元素的测定结果。

AI. 5.2 样品准备

AI. 5.2.1 灰化程序的样品准备

称取 (100 $\pm$ 0.1) g 样品，放入石英皿中。在加热板上缓缓蒸发浓缩样品，直至样品干燥

到不再飞溅后，将样品放入马弗炉中灼烧，控制温度在 2 h 内从 350 °C 升到 700 °C，直到样品完全灰化。将温度在 700 °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 °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：

- a) 从室温开始；
- b) 30 min 内斜坡升温至 200 °C；
- c) 在 200 °C 保持 10 min；
- d) 120 min 内斜坡升温至 700 °C；
- e) 在 700 °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 20mL 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。

AI. 5. 2. 2 直接测定程序的样品准备

当使用的喷雾器和光谱分析仪对各元素有足够低的检测限时，样品应按下列方法准备：称取(20±0.01) g 样品于 100 mL 定量瓶中，加入约 50 mL 水，再加入约 5mL 硝酸（或盐酸），加水至刻度线，摇匀。

AI. 5. 3 建立工作曲线

建立工作曲线的频率取决于使用的分析仪（按照仪器制造商的说明书和使用指南）。为检验、校正工作曲线的漂移，每个工作日都应测定最高和最低值。见表 AI.1 和表 AI.2 中灰化程序和直接测定程序的推荐元素浓度。

各元素的响应强度通过工作曲线转换得到（通常用 ICP 电脑软件辅助）。

表 AI. 1 灰化程序

溶液	各元素含量 mg/L	加酸, mL/L
0	0	50
1	0.010	
2	0.030	
3	0.100	
4	0.300	
5	1.000	
6	5.000	

表 1.2 直接测定程序

溶液	各元素含量 mg/L	加酸, mL/L	32.5%尿素溶液, mL/L
0	0	50	200
1	0.005		
2	0.010		
3	0.020		
4	0.050		
5	0.100		
6	0.200		
7	0.500		

AI. 5. 4 测定

各元素波长条件见表 AI.3。

表 AI. 3 各元素波长

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

准备的每个溶液至少测定三次，使每次更换样品都有足够的冲洗时间。对于中间冲洗，建议用 3%的硝酸（或盐酸）。

AI. 6 结果

AI. 6. 1 计算

如果得到的测量值是以 mg/L 为单位，应转化为以 mg/kg 为单位的相应值。

AI. 6. 2 结果的表达

各元素的测定结果应为各次测量的平均值，并保留两位有效数字。

AI. 7 精密度

见 A.4.2 和 A.4.3。表 AI.4 的精密度对灰化程序和直接测定程序都适用。

表 A1.4 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	$0.3 \times X$
X 是平均值		

A1.8 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) 所参照的附件；
- c) 所用的采样方法；
- d) 试验结果（见 A1.6）；
- e) 与规定的操作模式的差异，如果存在；
- f) 试验日期。

附件 AJ
(规范性附件)
傅里叶变换红外光谱法 (FTIR) 定性

AJ. 1 适用范围

本附件规定的方法用于 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。但此方法不能确定尿素浓度或污染物的差别。

AJ. 2 原理

当光线通过薄层的尿素溶液，红外光会被有选择地吸收，记录的光谱可用来给尿素定性。或者，也可选择适当的衰减全反射法。

AJ. 3 仪器

AJ. 3. 1 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，分辨率不低于 4 cm^{-1} 。

AJ. 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。

警告：KRS5 窗片有剧毒。

AJ. 4 分析步骤

将样品装入吸收池，确保无气泡。把吸收池放在 FTIR 光谱仪的光路中，检测记录红外吸收光谱图。或将样品装入 ATR 晶体池内进行检测。

目视比较得到的红外光谱和已知的 32.5%(m/m) 尿素溶液参考谱图。

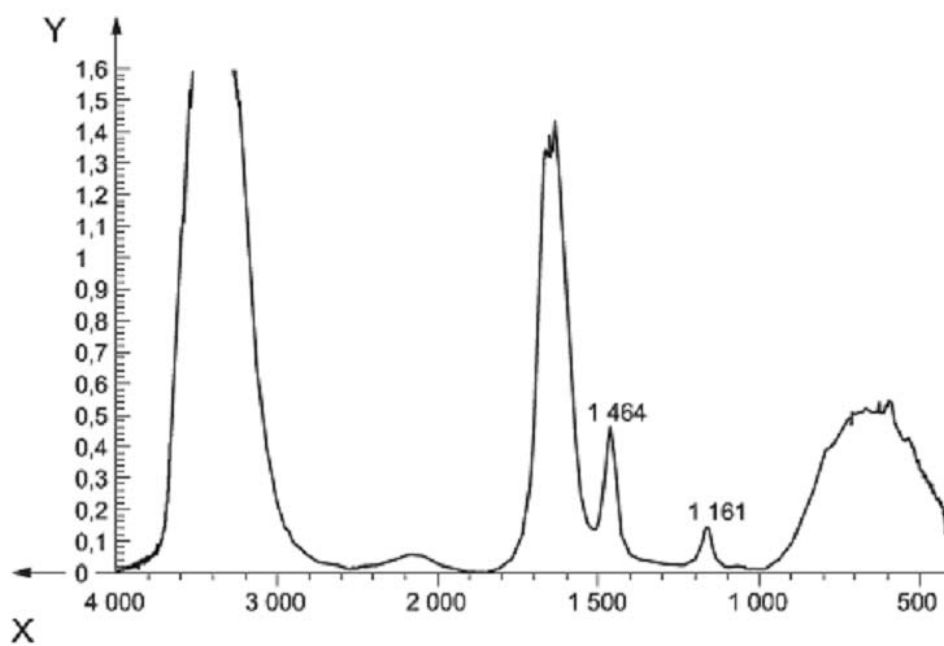
AJ. 5 结果描述

根据测定结果作出以下描述：

——是，表示与参考谱图一致；

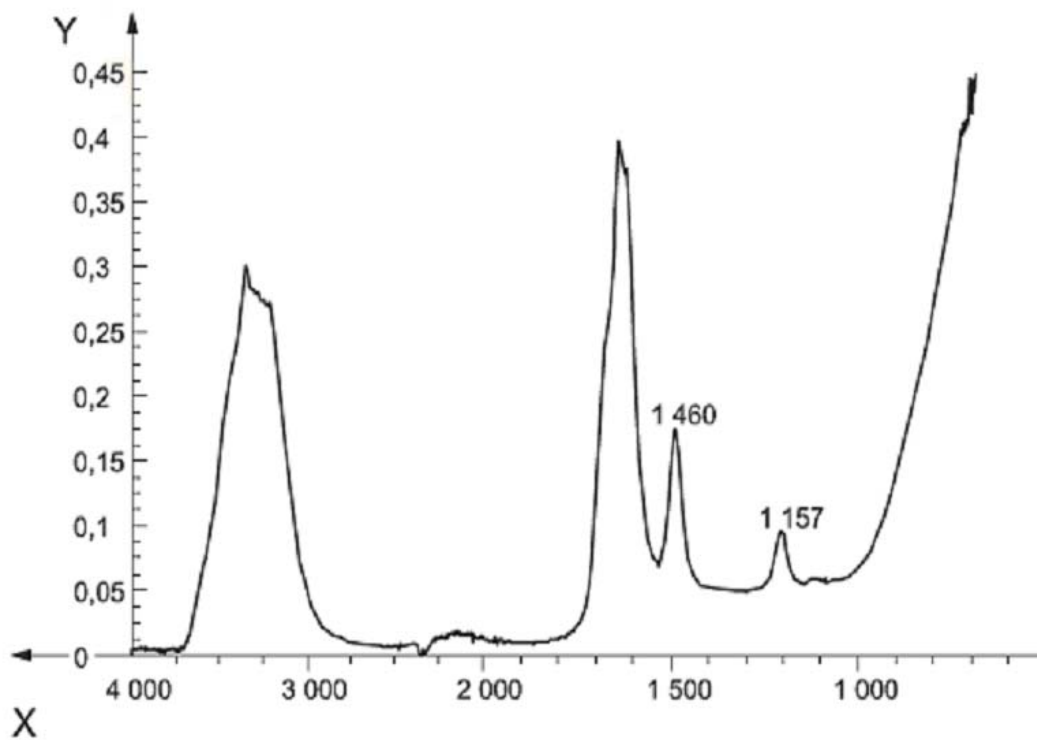
——否，表示与参考谱图不一致。

AJ. 6 参考谱图示例



X——波长 (cm^{-1}); Y——吸光度。

图 AJ.1 参考谱图示例 1 (透射方法)



X——波长 (cm^{-1}); Y——吸光度。

图 AJ.2 参考谱图示例 2 (衰减全反射方法)

附件 AK

（规范性附件）
试验方法精密度

各指标的试验方法精密度汇总见表 AK.1。

表 AK.1 试验方法精密度

项目	单位	重复性（ r ）	再现性（ R ）
尿素含量（总氮法）	%	0.4	1.0
尿素含量（折射率法）	%	0.1	1.0
折射率	——	0.0001	0.0001
密度（ISO 3675）	kg/m ³	0.5	1.2
密度（ISO 12185）	kg/m ³	0.2	0.5
密度(ASTM D 4052)	g/mL	0.0001	0.0005
碱度	%	0.01	$0.2 \times X$
缩二脲	%	0.01	0.04
醛	mg/kg	0.14	$0.5 \times X$
不溶物	mg/kg	$0.23 \times X$	$0.38 \times X$
磷酸盐	mg/kg	0.02	0.03
钙	mg/kg	0.02	$0.1 \times X$
铁	mg/kg	0.01	$0.3 \times X$
铜	mg/kg	0.01	$0.2 \times X$
锌	mg/kg	0.01	$0.3 \times X$
铬	mg/kg	0.01	$0.3 \times X$
镍	mg/kg	0.01	$0.3 \times X$
铝	mg/kg	0.02	$0.3 \times X$
镁	mg/kg	0.02	$0.3 \times X$
钠	mg/kg	0.03	$0.5 \times X$
钾	mg/kg	0.03	$0.5 \times X$
X 是平均值。 注 1：密度测定试验方法的精度取自现有的 GB/T 1884、SH/T 0604 和 SN/T 2383。 注 2：本标准中其他试验方法的精度是通过 2004 年奥地利、德国和荷兰的 18 个实验室参与的试验项目所得到的。数据是根据 GB/T 6683 来评价的。			

附录B
（规范性附录）
处理、运输及储存

B.1 适用范围

本附录提出了处理、运输和储存柴油发动机氮氧化物还原剂 AUS 32（以下简称“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。

B.2 总体要求与建议

B.2.1 兼容性材料要求

B.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 B.1 和表 B.2 中所列出的可用材料仅具有指导性，直到有更确定性的信息出现。

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，以评价对表 1 中要求的 AUS 32 各项指标的影响。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。

如果在操作、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。

B.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 B.1 中。

表 B.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, 对于含有添加剂的塑料, 应进行仔细测试。

B. 2. 1. 3 不推荐使用的材料

不推荐用于 AUS 32 的材料示例列在表 B.2 中。

表 B. 2 不推荐使用的材料示例

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

B. 2. 2 运输和储存的物理条件

B. 2. 2. 1 一般性建议

为避免 AUS 32 的品质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 B.3), 但短时间暴露在稍高温度的环境中一般不会影响 AUS 32 的品质。

——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 的品质。

——为避免温度升高, AUS 32 应避光。

——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。

B. 2. 2. 2 保质期

在整个分销链中, 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 B.3。

表 B.3 不同储存温度下的 AUS 32 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。	

B.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、颗粒和杂质污染，非专用设备的表面应用蒸馏水或去离子水清洗，并在临操作 AUS32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操作 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，应保证最后用于冲洗的 AUS 32按照附录2的试验方法检测满足标准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，可以用附录 A 的试验方法分析用于最后一次冲洗的 AUS 32来验证。

B.2.2.4 关于其他性质的建议

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。

B.3 质量保证

B.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。下文的 B.3.2到 B.3.5给出了与散装操作或打包出货的采样、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。

B.3.2 采样

除了附录 A 中规定的采样规程，下列规定适用于所有采样程序。

——应有书面记录的操作流程。

——具体的采样操作流程取决于采样的目的。

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2~3L 溶液后才开始采样。

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2~3L 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3L 中采样。

——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采样。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，应该在开始分销之前完成样品分析。

——在分销 AUS 32 的过程中可能会在各个环节采样并保留样品。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 B.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 B.2.2.1 规定的不同，宜对样品进行分析。

B.3.3 测试

每批 AUS 32 产品在发货前都要按照标准规定的技术要求验证质量。测试结果要有书面笔记并在生产厂存档。

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，或

——在过去的五年中成功参加了国际上组织的 AUS 32 室间比对试验，或

——国家权威部门认证的实验室。

B.3.4 产品签发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，该批次产品可以签发。

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（如容器罐上无标签，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。

对于重新进入分销系统的 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。

B. 3. 5 质量监测

B. 3. 5. 1 通则

每一批次的 AUS 32 在分销的时候，制造商都应该提供质量合格证，如与订单要求一致的认证或检测报告。

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。

B. 3. 5. 2 核查

分销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 质量达标。

一旦发现问题，相关责任方应立即采取行动解决。

B. 3. 5. 3 存档

AUS 32 的整个分销系统，包括生产、配送、装载、储存、采样、测试、产品签发、操作和核查的流程和记录，都要依据 ISO 9001 的规定进行存档。质量档案要至少保留 5 年。

B. 4 容器和设备的操作程序

B. 4. 1 通则

操作容器和设备的一般性程序规定如下：

——所有用于处理 AUS 32 的设备，无论是带包装的还是散装的，应是专用的或是彻底清洗并证明是干净的（见 B.4.4）。

——为了避免受到任何污染，应使用专用容器或彻底清洗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 B.2.2 建议的温度范围。

——在使用完加注和排空设备的元件后应清空、清洗干净并盖严，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，用可控的方式操作和储存。

B. 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 B.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 1L 的样品。如果容器的容积不到 1L，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。

——除带通风口的容器外，灌装后的容器应密封。

B. 4. 3 专用设备的散装操作

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，前提是

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。密闭情况及操作是否正确可在加注站观察并记录下来。

所有的散装装卸程序都应遵守操作规程。应使用核对一览表记录装卸步骤。这些一览表应有装卸负责人和运输负责人签字，并由负责操作的人保存。

在装卸 AUS 32 之前，至少应记录下列检查结果：

- 完成装卸程序后，正确关闭所有阀和孔；
- 检查洁净度证书（适用于专用散装容器的第一次灌装）；
- 目视核查散装运输和储存的方式，以及装卸设备、辅助设备和系统的洁净度、缺陷和故障；
- 按照发货文件核对装卸的产品。

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。

B. 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。应在洁净度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、入口和连接处应目视检查。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处理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C
(规范性附录)
加注接口

C.1 适用范围

本附录规定了柴油发动机氮氧化物还原剂 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。附件 CA 中提出了密闭式加注系统的相容性条件。

本附录适用于 GB/T 3730.1定义的最大总重量超过3.5吨、设计使用固定式车外加注系统的商用车和公共汽车。本附录也适用于固定式车外加注系统的喷嘴。

C.2 要求

C.2.1 功能要求

车辆加注系统和车外加注系统都应满足表 C. 1的基本功能要求。

表 C.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	20~40 L/min	——
加注喷嘴的自动关闭	满足 EN 13012或等同标准的要求。	防止溢出。
车辆容器罐的最大加注量	加注喷嘴的自动关闭功能应能够避免加注量超过最高加注限度。 车辆容器罐应可以耐受 AUS 32的膨胀。	AUS 32冻结后体积可以增加7%。
溢出	加注孔径与水平之间的夹角在50°到90°之间时，每次加注时的溢出量不超过30 mL。 加注孔径与水平之间的夹角在30°到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溅在设备上带来的影响。
加注时通风	适用于车辆 AUS 32容器罐。	——
运行温度范围	对于安装在车辆上的部件，-30℃至+80℃。	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。
	对于在服务站的部件，-20℃至+40℃。	
误将 AUS 32加入燃油箱	每次不超过80 mL。	用加注喷嘴的磁开关或类似装置可以避免。
误将燃油加入车辆 AUS 32容器罐	应保证燃油不会加注到车辆 AUS 32容器罐。	进口连接器的直径要求可以防止燃油喷嘴插入 AUS 32加注孔径。
材料	使用的材料应符合本标准附录 B 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℃时结冰，且体积会增加约7%。
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 B 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、进口连接器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。
标记	信号装置的标志见 ISO 2575。 产品标记见标准。	建议用蓝色加注孔盖。
a 只作为推荐		

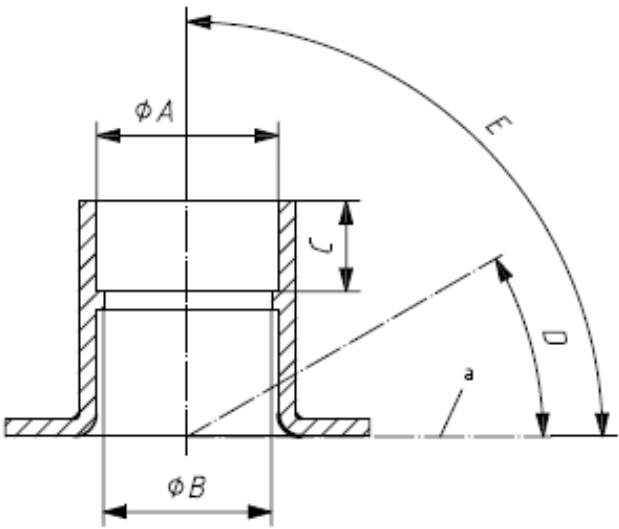
C.2.2 加注孔径

加注孔径的进口连接器应满足可拆装要求，以备需要开放式加注 AUS 32。

加注孔径的具体尺寸参数见图 C.1和表 C.2。

车辆制造商应详细说明车辆上加注孔径的几何位置和方向，并给加注喷嘴预留适当的空

间。



a——水平方向。

图C. 1 加注孔径

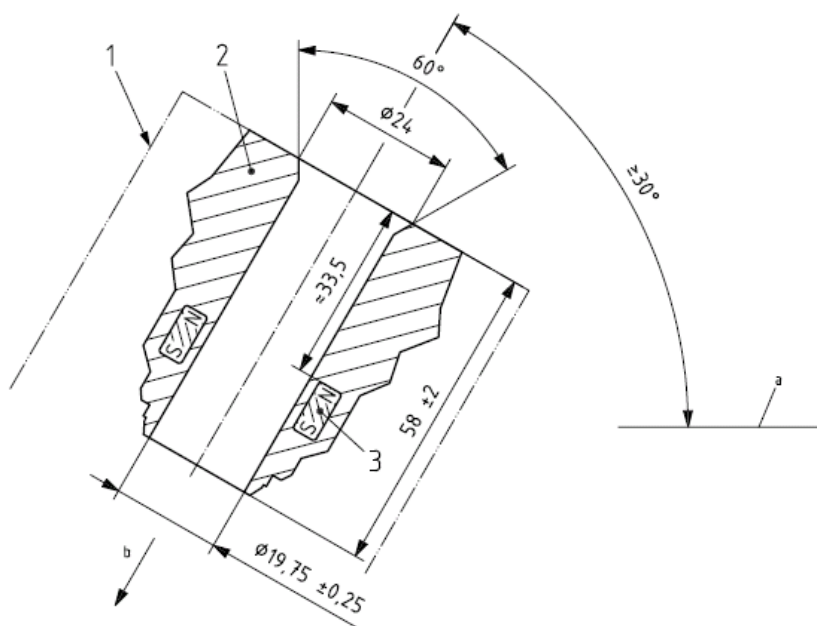
表 C. 2 加注孔径的尺寸

符号	参数	尺寸
Ø A	入口或上止口直径	≥39.5 mm
Ø B	止口直径	≥37 mm
C	止口的高度	≤48 mm
D	加注孔径与水平方向的夹角 ^a	≥30° ^b
E		≤90°
a 为减少溢出，建议角度为50°至90°。 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。		

C. 2. 3 进口连接器

进口连接器应与加注孔径配套。进口连接器的内径设计应能够避免管口直径大于20.0 mm 的加注喷嘴进入进口连接器。

如图 C.2所示，进口连接器应配备一个磁环。磁环的特性要求见表 C.3。



1——加注孔径；2——进口连接器；3——磁环；a——水平方向；b——流动方向。

图 C.2 进口连接器

表 C.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	1.2 T - 1.3 T
	矫顽磁性	800 kA/m – 900 kA/m
方向		N 极从容器罐指向罐外

C.2.4 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。

C.2.5 加注喷嘴

加注喷嘴管口应为圆柱体，其外径为 19 ± 0.25 mm，长度为 70 ± 2 mm，见图 C.3。

加注喷嘴管口应配置一个与进口连接器磁环相作用的磁开关，见图 C.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。

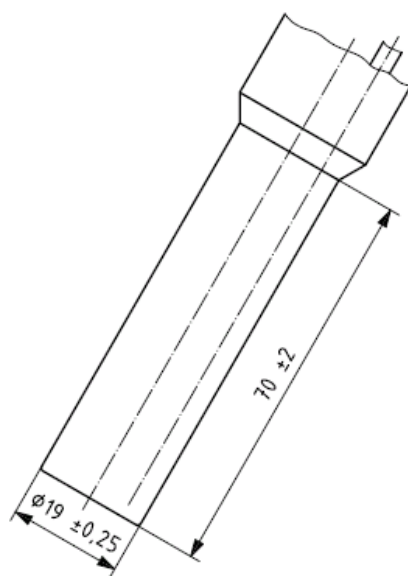
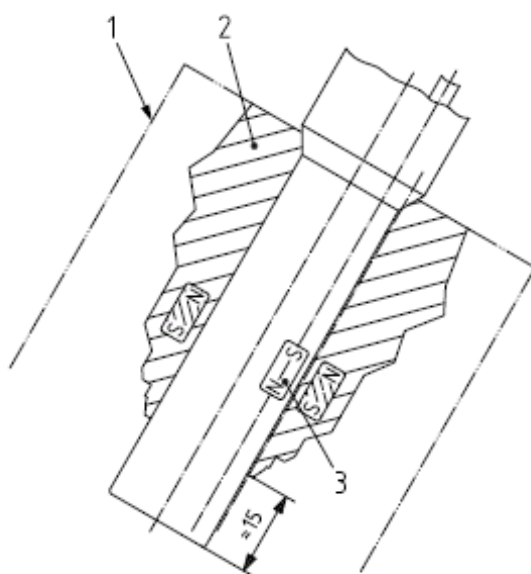


图 C. 3 加注喷嘴 （单位：mm）



1——加注管（颈）；2——磁适配器；3——磁开关。

图C. 4 带有磁开关的喷嘴管口插入到进口连接器的位置示意图 （单位：mm）

C. 2. 6 加注的最小空间

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

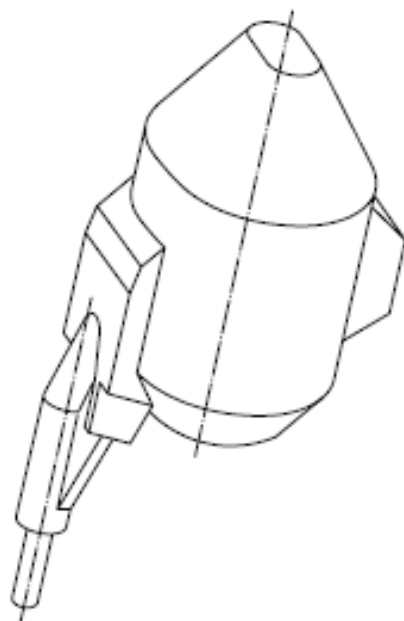
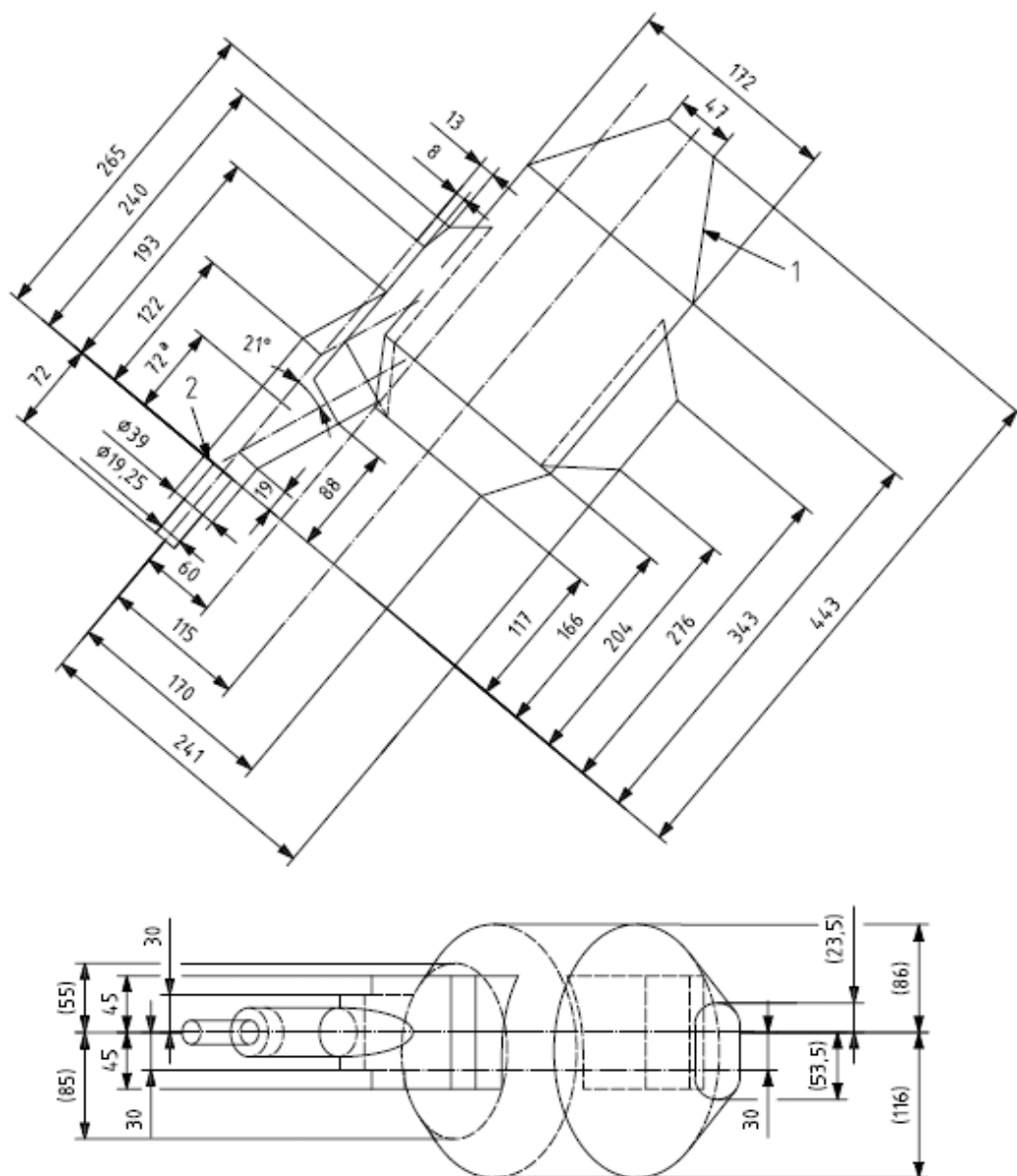


图 C. 5 加注所需自由空间的三维视图



1——操作员手握的空间；2——适配器的顶面；a——运动距离：mm

图 C.6 加注所需的最小空间图示（单位：mm）

附件 CA
(资料性附件)
密闭式加注系统的相容性条件

CA. 1 功能要求

密闭式加注系统应满足表 C.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 CA.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车辆容器罐中。用小容器罐进行紧急加注是可行的，见图 CA.3。应建立反馈系统来保证适时停止加注。

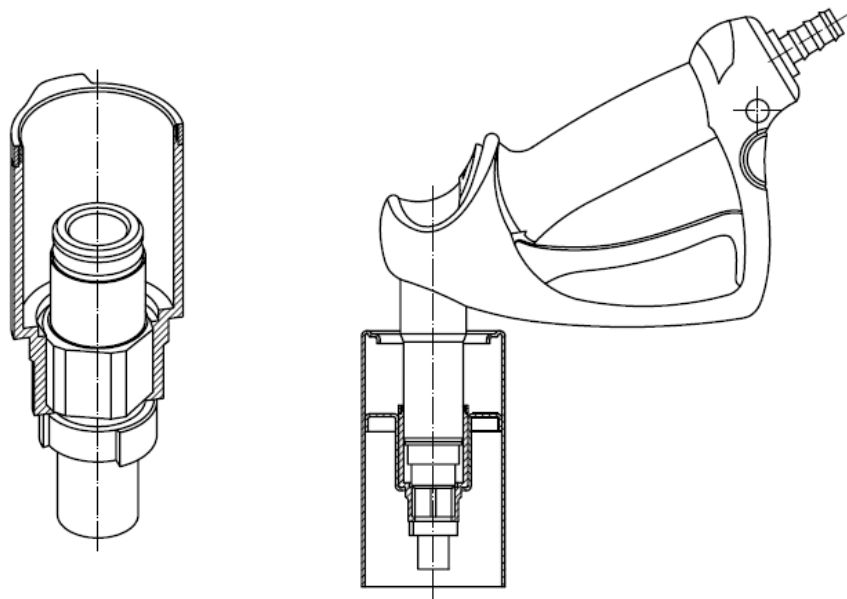


图 CA. 1 密闭式加注系统实例

CA. 2 加注孔径

密闭式加注系统的加注孔径应满足图 CA.2和表 CA.1中的要求。图 CA.2所示的加注孔径用于带有法兰的进口连接器，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径的弯角无特殊规定。密闭式加注系统应该考虑加注孔径的柔性布置。

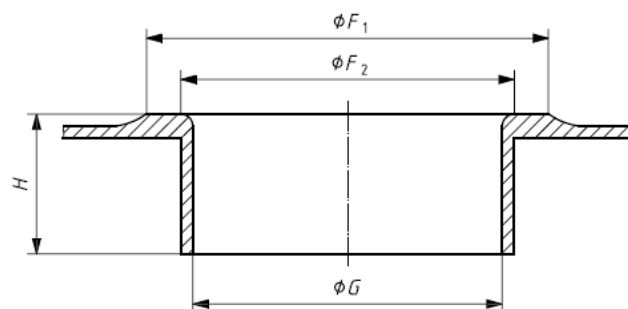


图 CA. 2 加注孔径

表 CA. 1 加注孔径的尺寸（单位：mm）

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

CA. 3 进口连接器

进口连接器设计适应于安装在加注孔径内部。进口连接器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。

CA. 4 加注孔盖

该种加注孔盖只用来防尘。

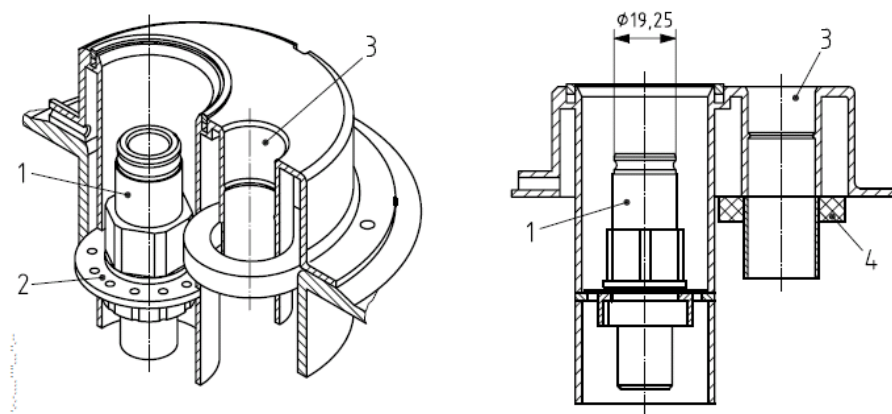
CA. 5 加注喷嘴

加注喷嘴应与密闭式加注系统的进口连接器相匹配。

如果喷嘴插入到非 AUS 32车辆容器罐，也不会将 AUS 32注入其中。

CA. 6 加注所需的最少空间

除了转接器（直径19.25×72 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式系统的加注管道尺寸的要求。



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——用于打开加注喷嘴的磁环。

图 CA. 3 一个可用于开放或密闭式加注系统的带有进口连接器的加注孔径（单位：mm）