

团 体 标 准

T /CICEIA/CAMS 5-2019

车用选择性催化还原（SCR） 低温还原剂溶液

Low freezing point reductant solution for automobile SCR

2019 - 02 - 01 发布

2019 - 02 - 01 实施

中国内燃机工业协会
中国机械工业标准化技术协会

发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分类和标识	2
5 一般要求	2
6 技术要求和试验方法	2
7 检验规则	3
8 标志、包装、运输和储存、安全	4
附录 A（规范性附录） 当量尿素含量的测定	6
附录 B（规范性附录） 接触角的测定	8
附录 C（规范性附录） 氯化物的测定	9
附录 D（规范性附录） 缩二脲的测定	11
附录 E（规范性附录） 程序控制 TG-MS 试验	14
附录 F（规范性附录） 标准发动机台架试验	15

前 言

本标准按GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国内燃机工业协会提出。

本标准由中国内燃机工业协会标准化工作委员会归口。

本标准起草单位：一汽解放汽车有限公司、江苏可兰素汽车环保科技有限公司、辽宁润迪汽车环保科技有限公司、长春永畅实业有限责任公司、中国石油天然气股份有限公司兰州润滑油研究开发中心、天津东宝润滑油有限公司、湖北拓威汽车尾气系统有限公司、河南心连心蓝色环保科技有限公司。

本标准主要起草人：米新艳、曹婷婷、于力娜、韩建、崔龙、王丹、秦建、严军表、邹建波、李有树、刘泉山、郑国栋、刘强、黄建利、崔新然、张克金、杨帅、苏中辉、李军泽。

本标准为首次发布。

车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液

1 范围

本标准规定了车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液的术语和定义、分类和标识、一般要求、技术要求和试验方法、检验规则、标志、包装、储存和运输、安全。

本标准适用于车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液。

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 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法
- 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 1690 硫化橡胶或热塑性橡胶耐液体试验方法
- GB/T 4472 化工产品密度 相对密度的测定
- GB/T 4756 石油液体手工取样法
- GB/T 6031 硫化橡胶或热塑性橡胶硬度的测定（10~100 IRHD）
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 17691-2005 车用压燃式、气体燃料点燃式发动机与汽车污染物排放限值及测量方法（中国III、IV、V阶段）
- GB 29518 柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液（AUS 32）
- GB/T 30693 塑料薄膜与水接触角的测量
- SH/T 0090 发动机冷却液冰点测定法
- SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法（U形振动管法）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

低温还原剂溶液 low freezing point reductant solution

低温还原剂溶液是相对于GB 29518所规定的尿素水溶液产品，指冰点低于-11 ℃，包含冰点为-25 ℃和-35 ℃两个产品。

3.2

纯水 pure water

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

3.3

当量尿素含量 equivalent urea content

GB 29518标准规定32.5%的车用尿素水溶液中尿素成份的有效含量为31.8%~33.2%（质量分数），因此SCR系统的DCU单元以此为计量依据控制尿素水溶液的流量；当切换成低温还原剂溶液之后，不同企业生产的有效释氨组分复杂，为保证还原剂溶液的喷射策略和计量控制不需要改变，本标准控制低温还原剂溶液中的当量尿素含量-即换算成有效分解后的NH₃含量不改变。

4 分类和标识

4.1 分类

按产品冰点特征分类为-25℃型和-35℃型。-25℃型应用于气候温度高于-25℃的地区；-35℃型应用于气候温度高于-35℃的地区。

4.2 标识

按产品名称类别和标准编号顺序，在产品包装上应该增加一个区别性的标识，区别于GB 29518规定的产品，以便于用户准确识别。按产品冰点特征其标识分别为：

- a) LFP -25℃；
- b) LFP -35℃。

5 一般要求

产品不应对人体、生物与环境造成有害的影响。所涉及与使用有关的安全与环保要求，应符合国家的相关标准和规范的规定。

6 技术要求和试验方法

车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液-25℃型、-35℃型的技术要求和试验方法见表1。

表1 车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液-25℃型、-35℃型技术要求和试验方法

序号	名称	技术要求		试验方法
		-25℃	-35℃	
1	外观	无色、澄清		目测
2	冰点/℃	≤ -25	≤ -35	SH/T 0090
3	当量尿素含量（质量分数）/%	31.8~33.2		附录A
4	密度（20℃）/（kg/m ³ ）	1073.2~1094.2		SH/T 0604 / GB/T 4472
5	折光率（20℃）	1.3814~1.3987		GB/T 614
6	接触角（20℃）/（°）	≤ 12.00		附录B
7	粘度（20℃）/ mm ² /s	≤1.8	≤2.0	GB 265

表1 (续)

序号	名称		技术要求		试验方法
			-25℃	-35℃	
8	杂质含量	氯化物 (Cl ⁻) / (mg/kg)	≤ 0.2		附录 C
		碱度 (以 NH ₃ 计) (质量分数) / %	≤ 0.2		GB 29518 附录 B
		缩二脲 (质量分数) / %	≤ 0.3		附录 D
		不溶物 / (mg/kg)	≤ 20		GB 29518 附录 E
		磷酸盐 (以 PO ₄ 计) / (mg/kg)	≤ 0.5		GB 29518 附录 F
		钠 (Na) / (mg/kg)	≤ 0.5		GB 29518 附录 G
		镁 (Mg) / (mg/kg)	≤ 0.5		
		钾 (K) / (mg/kg)	≤ 0.5		
		钙 (Ca) / (mg/kg)	≤ 0.5		
		铬 (Cr) / (mg/kg)	≤ 0.2		
		铁 (Fe) / (mg/kg)	≤ 0.5		
		镍 (Ni) / (mg/kg)	≤ 0.2		
		铜 (Cu) / (mg/kg)	≤ 0.2		
		锌 (Zn) / (mg/kg)	≤ 0.2		
铝 (Al) / (mg/kg)	≤ 0.5				
9	程序控制 TGA-MS 试验		不可检出非常规污染物		附录 E
10	尿素桶密封橡胶垫圈相容性试验 (70 ℃, 168 h)	硬度变化率 / %	≤ 1.5		GB/T 6031
		体积变化率 / %	≤ 3.5		GB/T 1690
		重量变化率 / %	≤ 2.5		
11	标准发动机台架试验		符合 GB 17691 要求		附录 F

7 检验规则

7.1 检验项目及分类

本产品检验分为出厂检验和型式检验。

7.1.1 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外观、冰点、当量尿素含量、密度、碱度、缩二脲。

出厂周期检验项目为醛类、磷酸盐、不溶物、折光率、接触角、钙、铁、铜、锌、铬、镍、铝、镁、钠、钾含量，每月检测一次。

7.1.2 型式检验

型式检验项目为表1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较大变化；
- c) 产品停产一年以上，恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异。

7.2 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。

7.3 取样方法

取样按GB/T 4756 进行。首次认证时取10 L作为试验用；每批供货时取10 L作为检验和留样用。

7.4 判定规则

出厂检验的结果全部符合表1所规定的要求时，则判该批产品合格。

7.5 复验规则

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7.3规定从同批产品中重新抽取双倍样品对不合格项目进行复验。若复验结果仍然不符合指标，则判定该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和储存、安全

8.1 标志

车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液包装桶除应在显著位置标识LFP -25 ℃或LFP -35 ℃外，标志内容还需包括：产品名称、商标、生产日期、生产批号、产品有效期、包装规格、产品执行标准、生产厂名、生产地址、联系方式、安全事项和使用说明。

8.2 包装

车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液包装器具及其密封材料应根据车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液-25 ℃型、-35 ℃型的组分选择，参考GB 29518 附录J规定选用。

8.3 运输和储存

本产品长距离运输应具有避光措施，运输车内环境温度要求与储存环境要求相同（见表2）。本产品应在室内存放，避免阳光直射，储存温度条件见表2，通风良好。在不同的温度条件下贮存，有效期按GB 29518 附录J规定执行。在经历超过60 ℃条件下存放后，原则上禁止再使用。结冰后经过不超过30 ℃加热解冻不影响使用，但加注前应充分摇匀。

表2 车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液-25 ℃型、-35 ℃型储存条件

产 品 规 格	储 存 条 件
-25 ℃	-25 ℃~25 ℃
-35 ℃	-35 ℃~25 ℃

8.4 安全

由于各企业生产车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液-25℃型、-35℃型的配方不统一，因此产品外包装的说明标签必须给出皮肤沾染、溅入眼睛和误服产品后的处理措施，包括需要用何种药品涂敷、冲洗和食用中和。

附 录 A
(规范性附录)
当量尿素含量的测定

A.1 范围

本附录规定了车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液当量尿素含量的测量方法。

A.2 方法概要

试样加入过量强酸后，在加热条件下完全分解生成铵根离子，用碱调节至中性。向溶液中加入过量的甲醛溶液，使之生成六次甲基四胺盐和氢离子，用氢氧化钠标准溶液滴定，通过相应的计量系数即可换算求出样品中的尿素含量。

A.3 试验试剂**A.3.1 试剂**

- A.3.1.1 甲醛溶液，市售浓度（37~40）%。
- A.3.1.2 酚酞指示液，10 g/L。
- A.3.1.3 氢氧化钠标准滴定溶液， $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- A.3.1.4 硫酸， $\rho=1.84$ 。
- A.3.1.5 甲基红指示液，1 g/L。
- A.3.1.6 氢氧化钠溶液，300 g/L。
- A.3.1.7 氢氧化钠标准滴定溶液， $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。
- A.3.1.8 按照GB/T 601标定氢氧化钠标准滴定溶液（A.3.1.7）的浓度 c 。

A.3.2 中性甲醛溶液的制备

量取 100 mL 甲醛溶液（A.3.1.1），加 100 mL 水，摇匀，加 2 滴酚酞指示液（A.3.1.2），用氢氧化钠标准滴定溶液（A.3.1.3）滴定至溶液呈粉红色，并保持 30 s，使用前制备。

A.4 试验步骤

称取 3 g 低温尿素还原剂试样，精确至 0.0001 g，置于 300 mL 锥形瓶中，加少许水湿润样品，加入 5 mL 硫酸（A.3.1.4），溶解样品，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 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（A.3.1.5），用氢

氧化钠溶液 (A. 3. 1. 6) 中和, 接近终点时, 用氢氧化钠标准滴定溶液 (A. 3. 1. 7) 滴定至溶液呈橙黄色, 冷却。加 5~10 mL 中性甲醛溶液 (A. 3. 1. 1), 摇匀, 放置 5 min。用氢氧化钠标准滴定溶液 (A. 3. 1. 7) 滴定至溶液呈橙黄色, 加 5 滴酚酞指示液 (A. 3. 1. 2), 继续滴定至溶液呈粉红色, 颜色保持 30 s, 记录滴定溶液体积 V_1 。同时做空白试验, 记录滴定溶液体积 V_2 。

A. 5 结果表述

尿素的质量分数 (w) 数值以“%”表示, 按公式 (A. 1) 计算:

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

式中:

- V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_2 ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- M ——尿素的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(1/2H_2NCONH_2) = 30.03$];
- m ——试样的质量, 单位为克 (g)。

附 录 B
(规范性附录)
接触角的测定

B.1 范围

本附录规定了车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液接触角的测量方法。

B.2 方法概要

在20℃恒温条件下测定低温还原溶液在空气介质中与载玻片的接触角，该试验可间接反应低温还原剂溶液的雾化效果。

B.3 仪器设备

具有20℃恒温功能的接触角测试仪，测量精度0.01°。

B.4 试验步骤

将载玻片置于仪器的试样台上，确保载玻片处于水平位置。在针头末端悬挂3 μL~5 μL低温还原剂溶液液滴，也可使用较大的液滴（如6 μL~8 μL），但液滴较大时不能保持球形，会导致测量出现一定程度的误差。试验详细过程按照GB/T 30693中10进行。

B.5 结果表述

以十次试验结果的平均值作为测试样品的接触角测试结果。

附 录 C
(规范性附录)
氯化物的测定

C.1 范围

本附录规定了车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液氯化物的测量方法。

C.2 方法概要

低温尿素还原剂的氯化物测试方法采用目视比浊法。氯离子与银离子在硝酸介质作用下生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银形成悬浮体。

C.3 试剂和溶液

C.3.1 氯化物（Cl⁻）标准溶液，0.005 mg/mL。

C.3.2 硝酸溶液，25 %。

C.3.3 硝酸银溶液，17 g/L。

C.4 仪器

50 mL刻度比色管。

C.5 试验步骤

C.5.1 绘制标准比浊溶液工作曲线

在8支50 mL刻度比色管中，分别加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL氯化物（Cl⁻）标准溶液（C.3.1），加水至40 mL，按上述步骤配制标准比浊溶液工作曲线。

C.5.2 试样的测定

称取约25 g试样，精确至0.1 g。加入至50 mL刻度比色管中，加水至40 mL，加2 mL硝酸溶液（C.3.2），在不断摇动下，滴加1 mL硝酸银溶液（C.3.3），用水稀释至刻度，摇匀，放置10 min。与标准比浊溶液工作曲线进行目视比浊。查得试液中的氯化物（Cl⁻）含量。试液所呈浊度应置于工作曲线之内。

C.6 结果表述

氯化物（Cl⁻）的质量分数 W （mg/kg），按公式（C.1）计算：

$$w = \frac{Vc}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

V—氯化物标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

c—由工作曲线查得的试样溶液的氯化物浓度，单位为摩尔每毫升（mg/mL）；

m—试样的质量，单位为克（g）。

附 录 D
(规范性附录)
缩二脲的测定

D.1 范围

本附录规定了车用选择性催化还原(SCR)低温还原剂溶液缩二脲的测量方法。

D.2 方法概要

低温还原剂溶液采用反相液相色谱法,用紫外检测器,外标法计算缩二脲的含量。

D.3 仪器和设备

D.3.1 超声波清洗器。

D.3.2 高效液相色谱仪:带紫外检测器。

D.3.3 微量注射器:0 μL ~20 μL 。

D.3.4 20 μL 定量环。

D.3.5 针头过滤器:备孔径0.45 μm 滤膜。

D.3.6 分析天平:感量为0.1 mg。

D.4 试剂

D.4.1 缩二脲

称取约15 g缩二脲(化学纯)于烧杯中,加入500 mL体积分数为95%乙醇中,加热溶解,趁热过滤,滤液浓缩至250 mL,冷却至5 $^{\circ}\text{C}$,使结晶析出,过滤、烘干备用。

D.4.2 缩二脲标准溶液, 0.5 mg/mL

称取0.5 g(准确至0.0001 g)缩二脲(D.4.3),溶解于不含二氧化碳的水中,转移至1L容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该标准溶液使用前制备。

D.4.3 缩二脲系列标准溶液

按表D.1所示,分别移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL缩二脲标准溶液(D.4.1)置于6个25 mL容量瓶中,用流动相稀释至刻度、摇匀,超声至无气泡。

表 D.1 缩二脲标准系列溶液

缩二脲标准溶液移取体积/mL	对应的缩二脲含量/mg
0.00*	0.00
0.50	0.25
1.00	0.50
3.00	1.50
5.00	2.50
10.00	5.00
*试剂空白溶液。	

D.4.4 甲醇：色谱纯。

D.4.5 水：超纯水。

D.4.6 流动相：水：甲醇 = 98:2。

D.5 试验步骤

D.5.1 试样溶液的制备

称取0.5 g~1.0 g的试样（准确至0.0001 g）于小烧杯中，加入少量流动相溶解、洗涤后，转移至25 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀、静置、超声、过滤、待测。

D.5.2 高效液相色谱分析条件

推荐的高效液相色谱操作条件见表D.2，其他能达到同等分离程度的高效液相色谱操作条件均可采用。

表 D.2 高效液相色谱操作条件

色谱柱	Agilent TC-C18 (5 μm), 4.6 mm I.D. × 250 mm
流速	1.0 mL/min
进样量	20 μL
柱温	室温
检测波长	200 nm

D.5.3 标准曲线的绘制

按照高效液相色谱分析条件（D.5.2），分别进样20 μL，测定缩二脲系列标准溶液（D.4.3）。每个标准溶液重复测定二次，绘制工作曲线。

D.5.4 试样的测定

用上述测定标准曲线的分析条件（D.5.2）测定低温还原剂试样溶液，由标准曲线自动求出试样中缩二脲质量，每个试样溶液重复测定二次，取其平均质量 \bar{m} （mg）。

D.6 结果表述

试样中缩二脲的质量分数 w (%)，按公式 (D.1) 计算：

$$w = \frac{\bar{m}}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

\bar{m} ——由标准曲线测得的缩二脲平均质量，单位为毫克 (mg)；

m ——试样的质量，单位为克 (g)。

附 录 E
(规范性附录)
程序控制 TG-MS 试验

E.1 范围

本附录规定了车用选择性催化还原(SCR)低温还原剂溶液非常规排放物的测量方法。

E.2 方法概要

采用热重和质谱联用的方式,将待测低温还原剂溶液在惰气保护下程序升温分解并通过质谱检测确定分解产物的组成成分。

E.3 仪器设备

热重-质谱(TG-MS)联用分析仪。

E.4 试验条件

样品热分解程序升温控制温度范围:25℃~600℃,升温速度5℃/min。热分解气氛模拟空气气氛:体积流量比 $O_2:N_2 = 1:4$ 。质谱检测气氛为氮气。

E.5 结果表述

根据质谱检测结果确定待测低温还原剂溶液热解组分是否含有GB 17691中表1、表2未包含的非常规污染物。

附 录 F
(规范性附录)
标准发动机台架试验

F.1 范围

本附录规定了车用选择性催化还原（SCR）低温还原剂溶液标准发动机台架试验。

F.2 方法概要

试验采用拟批量使用低温还原剂溶液的重型商用车所用发动机作为评价载体，在装有合格SCR后处理系统的发动机台架上，按照GB 17691所要求的ESC工况进行NO_x排放量的评定。

F.3 结果表述

NO_x排放量应符合GB 17691要求。
