

# 车用尿素水溶液中不溶物问题研究

杜鑫<sup>1,2</sup>, 杨现鹏<sup>1,2</sup>, 刘宁<sup>1,2</sup>, 白凯月<sup>1,2</sup>, 谢成宝<sup>1,2</sup>, 王素卿<sup>1,2</sup>, 唐忠刚<sup>1</sup>, 尹慧琼<sup>1,2\*</sup>

<sup>1</sup>潍柴动力股份有限公司, 山东 潍坊

<sup>2</sup>国家内燃机产业计量测试中心, 山东 潍坊

收稿日期: 2024年5月8日; 录用日期: 2024年11月6日; 发布日期: 2024年11月13日

## 摘要

本文对车用尿素水溶液中不溶物产生的原因进行了分析, 又对GB 29518-2013《柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液(AUS 32)》附录E不溶物含量检测方法中仪器和设备、样品准备、测量3部分进行检测参数优化, 使不溶物含量检测结果的重复性更好。

## 关键词

车用尿素水溶液, 不溶物, 产生原因, 检测重复性

# Study on Insoluble Matter in Automobile Urea Aqueous Solution

Xin Du<sup>1,2</sup>, Xianpeng Yang<sup>1,2</sup>, Ning Liu<sup>1,2</sup>, Kaiyue Bai<sup>1,2</sup>, Chengbao Xie<sup>1,2</sup>, Suqing Wang<sup>1,2</sup>, Zhonggang Tang<sup>1</sup>, Huiqiong Yin<sup>1,2\*</sup>

<sup>1</sup>Weichai Power Co., Ltd., Weifang Shandong

<sup>2</sup>National Internal Combustion Engine Industry Measuring and Testing Center, Weifang Shandong

Received: May 8<sup>th</sup>, 2024; accepted: Nov. 6<sup>th</sup>, 2024; published: Nov. 13<sup>th</sup>, 2024

## Abstract

In this paper, the causes of insoluble matter in vehicle urea aqueous solution were analyzed, and the detection parameters of instrument and equipment, sample preparation and measurement in Appendix E of GB 29518-2013 "Diesel engine NO<sub>x</sub> reduction agent—Aqueous urea solution (AUS 32)" in the insoluble matter content detection method were optimized. The repeatability of insoluble content detection results is better.

\*通讯作者。

文章引用: 杜鑫, 杨现鹏, 刘宁, 白凯月, 谢成宝, 王素卿, 唐忠刚, 尹慧琼. 车用尿素水溶液中不溶物问题研究[J]. 化学工程与技术, 2024, 14(6): 449-453. DOI: 10.12677/hjct.2024.146048

## Keywords

### Automobile Urea Aqueous Solution, Insoluble Matter, Cause, Detection Repeatability

Copyright © 2024 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

近年随着国内经济和工业化程度的不断提高,对环境的污染越来越严重,其中,柴油车尾气排放的 $\text{NO}_x$ ,会破坏臭氧层,造成光化学烟雾和酸雨,对植物、动物和人均产生巨大危害,是严重的空气污染源之一。车用尿素水溶液是 SCR 技术中必须要用到的消耗品,与 SCR 催化剂一起将柴油发动机排放的有害 $\text{NO}_x$ 转换成无害的 $\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{N}_2$ ,同时吸收有害的烟气颗粒,从而达到既节能又减排的目的。车用尿素水溶液作为 SCR 技术的还原剂,其质量直接影响 SCR (选择性催化还原)系统的运行和使用效果,是发动机尾气排放达到国 VI 排放标准的关键[1]。因此,车用尿素水溶液的质量对 SCR 系统至关重要,当尿素水溶液有不溶物及其他杂质成分时,会堵塞车辆喷嘴,损害气泵,并且会与催化剂发生化学反应降低尾气中 $\text{NO}_x$ 转化效果,长期将危害 SCR 载体。车用尿素水溶液的不溶物检测是确保其质量符合标准的重要环节。

随着科技的发展,现代检测技术逐渐应用于尿素水溶液中不溶物的检测,例如浊度检测法、高性能液相色谱法、紫外分光光度法等,应用这些方法检测不溶物含量虽然操作简便、检测效率高,但检测结果的准确度还有待提高。目前车用尿素水溶液不溶物检测仍执行国家标准 GB 29518-2013《柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液(AUS 32)》附录 E [2]。本文分析了尿素水溶液中不溶物产生的原因,并对标准 GB 29518-2013 附录 E 中不溶物的检测方法进行参数优化,提高了不溶物检测结果稳定性,对尿素水溶液质量的监控有重要意义。

## 2. 不溶物产生的原因

不溶物是指车用尿素水溶液中的不溶于水的杂质。以下是总结的不溶物产生的 4 个原因。

### 2.1. 尿素颗粒的质量

车用尿素颗粒相对于普通农用尿素颗粒来讲,质量要求更为严格。其作为主要原料生产的车用尿素水溶液,对尿素含量、密度、折光率、缩二脲、磷酸盐、醛类、不溶物、碱度及 10 种金属离子含量等都做了强制要求。如果尿素颗粒的质量不好,含有不溶于水的杂质或成分,就可能导致尿素水溶液中出现不溶物。

### 2.2. 配制用水的质量

配制用水的质量也可能影响车用尿素水溶液的不溶物含量。配制车用尿素水溶液一般使用电阻率为 $18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  ( $25^\circ\text{C}$ )的超纯水,这种水纯净度高,几乎无杂质。如果错误使用了纯净度不达标的水配制尿素水溶液,可能会造成尿素水溶液产生不溶物。因此在车用尿素水溶液的生产上对于水质一定要严格把关[3]。

### 2.3. 生产温度

尿素颗粒的溶解是吸热反应,在溶解过程中会吸收热量,如果生产过程温度不够高,尿素颗粒不能

完全溶解，可能会产生不溶物。

## 2.4. 溶解度影响

尿素在水中的溶解度有限，如果超纯水中加入的尿素重量超过了溶解度，那么尿素就不能全部溶解，会形成不溶物。

综上所述，尿素水溶液不溶物的产生可能由尿素颗粒的质量、配制用水的质量、生产温度或尿素溶解度等因素造成。

## 3. 不溶物含量的检验方法

GB 29518-2013《柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液(AUS 32)》附录 E 的检测方法使用物理过滤和称重法。尿素水溶液样品通过真空抽滤装置减压过滤，将残渣量表示为不溶物的量。具体操作包括将样品用水稀释后减压过滤，用水洗涤滤渣并干燥至恒重，最后通过计算得到不溶物的含量。

### 3.1. 标准方法

#### 3.1.1. 实验步骤及数据

本文抽取不溶物含量未知的尿素样品，分别是尿素样品 1、尿素样品 2、尿素样品 3，严格遵守 GB 29518-2013 附录 E 的检测方法实验，重复测量 3 个尿素样品的不溶物含量。检测过程对滤膜、水、样品处理、抽滤压力等未进一步详细规定。按标准方法的实验数据见表 1。

Table 1. Standard method experimental data

表 1. 标准方法实验数据

检测项目	不溶物含量, mg/kg		
	尿素样品 1	尿素样品 2	尿素样品 3
第 1 次检测结果	22.99	4.54	17.81
第 2 次检测结果	14.83	11.78	26.43
第 3 次检测结果	12.46	6.72	21.71
第 4 次检测结果	11.89	5.31	12.44
第 5 次检测结果	15.43	4.42	14.56
第 6 次检测结果	13.21	8.75	13.53
6 次平均值	15.14	6.92	17.75
重复性限 r	3.48	1.59	4.08
标准偏差 S	4.09	2.88	5.43

实验结果显示，采用标准方法进行检测，3 个尿素样品不溶物含量的重复实验数据均不符合标准的重复性限 r。

#### 3.1.2. 原因分析

由于 GB 29518-2013 附录 E 的方法和步骤对滤膜状态、样品处理温度、冷却时间、天平读数时间、抽滤压力等参数规定不明确，应用此标准方法产生的检测数据重复性较差。

### 3.2. 优化标准方法

将 GB 29518-2013 附录 E 实验器材、样品处理、滤膜处理、抽滤压力等实验参数进行具体规定，以确保方法和步骤具备可重复性，确保能够获得一致性高的检测结果。

### 3.2.1. 方法优化详情

将 GB 29518-2013 附录 E 实验器材、样品处理、滤膜处理、抽滤压力进行规定和优化。

#### 1) 实验器材

滤膜: MCE 亲水膜, 孔径  $0.8\ \mu\text{m}$ , 直径 47 mm, 光面。优选 Merck Millipore 公司。

水: 电阻率为  $18.2\ \text{M}\Omega\cdot\text{cm}$  ( $25^\circ\text{C}$ ) 的超纯水。

#### 2) 样品处理

样品中不应有尿素晶体存在。在试验前, 将样品用  $35^\circ\text{C}$  水浴加热, 使尿素晶体全部溶解。

样品在使用前应充分摇动使其保持均匀, 然后取 100 mL~150 mL 样品倒入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, 稀释样品, 以降低样品浓度, 冲洗滤膜时尿素更容易冲洗下来。

#### 3) 滤膜处理

滤膜应清洗烘干后使用。将真空抽滤开启开关, 把滤膜安装在抽滤装置上, 关闭抽滤开关。加入约 100 mL 水, 打开抽滤开关抽滤清洗滤膜, 使水均匀地流过滤膜, 然后关闭抽滤取下滤膜, 放入带盖称量瓶中。

将称量瓶半开盖, 放入恒温  $105^\circ\text{C}$  的烘箱中干燥 2 h, 直到质量保持恒定, 将称量瓶取出放入干燥器中冷却 30 min。然后使用天平称量滤膜和称量瓶的质量, 精确到 0.01 mg。滤膜在称重过程中可能吸水, 天平数值稳定 3 s 应立刻读数。

#### 4) 抽滤压力

真空抽滤装置必须适合滤膜的安裝, 在开启真空前使用 1 mL~2 mL 水把滤膜湿润(见图 1)。将准备好的样品倒入过滤装置中, 调整好真空泵的压力约 0.2 bar, 使样品能快速均匀地通过滤膜。



Figure 1. Filter mounting

图 1. 滤膜安装

### 3.2.2. 实验数据

将尿素样品 1、尿素样品 2、尿素样品 3 按优化后方法重复检测, 实验数据见表 2。

Table 2. Experimental data were optimized by standard method

表 2. 标准方法优化后实验数据

检测项目	不溶物含量, mg/kg		
	尿素样品 1	尿素样品 2	尿素样品 3
第 1 次检测结果	12.48	6.44	18.13
第 2 次检测结果	13.26	6.01	16.77

续表

第 3 次检测结果	12.02	7.09	16.25
第 4 次检测结果	13.87	6.88	18.48
第 5 次检测结果	11.93	7.24	17.32
第 6 次检测结果	12.77	7.35	16.36
6 次平均值	12.72	6.84	17.22
重复性限 r	2.92	2.05	3.96
标准偏差 S	0.75	0.52	0.93

实验结果显示,采用优化方法进行检测,3个尿素样品不溶物含量检测的重复实验数据均符合标准的重复性限。

### 3.2.3. 实验总结

- 1) 选用光面滤膜,降低滤膜毛屑对结果的干扰;选用超纯水,降低水引入杂质的风险。
- 2) 将烘干滤膜时间和烘干不溶物时间统一规定为 2 h,冷却时间规定为 30 min,保证实验参数一致,提高检测结果的准确性。
- 3) 规定天平稳定 3 s 就读数,降低滤膜因等待吸水造成的质量变化对不溶物结果产生的干扰。
- 4) 规定样品实验前用 35℃ 水浴加热,避免样品中尿素晶体对检测结果产生的影响。
- 5) 规定冲洗用水量,尽量减少滤膜上残留尿素晶体,避免尿素残留引入的不溶物。

## 4. 结论

本文对尿素水溶液不溶物的产生原因进行了分析,主要原因是尿素颗粒的质量、配制用水的质量、生产温度或尿素溶解度等。对 GB 29518-2013 附录 E 检测方法的实验器材选用、样品处理、滤膜处理、抽滤压力等实验参数进行具体规定,实验结果表明,使用优化后的方法测定不溶物含量的重复性更好。因此,为使尿素水溶液不溶物含量检测方法具备可重复性、检测结果满足标准的重复性要求,在应用 GB 29518-2013 附录 E 时,应先细化标准,将标准方法中相关参数进行明确规定。

## 参考文献

- [1] 郑金凤,滕江波,连露,等.快检技术在车用尿素水溶液质量监管中的应用及发展前景[J].中国标准化,2021(4):130-134.
- [2] 中国国家标准化管理委员会.GB 29518-2013 柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液(AUS 32)[S].北京:中国标准出版社,2013.
- [3] 王攀,李红明,陈鹏姣,等.车用尿素溶液杂质问题研究总结[J].山东化工,2020,49(17):128-129.