

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—202X

全钒液流电池用电解液化学分析方法  
第2部分：硫酸根含量的测定  
重量法

Methods for chemical analysis of electrolyte for vanadium redox  
flow battery—

Part 2: Determination of sulfate content—  
Gravimetric method

(送审稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX《全钒液流电池用电解液化学分析方法》的第2部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：钒含量的测定 电位滴定法；

——第2部分：硫酸根含量的测定 重量法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：大连融科储能集团股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、中国科学院大连化学物理研究所、西安汉唐分析检测有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、昆明冶金研究院有限公司、上海微谱检测科技集团股份有限公司、大连融科储能技术发展有限公司、攀钢集团钒钛资源股份有限公司、四川钒融储能科技有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司。

本文件主要起草人：曾繁武、王隆菲、李展鹏、李先锋、崔静怡、何伟霞、孙佳伟、熊小斌、栾剑乔、杨伟、韦春伟、王良、穆小玲、杜玮霖、屈伟。

## 引 言

全钒氧化还原液流电池作为一种新型的大规模高效电化学储能技术，具有可快速充放电，充放电效率高、循环寿命长、自放电小、环境友好、结构简单、电池设计灵活、使用安全等优点。钒电解液作为全钒液流电池核心组成之一，被称为电池的血液。然而，目前与钒电解液产品标准GB/T 37204-2018《全钒液流电池用电解液》相配套的化学分析方法标准仍缺乏。因此，亟需建立一套针对全钒液流电池用电解液化学成分的分析方法标准，完善全钒液流电池用电解液的标准体系，以满足材料生产、应用和检测的迫切需求。

YS/T XXXX《全钒液流电池用电解液化学分析方法》由两个部分构成。

——第1部分：钒含量的测定 电位滴定法；

——第2部分：硫酸根含量的测定 重量法。

本文件填补了国内外在全钒液流电池用电解液中硫酸根含量检测方法标准空白，为实现电解液中的硫酸根含量的控制提供了基础，对于提升电解液质量控制水平具有重要的指导意义。

# 全钒液流电池用电解液化学分析方法

## 第2部分：硫酸根含量的测定

### 重量法

#### 1 范围

本文件规定了全钒液流电池用电解液中硫酸根含量的测定方法。

本文件适用于全钒液流电池用电解液中硫酸根含量的测定。硫酸根含量测定范围：2.00 mol/L～5.00 mol/L。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试料置于热水中，调节溶液pH值为3.0～4.0，加入氯化钡溶液使硫酸根离子以硫酸钡形式沉淀，使用定量滤纸抽滤，将过滤后的沉淀连同纸浆置于瓷坩锅中，在810℃下灼烧30 min，称重，根据硫酸钡的质量计算硫酸根的含量。

#### 5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 盐酸（ $\rho=1.18$  g/mL）。

5.3 氢氧化钠溶液（500 g/L）。

5.4 氯化钡溶液（100 g/L）。

5.5 硝酸银溶液（10 g/L）。

5.6 纸浆，将滤纸剪裁成碎纸片置于烧杯中，加水煮至浆糊状态，取下冷却，使用时取纸浆部分。

#### 6 仪器设备

6.1 布氏漏斗。

6.2 抽滤机。

6.3 高温炉，工作温度不小于900℃，控温精度 $\pm 5$ ℃。

#### 7 样品

试料为液体，取样后可直接检测。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

移取 10.00 mL 样品。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 移取 10.00 mL 上述溶液（8.4.1）于预先装有 300 mL 热水（约 80 ℃）的 500 mL 烧杯中，用氢氧化钠溶液（5.3）或盐酸（5.2）调节 pH 值为 3.0~4.0。加热煮沸，取下。不断搅拌下缓慢加入 25 mL 氯化钡溶液（5.4）。加入 5 mL~6 mL 纸浆（5.6），加热至沸，取下静置 30 min。

8.4.3 用中速定量滤纸进行抽滤，用热水洗涤至无氯离子（用硝酸银溶液（5.5）检验）。

8.4.4 将沉淀连同纸浆置于已恒重称量的瓷坩埚中，于 810 ℃±5 ℃灼烧 30 min，取出放于干燥器中，冷却至室温称重，重复灼烧至恒重。

## 9 试验数据处理

硫酸根含量以  $c_{SO_4^{2-}}$  摩尔浓度计，数值以 mol/L 表示，按公式（1）计算硫酸根的含量：

$$C_{SO_4^{2-}} = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^5}{M \cdot V \cdot V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_2$  —— 灼烧后样品和瓷坩埚重量，单位为克（g）；

$m_1$  —— 灼烧前瓷坩埚重量，单位为克（g）；

$M$  —— 硫酸钡的摩尔质量 233.39，单位为克每摩尔（g/mol）；

$V$  —— 试料体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$  —— 分取试液体积，单位为毫升（mL）；

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 10 精密度

### 10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表1给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ $r$ ），超过重复性限（ $r$ ）的情况不超过5%，重复性限（ $r$ ）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验数据统计结果见附录A。

表 1 重复性限

$c_{SO_4^{2-}}$ (mol/L)	3.08	3.52	4.05	4.49
$r$ (mol/L)	0.04	0.04	0.05	0.05

## 10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ $R$ ），超过再现性限（ $R$ ）的情况不超过5%，再现性限（ $R$ ）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验数据统计结果见附录A。

表 2 再现性限

$C_{\text{测}} / (\text{mol/L})$	3.08	3.52	4.05	4.49
$R / (\text{mol/L})$	0.11	0.11	0.07	0.10

## 11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A  
(资料性)  
精密度试验数据统计

精密度数据是由7家实验室对硫酸根含量的4个不同水平样品进行共同试验确定的,每个实验室对每个水平的硫酸根含量在重复性条件下独立测定11次。数据统计结果表A.1。

表 A.1 精密度试验数据统计结果

元素	水平	可接受实验室个数	可接受数据个数	平均值 mol/L	重复性标准差 ( $S_r$ ) mol/LS	重复性限 ( $r$ ) mol/L	再现性标准差 ( $S_R$ ) mol/L	再现性限 ( $R$ ) mol/L
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1#	7	77	3.08	0.012	0.04	0.039	0.11
	2#	7	77	3.52	0.012	0.04	0.037	0.11
	3#	7	77	4.05	0.015	0.05	0.023	0.07
	4#	7	77	4.49	0.017	0.05	0.034	0.10