

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.2—202X

全钒液流电池用电解液化学分析方法
第4部分：氨含量的测定
纳氏试剂分光光度法

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

Part 4: Determination of ammonia content—
Nessler's reagent spectrophotometry

(讨论稿)

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。
- 第3部分：磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法；
- 第4部分：氮含量的测定 纳氏试剂分光光度法。

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：

本文件主要起草人：

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》拟由七个部分构成。

- 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；
- 第3部分：磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法；
- 第4部分：氨含量的测定 纳氏试剂分光光度法；
- 第5部分：亚硫酸根含量的测定 碘氧化分光光度法；
- 第6部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第7部分：痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件填补了国内外在全钒液流电池用电解液中氨含量检测方法标准空白，为实现电解液中的氨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4部分：氨含量的测定

纳氏试剂分光光度法

1 范围

本文件描述了纳氏试剂分光光度法测定全钒液流电池用电解液中氨含量的方法。
本文件适用于全钒液流电池用电解液中氨含量的测定。测定范围：5.0 mg/～50.0 mg/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

试料在氢氧化钠溶液介质下进行蒸馏，生成的氨气随同水蒸气被蒸馏分离出来，该蒸汽经冷凝后形成氨水，用硫酸进行吸收，吸收液中的氨与纳氏试剂反应生成淡红棕色络合物，于分光光度计420 nm处，测量其吸光度。

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 硫酸（ $\rho=1.84$ g/mL），优级纯。
- 5.3 硫酸（0.005 mol/L）：将0.6 mL硫酸缓慢注入2000 mL水中，混匀。
- 5.4 氢氧化钠溶液（500 g/L）：称取500 g氢氧化钠溶于水，以水稀释至1000 mL。
- 5.5 纳氏试剂：称取160 g氢氧化钠，溶于500 mL水中，冷却至室温。称取70 g碘化钾和100 g碘化汞，溶于200 mL水中，在不断搅拌下将此溶液缓慢加入到上述500 mL氢氧化钠溶液中，以水稀释至1000 mL，于暗处静置24 h，倾出上清液，贮于聚乙烯瓶内，用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧，存放暗处，有效期半年。
- 5.6 石英砂。
- 5.7 氨氮元素标准溶液（1000 μ g/mL），有证标准溶液。
- 5.8 氨氮标准溶液（10.00 μ g/mL）：移取5.00 mL氨氮元素标准溶液（5.6）于500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液氨的浓度为10.00 μ g/mL。

6 仪器设备

- 6.1 分光光度计。
- 6.2 全自动蒸馏仪，蒸馏装置示意图如图1所示。

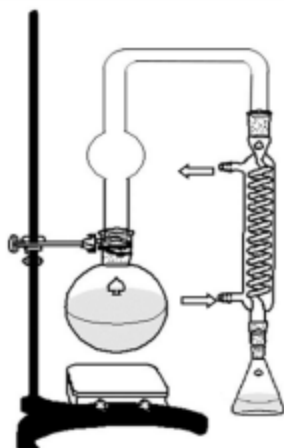


图1 蒸馏装置示意图

7 样品

试料为液态，取样后可直接检测。

8 试验步骤

8.1 试料

移取 2.00 mL 样品（7）。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

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 500 mL 圆底烧瓶中，用少量水冲洗瓶壁，加入 1 小勺石英砂（5.6），用少量水冲洗瓶壁，补加 100 mL 水，再加入 10 mL 氢氧化钠溶液（5.4）。

8.4.2 向 50 mL 血清瓶内加入 10 mL 硫酸（5.3），放置在称重托盘上，将出液管插入血清瓶内。

8.4.3 打开全自动蒸馏仪，连接好圆底烧瓶与蛇形冷凝管，设定蒸馏量为 35 mL，蒸馏功率为 500 W，开始加热蒸馏，蒸馏完成后取下血清瓶。

8.4.4 向血清瓶中加入 1 mL 纳氏试剂（5.5），以水稀释至刻度，混匀。

8.4.5 室温下放置 10 min，将部分显色溶液移入 3 cm 比色皿中，于分光光度计 420 nm 处以水为参比，测量其吸光度。

8.5 校准曲线的绘制

8.5.1 向一组 50 mL 容量瓶中加入 10 mL 硫酸（5.3），补水至 35 mL，移取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 氨氮标准溶液（5.8），加入 1 mL 纳氏试剂（5.5），以水稀至刻度，混匀。

8.6.2 室温下放置 10 min，将部分显色溶液移入 3 cm 比色皿中，以零浓度校准溶液为参比，于分光光度计 420 nm 处测量各校准溶液的吸光度，以氨含量（ug）为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

9 试验数据处理

氨含量以 ρ_{NH_3} 质量浓度计，数值以 mg/L 表示，按公式（1）计算氨的含量：

$$\rho_{\text{NH}_3} = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——自校准曲线上查得氨的质量，单位为微克（ μg ）；

V ——试样体积，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

单位为毫克每升

ρ_{NH_3}				
r				

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

单位为毫克每升

ρ_{NH_3}				
R				

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 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 x 家实验室对氨含量的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氨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 mg/L	重复性标准差 (S_r) mg/L	重复性限 (r) mg/L	再现性标准差 (S_R) mg/L	再现性限 (R) mg/L