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 1810.5—202X

全钒液流电池用电解液化学分析方法 第5部分：亚硫酸根含量的测定 碘氧化分光光度法

Chemical analysis method of electrolyte for vanadium flow battery—Part 5: Determination of sulfite content—Iodine oxidation Spectrophotometry

（预审稿）

202×-××-××发布　　202×-××-××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》给出的规则起草。

本文件是YS/T 1810《全钒液流电池用电解液化学分析方法》的第5部分。YS/T 1810已经发布了以下部分：

——第1部分:钒含量的测定　高锰酸钾电位滴定法；

——第2部分:硫酸根含量的测定　硫酸钡重量法；

——第3部分:磷含量的测定　铋磷钼蓝分光光度法；

——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:杂质含量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件的发布机构提请注意，声明符合本文件时，可能涉及到第4条、第5条、第8条、第9条与《紫外可见分光光度法测定钒储能介质中二氧化硫含量方法》相关专利的使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺，他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下，就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得：

专利持有人姓名：大连融科储能集团股份有限公司。

地址：辽宁省大连市花园口经济区迎春街20号。

请注意除上述专利外,本文件的某些内容仍可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识专利的责任。

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、XXXX。

本文件主要起草人：XXX。

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 1810《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　高锰酸钾电位滴定法；

——第2部分：硫酸根含量的测定　硫酸钡重量法；

——第3部分：磷含量的测定　铋磷钼蓝分光光度法；

——第4部分：氯含量的测定　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亚硫酸根含量检测方法标准空白，为实现电解液中的亚硫酸根含量的控制提供了基础，对于提高电解液质量控制能力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5部分：亚硫酸根含量的测定 碘氧化分光光度法

1 范围

本文件规定了全钒液流电池用电解液中亚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亚硫酸根含量的测定。亚硫酸根含量（以二氧化硫计）测定范围：0.4 mg/L ～ 3.5 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

试料在酸性条件下进行蒸馏，生成的二氧化硫气体随同载气被蒸馏分离出来，用乙酸铅溶液吸收，采用碘氧化亚硫酸根至硫酸根并生成具有紫外特征光谱的碘三离子，于分光光度计波长287 nm处测定其吸光度。

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 盐酸（ρ=1.179 g/mL）。

5.3 乙酸铅溶液（2.0 g/L）。

5.4 碘饱和溶液：称取3.0 g碘固体溶解于装有30 mL无水乙醇的烧杯中，用玻璃棒搅拌使碘充分溶解，然后将碘的乙醇溶液倒入装有3 L水的棕色试剂瓶中，超声溶解5 min，放置24 h后，使用定性滤纸过滤，得到澄清透明的碘饱和溶液，储存于棕色试剂瓶中，有效期一个月。

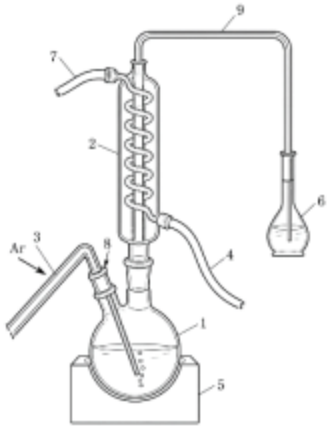
5.5 亚硫酸钠标准溶液（1.0 g/L）：称取0.10 g无水亚硫酸钠（精确至0.0001 g）溶解于水中，超声溶解5 min，转移至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.6 载气：氩气，体积分数不小于99.9%。

6 仪器

6.1 分光光度计。

6.2 蒸馏仪。蒸馏装置示意图见图1。



标引序号说明：

1——两口烧瓶；
2——蛇形冷凝管；
3——氩气入口；
4——冷却水入口；
5——加热装置；
6——吸收瓶；
7——冷却水出口；
8——加液口；
9——出液管；

图1 蒸馏装置示意图

7 样品

样品为液态，取样后可直接检测。

8 试验步骤

8.1 试料

移取 50.0 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两口烧瓶中，加入70 mL水，连接氩气管路，确保连接处密闭。

8.4.2 移取10 mL乙酸铅溶液（5.3）于100 mL棕色容量瓶中，将容量瓶放置在托盘上，将出液管插入到液面以下。

8.4.3 打开氩气开关，将氩气流速调至 200 mL/min，鼓泡 10 min后，设定蒸馏功率为 250 W，蒸馏时间为 25 min，开始蒸馏。

8.4.4 蒸馏结束后，向容量瓶中加入20.00 mL碘饱和溶液（5.4），反应3 min后再加入0.2 mL盐酸（5.2），以水稀释至刻度，混匀。

8.4.5 室温下放置5 min，将适量溶液（8.4.4）移入1 cm石英比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长287 nm处测定其吸光度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL亚硫酸钠标准溶液（5.5）置于一组预先装有10 mL乙酸铅溶液（5.3）的100 mL棕色容量瓶中。加入20.00 mL碘饱和溶液（5.4），反应3 min后再加入0.2 mL盐酸（5.2），以水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 室温下放置5 min，将适量系列标准溶液（8.5.1）分别移入1 cm石英比色皿中，以“零浓度”标准溶液为参比，于分光光度计波长287 nm处测定其吸光度。以亚硫酸钠标准溶液换算成二氧化硫的质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

亚硫酸根含量（以二氧化硫计）以其质量浓度（ρ）计，数值以mg/L表示，按公式（1）计算：

$$\rho = \frac{(m-m_1)\times 1000}{V} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中：

m——自工作曲线上查得分析试液中亚硫酸根（以二氧化硫计）的质量，单位为毫克（mg）；

m_1——自工作曲线上查得空白试液中亚硫酸根（以二氧化硫计）的质量，单位为毫克（mg）；

V——试料体积，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。

表1 重复性限

单位为毫克每升

ρ			
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。

表2 再现性限

单位为毫克每升

ρ			
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。