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 1810.6—202X

全钒液流电池用电解液化学分析方法 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

Chemical analysis methods of electrolyte for vanadium flow battery—Part 6: Determination of impurity element content—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（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6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:杂质元素含量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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、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。

本文件提出全钒液流电池用电解液杂质元素含量检测方法标准，为实现GB/T 37204-2018《全钒液流电池用电解液》中对杂质元素含量控制要求奠定了基础，对全钒液流电池用电解液的生产过程控制及产品质量保证具有重要意义。

全钒液流电池用电解液化学分析方法 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

1 范围

本文件规定了全钒液流电池用电解液中杂质元素含量的测定方法。

本文件适用于全钒液流电池用电解液中杂质元素含量的测定。钾、钠、铁的测定范围为2.5 mg/L～200.0 mg/L，铝、钙、镁、镍的测定范围为2.5 mg/L～100.0 mg/L，铅的测定范围为2.5 mg/L～30.0 mg/L，其他元素的测定范围为0.5 mg/L～30.0 mg/L，测定元素见表1。

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

试料经过硝酸稀释后，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定试液中钾、钠、铁、铝、钙、镁、镍、钼、铬、锰、铜、钴、锌、硅、钛、铅等杂质元素光谱强度，按标准曲线法计算各元素含量，以质量浓度表示测定结果。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 氨水，工艺超纯。

5.3 硝酸（ρ=1.42 g/L）。

5.4 硝酸（1+4）。

5.5 钾、钠、铁、铝、钙、镁、镍、钼、铬、锰、铜、钴、锌、钛、铅单元素标准贮存溶液：1000 ug/mL。可采用国家或行业标准认可方法进行配制或使用有证溶液标准物质。

5.6 硅标准贮存溶液：1000 μg/mL。可采用国家或行业标准认可方法进行配制或使用有证溶液标准物质。

5.7 混合标准溶液A：移取1.00 mL钾、钠、铁、铝标准贮存溶液（5.5）至50 mL容量瓶中，以硝酸（5.4）稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含钾、钠、铁、铝各20 μg。

5.8 混合标准溶液B：移取1.00 mL钙、镁、镍标准贮存溶液（5.5）至50 mL容量瓶中，以硝酸（5.4）稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含钙、镁、镍各20 μg。

5.9 混合标准溶液C：移取1.00 mL钼、铬、锰、铜、钴、锌、钛、铅标准贮存溶液（5.5）至50 mL容量瓶中，以硝酸（5.4）稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含钼、铬、锰、铜、钴、锌、钛、铅各20 μg。
5.10 硅标准溶液：移取1.00 mL硅标准贮存溶液（5.7）至50 mL容量瓶中，以硝酸（5.4）稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含硅20 μg。
5.11 高纯五氧化二钒，ω_{V}≥99.95%，ω_{X}≤0.005%，X代表待测元素。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
6.2 各元素推荐的分析谱线见表1。

表 1 各元素分析谱线

元素	波长 nm	元素	波长 nm
钾	766.490	铬	206.157
钠	589.592	锰	257.610
铁	239.562	铜	324.754
铝	396.152	钴	230.786
钙	396.847	锌	202.548
镁	279.553	硅	251.611
镍	231.604	钛	334.941
钼	202.030	铅	182.205

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 分析试液的制备

将试料（8.1）置于50 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀。

8.5 系列标准溶液的制备

称取 0.60 g 高纯五氧化二钒（5.9）于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 1 mL 氨水（5.2），补水至约 20 mL,加热至完全溶解，再加入 10 mL 硝酸（5.4），加热回溶，取下冷却，将溶液转移至一组 100 mL 容量瓶中，按表 2 移取相应的标准溶液于容量瓶中，补加 10 mL 硝酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀，各元素质量浓度见表 3。

表 2 标准溶液移取体积

标液编号	移取体积 mL	混合标准溶液	标液编号	移取体积 mL	硅标准溶液
STD0	0	–	STD0	0	–
STD1	0.10	(5.9)	STD1	0.10	(5.10)
STD2	0.50	(5.7)、(5.8)、(5.9)	STD2	0.50	(5.10)
STD3	2.50	(5.7)、(5.8)、(5.9)	STD3	2.50	(5.10)
STD4	6.00	(5.7)、(5.8)、(5.9)	STD4	6.00	(5.10)
STD5	5.00	(5.7)、(5.8)	–	–	–
STD6	10.00	(5.7)	–	–	–

表 3 标准系列溶液元素浓度　　单位为毫克每升

系列	元素	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ⅰ	K	0	–	0.1	0.5	1.2	5	10
	Na	0	–	0.1	0.5	1.2	5	10
	Fe	0	–	0.1	0.5	1.2	5	10
	Al	0	–	0.1	0.5	1.2	5	10
	Ca	0	–	0.1	0.5	1.2	5	–
	Mg	0	–	0.1	0.5	1.2	5	–
	Ni	0	–	0.1	0.5	1.2	5	–
	Mo	0	0.02	0.1	0.5	1.2	–	–
	Cr	0	0.02	0.1	0.5	1.2	–	–
	Mn	0	0.02	0.1	0.5	1.2	–	–
	Cu	0	0.02	0.1	0.5	1.2	–	–
	Co	0	0.02	0.1	0.5	1.2	–	–
	Zn	0	0.02	0.1	0.5	1.2	–	–
	Ti	0	0.02	0.1	0.5	1.2	–	–
	Pb	0	–	0.1	0.5	1.2	–	–
Ⅱ	Si	0	0.02	0.1	0.5	1.2	–	–

8.6 测定

8.6.1 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在仪器运行稳定后。在选定的仪器工作条件下，按表1推荐分析谱线波长，测定系列标准溶液（8.5），以系列标准溶液（8.5）中各元素的质量浓度为横坐标，强度值为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于0.999。

8.6.2 依次测定空白试液（8.3）及分析试液（8.4）。仪器依据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液及分析试液中各元素的质量浓度。

9 试验数据处理

杂质元素含量以质量浓度 ρ_i 计，数值以 mg/L 表示，按公式（1）计算：

$$\rho_i = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V_1}{V} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ_i——自工作曲线上查得分析试液中元素 i 的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_{i0}——自工作曲线上查得空白试液中元素 i 的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V_i——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V——试料体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后一位。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4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4数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 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5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5数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5 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。