

ICS 27.070

K 82

备案号: 41508-2013

NB

中华人民共和国能源行业标准

NB / T 42006 — 2013

全钒液流电池用电解液 测试方法

Electrolyte for vanadium flow battery-test method

2013-06-08 发布

2013-10-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 通用要求	2
5 抽样要求	3
6 测试方法	3
附录 A (资料性附录) 钒含量测试	14
附录 B (资料性附录) 钒含量测定	17

前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国电器工业协会提出。

本标准由能源行业液流电池标准化技术委员会（NEA/TC23）归口。

本标准主要起草单位：中国科学院大连化学物理研究所、大连融科储能技术发展有限公司、中国电器工业协会、清华大学、承德万利通实业集团有限公司。

本标准参加起草单位：北京普能世纪科技有限公司、中国科学院金属研究所、中国电力科学研究院、国网电力科学研究院。

本标准主要起草人：王晓丽、张华民、卢琛钰、王良、王保国、张玉贤、田超贺。

本标准参加起草人：李颖、严川伟、陈晨、孙晨曦、陈仁钊、来小康、李爱魁等。

全钒液流电池用电解液 测试方法

1 范围

本标准规定了全钒液流电池用电解液的术语和定义、通用要求、抽样要求和测试方法。包括钒含量、硫酸根含量、硅含量、铁含量、氮含量、其他元素（K、Na、Al）含量、电导率、密度和黏度的测定方法。

本标准适用于以硫酸作为溶剂的全钒液流电池用电解液。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 601—2002	化学试剂	标准滴定溶液的制备
GB/T 602—2002	化学试剂	杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 603—2002	化学试剂	试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 622—2006	化学试剂	盐酸
GB/T 625—2007	化学试剂	硫酸
GB/T 626—2006	化学试剂	硝酸
GB/T 629—1997	化学试剂	氢氧化钠
GB/T 633—1994	化学试剂	亚硝酸钠
GB/T 639—2008	化学试剂	无水碳酸钠
GB/T 643—2008	化学试剂	高锰酸钾
GB/T 652—2003	化学试剂	氯化钡
GB/T 657—2011	化学试剂	四水合钼酸铵（钼酸铵）
GB/T 658—2006	化学试剂	氯化铵
GB/T 661—2011	化学试剂	六水合硫酸铁（II）铵（硫酸亚铁铵）
GB/T 676—2007	化学试剂	乙酸（冰醋酸）
GB/T 679—2002	化学试剂	乙醇（95%）
GB/T 694—1995	化学试剂	无水乙酸钠
GB/T 696—2008	化学试剂	脲（尿素）
GB 1259—2007	工作基准试剂	重铬酸钾
GB/T 1282—1996	化学试剂	磷酸
GB/T 1289—1994	化学试剂	草酸钠
GB/T 1396—1993	化学试剂	硫酸铵
GB/T 6680—2003	液体化工产品	采用通则
GB/T 6682—2008	分析实验室用水	规格和试验方法（ISO 3696: 1987, MOD）
GB/T 6685—2007	化学试剂	氯化羟胺（盐酸羟胺）
GB/T 7729—1987	冶金产品化学分析	分光光度法通则
GB/T 9725—2007	化学试剂	电位滴定法通则
GB/T 9854—2008	化学试剂	二水合草酸（草酸）

- GB/T 10247—2008 粘度测量方法
GB/T 15347—1994 化学试剂 抗坏血酸
HG/T 4018—2008 化学试剂 1, 10-菲咯啉 [合订本 HG/T 4010~4021—2008]
JB/T 8278—1999 电导率仪的试验溶液 氯化钠溶液制备方法
SH/T 0173—1992 玻璃毛细管粘度计技术条件
SL 78—1994 电导率的测定 (电导仪法)
JJG 155—1991 工作毛细管粘度计检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

全钒液流电池 vanadium flow battery, VFB

又称全钒液流电池系统,通过正负极电解液中不同价态钒离子的电化学反应来实现电能和化学能互相转化的储能装置。

注:全钒液流电池主要由功率单元(电堆或电池模块)、储能单元(电解液及储罐)、电解液输送单元(管路、阀门、泵、换热器等)和电池管理系统等部分构成。

3.2

电解液 electrolyte

具有离子导电性的含不同价态钒离子的溶液。

3.3

3.5 价电解液 electrolyte (3.5 valence)

当电解液中三价钒离子和四价钒离子摩尔浓度的比例为 1:1 时,其价态被定义为 3.5 价,该电解液称作 3.5 价电解液。

3.4

正极电解液 positive electrolyte

电池工作时的电解液,因钒离子价态发生变化,其组分不同于 3.5 价电解液。正极电解液为电池正极储罐中溶液,只含有四价和五价钒离子。

3.5

负极电解液 negative electrolyte

电池工作时的电解液,因钒离子价态发生变化,其组分不同于 3.5 价电解液。负极电解液为电池负极储罐中溶液,只含有二价和三价钒离子。

3.6

析出 precipitation

电解液中的活性物质发生聚积或沉淀,从溶液中分离出来的现象。

3.7

活性物质 active material

电池充放电过程中,发生氧化还原反应时接受电能和释放电能的物质。

注:全钒液流电池电解液的活性物质为不同价态的钒离子。

4 通用要求

在进行电解液测试时,应遵循以下通用要求:

- a) 除另有规定外,本标准所用试剂的纯度应在分析纯以上,所用制剂及制品,应按 GB/T 603—2002 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的规格。

- b) 本标准制备的标准滴定溶液的浓度，均指室温时的浓度。标准滴定溶液标定、直接制备和使用
时所用分析天平、砝码、滴定管、容量瓶、吸管等均须定期校正。
- c) 在标定和使用标准滴定溶液时，滴定速度一般应保持在 1mL/min~3mL/min。
- d) 除另有规定外，标准滴定溶液在常温（15℃~25℃）下保存时间不超过两个月，当溶液出现浑
浊、沉淀、颜色变化等现象时，应重新制备。
- e) 本标准中所用溶液以百分号（%）表示的均为质量分数，只有乙醇（95%）中的百分号（%）
为体积分数。
- f) 本标准中用比色皿进行测试时，保证待测液体位于比色皿的 1/3~2/3 之间。

5 抽样要求

对电解液进行抽样测试时，应按以下要求进行：

- a) 产品出厂前，以一个批次生产得到的物料为一批进行抽样。
- b) 每批次产品根据产品质量的均匀性程度决定抽样数目。
- c) 按照 GB/T 6680—2003 中 7.1.1.2 和 7.1.1.3 的要求进行采样。

6 测试方法

6.1 外观检验

在光线明亮的室内目测样品的颜色，其颜色应为墨绿色，且内部无沉淀。

注：本条特指 3.5 价电解液。

6.2 钒含量测定

6.2.1 原理

以硫磷酸缓冲溶液为介质，用高锰酸钾标准溶液进行滴定，直至出现电位突跃，依据电位突跃得到
对应的电解液体积，计算出相应钒离子浓度。

6.2.2 试剂和溶液

试验中使用的试剂应满足如下要求：

- a) 高锰酸钾应满足 GB/T 643—2008 的要求。
- b) 硫酸应满足 GB/T 625—2007 的要求。
- c) 磷酸应满足 GB/T 1282—1996 的要求。
- d) 草酸钠应满足 GB/T 1289—1994 的要求。

6.2.2.1 溶液的配制

试验中使用的溶液按如下方式进行配制：

- a) 硫磷酸缓冲溶液。体积分数比例为硫酸（50%）：磷酸（50%）：水 = 1:1:1。
- b) 硫酸溶液（10%）。量取 57mL 含量为 98% 的浓硫酸于盛水烧杯中，稀释至 1L。
- c) 高锰酸钾。 $c_{\text{KMnO}_4} = 0.015\text{mol/L}$ 标准溶液：称取 2.370 0g 高锰酸钾，溶于 1L 水中，缓缓煮沸
10min~15min，于阴暗处放置一周，用 4 号玻璃滤锅过滤，保存于棕色瓶中。

6.2.2.2 高锰酸钾溶液浓度的标定

高锰酸钾溶液浓度的标定步骤如下：

- a) 准确称取 1.000 0g 预先在 105℃~110℃ 干燥 2h 并在干燥器中冷却至室温的基准草酸钠。
- b) 将称取的基准草酸钠溶解于 100mL 硫酸溶液（10%）中，混匀。
- c) 在 65℃~70℃ 下用 6.2.2.1 中配置的标准高锰酸钾溶液进行滴定，直至溶液呈粉红色，并保持
30s 不变色，记录此时消耗的高锰酸钾溶液的体积 V_1 。
- d) 空白试验，在 65℃~70℃ 下用 6.2.2.1 中配置的标准高锰酸钾溶液滴定 100mL 硫酸溶液（10%），
直至溶液呈粉红色，并保持 30s 不变色，记录此时消耗的高锰酸钾溶液的体积 V_2 。

6.2.2.3 结果计算

被标定高锰酸钾溶液的浓度按式(1)计算:

$$c_{\text{KMnO}_4} = 1000 \times \frac{m}{M(V_1 - V_2)} \quad (1)$$

式中:

c_{KMnO_4} ——被标定的高锰酸钾标准溶液的浓度, mol/L;

m ——草酸钠质量(精确至 0.000 1g), g;

M ——草酸钠的摩尔质量值, g/mol;

V_1 ——标定溶液消耗高锰酸钾的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗高锰酸钾的体积, mL。

6.2.3 试验仪器

试验使用的仪器及精度应满足如下要求:

- 电位滴定仪: 电位精度为 0.1mV。
- 分析天平: 精度为 0.000 1g。
- 其他实验室常用仪器。

6.2.4 测定步骤

6.2.4.1 3.5 价电解液测定

3.5 价电解液的浓度按如下步骤进行测试:

- 准确移取 0.2mL 待测液于已放 40mL 硫磷酸缓冲溶液的烧杯中。
- 在 70℃ 恒温水浴中, 电位滴定至先后出现两个突跃终点, 按突跃出现的时间先后顺序, 对应消耗高锰酸钾的体积为 V_3 和 V_4 。
- 根据突跃终点消耗高锰酸钾的体积, 计算出相应的钒浓度。

6.2.4.2 负极电解液测定

负极电解液浓度的测定如下:

- 准确移取 0.2mL 待测液于已放 40mL 硫磷酸缓冲溶液的烧杯中。
- 70℃ 恒温水浴, 在氩气保护下, 电位滴定至先后出现三个突跃终点, 按突跃出现的时间先后顺序, 对应消耗高锰酸钾的体积为 V_5 、 V_6 和 V_7 。
- 根据突跃终点消耗高锰酸钾的体积, 计算出相应的钒浓度。

6.2.4.3 正极电解液测定

正极电解液浓度的测定如下:

- 准确移取 0.2mL 待测液于已放 40mL 硫磷酸缓冲溶液的烧杯中。
- 在 70℃ 恒温水浴中, 电位滴定至出现突跃终点, 对应体积为 V_8 , 迅速加入硫酸亚铁铵至电位降到 400mV 左右。
- 继续用高锰酸钾标准溶液滴定至先后出现两个突跃终点, 按突跃出现的时间先后顺序, 对应消耗高锰酸钾的体积为 V_9 和 V_{10} 。
- 根据突跃终点消耗高锰酸钾的体积, 即可计算出相应的钒浓度。

6.2.5 结果计算

6.2.5.1 3 价和 4 价钒离子浓度的计算

3 价和 4 价钒离子浓度按式(2)和式(3)计算:

$$c_{\text{V(III)}} = 5 \times \frac{c_{\text{KMnO}_4} V_3}{V} \quad (2)$$

$$c_{\text{V(IV)}} = \frac{5c_{\text{KMnO}_4} (V_4 - 2V_3)}{V} \quad (3)$$

式中:

- $c_{V(III)}$ —— 溶液中三价钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{V(IV)}$ —— 溶液中四价钒离子的浓度, mol/L;
 c_{KMnO_4} —— 高锰酸钾标准溶液的浓度, mol/L;
 V_3 、 V_4 —— 滴定时消耗的高锰酸钾标准溶液的体积, mL;
 V —— 待测溶液的体积, mL。

6.2.5.2 负极电解液钒离子浓度的计算

负极电解液钒离子浓度按式 (4) 和式 (5) 计算:

$$c_{V(III)} = \frac{5c_{KMnO_4}V_5}{V} \quad (4)$$

$$c_{V(III)} = \frac{5c_{KMnO_4}(V_7 - 3V_5)}{2V} \quad (5)$$

式中:

- $c_{V(II)}$ —— 溶液中二价钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{V(III)}$ —— 溶液中三价钒离子的浓度, mol/L;
 c_{KMnO_4} —— 高锰酸钾标准溶液的浓度, mol/L;
 V_5 、 V_7 —— 滴定终点时消耗的高锰酸钾标准溶液的体积, mL;
 V —— 待测样的体积, mL。

6.2.5.3 正极电解液钒离子浓度的计算

正极电解液钒离子浓度按式 (6) 和式 (7) 计算:

$$c_{V(IV)} = \frac{5c_{KMnO_4}V_8}{V} \quad (6)$$

$$c_{V(V)} = \frac{5c_{KMnO_4}(V_{10} - V_9 - V_8)}{V} \quad (7)$$

式中:

- $c_{V(IV)}$ —— 溶液中四价钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{V(V)}$ —— 溶液中五价钒离子的浓度, mol/L;
 c_{KMnO_4} —— 高锰酸钾标准溶液的浓度, mol/L;
 V_8 、 V_9 、 V_{10} —— 滴定终点时消耗的高锰酸钾标准溶液的体积, mL;
 V —— 待测样的体积, mL。

6.2.6 其他方法

如果测试条件达不到上述试验方法的要求, 也可以采用附录 A 和附录 B 中的方法测定电解液中钒离子的浓度。

6.3 硫酸根含量测定

6.3.1 原理

在电解液中, 硫酸盐与加入的氯化钡反应形成硫酸钡沉淀, 用稀盐酸洗涤沉淀物至钒离子的残留量为 0.1% 以下, 再用去离子水洗涤至无氯离子 (用硝酸银法检测), 烘干, 灼烧沉淀至恒重, 称量硫酸钡的质量, 根据硫酸钡质量计算出硫酸根含量。

6.3.2 试剂和溶液

试验中使用的试剂和溶液应满足如下要求:

- a) 盐酸应满足 GB/T 622—2006 的要求, $c_{HCl} = 1 \text{ mol/L}$ 。

将 20mL 密度为 1.20g/mL 的分析纯盐酸 (36.5%) 溶于约 200mL 水中, 稀释至 250mL。

- b) 氯化钡应满足 GB/T 652—2003 的要求, $c_{\text{BaCl}_2} = 1\text{mol/L}$ 。

将 24.427 0g 氯化钡溶于约 80mL 水中, 稀释至 100mL。储存在玻璃或聚乙烯瓶中。

6.3.3 试验仪器

试验使用的仪器及要求如下:

- a) 管式炉: 1200℃。
- b) 烘箱。
- c) 分析天平: 精度为 0.000 1g。
- d) 离心机。
- e) 其他实验室常用仪器。

6.3.4 测定步骤

按下列步骤进行硫酸根含量的测试:

- a) 用移液管准确移取待测液 1mL 注入到离心管中, 并加入氯化钡溶液 (稍至过量) 使沉淀完全。
- b) 以 9000r/min 的转速离心至少 12min。
- c) 离心结束后, 倒出上清液, 加入适量 1mol/L 盐酸, 超声清洗至离心管中的沉淀完全分散。
- d) 重复 b)、c) 步骤 3 次。
- e) 按照 b) 步骤进行最后一次离心操作。
- f) 离心结束后, 倒出上清液, 在 120℃ 下烘干 1h~2h。
- g) 烘干冷却至室温后, 将沉淀转移至研钵中研磨至粉末状, 再转移至瓷舟中。
- h) 将瓷舟移入温度为 800℃ 管式炉中灼烧至恒重, 取出后放入干燥器内冷却至室温, 称重 m_1 , 倒掉样品, 称量瓷舟重量 m_2 。

6.3.5 结果计算

硫酸根浓度按式 (8) 计算:

$$c = \frac{(m_1 - m_2) \times 1000}{VM} \quad (8)$$

式中:

- c —— 硫酸根的浓度, mol/L;
 m_1 —— 瓷舟和样品的总质量, g;
 m_2 —— 瓷舟的质量, g;
 V —— 待测液的体积, mL;
 M —— 硫酸钡的摩尔质量值, g/mol。

6.4 硅含量测定

6.4.1 原理

在 pH 值为 1~3 的溶液中加入钼酸铵, 使其生成硅钼黄, 加入草酸—硫酸混酸, 消除磷、砷的干扰, 加入抗坏血酸及硫酸亚铁铵溶液, 使硅钼黄还原成硅钼蓝, 进行分光光度法测定。

6.4.2 试剂和溶液

试验中使用的试剂和溶液及要求如下:

- a) 二氧化硅。
- b) 碳酸钠。应符合 GB/T 639—2008 的要求。
- c) 草酸。应符合 GB/T 9854—2008 的要求。
- d) 抗坏血酸。应符合 GB/T 15347—1994 的要求。
- e) 钼酸铵。应符合 GB/T 657—2011 的要求: 5% 溶液, 过滤后使用。
- f) 硫酸—草酸混合酸。称取 50g 草酸, 置于 2000mL 烧杯中, 加入 500mL 水, 徐徐加入 200mL 硫酸, 溶解后, 加 1300mL 水, 混匀, 冷却至室温。

- g) 硫酸亚铁铵。应符合 GB/T 661—2011 的要求：6%溶液，100mL 中含有 5mL 硫酸，过滤后使用。
- h) 抗坏血酸还原剂（用时现配）。称取 4g 抗坏血酸，0.2g 硫酸亚铁铵，以水溶解并稀释至 100mL，加数滴硫酸（98%）。
- i) 硅标准溶液。
- 1) 硅标准甲液。称取 1.070 0g 预先在 105℃~110℃下烘 1h 并于干燥器中冷却至室温的纯二氧化硅，置于预先盛有 6.000 0g 碳酸钠（不含二氧化硅）的铂坩埚中，搅匀并覆盖少量碳酸钠，于 900℃高温炉中熔融 30min，取出冷却，置于 500mL 塑料烧杯中，以沸水浸出融块并使其溶解，取出坩埚，用水冲洗上面的溶质，将烧杯中的溶液用水稀释至刻度，摇匀，储存于塑料瓶中备用，此溶液 1mL 含 1mg 硅。
 - 2) 硅标准乙液（用时现配）。移取 10mL 硅标准甲液于 500mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。储存于干燥的塑料瓶中保存，此溶液 1mL 含 0.02mg 硅。

6.4.3 试验仪器

试验使用的仪器及要求如下：

- a) 分光光度计。其性能及操作应符合 GB/T 7729—1987 的有关规定。
- b) 其他实验室常用仪器。

6.4.4 测定步骤

6.4.4.1 标准曲线的绘制

按下列步骤进行标准曲线的绘制：

- a) 准确移取 0.00、1.00、2.00、3.00、5.00mL 硅标准乙液，分别置于 50mL 容量瓶中。
- b) 分别加钼酸铵溶液 5mL，用少量水冲洗瓶口摇匀。
- c) 放置 15min~20min 后，加入硫酸—草酸混酸溶液 10mL，迅速加入 2mL 抗坏血酸（4%）。
- d) 加水稀释，定容、摇匀。
- e) 15min 后在 660nm 波长处，以空白试剂为参比，用 1cm 比色皿测定吸光度。
- f) 以硅含量（以毫克计）为横坐标、相应吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.4.4.2 样品测定

按下列步骤进行硅含量的测试：

- a) 用移液管移取 2mL 待测样，置于 100mL 容量瓶中，定容，摇匀。
- b) 移取 a) 步骤制备的溶液 10mL 置于 50mL 容量瓶中。
- c) 重复 6.4.4.1 的 b)~e) 步骤。
- d) 根据测得的吸光度于标准曲线上查得相应的硅含量 m 。

6.4.5 结果计算

硅含量按式（9）计算：

$$c_{\text{Si}} = \frac{m}{V} \quad (9)$$

式中：

- c_{Si} ——试样中硅元素的含量，mg/L；
 m ——根据试样吸光度于标准曲线上查得硅含量，mg；
 V ——试样体积，mL。

6.5 铁含量测定

6.5.1 原理

直接吸待测样与氢氧化钠中和，用盐酸羟胺还原高价铁，同时消除铜的干扰。在 pH 值为 3~5 的溶液中低价铁与邻菲罗啉反应生成橙红色络合物，进行分光光度法测定。

6.5.2 试剂和溶液

试验中使用的试剂和溶液及要求如下：

- a) 盐酸羟胺。应符合 GB/T 6685—2007 的要求：10%溶液。
- b) 氢氧化钠。应符合 GB/T 629—1997 的要求：10%溶液。
- c) 1, 10-菲咯啉（邻菲罗啉）。应符合 HG/T 4018—2008 的要求：0.1%溶液。
- d) 铁丝。铁含量在 99.99%以上。
- e) 醋酸钠。应符合 GB/T 694—1995 的要求。
- f) 醋酸。应符合 GB/T 676—2007 的要求。
- g) 硝酸。应符合 GB/T 626—2006 的要求。

6.5.3 溶液配制

试验中使用的溶液及配制步骤如下：

- a) 醋酸钠—醋酸缓冲溶液。称取 4.000 0g 醋酸钠溶于适量水，加醋酸（36%）27mL，用水稀释至 100mL，混匀。
- b) 0.1%邻菲罗啉溶液。称取 0.100 0g 邻菲罗啉置于少量水中，加 1+1 盐酸两滴，溶解后用水稀释至 100mL，储于棕色瓶中。
- c) 铁标准溶液。甲液，1mL 含铁 0.1mg；乙液，1mL 含铁 0.01mg。
 - 1) 甲液配制方法。称取含铁量 99.99%以上纯铁丝 0.100 0g 置于 100mL 烧杯中，加 1+1 硝酸 10mL 微热溶解，用少量水清洗杯壁，加热去除氮的氧化物，冷却后转移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释，定容、摇匀。
 - 2) 乙液配制方法。使用时准确吸取甲液 10mL，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释，定容、摇匀。

6.5.4 试验仪器

试验中使用的仪器及要求如下：

- a) 分光光度计。操作应符合 GB/T 7729—1987 的有关规定。
- b) 其他实验室常用仪器。

6.5.5 测定步骤

6.5.5.1 标准曲线的绘制

标准曲线按下列步骤进行绘制：

- a) 准确移取 0.00、1.00、2.00、3.00、5.00、6.00mL 铁标准溶液乙液，分别置于 50mL 容量瓶中。
- b) 用水稀释至约 25mL，用氢氧化钠（10%）调节 pH 值至 3~5，摇匀。
- c) 依次加盐酸羟胺（10%）溶液 5mL，醋酸—醋酸钠缓冲溶液 5mL，邻菲罗啉溶液（0.1%）5mL。
- d) 在室温下放置 30min，稀释至刻度，摇匀。
- e) 在 510nm 波长处，以空白试剂为参比，测定吸光度。
- f) 以铁含量（用毫克计）为横坐标、相应吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.5.5.2 样品测定

取被测液 2mL 置于 50mL 容量瓶中，以下操作同 6.5.5.1 的 b) ~e) 步骤，根据测得的吸光度于标准曲线上查得相应的铁含量。

6.5.6 结果计算

铁含量按式（10）计算：

$$c_{\text{Fe}} = \frac{m}{V} \quad (10)$$

式中：

c_{Fe} ——试样中铁元素的含量，mg/mL；

m ——根据试样吸光度于标准曲线上查得的铁含量，mg；

V ——试样的体积，mL。

6.6 氮含量测定

6.6.1 原理

将待测液送入应用凯氏原理制成的蒸馏器中，加氢氧化钠蒸馏，用稀硫酸吸收、奈氏试剂显色，进行分光光度法测定。

6.6.2 试剂和溶液

试验中使用的试剂和溶液及要求如下：

- a) 硫酸吸收液。将 1mL 比重为 1.84 的硫酸 100mL 稀释于无氨蒸馏水中。
- b) 氢氧化钠。应符合 GB/T 629—1997 的规定。氢氧化钠（50%）溶液的制备：将 400g 氢氧化钠溶于 800mL 水中，溶解后混匀，煮沸，使溶液浓缩至 800mL。
- c) 无水硫酸铵。应符合 GB/T 1396—1993 的规定。
- d) 无水氯化铵。应符合 GB/T 658—2006 的规定。
- e) 奈氏试剂的制备。
 - 1) 甲液。称取 100g 碘化汞和 70g 碘化钾，溶于 100mL 水中。
 - 2) 乙液。称取 160g 氢氧化钠溶于 700mL 水中，冷却至室温。
 - 3) 奈氏试剂。将甲液在不断搅拌下，慢慢倒入乙液中，用水稀释至 1000mL，储存于棕色瓶中，放置一周后取清液使用。
- f) 氮标准溶液。
 - 1) 甲液。将 4.719 0g 无水硫酸铵（优级纯）或 3.819 0g 无水氯化铵（优级纯）置于烧杯中，用水溶解，移入 1000mL 容量瓶中，以水稀释，摇匀后定容。此溶液 1ml 含 1.0mg 氮。
 - 2) 乙液。移取 10.00mL 氮标准甲液置于 1000mL 容量瓶中，用水稀释，摇匀后定容。此溶液 1mL 含 0.01mg 氮。
- g) 无氨蒸馏水。以离子交换法或再蒸馏法制备。再蒸馏法是将 15mL 硫酸（1.84）、20mL 高锰酸钾溶液（4%）加入到 10L 普通蒸馏水中，摇匀，再进行蒸馏。

6.6.3 试验仪器

试验中使用的仪器如下：

- a) 蒸馏装置，见图 1。

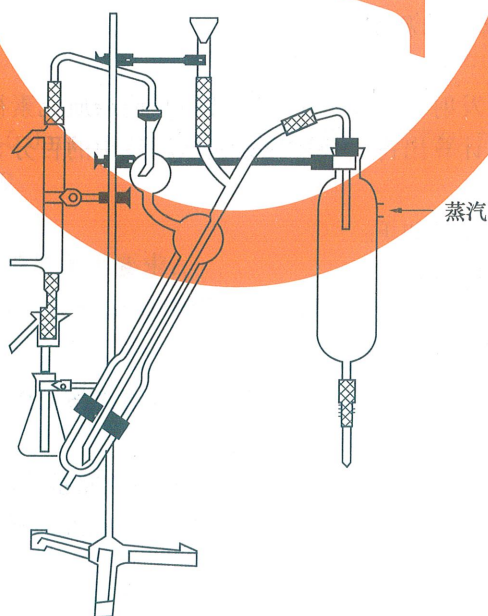


图 1 测氮装置图

b) 其他实验室常用仪器。

6.6.4 测定步骤

6.6.4.1 标准曲线的绘制

标准曲线按下列步骤进行绘制：

- 将 10mL 硫酸吸收液加入一组 50mL 容量瓶中；
- 准确移取 0.00、0.5、1.00、2.00、3.00、5.00mL 氮标准乙液于容量瓶中，用无氨蒸馏水稀释至 45mL。
- 加入 1mL 奈氏试剂，用水稀释，定容，混匀，放置 10min。
- 分别移取部分溶液于 3cm 比色皿中，以无氨蒸馏水为参比，在分光光度计波长 420nm 处，测量其吸光度。
- 以氮含量（以毫克计）为横坐标、相应吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.6.4.2 样品测定

按下列步骤进行氮含量的测试：

- 连接好蒸馏装置，接口处均匀涂布凡士林，并检查气密性。
- 将 2mL 待测液移入蒸馏瓶中，加入 50mL 氢氧化钠溶液（50%），用无氨蒸馏水稀释至 200mL。
- 送入蒸汽进行蒸馏，蒸馏液收集于预先盛有 10mL 硫酸吸收液的 50mL 容量瓶中，蒸馏至吸收液体积约为 45mL（时间约 15min）时停止。
- 重复 5.6.4.1 中的 c)、d) 步骤。
- 根据测得的吸光度于标准曲线上查得相应的氮含量 m 。

6.6.5 结果计算

氮含量按式（11）计算：

$$c_N = \frac{m}{V} \quad (11)$$

式中：

- c_N —— 试样中氮元素的含量，mg/mL；
 m —— 试样吸光度于标准曲线上查得的氮含量，mg；
 V —— 试样的体积，mL。

6.7 其他元素（K、Na、Al）含量的测定

6.7.1 原理

利用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定电解液中其他杂质元素被激发的特征谱线强度，并通过与其基体匹配的系列工作曲线，计算出待测杂质元素在电解液中的百分含量。

6.7.2 试剂和溶液

试验中使用的试剂和溶液及要求如下：

- 氯化铯溶液。 $c_{CsCl} = 50\text{mg/mL}$ 。
- 无氨蒸馏水。
- 盐酸。应符合 GB/T 622—2006 的要求。
- 标准储备溶液。钾标准溶液、钠标准溶液和铝标准溶液按 GB/T 602—2002 的方法进行配置或直接使用有证标准溶液，元素的浓度为 1mg/mL。
- 钾钠铝混合标准溶液。分别移取钾、钠、铝单元素标准储备溶液 20mL 置于 1000mL 容量瓶中，以无氨蒸馏水稀释至刻度后摇匀，该溶液中分别含 20 $\mu\text{g/mL}$ 的钾、钠、铝。
- 氩气。纯度大于 99.99%。

6.7.3 试验仪器

试验中使用的仪器如下：

- a) 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。按制造商要求操作。
- b) 其他实验室常用仪器。

6.7.4 测定步骤

6.7.4.1 标准曲线的绘制

按以下步骤进行标准曲线的绘制：

- a) 混合标准溶液系列由钾、钠、铝混合标准溶液逐级稀释而成，介质为无氨蒸馏水，标准溶液系列浓度见表 1。

表 1 标准溶液系列浓度

元素	浓度 μg/mL				
	K	0	40	80	120
Na	0	40	80	120	160
Al	0	40	80	120	160

注：可根据样品中被测元素的实际含量确定标准溶液系列中元素的具体浓度。

- b) 按电感耦合等离子体原子光谱仪说明书操作要求，测定试剂溶液空白的光谱强度后，按顺序由低到高分别测定混合标准溶液系列中各元素的光谱强度，根据净光谱强度和对应的元素浓度绘制标准曲线。

6.7.4.2 样品测定

按下列步骤进行其他元素含量的测试：

- a) 准确移取 2mL 待测液至 50mL 容量瓶中。
- b) 量取盐酸 10mL 加入容量瓶中，再加入 0.25mL 的氯化铯溶液，用无氨蒸馏水稀释，定容、摇匀。
- c) 按电感耦合等离子体原子光谱仪说明书操作要求，依次测定待测液中被测元素的光谱强度。
- d) 根据标准曲线溶液和待测液的光谱强度值，由计算机计算并输出分析结果。

6.8 电导率测定

6.8.1 原理

在同一温度下，用电导仪测定电解液电导率和已知电导率的氯化钠溶液的电阻。

6.8.2 试剂和溶液

标准氯化钠溶液： $c_{\text{NaCl}}=0.010\ 0\text{mol/L}$ 。必要时将标准溶液用蒸馏水加以稀释，各种浓度氯化钠溶液的电导率可参考 JB/T 8278—1999。

6.8.3 试验仪器

试验中使用的仪器及精度应满足如下要求：

- a) 电导仪。误差不超过 1%，量程为 100mS/cm~1000mS/cm。
- b) 温度计。分度值为 0.1℃。
- c) 恒温水浴锅。(25±0.2)℃。
- d) 其他实验室常用仪器。

6.8.4 测试步骤

按如下步骤进行电导率的测试：

- a) 调节水浴温度为 25℃，将装有待测液的烧杯放入水浴中，使其达到恒温。
- b) 根据所用仪器说明书要求进行操作，将仪器预热、调零、校正，准备测量。
- c) 将仪器电极插入待测液，待稳定后记录读数，之后取出电极。

d) 重复 c) 步骤 3 次。

6.8.5 结果的计算

电导仪三次读数的平均值即为待测液的电导率，单位为 mS/cm。

6.9 密度的测定

6.9.1 原理

利用重量法测量密度，通过测量固定体积电解液的质量，计算出电解液密度。

6.9.2 试验仪器

试验中使用的仪器和精度要求如下：

- a) 分析天平。精度为 0.000 1g。
- b) 其他实验室常用仪器。

6.9.3 测试步骤

按以下步骤进行电解液密度的测试：

- a) 将 15mL 取样管清洗干净后置于烘箱内烘干，待温度冷却至室温备用。
- b) 用分析天平准确称量取样管质量，记为 m_1 。
- c) 用移液器准确移取 10mL 电解液，置于取样管中，再次称量电解液和取样管质量，记为 m_2 。

6.9.4 结果计算

电解液的密度按式 (12) 计算：

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad (12)$$

式中：

- ρ —— 电解液的密度，g/mL；
- m_1 —— 取样管的质量，g；
- m_2 —— 装有固定体积被测液体的取样管质量，g；
- V —— 样品的体积，mL。

6.10 黏度的测定

6.10.1 原理

在 25℃ 恒定温度下，测定一定体积的电解液在重力作用下流过一支已标定的玻璃毛细管黏度计的时间，黏度计的毛细管常数与流动时间的乘积，即为电解液在该温度下的运动黏度。

6.10.2 试剂和溶液

试验用乙醇（95%）溶液应符合 GB/T 679—2002 的要求。

6.10.3 试验仪器

试验使用的仪器及要求如下：

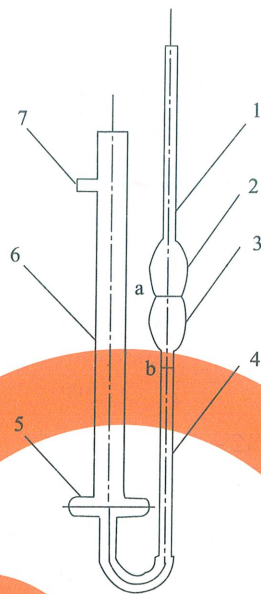
- a) 石油产品运动黏度测定仪。控温精度不得超过 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。
- b) 品氏黏度计。见图 2，毛细管内径为 0.6mm，黏度计应符合 SH/T 0173—1992 的要求并按 JJG 155—1991 进行检定和常数确定。
- c) 计时器。分度值不大于 0.1s 的秒表，其准确度应在 0.07% 以内。
- d) 其他实验室常用仪器。

6.10.4 测试步骤

按如下步骤进行电解液黏度的测试：

- a) 将黏度计依次用 95% 乙醇和蒸馏水清洗烘干后，管口用滤纸包好后存放待用。
- b) 按 GB/T 10247—1988 的要求向清洁干燥的毛细管黏度计中装入试样。
- c) 将装有试样的黏度计浸入温度为 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 的恒温黏度测定仪中，垂直固定，恒温至少 15min。

注：在固定黏度计时，必须把黏度计扩张部分 2 浸没至少一半。



1、6—管身；2、3、5—扩张部分；4—毛细管；7—支管
a、b—标线

图2 品氏黏度计

- d) 将试样吸入扩张部分 2，并使吸入的待测液液面稍高于标线 a。
- e) 让试样在重力的作用下自由流下，当液面正好到达标线 a 时，启动秒表开始计时，当液面达到标线 b 时，停止计时。
- f) 重复 d)、e) 步骤至少 4 次，其中各次测定的流动时间与其算术平均值的差不应超过算术平均值的 $\pm 0.5\%$ 。
- g) 取不小于 3 次流动时间的算术平均值作为试样的平均流动时间。

6.10.5 结果计算

在温度为 25°C 时，试样的运动黏度 ν_{25} 按式 (13) 计算：

$$\nu_{25} = C \times \tau_{25} \quad (13)$$

式中：

ν_{25} ——在 25°C 下，试样的运动黏度， mm^2/s ；

C ——黏度计常数， mm^2/s^2 ；

τ_{25} ——试样的平均流动时间，s。

附 录 A
(资料性附录)
钒 含 量 测 试

A.1 原理

以硫磷酸缓冲溶液为介质，用重铬酸钾标准溶液进行滴定，直至出现电位突跃，依据所消耗标准溶液体积及电解液体积计算相应钒离子浓度。

A.2 试剂、溶液和仪器

试验用试剂及要求如下：

- a) 重铬酸钾应满足 GB 1259—2007 的要求。
- b) 硫酸应满足 GB/T 625—2007 的要求。
- c) 磷酸应满足 GB/T 1282—1996 的要求。
- d) 硫酸亚铁铵应满足 GB/T 661—2011 的要求。

A.2.1 溶液的配制

按照以下方式进行溶液的配制：

- a) 硫磷酸缓冲溶液。体积分数比例为硫酸（50%）：磷酸（50%）：水=1:1:1。
- b) 硫酸溶液（10%）。量取 57mL 含量为 98% 的浓硫酸于盛水烧杯中，稀释至 1L。
- c) 重铬酸钾。 $c_{K_2Cr_2O_7} = 0.005\text{mol/L}$ 的标准溶液，准确称取 1.470 9g 预先在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥 2h，并在干燥器中冷却至室温的基准重铬酸钾，溶解于 1000mL 容量瓶中，摇匀，定容。

A.2.2 试验仪器

试验中仪器及要求如下：

- a) 电位滴定仪，电位精度为 0.1mV。
- b) 分析天平，精度为 0.000 1g。
- c) 其他实验室常用仪器。

A.3 测定步骤

A.3.1 3.5 价电解液测定

按以下步骤进行 3.5 价电解液浓度的测定：

- a) 准确移取 0.2mL 待测液于已放 40mL 硫磷酸缓冲溶液的烧杯中。
- b) 电位滴定至先后出现两个突跃终点，按突跃出现的时间先后顺序，对应消耗重铬酸钾体积为 V_3 和 V_4 。
- c) 根据突跃终点消耗重铬酸钾体积，计算出相应的钒浓度。

A.3.2 负极电解液测定

按以下步骤进行负极电解液浓度的测定：

- a) 准确移取 0.2mL 待测液于已放 40mL 硫磷酸缓冲溶液并有氩气保护的烧杯中；
- b) 在氩气保护下，电位滴定至先后出现三个突跃终点，按突跃出现的时间先后顺序，对应消耗重铬酸钾的体积为 V_5 、 V_6 和 V_7 ；
- c) 根据突跃终点消耗重铬酸钾体积，计算出相应的钒浓度。

A.3.3 正极电解液测定

按以下步骤进行正极电解液浓度的测定：

- a) 准确移取 0.2mL 待测液于已放 40mL 硫磷酸缓冲溶液的烧杯中;
- b) 电位滴定至出现突跃终点, 对应体积为 V_8 , 迅速加入硫酸亚铁铵至电位降到 400mV 左右;
- c) 继续用重铬酸钾标准溶液滴定至先后出现两个突跃终点, 按突跃出现的时间先后顺序, 对应消耗重铬酸钾的体积为 V_9 和 V_{10} ;
- d) 根据突跃终点消耗重铬酸钾体积, 即可计算出相应的钒浓度。

A.3.4 结果计算

A.3.4.1 3 价和 4 价钒离子浓度的计算

3 价和 4 价钒离子的浓度按照式 (A.1) 和式 (A.2) 计算:

$$c_{V(III)} = \frac{6c_{K_2Cr_2O_7} V_3}{V} \quad (A.1)$$

$$c_{V(IV)} = \frac{6c_{K_2Cr_2O_7} (V_4 - 2V_3)}{V} \quad (A.2)$$

式中:

$c_{V(III)}$ —— 溶液中三价钒离子的浓度, mol/L;

$c_{V(IV)}$ —— 溶液中四价钒离子的浓度, mol/L;

$c_{K_2Cr_2O_7}$ —— 重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L;

V_3 、 V_4 —— 滴定时消耗的重铬酸钾标准溶液的体积, mL;

V —— 待测溶液的体积, mL。

A.3.4.2 总钒浓度的计算

总钒离子的浓度按照式 (A.3) 计算:

$$c_{V(\text{total})} = c_{V(III)} + c_{V(IV)} \quad (A.3)$$

式中:

$c_{V(\text{total})}$ —— 溶液中总钒离子的浓度, mol/L;

$c_{V(III)}$ —— 溶液中三价钒离子的浓度, mol/L;

$c_{V(IV)}$ —— 溶液中四价钒离子的浓度, mol/L。

A.3.4.3 负极电解液钒离子浓度的计算

负极电解液钒离子浓度按照式 (A.4) 和式 (A.5) 计算:

$$c_{V(II)} = \frac{6c_{K_2Cr_2O_7} V_5}{V} \quad (A.4)$$

$$c_{V(III)} = \frac{3c_{K_2Cr_2O_7} (V_7 - 3V_5)}{V} \quad (A.5)$$

式中:

$c_{V(II)}$ —— 溶液中二价钒离子的浓度, mol/L;

$c_{V(III)}$ —— 溶液中三价钒离子的浓度, mol/L;

$c_{K_2Cr_2O_7}$ —— 重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L;

V_5 、 V_7 —— 滴定时消耗的重铬酸钾标准溶液的体积, mL;

V —— 待测溶液的体积, mL。

A.3.4.4 正极电解液钒离子浓度的计算

正极电解液钒离子浓度按照式 (A.6) 和式 (A.7) 计算:

$$c_{V(IV)} = \frac{6c_{K_2Cr_2O_7} V_8}{V} \quad (A.6)$$

$$c_{V(V)} = \frac{6c_{K_2Cr_2O_7}(V_{10} - V_9 - V_8)}{V} \quad (A.7)$$

式中:

- $c_{V(IV)}$ —— 溶液中四价钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{V(V)}$ —— 溶液中五价钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{K_2Cr_2O_7}$ —— 重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L;
 V_8 、 V_9 、 V_{10} —— 滴定时消耗的重铬酸钾标准溶液的体积, mL;
 V —— 待测溶液的体积, mL。

附录 B
(资料性附录)
钒含量测定

B.1 原理

在强酸性介质中,利用四种价态钒离子不能共存的特性,将低价钒离子转化为高价态钒离子,通过硫酸亚铁铵标准溶液滴定五价钒所消耗的体积计算不同价态钒离子浓度。

B.2 试剂、溶液和仪器

试验中使用的试剂及要求如下:

- a) 高锰酸钾应满足 GB/T 643—2008 的要求;
- b) 磷酸应满足 GB/T 1282—1996 的要求;
- c) 硫酸应满足 GB/T 625—2007 的要求;
- d) 尿素应满足 GB/T 696—2008 的要求;
- e) 亚硝酸钠应满足 GB/T 633—1994 的要求;
- f) 硫酸亚铁铵应满足 GB/T 661—2011 的要求。

B.2.1 溶液的配制

试验中使用的溶液的配制如下:

- a) 硫酸亚铁铵标准溶液 (0.1mol/L)。准确称取分析纯硫酸亚铁铵 9.803 3g 溶于 2mol/L 硫酸溶液中,定容至 250mL。
- b) 硫酸溶液 (2mol/L)。准确称取分析纯 200g 含量为 98%的浓硫酸于盛水烧杯中,稀释至 1L。
- c) 磷酸溶液 (30%)。准确称取分析纯 50.000 0g 含量为 85%的浓磷酸于盛水烧杯中,稀释至 141.666 7g。
- d) 亚硝酸钠溶液 (8g/L)。准确称取分析纯亚硝酸钠 2.000 0g 溶于蒸馏水中,定容至 250mL。
- e) 高锰酸钾溶液 (4g/L)。准确称取分析纯高锰酸钾 1.000 0g 溶于蒸馏水中,定容至 250mL。
- f) 五价钒标准溶液 (1.0mol/L)。五价钒标准溶液由单电池中的阳极电解液充电得到,将电池充电至电流接近零,或阳极电解液呈明黄色时即可获取。

B.2.2 溶液的标定

B.2.2.1 硫酸亚铁铵溶液浓度的标定应满足 GB/T 601—2002 中第 4.13 条的要求。

B.2.2.2 五价钒溶液浓度的标定如下:

- a) 取待测溶液 V (mL) 于烧杯中,搅拌中依次加入适量的水和 30%磷酸。
- b) 在室温下用 B.2.1 配制好的标准硫酸亚铁铵溶液进行滴定,直至出现电位突跃,记录此时消耗的硫酸亚铁铵溶液的体积 V_0 。

B.2.2.3 被标定的五价钒溶液的浓度按式 (B.1) 计算:

$$c_{V^{5+}} = \frac{V_0 \times c_{Fe^{2+}}}{V} \quad (B.1)$$

式中:

$c_{V^{5+}}$ —— 被标定的五价钒标准溶液的浓度, mol/L;

$c_{Fe^{2+}}$ —— 硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;

V —— 待测五价钒溶液的体积, mL;

V_0 ——标定溶液消耗的硫酸亚铁铵的体积，mL。

B.2.3 试验仪器

试验中使用的仪器如下：

- a) 电位滴定仪。电位精度为 0.1mV。
- b) 分析天平。精度为 0.000 1g。
- c) 其他实验室常用仪器。

B.3 测试步骤

B.3.1 电解液中总钒浓度测定

按以下步骤测定电解液中总钒离子的浓度：

- a) 准确移取待测电解液 V (mL) 于烧杯中，搅拌中依次加入适量的水、30%磷酸，然后缓慢滴加稍过量（1 滴~2 滴）高锰酸钾溶液，充分反应后，加入少量尿素溶液，滴加亚硝酸钠溶液至红色退去。
- b) 室温下用 B.2.1 配制的标准硫酸亚铁铵溶液进行滴定，直至出现电位突跃，记录此时消耗的硫酸亚铁铵溶液的体积 V_1 。
- c) 根据突跃终点消耗的硫酸亚铁铵体积，计算出相应价态钒离子浓度。

B.3.2 3.5 价电解液测定

按以下步骤测定 3.5 价电解液的浓度：

- a) 准确移取待测电解液 V (mL) 于烧杯中，搅拌中依次加入适量的水、30%磷酸，然后加入过量五价钒标准溶液 V' (mL) 至溶液由亮蓝色变暗。
- b) 室温下用 B.2.1 配制的标准硫酸亚铁铵溶液进行滴定，直至出现电位突跃，记录此时消耗的硫酸亚铁铵溶液的体积 V_2 。
- c) 根据突跃终点消耗的硫酸亚铁铵体积，计算出相应的钒浓度。

B.3.3 负极电解液测定

按以下步骤测定负极电解液的浓度：

- a) 在氮气保护条件下，准确移取电解液 V (mL) 于烧杯中，搅拌中依次加入适量的水、30%磷酸，然后加入过量五价钒标准溶液 V' (mL) 至溶液由亮蓝色变暗。
- b) 在氮气保护环境，室温下用 B.2.1 配制的标准硫酸亚铁铵溶液进行滴定，直至出现电位突跃，记录此时消耗的硫酸亚铁铵溶液的体积 V_3 。
- c) 根据突跃终点消耗的硫酸亚铁铵体积，计算出相应的钒浓度。

B.3.4 正极电解液测定

按以下步骤测定正极电解液的浓度：

- a) 在氮气保护条件下，准确移取电解液 V (mL) 于烧杯中，搅拌中依次加入适量的水、30%磷酸，然后加入过量五价钒标准溶液 V' (mL) 至溶液由亮蓝色变暗。
- b) 准确移取待测电解液 V (mL) 于烧杯中，搅拌中依次加入适量的水、30%磷酸。
- c) 室温下用 B.2.1 配制的标准硫酸亚铁铵溶液进行滴定，直至出现电位突跃，记录此时消耗的硫酸亚铁铵溶液的体积 V_4 。
- d) 根据突跃终点消耗的硫酸亚铁铵体积，计算出相应的钒浓度。

B.3.5 结果计算

B.3.5.1 总钒离子浓度的计算

总钒离子的浓度按照式 (B.2) 计算：

$$c_{V(\text{total})} = \frac{V_1 \times c_{\text{Fe}^{2+}}}{V} \quad (\text{B.2})$$

式中:

- $c_{V(\text{total})}$ —— 电解液中总钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{\text{Fe}^{2+}}$ —— 硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;
 V —— 待测电解液的体积, mL;
 V_1 —— 标定溶液消耗的硫酸亚铁铵的体积, mL。

B.3.5.2 3价和4价钒离子浓度的计算

3价和4价钒离子的浓度按照式 (B.3) 和式 (B.4) 计算:

$$c_{V(\text{III})} = \frac{V' \times c_{V^{5+}} - V_2 \times c_{\text{Fe}^{2+}}}{V} \quad (\text{B.3})$$

$$c_{V(\text{IV})} = c_{V(\text{total})} - c_{V(\text{III})} \quad (\text{B.4})$$

式中:

- $c_{V(\text{total})}$ —— 电解液中总钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{\text{Fe}^{2+}}$ —— 硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;
 $c_{V^{5+}}$ —— 五价钒标准溶液的浓度, mol/L;
 $c_{V(\text{III})}$ —— 电解液中三价钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{V(\text{IV})}$ —— 电解液中四价钒离子的浓度, mol/L;
 V —— 待测电解液的体积, mL;
 V_2 —— 标定溶液消耗的硫酸亚铁铵的体积, mL;
 V' —— 加入五价钒标准溶液的体积, mL。

B.3.5.3 负极电解液钒离子浓度的计算

负极电解液钒离子浓度按照式 (B.5) 和式 (B.6) 计算:

$$c_{V(\text{II})} = \frac{V' \times c_{V^{5+}} - V_3 \times c_{\text{Fe}^{2+}}}{V} - c_{V(\text{total})} \quad (\text{B.5})$$

$$c_{V(\text{III})} = c_{V(\text{total})} - c_{V(\text{II})} \quad (\text{B.6})$$

式中:

- $c_{V(\text{total})}$ —— 电解液中总钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{\text{Fe}^{2+}}$ —— 硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;
 $c_{V^{5+}}$ —— 五价钒标准溶液的浓度, mol/L;
 $c_{V(\text{III})}$ —— 电解液中三价钒离子的浓度, mol/L;
 $c_{V(\text{II})}$ —— 电解液中二价钒离子的浓度, mol/L;
 V —— 待测电解液的体积, mL;
 V_3 —— 标定溶液消耗的硫酸亚铁铵的体积, mL;
 V' —— 加入五价钒标准溶液的体积, mL。

B.3.5.4 正极电解液钒离子浓度的计算

正极电解液钒离子浓度按照式 (B.7) 和式 (B.8) 计算:

$$c_{V(\text{V})} = \frac{V_4 \times c_{\text{Fe}^{2+}}}{V} \quad (\text{B.7})$$

$$c_{V(\text{IV})} = c_{V(\text{total})} - c_{V(\text{V})} \quad (\text{B.8})$$

式中:

- $c_{V(\text{total})}$ —— 电解液中总钒离子的浓度, mol/L;

NB/T 42006 — 2013

$c_{\text{Fe}^{2+}}$ —— 硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;

$c_{\text{V(IV)}}$ —— 电解液中四价钒离子的浓度, mol/L;

$c_{\text{V(V)}}$ —— 电解液中五价钒离子的浓度, mol/L;

V —— 待测电解液的体积, mL;

V_4 —— 标定溶液消耗的硫酸亚铁铵的体积, mL。