

ICPS-7510 测定储氢镍合金中的稀土元素

ICP-021

摘要： 储氢镍合金样品经稀酸溶解后直接用电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-AES) 测定其中镧、铈、钕、钐等多种杂质元素含量。本方法简便、快速，可满足工业快速分析、质量控制要求。本方法回收率在 97.3%-105.5% 范围内，相对标准偏差 <2%(n=6)，溶液检出限均 < 0.02 (mg/L)。

关键词： 储氢镍合金 稀土

20 世纪 60 年代，材料王国里出现了能储存氢的金属和合金，统称为储氢合金 (hydrogen storage metal)，这些金属或合金具有很强的捕捉氢的能力，它可以在一定的温度和压力条件下，氢分子在合金 (或金属) 中先分解成单个的原子，而这些氢原子便“见缝插针”般地进入合金原子之间的缝隙中，并与合金进行化学反应生成金属氢化物 (metal hydrides)，外在表现为大量“吸收”氢气，同时放出大量热量。而当对这些金属氢化物进行加热时，它们又会发生分解反应，氢原子又能结合成氢分子释放出来，而且伴随有明显的吸热效应。

储氢合金的储氢本领很大。相当于储氢钢瓶重量 1/3 的储氢合金，其体积不到钢瓶体积的 1/10，但储氢量却是相同温度和压力条件下气态氢的 1000 倍，由此可见，储氢合金不愧是一种极其简便易行的理想储氢方法。采用储氢合金来储氢，不仅具有储氢量大、能耗低，工作压力低、使用方便的特点，而且可免去庞大的钢制容器，从而使存储和运输方便而且安全。

La, Ce 等稀土元素对储氢合金吸氢性能和放电容量等性能有影响，且稀土元素发射谱线很多，利用岛津 ICPS-7510，可以准确测量 La, Ce 等稀土元素含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPS-7510 电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 分析条件

高频功率：1.2 kw 等离子体气：14.0 L/min 辅助气体：1.2 L/min
载气：0.7 L/min 观测方向：纵向观测样品清洗时间：45 s

1.3 试剂

La, Ce, Pr, Nd, Sm 标液溶液 (1000 mg/L)
电子级别硝酸

1.4 样品制备

称取样品 0.1 g 于烧杯中，加入 9 mL 浓盐酸，于电炉盘上微热消解至溶液澄清，定容至 100 mL，移取 10 mL 再定容到 100 mL，冷却至室温后过滤待测。同时做样品空白实验。

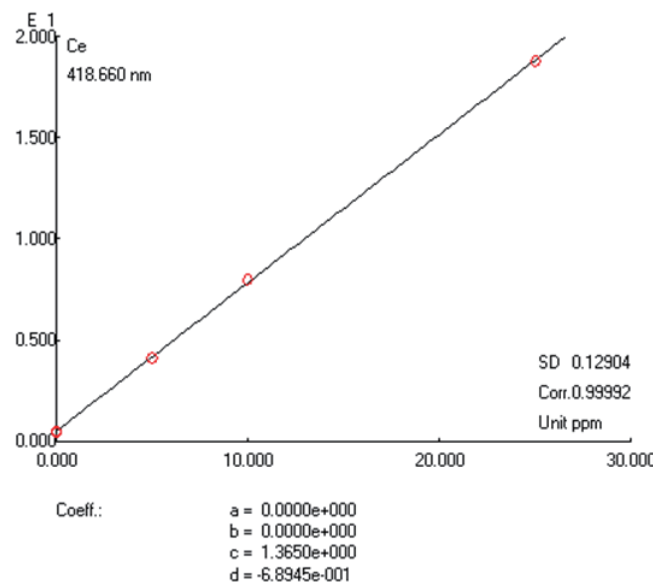
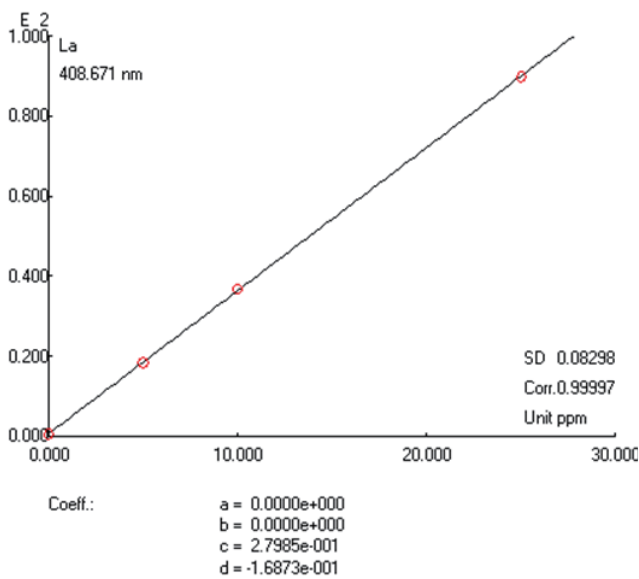
■ 结果讨论

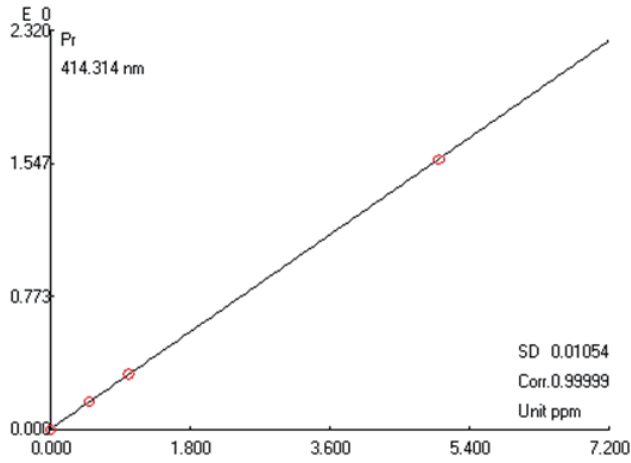
2.1 标准曲线

La, Ce, Pr, Nd, Sm 5 种稀土元素标准曲线如下：

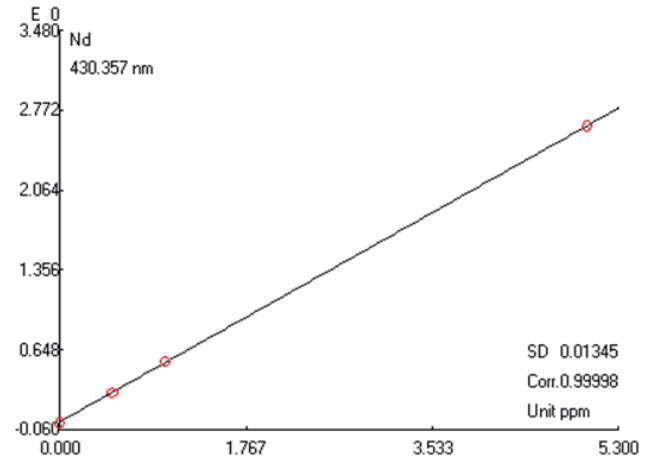
表 1 各元素标准曲线浓度

元素	分析波长 (nm)	浓度 (mg/L)			
		0	5	10	25
La	408.671	0	5	10	25
Ce	418.660	0	5	10	25
Pr	414.314	0	0.5	1	5
Nd	430.357	0	0.5	1	5
Sm	428.078	0	0.1	0.5	1

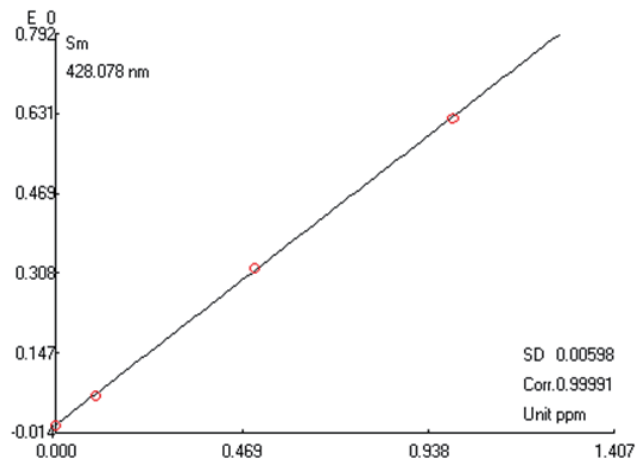




Coeff.:
 a = 0.0000e+000
 b = 0.0000e+000
 c = 3.1901e+000
 d = -1.2529e-002



Coeff.:
 a = 0.0000e+000
 b = 0.0000e+000
 c = 1.9062e+000
 d = -1.5743e-002



Coeff.:
 a = 0.0000e+000
 b = 0.0000e+000
 c = 1.6049e+000
 d = -1.3767e-003

图 2 5 种稀土元素的工作曲线图

2.3 样品测试结果及精密度

表 2 样品测试结果及精密度 (n=6)

元素	分析波长 (nm)	溶液含量(mg/L)	样品含量 (%)	RSD(%)
La	408.671	10.56	10.56	0.25
Ce	418.660	15.30	15.30	0.31
Pr	414.314	1.38	1.38	0.66
Nd	406.109	4.95	4.95	0.31
Sm	359.260	0.20	0.20	1.49

2.4 仪器检测限及回收率

对空白样品的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 3。准确称量 0.1 g 样品，按比例加入混合标液后，按与样品相同步骤前处理，进样测定，结果见表 4

表 3 各元素检出限 (mg/L)

元素	La	Ce	Pr	Nd	Sm
检出限	0.0082	0.0060	0.012	0.011	0.0083

表 4 加标回收率结果

元素	测定值(mg/L)	加标量(mg/L)	加标后测定值(mg/L)	回收率(%)
La	10.56	10	21.11	105.5
Ce	15.30	10	25.03	97.3
Pr	1.38	1	2.37	99.0
Nd	4.95	5	10.12	101.4
Sm	0.20	0.1	0.31	100.0

结论

从以上分析结果可以看出：在本方法所采用的分析条件下，经过简单前处理即可对储氢镍合金中的杂质元素进行准确定量。本方法可实现较低的检出限，各待测添加回收率在 97.3%-105.5% 之间，可以满足生产过程中原料与产品质量控制的要求，为储氢合金生产中稀土杂质元素的质量控制提供了一种简便可行的方法。