

## 沉积型稀土矿中共伴生元素 Nb、Zr、Ga、Sc 的分析方法

刘淑君<sup>1,2,3</sup>, 徐璐<sup>1,2,3</sup>, 龚大兴<sup>1,2,3</sup>, 易建春<sup>1,2,3</sup>, 赵朝辉<sup>1,2,3</sup>

(1. 中国地质科学院矿产综合利用研究所, 四川 成都 610041; 2. 中国地质调查局稀土资源应用技术创新中心, 四川 成都 610041; 3. 四川省稀土技术创新中心, 四川 成都 610041)

**摘要:** 通过对滇黔相邻区的不同矿点, 不同品位的 5 个样品不同溶矿方式的对比、分析过程中仪器参数的优化以及分析方法的准确度和精密度实验, 详细研究了沉积型稀土矿中共伴生元素 Nb、Zr、Ga、Sc 的分析方法, 同时对它们在选择性浸出流程中的大致走向进行初步探讨。结果表明采用高压密闭酸溶, 结合 ICP-MS, 沉积型稀土矿中共伴生元素 Nb、Zr、Ga、Sc 的相对标准偏差 (RSD) 均低于 5%, 且回收率都在 96.2%~103.6% 之间, 方法具有良好的精密度和准确度; 同时在选择性浸取试验中发现  $Al_2O_3$  和  $Ga_2O_3$  的浸出存在较为强烈的正相关关系, 对沉积型稀土中镓的综合利用具有一定指导意义。

**关键词:** 沉积稀土矿; 共伴生元素; 高压密闭酸溶; ICP-MS; 正相关

doi:10.12476/kczhly.202505130080

中图分类号: O657 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2025) 04-0215-06

**引用格式:** 刘淑君, 徐璐, 龚大兴, 等. 沉积型稀土矿中共伴生元素 Nb、Zr、Ga、Sc 的分析方法[J]. 矿产综合利用, 2025, 46(4): 215-220.

LIU Shujun, XU Lu, GONG Daxing, et al. Analysis and research on associated elements nb, zr, ga and sc in sedimentary rare earth ores[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2025, 46(4): 215-220.

“三稀”金属作为飞机、火箭、原子能等工业领域的关键性材料, 被广泛应用于航天、军事、工业、医药等领域<sup>[1-3]</sup>, 是新能源、信息技术等战略性新兴产业的基础。近年来, 中国科技人员在川滇黔相邻区峨眉山玄武岩顶部, 上二叠系宣威组底部发现一种新类型稀土矿—沉积型稀土矿。该稀土矿主要赋存于黏土岩中, 除了含有较高的镨、钆、铽、镱等关键稀土元素外, 还伴生有丰富的铈、铟、铪、镓等战略关键金属<sup>[4-6]</sup>。

目前新类型沉积型稀土矿的选冶富集提取研究也尚处于起步阶段<sup>[7-10]</sup>。在稀土的选择性富集提取过程中, 共伴生元素 Nb、Zr、Ga、Sc 的走向问题也未可知。加之浸取过程中高杂背景复杂溶液的引入, 也使得共伴生元素 Nb、Zr、Ga、Sc 分析测试面临着重大挑战, 如何准确、快速、高效地

分析沉积型稀土矿中共伴生元素具有重大意义。

对于这种赋存于黏土岩中的新型稀土矿, 由于其三稀元素含量整体较低, 且与其他矿物伴生, 所以在测定过程中, 样品前处理方法的选择不仅要考虑元素本身化学性质, 还要考虑其分析操作的难易程度, 并且其直接影响到元素的准确分析测定。对于稀土矿样品, 前处理方法有敞开酸溶法、封闭压力酸溶、碱熔法等<sup>[11-13]</sup>。敞开酸溶由于溶样压力、温度及时长问题, 易造成测试结果偏低; 碱熔法则熔样过程复杂、空白值高、总盐度大, 且易产生较大的基体干扰。封闭压力酸溶则由于在高温高压下长时间溶样, 有助于难溶性稀土氟化物等副产物的完全分解, 而且由于密闭, 减少了样品在溶矿过程中的交叉污染, 也降低了分析元素的检出限。

收稿日期: 2025-05-13

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2021YFC2900800); 中国地质大调查项目 (DD202302041)

作者简介: 刘淑君 (1984-), 女, 硕士, 工程师, 从事分析测试方法研究。

以新类型沉积稀土矿为研究对象,选取滇黔相邻区不同地区、不同矿点并具有代表性的稀土综合样品为实验样品,着重研究其共伴生元素 Nb、Zr、Ga、Sc 的分析方法,以及它们在选择性浸出流程中的大致走向等问题,此项研究对推动新类型沉积稀土矿的综合利用具有重要的意义。

## 1 实验

### 1.1 仪器和试剂

电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS), 型号: NexION350X; 盐酸 (HCl)、硝酸 (HNO<sub>3</sub>)、氢氟酸 (HF)、高氯酸 (HClO<sub>4</sub>)、硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 均为

优级纯, 过氧化钠 (Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 为分析纯, 高纯氩 (Ar) 纯度均大于 99.99%, 所用水均为超纯水。

### 1.2 仪器工作参数的优化

ICP-AES 工作条件: RF 功率 1 300 W; 冷却气 12.0 L/min; 雾化气流量 0.7 L/min; 辅助气流量 0.2 L/min。

样品测试工作在 NexION 350S 型 ICP-MS 质谱仪上进行, 由于仪器炬管位置、仪器灵敏度、雾化器流量、等离子体功率、双电荷产率、氧化物产率等仪器参数设置对仪器性能有重要影响, 检测前以 10 ng/mL Li、Be、In、U、Ba、Ce 的混合溶液对系统进行优化, ICP-MS 工作条件见表 1。

表 1 ICP-MS 仪器工作参数  
Table 1 The working parameters of ICP-MS

射频功率/W	雾化器流量/(L/min)	冷却气流量/(L/min)	辅助气流量/(L/min)	采样深度/步	采样锥/截取锥/mm
1400	1.0	16	1.2	88	1.1/0.7
扫描方式	测量点/峰	重复测定次数	停留时间/(ms.)	扫描次数	测量时间/s
跳峰	3	3	10	40	60

### 1.3 样品前处理

在 ICP-AES、ICP-MS 多元素分析中, 选用合适的样品前处理方式, 使样品中待测元素完全分解溶出, 且被测元素不会挥发损失是十分重要的。尝试不同方案对样品进行前处理。

#### 1.3.1 四酸敞开溶矿体系

取样品 0.100 0 g 置于聚四氟乙烯坩埚中, 加入 HCl、HNO<sub>3</sub>、HF、HClO<sub>4</sub> 按照一定配制比例的混合酸 10 mL, 于 250 °C 电热板上溶矿, 直至冒烟近干, 取下, 用 (1+2) 王水 15 mL 提取, 再滴加 1~2 滴氢氟酸, 定容至 100 mL 容量瓶中, 摇匀备测。随同实验做 2 份空白。

#### 1.3.2 五酸 (四酸+硫酸) 敞开消解溶矿体系步骤

取样品 0.100 0 g 置于聚四氟乙烯坩埚中, 加入 HCl、HNO<sub>3</sub>、HF、HClO<sub>4</sub> 按照一定配制比例的混合酸 10 mL, 再加入 1 mL (1+1) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 于 250 °C 电热板上溶矿, 直至冒烟近干, 取下, 用 (1+2) 王水 15 mL 提取, 再滴加 1~2 滴氢氟酸定容至 100 mL 容量瓶中, 摇匀备测。随同实验做 2 份空白。

#### 1.3.3 四酸密闭消解溶矿体系

取样品 0.100 0 g 于密闭消解罐中的聚四氟乙烯内衬中, 加入与 1.3.1 敞开体系中等同的混合酸, 于 250 °C 电热板上密闭消解 5 h, 断开电源,

密闭罐自然冷却, 并放置过夜。次日于 250 °C 电热板上溶矿, 直至冒烟近干, 取下, 用 (1+2) 王水 15 mL 提取, 再滴加 1~2 滴氢氟酸, 定容至 100 mL 容量瓶中, 摇匀备测。随同实验做 2 份空白。

#### 1.3.4 碱熔体系

取样品 0.500 0 g 于刚玉坩埚中, 加入约 3 g 的过氧化钠, 搅匀, 并在上层覆盖一薄层过氧化钠。于 750 °C 马弗炉中熔融 15 min, 取出, 冷却。用热水浸提, 洗出坩埚, 加入 20 mL HCl, 搅拌至固体溶解完全, 冷却, 定容 100 mL 容量瓶中, 稀释 10 倍后待测, 随同实验做 2 份空白。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶矿方式的选择

针对滇黔相邻区采集的 5 个不同矿点的稀土综合原矿的溶矿方式进行了对比研究, 稀土元素及共伴生元素测定结果见表 2。

通过表 2 不同溶矿方式下稀土元素和共伴生元素的测定结果对比发现, 在敞开酸溶体系下, 对于难溶性样品, (四酸+硫酸) 五酸敞开酸溶体系的测定结果要优于四酸敞开酸溶体系。分析原因是硫酸的引入, 提高了赶酸过程的温度, 有利于难溶性氟化物分解, 增加了稀土元素和共伴生

元素的溶出率。而对比密闭酸溶体系、敞开酸溶体系和碱熔体系的测定结果发现，密闭酸溶体系明显优于敞开酸溶体系和碱熔体系，稀土元素和共伴生元素结果提高 10%~30% 不等。分析原因是硫酸的加入，虽然能改变体系的溶样温度，但同时也会增加溶液中的基体效应和稠度，使得溶液基体变得复杂多变，从而使得分析结果偏低；而碱熔体系虽然能保证样品的完全溶解，但在碱熔过程中引入了大量的盐类，使得样品在测定过程中存在较强的离子效应，进而使基体升高，干

扰分析元素的测定，这也是如果酸溶能分解完全选择酸溶而不选择碱熔的原因。然而在密闭条件下高温高压溶样，能保证大多数难溶元素的完全分解，有利于样品及其生成的副产物全部分解，同时封闭压力酸溶过程中酸不挥发，而在系统内反复回流，很少量的酸即可完成样品分解，易挥发元素在密封条件下不会损失，对环境污染也大大降低。综合考虑采用四酸密闭体系对样品进行增温加压，很好地解决了此类难溶稀土矿样品溶矿难题。

表 2 不同溶矿方式下稀土总量及共伴生元素的测定值  
Table 2 Determination values of total rare earth and associated elements by different ore dissolution methods

元素	四酸敞开体系					四酸+硫酸敞开体系				
	CJ-1	CJ-2	CJ-3	CJ-4	CJ-5	CJ-1	CJ-2	CJ-3	CJ-4	CJ-5
TREO	2 800	3 546	2 762	2 053	1 135	3 021	3 896	2 871	2 308	1 238
Nb	228	265	269	258	277	235	260	268	258	271
Sc	27	30	45	18	23	30	27	48	19	23
Ga	57	63	66	54	74	64	60	67	55	71
Zr	1 147	1 787	1 850	1 207	1 763	1 353	1 508	1 920	1 463	1 820

元素	四酸密闭体系					碱熔体系				
	CJ-1	CJ-2	CJ-3	CJ-4	CJ-5	CJ-1	CJ-2	CJ-3	CJ-4	CJ-5
TREO	3 071	4 085	3 158	2 533	1 295	2 974	3 970	2 884	2 470	1 244
Nb	242	258	271	261	279	226	240	256	240	276
Sc	35	32	52	24	25	32	30	48	24	23
Ga	62	60	72	55	78	60	57	72	54	76
Zr	1 668	1 961	2 016	1 908	2 071	1 589	1 898	1 950	1 895	2 012

## 2.2 提取酸的选择

工艺矿物学研究结果显示新类型沉积稀土矿中含有部分锆石，锆石 ( $ZrSiO_4$ ) 是锆的主要寄主矿物，而锆石的抗溶蚀性非常强，且锆在稀硝酸介质中不稳定，若用稀硝酸提取，则测得 Zr 的结果偏低。而改善其稳定性的主要方法是加入适量盐酸或氢氟酸。氟离子是活性最强的元素，极易与锆、铌等形成氟络离子，锆、铌的氟络合物离子形态的存在使其稳定性显著改善、反应活性增大，从而导致离子强度显著增加。但是在进行仪器测定时，过多的 HF 会腐蚀雾化器，为了解决这一问题，提取时加入一定量的稀王水，外加 1~2 滴氢氟酸，很好地解决了以上难题。

## 2.3 分析元素同位素、内标元素和测量模式的选择

一般地，在质谱测定中，选择待测元素的质量数遵循同位素丰度大、质谱干扰小、灵敏度高的原则。 $^{90}Zr$  的丰度明显高于其他同位素的质量

数，且无严重得多原子离子干扰，实验选择分析同位素为  $^{90}Zr$ 。铌只有一个同位素  $^{93}Nb$ ，基本上是无质谱干扰的同位素。

在 ICP—MS 分析中，内标元素对基体效应具有明显的补偿作用，并能有效地监控和校正分析信号的漂移。由于待测元素大多为中、重元素，根据内标元素的选择要尽量与待测元素质量数相近且含量较低的原则，其质量数与 Rh 相近，故选择  $Rh^{103}$  作为内标元素。各测定元素选用的内标元素见表 3。

表 3 分析同位素、内标元素的选择  
Table 3 Selection of measurement isotopes and internal standard

待测元素	同位素	内标元素
Ga	71	$^{103}Rh$
Sc	45	$^{103}Rh$
Nb	93	$^{103}Rh$
Zr	90	$^{103}Rh$

而对于沉积型稀土矿中共伴生元素 Ga、Sc 则需要采用标准模式 (STD) 进行测定, 因为这两种元素的含量并不很高, 而且都属于中、重质量数的元素, 如果采用动能歧视碰撞模式 (KED) 模式进行测定, 使得元素的响应值大幅降低, 影响测定结果的准确度和稳定性, 因为 STD 模式并不能完全消除干扰, 所以有时还需要借助 ICP-AES 进行测定。而伴生元素 Nb、Zr 的含量较高, 且干扰相对较小, 采用 KED 和 STD 模式测定均可。故新类型沉积稀土矿中共伴生元素同位素、内标元素、测定模式及干扰校正见表 4。

表 4 共伴生元素同位素内标及干扰校正

Table 4 Internal standards of isotopes of associated and co-occurring elements and interference correction

同位素	内标	潜在干扰	模式 (*)
<sup>45</sup> Sc	<sup>103</sup> Rh	BO <sub>2</sub> 、CaH、SiO、CO <sub>2</sub> 、AlO	标准
<sup>71</sup> Ga	<sup>103</sup> Rh	ArCl、ClO <sub>2</sub> 、ArP、Ce <sup>++</sup> 、Nd <sup>++</sup>	标准
<sup>90</sup> Zr	<sup>103</sup> Rh		标准
<sup>93</sup> Nb	<sup>103</sup> Rh	AsO	标准

#### 2.4 精密度及准确度实验

由于目前尚没有新类型沉积稀土矿的行业标准及国家标准物质, 因此本研究通过对每个样品进行 11 次的平行分析, 从而计算相对标准偏差 (RSD) 判断方法的精密度, 通过加标回收实验来验证方法的准确度, 见表 5。结果发现, 每个样品每个元素的 RSD 均低于 5%, 且回收率都在 96.2%~103.6% 之间, 方法具有良好的精密度和准确度。

表 5 方法的精密度和准确度试验

Table 5 Tests on the precision and accuracy of the method

样品	元素	测定值/(g/t)	RSD/%	回收率/%
CJ-1	Ga	62	3.86	96.4
	Sc	35	2.56	97.3
	Nb	242	2.89	96.2
	Zr	1 668	3.12	102.5
CJ-2	Ga	60	2.33	98.3
	Sc	32	2.89	101.9
	Nb	258	2.42	103.6
CJ-3	Zr	1 961	3.22	97.8
	Ga	72	2.12	96.3
	Sc	52	1.89	98.4
	Nb	271	2.68	103.2
	Zr	2 016	2.98	102.3

样品	元素	测定值/(g/t)	RSD/%	回收率/%
CJ-4	Ga	55	2.87	96.3
	Sc	24	3.45	98.5
	Nb	261	2.73	99.1
	Zr	1 908	2.47	103.3
CJ-5	Ga	78	3.11	102.7
	Sc	25	2.31	97.2
	Zr	2 071	2.98	98.5

#### 2.5 共伴生元素在选择性浸出流程中的大致走向

通过对共伴生元素在冶金流程中大致走向的相关测试工作, 结果见图 1、2。从图 1 冶金工艺选择性浸出的实验结果发现, TREO 的浸出率很高, 而 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 ZrO<sub>2</sub> 的浸出率很低, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 会有部分浸出, 但浸出率基本在 30% 以下, 大部分仍未浸出, 这主要由于黏土矿物的包裹, 及锆、钛矿物特殊的夹层结构和化学结构的稳定性所致。选择性浸出剂由于极性、酸碱性的差异无法

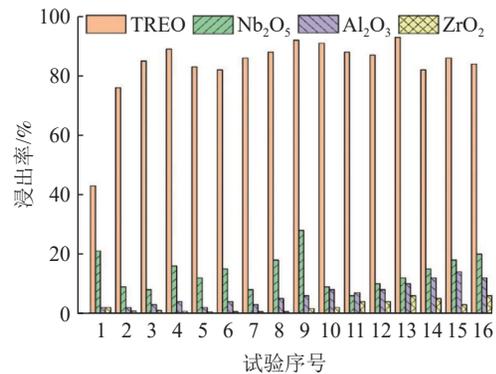


图 1 稀土浸出率与相关元素浸出率关系

Fig.1 Relationship between rare earth leaching rate and leaching rate of related elements

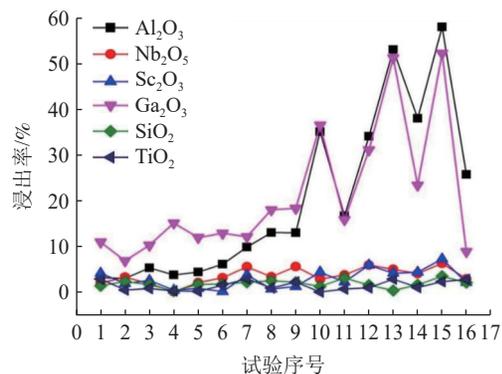


图 2 铝的浸出率与相关元素浸出率关系

Fig.2 Relationship between the leaching rate of aluminium and that of related elements

将铌、铝、锆等矿物打开，从而导致浸出率低。从图2共伴生元素与铝的浸出关系看， $\text{Al}_2\text{O}_3$ 和 $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 的浸出存在较为强烈的正相关关系，而 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 虽有部分浸出，但浸出率低，且与 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的浸出并不存在明显的相关关系。这是由于镓主要以类质同象置换的形式赋存于高岭土或伊利石中，而铌、钽等矿物主要存在于赤泥中。

### 3 结论

(1) 采用四酸密闭体系对样品进行升温加压，能够有效地避免溶液的强基体效应，保证大多数难溶元素的完全分解，很好地解决了此类难溶稀土矿样品溶矿难题。

(2) 采用王水外加氢氟酸的新提取方式，使其形成稳定的氟络合物，以103 Rh为内标，采用STD模式进行测定，方法准确度高、精密度好、操作简单。

(3) 在选择性浸出试验发现 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 和 $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 的浸出存在较为强烈的正相关关系，而 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 虽有部分浸出，但浸出率低，且与 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的浸出并不存在明显的相关关系。

### 参考文献：

[1] 龚大兴,田恩源,肖斌,等. 川滇黔相邻区古陆相沉积型稀土的发现及意义[J]. 矿床地质, 2023, 42(5):1025-1033.  
GONG D X, TIAN E Y, XIAO B, et al. Significance and discovery of sedimentary REE deposits in adjacent areas of Sichuan, Yunnan and Guizhou[J]. Mineral Deposits, 2023, 42(5):1025-1033.

[2] WANG P, YANG Y Y, HEIDRICH OLIVER, et al. Regional rare-earth element supply and demand balanced with circular economy strategies[J]. Nature Geoscience, 2024, 17(1):94-102.

[3] 刘淑君,赵朝辉,龚大兴. ICP-MS 测定新类型沉积稀土矿中关键稀土元素方法研究[J]. 矿产综合利用, 2023(4):188-193.  
LIU S J, ZHAO C H, GONG D X. Determination of rare earth elements in a new type of sedimentary rare earth ore by ICP-MS[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2023(4):188-193.

[4] 邵坤,余滔,龚大兴. 高压密闭消解-ICP-AES 法测定沉积型稀土矿中 La、Ce、Pr、Nd、Y、Nb、Zr[J]. 稀土, 2024,

45(1):87-94.

SHAO K, YU T, GONG D X. Determination of La, Ce, Pr, Nd, Y, Nb and Zr in sedimentary rare-earth ore by ICP-AES with Sealed Digestion[J]. Chinese Rare Earths, 2024, 45(1):87-94.

[5] 雷勇,勾钰霞,易建春,等. 密闭消解—电感耦合等离子体光谱法测定稀有金属矿选冶流程样品中锂、铍、铌和钽[J]. 矿产综合利用, 2023(4):205-210.

LEI Y, GOU Y X, YI J C, et al. Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric determination of lithium, beryllium, niobium and tantalum in sample of beneficiation process of rare metal ore after Closed Digestion[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2023(4):205-210.

[6] 胡兰基,霍成玉,马龙,等. 酸溶消解—质谱法测定地球化学样品及稀有、稀土矿中铌和钽[J]. 化学工程师, 2022, 36(11):23-27.

HU L J, HUO C Y, MA L, et al. Determination of niobium and tantalum in geochemical samples and rare earth minerals by acid dissolution digestion-ICP-MS[J]. Chemical Engineer, 2022, 36(11):23-27.

[7] 蒋常菊,雷占昌,范志平. 某三水型铝土矿中镓和钽的浸出研究[J]. 矿产综合利用, 2024, 45(2):185-189.

JIANG C J, LEI Z C, FAN Z P. Study on leaching of gallium and scandium from a gibbsite-type bauxite[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2024, 45(2):185-189.

[8] 王晓慧,颜世强,梁友伟,等. 黔西北地区沉积型稀土资源回收稀土研究现状及选矿实验探讨[J]. 矿产综合利用, 2022(22):135-141.

WANG X H, YAN S Q, LIANG Y W, et al. Research status of rare earth recovery from sedimentary rare earth ore and discussion on beneficiation test in northwest Guizhou[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2022(22):135-141.

[9] 徐璐,龚大兴,胡久刚,等. 低品位沉积型稀土矿硫酸浸出液的水解除杂研究[J]. 金属材料与冶金工程, 2021, 49(2):35-40.

XU L, GONG D X, HU J G, et al. Impurity removal from sulfuric acid leachates of low-grade sedimentary rare earth ores through hydrolysis precipitation[J]. Metal Materials and Metallurgy Engineering, 2021, 49(2):35-40.

[10] 杨林,邹国庆,周武权,等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定稀有多金属矿中铍钽铌钽钼[J]. 中国无机分析化学, 2023(8):825-830.

YANG L, ZOU G Q, ZHOU W Q, et al. Determination of Li, Be, Nb, Ta, Rb, Cs in rare polymetallic ores by inductively

coupled plasma mass spectrometry(ICP-MS) with microwave digestion[J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2023(8):825-830.

[11] 吴石头,王亚平,孙德忠,等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土矿石中 15 种稀土元素—四种前处理方法的比较[J]. *岩矿测试*, 2014, 33(1):12-19.

WU S T, WANG Y P, SUN D Z, et al. Determination of 15 rare earth elements in rare earth ores by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry:A comparison of four different pretreatment methods[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2014, 33(1):12-19.

[12] 门倩妮,沈平,甘黎明,等. 敞开酸溶和偏硼酸锂碱熔 ICP-MS 法测定多金属矿中的稀土元素及铌钽钪钪[J]. *岩矿测试*, 2020, 39(1):59-67.

MEN Q N, SHEN P, GAN L M, et al. Determination of rare earth elements and Nb, Ta, Zr, Hf in polymetallic mineral samples by inductively coupled plasma-mass spectrometry coupled with open acid dissolution and lithium metaborate alkali fusion[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2020, 39(1):59-67.

[13] 程祎,李志伟,于亚辉,等. 高压密闭消解-电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中铌、钽、钪、钪和 16 种稀土元素[J]. *理化检验(化学分册)*, 2020, 56(7):782-787.

CHENG Y, LI Z W, YU Y H, et al. ICP-MS Determination of Nb, Ta, Zr, Hf and 16 rare earth elements in geological samples with high pressure closed digestion[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis(Part B: Chemical Analysis)*, 2020, 56(7):782-787.

## Analysis and Research on Associated Elements Nb, Zr, Ga and Sc in Sedimentary Rare Earth Ores

LIU Shujun<sup>1,2,3</sup>, XU Lu<sup>1,2,3</sup>, GONG Daxing<sup>1,2,3</sup>, YI Jianchun<sup>1,2,3</sup>, ZHAO Chaohui<sup>1,2,3</sup>

(1. Institute of Comprehensive Utilization of Mineral Resources, Chinese Academy of Geological Sciences, Chengdu, Sichuan 610041, China; 2. Rare Earth Resources Application Technology Innovation Center of China Geological Survey, Chengdu, Sichuan 610041, China; 3. Sichuan Rare Earth Technology Innovation Center, Chengdu, Sichuan 610041, China)

**Abstract:** Through comparative studies of different digestion methods for five ore samples with varying grades collected from adjacent mining areas in Yunnan and Guizhou Provinces, combined with optimization of instrumental parameters and accuracy precision tests of analytical methods, this research systematically investigated the analytical techniques for associated elements (Nb, Zr, Ga, Sc) in sedimentary rare earth ores. A preliminary exploration of their distribution patterns during selective leaching processes was also conducted. The results indicate that high-pressure sealed acid dissolution combined with ICP-MS analysis achieved excellent performance, with relative standard deviations (RSD) below 5% and recovery rates ranging from 96.2% to 103.6% for all target elements (Nb, Zr, Ga, Sc), demonstrating high precision and accuracy of the proposed method. Furthermore, selective leaching experiments revealed a strong positive correlation between the leaching behaviors of  $Al_2O_3$  and  $Ga_2O_3$ , which provides valuable guidance for the comprehensive utilization of gallium in sedimentary rare earth ores.

**Keywords:** sedimentary rare earth ore; associated elements; high-pressure sealed acid dissolution; ICP-MS or ICP-AES; positive correlation