

碱熔-电感耦合等离子体质谱法测定铌钽矿中铌钽锂铍

李振^{1,2}, 钟莅湘^{1,2}, 崔承洋³, 李志伟^{1,2}

(1. 河南省地质局地质灾害防治中心, 河南 郑州 450012; 2. 河南省岩石矿物测试中心自然资源部贵金属分析与勘查技术重点实验室, 河南 郑州 450012; 3. 华北水利水电大学, 河南 郑州 450012)

摘要: 这是一篇矿物分析测试领域的论文。建立了碱熔-电感耦合等离子体质谱法同时测定铌钽矿中铌钽锂铍的快速测定方法。采用过氧化钠: 氢氧化钠=1:1 的混合熔剂分解样品, 水提取使铌钽等元素完全形成沉淀, 与液体分离, 采用 10% 硫酸+10% 过氧化氢溶液 25 mL 转化沉淀和溶液后用电感耦合等离子体质谱仪测定样品中铌、钽、锂、铍元素的含量。采用该方法测定国家一级标准物质 GBW 07153、GBW 07155、GBW 07185, 各元素的测定值与认定值基本一致, 相对误差为 0.50%~4.77%, 相对标准偏差 (n=6) 为 -0.009%~0.008%, 适用于铌钽精矿、难分解或复杂样品中铌钽等元素的测定, 并在生产实践中进行了应用。

关键词: 矿物分析测试; 碱熔; 电感耦合等离子体质谱法; 铌; 钽; 锂; 铍

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2024.03.031

中图分类号: TD985;P575 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2024) 03-0200-06

引用格式: 李振, 钟莅湘, 崔承洋, 等. 碱熔-电感耦合等离子体质谱法测定铌钽矿中铌钽锂铍[J]. 矿产综合利用, 2024, 45(3): 200-205.

LI Zhen, ZHONG Lixiang, CUI Chengyang, et al. Determination of niobium, tantalum, lithium and beryllium in niobium tantalum ore by alkali fusion inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2024, 45(3): 200-205.

铌钽矿是稀有金属中的主要品种, 用途很广。在钢铁工业、超导材料、航空航天、原子能工业、电子工业、医疗领域及铸造行业等领域有较广泛的应用。所以, 稀有金属矿的开发越来越受到重视^[1-2]。我国的铌钽矿大部分产于花岗伟晶岩型矿床, 其储量单一矿床较少, 多以共伴生矿床为主, 研究能够同时测定样品中铌钽锂铍等多种元素的方法势在必行。

随着现代分析技术的发展和大型仪器设备在各个领域的广泛应用, 有大量关于电感耦合等离子体质谱法^[3-4]、电感耦合等离子体发射光谱法^[5-6]或 X-射线荧光光谱法^[7-8]等对稀有金属矿石、岩石、合金^[9]等样品中的稀有金属元素测定方法的

报道。但这些多是对样品单一碱熔或酸溶后在氢氟酸介质或酒石酸介质中对中低含量的铌钽进行分析, 而不能同时测定样品中锂铍的含量。本研究以混合熔剂分解样品, 固液分离后酸化测定, 降低了测定溶液中盐类浓度, 以大型仪器为手段, 建立了碱熔-电感耦合等离子体质谱法同时测定铌钽矿中铌钽锂铍的快速测定方法, 可以在地质勘查, 矿产品开发利用的过程中推广应用, 使各种资源得到充分的利用, 提高综合经济价值。

1 实验

1.1 仪器、试剂及溶液

X-Series II 型电感耦合等离子质谱仪, PFA-ST

收稿日期: 2023-03-20

基金项目: 国土资源部公益性行业科研专项-自然资源行业标准修订计划 (201919035)

作者简介: 李振 (1983-), 男, 高级工程师, 研究方向为岩矿分析、质量管理。

Microflow 雾化器。

仪器工作参数见表1。

过氧化钠 (AR)，氢氧化钠，氢氟酸 ($\rho=1.16$ g/mL)，硝酸 $\rho=1.42$ g/mL)，硫酸 ($\rho=1.19$ g/mL)，过氧化氢 ($\rho=1.45$ g/mL)。铌、钽、锂、铍标准储存溶液均为 1.000 mg/mL 国家标物中心。

表1 等离子体质谱仪工作参数

Table 1 Working parameters of plasma mass spectrometer			
工作条件	参数	工作条件	参数
入射功率/W	1350	每个质子通道数	3
反射功率/W	2.0	采样深度/mm	150
载气流速(Ar) / (L/min)	0.74	截取锥/mm	0.7
采样时间/s	65.00	采样锥/mm	1.1
样品提升率/ (mL/min)	1.2	停留时间/ms	10
扫描方式	跳峰	扫描次数/次	50
分辨率 (峰高) /u	0.75	雾化器流量/ (L/min)	0.90

1.2 样品处理和分析方法

称取 0.5000 g 试样样品于镍坩锅中，加入 3 g 过氧化钠搅匀，覆盖 1 g 氢氧化钠，在 1000 °C 马弗炉中熔融至樱红透亮，取出冷却，用水溶液浸取于 250 mL 烧杯中，煮沸除去过氧化氢，洗出坩埚。溶液冷却后转入离心杯中，离心分离 15 min，滤液移入 100 mL 容量瓶中定容，沉淀用 25 mL (10% 硫酸+10% 过氧化氢) 和 10 滴氢氟酸溶液微热溶解清亮后，转移到 100 mL 容量瓶中定容。分取溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用 1% 硝酸 (体积分数) 定容。按电感耦合等离子体质谱仪仪器工作参数测定各项元素。

2 结果与讨论

2.1 碱熔分解试剂选择

铌钽稀有多金属矿石中成分复杂，尤其是铌钽精矿，同时含有铅钨等难分解的矿物元素，样品适用于碱分解体系。实验了过氧化钠、氢氧化钠、碳酸钠及偏硼酸锂、硫酸氢钾、焦硫酸钾等试剂的高温熔融分解方法。结果表明：偏硼酸

锂、硫酸氢钾、焦硫酸钾高温熔融分解法均需要在 1000 °C 熔矿，熔融体稍冷后形成致密的玻璃体，不宜提取形成稳定的测定溶液。碳酸钠高温熔融分解法也需要在 1000 °C 下熔矿，形成的固体提取后发现未分解的样品存在。而过氧化钠熔矿时为樱红透亮的液体，样品分解完全，但过氧化钠对坩埚腐蚀太强。过氧化钠熔矿对坩埚的损失程度取决于分解温度。

纯品过氧化钠为白色，但一般见到的过氧化钠呈淡黄色，原因是反应过程中生成了少量超氧化钠。熔点为 460 °C，沸点 657 °C。根据混合盐类低温共熔点的理论。在过氧化钠熔融中引入一定量熔点较低 (318.4 ± 0.2) °C 氢氧化钠及熔点较低 (306 ± 0.2) °C 的氧化剂硝酸钠，使过氧化钠的熔点降低而仍保持其强氧化性和分解矿物的能力。单独采用氢氧化钠熔矿，氧化力不强，铌钽不能形成高价而沉淀。采用过氧化钠熔矿时加入了氢氧化钠，既保留了过氧化钠氧化力强的优点，使铌钽氧化成高价而沉淀；又降低了熔矿的温度 (共熔点)，减少对坩埚的腐蚀。在氢氧化钠分解样品时加入有氧化性的硝酸钠，同样能将样品分解完全。综合考虑，采用过氧化钠+氢氧化钠效果较佳，不同溶剂熔矿方法比较见表2。

2.2 混合熔剂比例选择

按本实验方法，在镍坩锅中加入不同比例的混合熔剂，以沈阳综合岩矿测试中心研制的稀有稀土矿石成分分析标准物质 GBW 07185 为研究对象，对过氧化钠、氢氧化钠不同比例混合物分解样品时的情况进行了考查，结果见表3。

从表3中可以看出，氢氧化钠与过氧化钠都能将铌钽矿熔解完全，对于锂、铍元素的影响不大，氢氧化钠和过氧化钠的比例对铌和钽的分析结果影响较大。在氢氧化钠或混合溶剂中氢氧化钠比例较大时，因氢氧化钠氧化力不足，不能将铌钽全部氧化成高价，离心分离时铌钽氧化物沉淀不完全，使溶液中残余有铌钽元素，所以不能

表2 不同溶剂熔矿比较

Table 2 Comparison of molten ore with different solvents					
分解方法	偏硼酸锂	过氧化钠	过氧化钠+氢氧化钠	氢氧化钠+硝酸钠	过氧化钠+氢氧化钠+硝酸钠
熔矿温度/°C	1000	680	560	550	550
熔矿时间/min	10	10	10	10	10
提取方式	玻璃体不易提取	易提取	易提取	易提取	易提取
坩埚腐蚀	腐蚀重	腐蚀重	腐蚀轻	腐蚀轻	腐蚀轻

表 3 混合碱溶剂比例选择对比
Table 3 Comparison of mixed alkali flux ratio selection

GBW 07185		认定值	氢氧化钠	比例1:2	比例1:1	比例1:0.5	过氧化钠
BeO/ (μg/g)	溶液		11.6	12	12	11.5	12.1
	沉淀		1	0.80	0.50	0.80	0.70
	合计	12.5	12.60	12.80	12.50	12.30	12.80
Li ₂ O/ (μg/g)	溶液		107	104.8	109.2	107	105
	沉淀		1	1.20	0.80	1	1
	合计	106	108	106	110	108	106
Ta ₂ O ₅ / (μg/g)	溶液		4800	2500	10	18	20
	沉淀		5410	7690	10195	10192	10180
	合计	10200	10210	10190	10200	10210	10200
Nb ₂ O ₅ / (μg/g)	溶液		2460	1800	9	10	10
	沉淀		2750	3400	51900	5195	5185
	合计	5200	5210	5200	5210	5205	5195

完全用氢氧化钠熔矿。过氧化钠氧化性较强，可以使铌钽元素完全氧化为高价，在离心分离时使铌钽氧化物完全在沉淀中，混合溶剂中过氧化钠含量较少时，溶剂氧化力不足，会使离心分离时铌钽氧化物不能完全在沉淀中。同时因为过氧化钠的氧化性较强，对坩埚腐蚀严重，会引入大量的杂质元素离子，同时过氧化钠分解样品时的温度较高，考虑采用氢氧化钠、过氧化钠的混合溶剂分解样品。当混合溶剂中过氧化钠的比例不小于三分之一时，样品完全分解且铌钽元素全部进入沉淀中。因此，样品分解溶剂选择为过氧化钠：氢氧化钠为 1:1。

2.3 混合溶剂的用量选择

碱熔时通常需要加入大量碱性熔剂（一般为试样量的 6~12 倍），会引入熔剂本身的离子和其中的杂质元素。因此，选择碱熔试剂用量时尽量接近于试剂量与样品量比例的底线。按照实验方法，称取 0.5000 g 样品，以 GBW 07185、YC-5 和 GBW 07186 为研究对象，按照碱熔试剂量为样品量的 6 倍、7 倍、8 倍及 10 倍加入，考查其对铌钽元素测定结果的影响，结果见图 1。

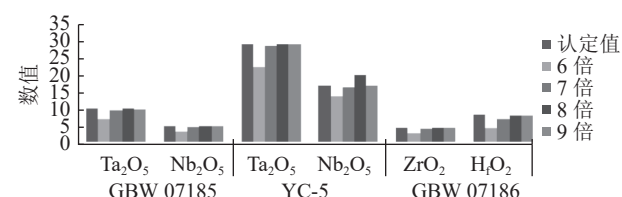


图 1 混合碱熔剂用量选择对比

Fig.1 Comparison of mixed alkali flux dosage selection

图 1 表明，由于铌钽精矿难分解，碱性溶剂用量少时会使样品分解不完全，而使铌、钽元素分析结果偏低；在碱熔试剂量大于样品量的 8 倍时，分析结果与标准物质的认定值基本一致，考虑到盐类及溶剂本身带入的杂质和腐蚀坩埚带入杂质等因素，选择碱性溶剂用量为样品量 8 倍，即 0.5000 g 样品加入混合溶剂约 4 g。

2.4 样品分解坩埚的选择

由于碱性溶剂的氧化性强，会腐蚀坩埚的元素进入测定体系，因此，在选择坩埚时，不能使用含有待测元素的坩埚。按本实验方法的要求，分别进行了镍坩埚、石墨坩埚、高铝坩埚等坩埚分解样品后对测定元素的影响。发现高铝坩埚中会有痕量的铌、钽，空白高，所以选用了石墨坩埚及镍坩埚。使用考虑到坩埚价值的问题，最后在实验中选择主要使用镍坩埚。

2.5 同位素选择及干扰校正

选定较佳同位素的依据是质谱干扰最少的原则（同量异位素重叠干扰、多原子离子干扰、双电荷离子干扰和难熔氧化物干扰），同时元素丰度较高，选定各测定元素的同位素为：⁷Li、⁹Be、⁹³Nb、¹⁸¹Ta。电感耦合等离子体质谱法测定中的大致可以分为两类：一类是质谱型干扰，主要包括同质异位素、多原子离子、双电荷离子；另一类是非质谱型干扰，主要包括物理干扰、基体效应、记忆效应等。干扰的消除和校正方法有优化仪器参数、内标法校正、干扰方程校正，采用碰撞反应池技术、稀释校正、采用标准加入法等。

2.6 内标的选择

使用内标可降低基体效应，可补偿仪器工作条件、雾化效率造成的非光谱干扰。尽可能选用基体中不存在的元素或与内标的加入量相比其含量极微，不至于影响其测定精度。故一般选用稀有元素作为内标元素。加入内标元素的量应为样品中该元素量的100倍以上。考虑到铟、铷的激发电位与铌钽的电离电位比较相近（铌的第一电离能6.88 eV，钽的第一电离能7.89 eV，In的第一电离能5.786 eV，铷7.46 eV）。在本方法中，选择以上4个元素作为内标元素进行实验，通过对铌钽矿样品中元素的测定。铟、铷作为铌钽矿测定的内标元素，效果较为理想，质谱干扰少，样品含量低。考虑到仪器的信号强度值高，最终确定铟作为内标元素，见图2。

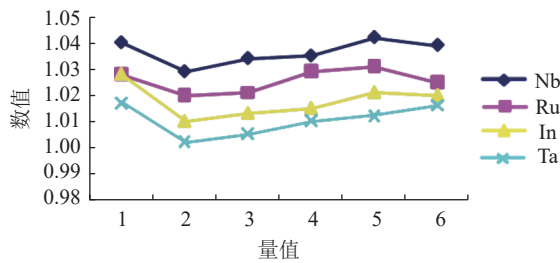


图2 内标元素选择对比

Fig.2 Comparison of internal standard element selection

2.7 方法检出限

在仪器较佳状态下，按实验方法连续测定12份样品空白溶液，以所得结果3倍标准偏差计算个元素的检出限，各元素的检出限及检测含量范围见表4。

表4 所测各元素检出限及检测含量范围

Table 4 Detection limits and content ranges of each element

元素	检测限	检测含量范围
Li ₂ O	0.025 μg/g	0.05 μg/g-30%
BeO	0.018 μg/g	0.05 μg/g-30%
Nb ₂ O ₅	0.08 μg/g	0.10 μg/g-45%
Ta ₂ O ₅	0.05 μg/g	0.10 μg/g-40%

2.8 各元素的准确度和精密度

该方法的精密度和准确度用铌钽矿石标准物质和稀有稀土矿石成分分析标准物质（GBW 07153、GBW 07155、GBW 07185），按照实验方法流程进行分析，平行测定六次进行精密度和准确度的计算，结果见表5。从表中可以看出，本方法的测定值与标准物质的认定值基本一致，平均值与该

标准物质标准值之间对数误差（ $\Delta \lg C(\text{GBW})$ ）的绝对值均在0.05以内，相对标准偏差的计算数均在5%以内。

表5 方法的准确度与精密度 (n=6)

Table 5 Precision and accuracy of the method (n=6)

标样号	分析元素	平均值标准值		精密度	正确度
				RSD%	$\Delta \lg C$
GBW 07153 (锂矿石)	BeO/ (μg/g)	260	260	2.59	-0.001
	Li ₂ O%	2.27	2.29	2.62	0.003
	Nb ₂ O ₅ / (μg/g)	61.7	61.1	4.77	-0.004
	Ta ₂ O ₅ / (μg/g)	121	120	2.96	-0.004
GBW 07155 (铌钽矿石)	BeO/ (μg/g)	330.3	330	2.15	-0.001
	Li ₂ O%	0.78	0.779	0.91	-0.001
	Nb ₂ O ₅ / (μg/g)	423.4	430	1.06	0.006
	Ta ₂ O ₅	697	700	0.85	0.002
GBW 07185 (稀有稀土矿石)	BeO%	12.25	12.5	1.84	0.008
	Li ₂ O	104	106	2.38	0.007
	Nb ₂ O ₅	5162	5200	1.03	0.003
	Ta ₂ O ₅	1.022	1.02	0.50	-0.009

2.9 与传统方法对比

传统的铌钽分析方法是酸熔后有机试剂萃取比色或铌钽精矿采用碱熔-纸层析重量法测定^[10]；铌钽与锂铍等稀有元素的测定不在同一个体系中进行，而是依据GB/T 17413.1-2010中锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法分别用原子吸收和比色法进行测定，各方法见对比见表6。

由表6可以看出，传统方法是各个元素分开测定的，耗时较长，且有机试剂对环境有较大的污染，本方法采用碱熔，一个体系中同时测定各个稀有元素，较传统方法节约了大量的时间，是一个快速的分析方法。

3 实际样品分析

电感耦合等离子体质谱仪有较宽的测定区间，可满足于铌钽矿石中同一批次的尾矿、中矿和精矿样品的同时测定，对不同含量范围内的铌钽锂铍样品分别测定6次，测定结果见表7。从表中可以看出，该方法满足不同含量段样品中铌钽锂铍分析的要求，各元素的RSD%在-1.43~1.26之间，可以满足地质找矿和选冶实验的要求，符合地质矿产实验室测试质量管理规范DZ/T 0130-2006中对铌、钽、锂、铍元素质量管理部分的要求（RSD<30%）。

表 6 与传统分析方法对比
Table 6 Comparison with traditional analysis methods

方法	前处理	测定方法	测定元素	Nb、Ta测量范围	分析时间
传统方法	酸溶-有机试剂萃取	比色法	Nb、Ta	$0.1 \cdot 10^{-6} \sim 1.0 \cdot 10^{-2}$	10件/1人·16 h
	碱熔-有机试剂展开	纸层析重量法	Nb、Ta	$5.0 \cdot 10^{-2} \sim 60.0 \cdot 10^{-2}$	10件/1人·8 h
	酸溶	原子吸收光谱法	Li ₂ O	$0.1 \cdot 10^{-2} \sim 15.0 \cdot 10^{-2}$	10件/1人·8 h
	碱熔	磷酸盐重量法	BeO	$1 \cdot 10^{-2} \sim 50 \cdot 10^{-2}$	10件/1人·16 h
本方法	碱熔	铍试剂比色法	BeO	$10 \cdot 10^{-6} \sim 1.0 \cdot 10^{-2}$	10件/1人·8 h
	碱熔-沉淀与溶液分开提取	ICP-MS	测定元素更多	$0.05 \cdot 10^{-6} \sim 30.0 \cdot 10^{-2}$	10件/1人·8 h

表 7 不同含量段样品分析结果 (n=6)
Table 7 Analysis results of samples with different contents (n=6)

矿种	分析元素/(μg/g)							相对偏差RSD%
尾矿样品	Nb ₂ O ₅	42.0	41.2	42.3	42.5	42.6	42.5	-0.20
	Ta ₂ O ₅	30.8	29.6	31.0	29.8	31.3	30.8	1.26
	Li ₂ O	240	235	242	238	241	240	0.70
	BeO	376	379	384	379	382	386	-0.92
原矿样品	Nb ₂ O ₅	114	111	117	113	115	114	0.08
	Ta ₂ O ₅	122	118	124	120	127	122	-0.53
	Li ₂ O	67.6	66.0	68.3	66.3	67.7	67.6	0.52
	BeO	92.3	91.5	93.1	91.3	93.0	92.3	-0.09
中矿样品	Nb ₂ O ₅	80352	79709	81513	79869	80674	83028	-0.63
	Ta ₂ O ₅	60512	61028	63633	60148	62754	60268	-1.43
	Li ₂ O	5635	5590	5646	5601	5658	5612	0.20
	BeO	3293	3267	3300	3273	3306	3280	0.20
精矿样品	Nb ₂ O ₅	327100	330100	328400	329900	326600	326300	-0.29
	Ta ₂ O ₅	45400	45400	45800	45400	46000	46000	-0.58
	Li ₂ O	2210	2216	2211	2213	2214	2216	-0.15
	BeO	1288	1286	1290	1283	1290	1289	0.03

4 结 论

通过系统的方法实验研究，建立了碱熔—电感耦合等离子体质谱法同时测定铌钽矿中铌钽铍的快速测定方法。方法适用于铌钽矿石中原矿、尾矿、精矿及中间产品中铌、钽、锂、铍元素的快速测定。经过标准物质验证实验，各元素检测指标满足地质规范质量要求。方法快速、测定数据准确、测定范围广，具有推广意义。

参考文献：

[1] 李志伟, 赵晓亮, 李珍, 等. 敞口酸熔-电感耦合等离子体发射光谱法测定稀有多金属矿选矿样品中的铌钽和伴生元素[J]. 岩矿测试, 2017, 36(6):594-600.

LI Z W, ZHAO X L, LI Z, et al. Determination of niobium, tantalum and associated elements in rare polymetallic ore dressing samples by open acid fusion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Rock And Mineral

Analysis, 2017, 36(6):594-600.

[2] 吴西顺, 王登红, 黄文斌, 等. 全球锂矿及伴生铍钽的采选冶技术发展趋势[J]. 矿产综合利用, 2020(1):1-9.

WU X S, WANG D H, HUANG W B, et al. Global lithium ore and associated beryllium niobium tantalum mining technology development trend[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2020(1):1-9.

[3] 姚玉玲, 赵朝辉, 刘淑君. 树脂交换分离—电感耦合等离子质谱法测定锡矿石的铌钽[J]. 矿产综合利用, 2021(5):146-151.

YAO Y L, ZHAO C H, LIU S J. Resin exchange separation-inductively coupled plasma mass spectrometry determination of niobium and tantalum in tin ore[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2021(5):146-151.

[4] 郭晓瑞, 王甜甜, 张宏丽, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定地球化学样品中铌钽钨锡[J]. 冶金分析, 2021, 41(3):44-50.

GUO X R, WANG T T, ZHANG H L, et al. Determination of

Nb, Ta, W, Sn in geochemical samples by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2021, 41(3):44-50.

[5] 高会艳. ICP-MS 和 ICP-AES 承担地球化学勘查样品及稀土矿石中铌钽方法体系的建立[J]. 岩矿测试, 2014, 33(3):312-320.

GAO H Y. ICP-MS and ICP-AES undertake geochemical exploration samples and the establishment of niobium tantalum method system in rare earth ore[J]. Rock And Mineral Analysis, 2014, 33(3):312-320.

[6] 郑平英. 等离子体原子发射光谱法测定矿石样品中铌钽的应用[J]. 科技资讯, 2014, 12(25):73, 76.

ZHENG P Y. Application of ICP-AES in determination of niobium and tantalum in ore samples[J]. Technical Information, 2014, 12(25):73, 76.

[7] 李可及, 赵朝辉. 低稀释比熔融-X 射线荧光光谱法分析铌钽矿石[J]. 理化检验 (化学分册), 2018, 54(12):1410-1414.

LI K J, ZHAO C H. Analysis of niobium-tantalum ore by low dilution melting-X-ray fluorescence spectrometry[J]. Physical Testing And Chemical Analysis, 2018, 54(12):1410-1414.

[8] 邵常丽. X 射线荧光光谱法测定铌铁中铌钽铜钛铝磷[J]. 冶金分析, 2017, 37(6):50-54.

SHAO C L. Determination of niobium, tantalum, copper, titanium, aluminum and phosphorus in ferroniobium by X-ray fluorescence spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2017, 37(6):50-54.

[9] 许宁辉, 唐武, 于红艳. X 荧光光谱法测定铌钨合金中钨、钼、锆元素[J]. 当代化工, 2020, 49(1):200-203.

XU N H, TANG W, YU H Y. Determination of tungsten, molybdenum and zirconium in niobium tungsten alloy by X fluorescence spectrometry[J]. Contemporary Chemical Industry, 2020, 49(1):200-203.

[10] 程文翠, 付永立, 马会春, 等. 纸上层析分离-ICP-AES 测定稀有金属矿中的铌钽[J]. 分析实验室, 2018, 37(2):168-173.

CHENG W C, FU Y L, MA H C, et al. Determination of niobium and tantalum in rare metal ores by paper chromatography separation-ICP-AES[J]. Analytical Laboratory, 2018, 37(2):168-173.

Determination of Niobium, Tantalum, Lithium and Beryllium in Niobium Tantalum Ore by Alkali Fusion Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

LI Zhen^{1,2}, ZHONG Lixiang^{1,2}, CUI Chengyang³, LI Zhiwei^{1,2}

(1.Henan Geological Bureau Geological Disaster Prevention Center, Zhengzhou 450012, Henan, China;

2.Henan Rock Mineral Testing Centers Key Laboratory of Precious Metals Analysis and Exploration Technology, Ministry of Natural Resources, Zhengzhou 450012, Henan, China; 3.North China University of Water Resources and Electric Power, Zhengzhou 450012, Henan, China)

Abstract: This is an article in the field of mineral analysis and testing. A rapid method for the simultaneous determination of Nb, Ta, Li and Be in Nb Ta ore by alkali fusion inductively coupled plasma mass spectrometry was established. The mixed alkali of sodium peroxide and sodium hydroxide=1:1 is used to decompose the sample. During extraction, niobium, tantalum and other elements are completely precipitated and separated from the liquid. The content of niobium, tantalum, lithium and beryllium in the sample is determined by inductively coupled plasma mass spectrometer after conversion and precipitation with 25 mL of 10% sulfuric acid+10% hydrogen peroxide solution. This method is used to determine the national first-class reference materials GBW 07153, GBW 07155 and GBW 07185. The measured values of each element are basically consistent with the certified values, with a relative error of 0.50%~4.77% and a relative standard deviation (n=6) of -0.009%~0.008%. It is applicable to the determination of niobium and tantalum in niobium tantalum concentrates, refractory or complex samples, and has been applied in production practice.

Keywords: Mineral analysis and testing; Alkali fusion; Inductively coupled plasma mass spectrometry; Niobium; Tantalum; Lithium; Beryllium