

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2020.03.007

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法 测定尼日利亚铌钽锂矿石中的铌、钽、锂

徐洪柳

(湖南省有色地质勘查研究院 测试中心,长沙 410000)

摘 要 经过三种样品前处理实验对比,选择采取氢氟酸-高氯酸-王水溶样,酒石酸-王水浸取,电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定尼日利亚地区铌钽矿石中铌、钽、锂元素。对元素的分析谱线、酒石酸浓度等工作条件进行了优化,选择各元素的最佳分析谱线,并进行加标回收实验,探讨了各元素的加标回收率。选取 Nb 269.7 nm、Ta 240.0 nm、Li 670.78 nm 作为仪器分析谱线,计算得到的方法检出限分别为: Nb 0.5 $\mu\text{g/g}$ 、Ta 1.5 $\mu\text{g/g}$ 、Li 15.0 $\mu\text{g/g}$ 。对比各种溶样方法,选取一种最简洁方便的样品前处理途径,经国家一级标准物质 GBW07153、GBW07155 和 GBW07185 验证,测定值的相对误差为 $-2.82\% \sim 1.77\%$,方法精密度(RSD, $n=6$)为 $0.11\% \sim 1.2\%$,测定尼日利亚地区铌钽锂矿石中的铌、钽、锂元素,结果无显著性差异,方法能够满足尼日利亚铌钽矿石中相关组分的准确测定。

关键词 铌钽矿;电感耦合等离子体原子发射光谱法;铌;钽;锂;酸溶

中图分类号: O657.31; TH744.11

文献标志码: A

文章编号: 2095-1035(2020)03-0033-06

Determination of Niobium, Tantalum and Lithium in Niobium-tantalum-lithium Ore from Nigeria by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

XU Hongliu

(Hunan Nonferrous Metal Exploration and Research Institute Testing Center, Changsha, Hunan 410000, China)

Abstract In this paper, the method for determination of niobium, tantalum and lithium in niobium and tantalum ores from Nigeria by inductively coupled plasma emission spectrometry after the sample was dissolved by hydrofluoric acid-perchloric acid-aqua regia and leached with tartaric acid-aqua regia was studied. The working conditions, such as the analytical spectrum of the elements and the concentration of tartaric acid, were optimized, the best analytical spectrum of each element was selected, and the recovery of each element was discussed by adding standard experiment. Nb 269.7 nm, Ta 240.0 nm and Li 670.78 nm were selected as the analytical lines. The detection limits of Nb 0.5 $\mu\text{g/g}$, Ta 1.5 $\mu\text{g/g}$ and Li 15.0 $\mu\text{g/g}$ were calculated. In this paper, a simple and convenient sample pre-treatment method was selected and verified by GBW07153, GBW07155 and GBW07185. The relative error of the determination was $-2.82\% \sim$

收稿日期: 2019-09-25 **修回日期:** 2020-01-10

作者简介: 徐洪柳,女,工程师,主要从事岩石矿物分析研究。E-mail: 136887311@qq.com

本文引用格式: 徐洪柳. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定尼日利亚铌钽锂矿石中的铌、钽、锂[J]. 中国无机分析化学, 2020, 10(3): 33-38.

XU Hongliu. Determination of Niobium, Tantalum and Lithium in Niobium-tantalum-lithium Ore from Nigeria by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(3): 33-38.

1.77%。The precision of the method was 0.11%—1.2%, there is no significant difference in the determination of Nb, Ta and Li in niobium-tantalum lithium ore in Nigeria. This method can be used for accurate determination of related components in niobium-tantalum lithium ore in Nigeria.

Keywords niobium tantalum; inductively coupled plasma emission spectrometry; niobium; tantalum; lithium; acid solution

前言

尼日利亚是非洲能源资源大国,同时也是非洲最大的石油生产国和出口国。中尼之间经贸往来频繁,截至 2011 年底,在尼中企累计签订承包工程合同总额高达 316 亿美元,稳居非洲第二位,业务范围遍及铁路改扩建、发电站建设运维、农村程控电话网构建、房地产建设、石油矿产开发等。截至 2014 年,尼日利亚已探明石油储量居非洲第二、世界第十;已探明天然气储量居非洲第一、世界第八;已探明 76 种矿产中有 34 种具备商业开采价值,其中铌钽矿储量约为 2 万 t,主要分布于北部诸州,而锂作为铌钽伴生元素,也广泛分布于铌钽矿中。

铌、钽、锂均属高熔点稀有金属,铌钽具有耐腐蚀、冷加工性能好和氧化膜电性能好等优点^[1],被广泛用于现代电子工业、硬质合金、化工防腐、高温炉件、超导技术、原子能反应堆、高能物理和现代武器、航空航天等领域,是高科技不可缺少的金属材料^[2];锂可用于生产特种合金、润滑剂、高性能电池和医药产品等,探究一种能快速准确地测定尼日利亚地区不同样品中铌、钽、锂含量的测试方法具有重要意义。

铌和钽的测定有多种方法,可根据含量高低及伴生元素的影响采用适当方法^[3]。对高含量铌、钽的分析,常采用以单宁、铜铁试剂等作为沉淀剂的重量法,但测得的往往是铌钽含量^[2]。X 射线荧光光谱仪测定地质样品中的低含量铌、钽,已经有一些文献报道^[4],而测定高含量铌、钽的相关报道较少^[2]。随着分析技术的进步,各种大型先进仪器的出现,使铌、钽的测定更为简单。电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法具备更低的检出限和更高的灵敏度,质谱干扰少,背景值低^[5],适合于微量及痕量 Nb、Ta 分析;电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法则具备较宽的校准曲线线性范围^[6-7],适合测试高浓度的样品溶液,且相对于 ICP-MS 法而言其受基体干扰较小^[8]。

本文针对样品分解的难易程度和 Nb、Ta、Li 含量范围,分别采用硝酸-氢氟酸-盐酸-高氯酸混合酸

化法、王水-酒石酸提取;硝酸-氢氟酸-盐酸-硫酸消解法、过氧化氢浸取;以及过氧化钠高温熔融、盐酸酸化浸取这三种前处理方式溶解样品。通过综合比较三种方法的优劣,建立了一种更简便、快速的分析技术体系,以满足样品基体复杂、含量范围变化大、试样量大的分析检测需求。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

ICP-6300 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国赛默飞世尔科技有限公司)。

电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作条件,见表 1。

表 1 电感耦合等离子发射光谱仪的工作条件
Table 1 Working conditions of the inductively coupled plasma emission spectrometer

工作参数	设定条件
等离子体功率/W	Nb、Ta(1 150) Li(750)
冷却气(Ar)流量/(L·min ⁻¹)	15.0
辅助气(Ar)流量/(L·min ⁻¹)	1.0
雾化气(Ar)流量/(L·min ⁻¹)	0.75
提升量/(mL·min ⁻¹)	1.0
积分时间/s	500
观测高度/mm	10
曝光时间/s	8

恒温电热板;SRJX-4-9 型马弗炉(长沙远东电炉厂),额定温度 950 ℃;定量慢速滤纸;AL204 型分析天平(梅特勒-托利多仪器有限公司),D = 0.1 mg。

1.2 标准溶液和主要试剂

Nb、Ta 混合标准溶液:单元素标准储备溶液(1 mg/mL)逐级稀释至表 2 浓度的混合标准溶液,介质为酒石酸(2%),现用现配。

Li 标准溶液:标准储备溶液(1 mg/mL)逐级稀释至表 2 浓度的标准溶液,介质为酒石酸(2%),现用现配。

盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸、酒石酸、硫酸、过氧化氢、过氧化钠、氢氧化钠均为分析纯;高纯水(电阻率>18 MΩ·cm)。

表 2 标准溶液中 Nb、Ta、Li 含量

Table 2 Content of Nb,Ta,Li in standard solution				
/(μg · mL ⁻¹)				
标准溶液编号	Nb	Ta	标准溶液编号	Li
STD1	0.00	0.00	std 1	0.00
STD2	0.01	0.01	std 2	0.20
STD3	0.05	0.05	std 3	0.50
STD4	0.20	0.20	std 4	2.00
STD5	1.00	1.00	std 5	10.00
STD6	0.00	0.00	std 6	20.00
STD7	0.50	0.50		
STD8	2.00	2.00		
STD9	10.00	10.00		
STD10	30.00	30.00		

1.3 试样的前处理方法

方法一:

称取 0.10 g(精确至 0.000 1 g)试样于聚四氟乙烯坩埚中,加入 15 mL 盐酸,低温煮沸 2 min,加入 5 mL 硝酸,10 mL 氢氟酸,2 mL 高氯酸,放于 200~250 ℃电热板低温加热至白烟即将冒完,剩余约 0.3 mL,取下稍冷加 10 mL 50%的王水(盐酸:硝酸:水=3:1:4),4 mL 酒石酸(1+1),继续加热至沉淀分解,取下定容于 100 mL 容量瓶中,摇匀,澄清后用 ICP-AES 法测定。

方法二:

称取 0.10 g(精确至 0.000 1 g)试样于聚四氟乙烯坩埚中,加入 10 mL 氢氟酸、2 mL 硫酸、10 mL 王水(盐酸:硝酸=3:1),在 260 ℃电热板上加盖分解 30 min,取下盖子,逐步升温至 330 ℃溶解至硫酸白烟冒尽,取下。在温热状态下加入 10 mL 提取剂(5%过氧化氢+5%硫酸)在电热板上 200 ℃加热提取,然后直接用 1%硝酸定容至 100 mL 容量瓶中,摇匀,澄清后用 ICP-AES 法测定^[3]。

方法三:

称取 0.10 g(精确至 0.000 1 g)试样于刚玉坩埚中,覆盖 1 g 过氧化钠,混匀,再加 0.5 g 过氧化钠

覆盖。将马弗炉升温至 400 ℃,将刚玉坩埚连同样品放于马弗炉中升温至 700 ℃中并熔融 5 min,取出稍冷后加入盛有 50 mL 温水的烧杯中,加热煮沸将沉淀完全溶解,洗出坩埚,盖上表面皿,放置过夜。取用定量滤纸过滤,用 20 g/L 的氢氧化钠冲洗烧杯 2 次、洗沉淀 4 次,各水洗 2 次,弃去碱性滤液。用原烧杯承接酸化后的滤液,首先在滤纸中一次性加入热的 20 mL 10%盐酸(含 2%酒石酸)溶解沉淀,滤液煮沸后冷却,定容于 100 mL 容量瓶中,摇匀。

2 结果与讨论

2.1 样品前处理方法的选择

尼日利亚地区天然产出的铌钽矿含量范围宽,一般在 0~20 000 $\mu\text{g/g}$,选择不同含量范围的 1[#]、2[#]、3[#] 作为实验样品,并选择国家标准物质 GBW07153、GBW07155 和 GBW07185 作为研究对象,利用以上三种样品前处理方法,1[#]、2[#] 样品和 GBW07153 和 GBW07155 中 Nb、Ta 用 STD1~STD5 作标准曲线,3[#] 样品和 GBW07185 中 Nb、Ta 使用 STD6~STD10 作标准曲线,Li 使用 std1~std6 作标准曲线。每份样品做 6 份重复样,并取其平均值,必要时稀释,并保持基体一致,标准曲线线性关系见表 3,研究的样品测得结果见表 4,其中 1[#]、2[#]、3[#] 样品经过多次方法比对及实验室比对得出相对标准值,GBW07153、GBW07155 和 GBW07185 参考其标准值。

表 3 元素的标准曲线及相关系数
Table 3 Standard curves and correlation coefficients for elements

标准溶液编号	元素相关系数			线性范围/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)
	Nb	Ta	Li	
STD1~STD5	0.999 918	0.999 675		0~1.0(Nb, Ta)
STD6~STD10	0.999 952	0.999 878		0~30(Nb, Ta)
std1~std6			0.999 979	0~20(Li)

表 4 Nb 三种检测方法 6 次检测结果均值及相对误差

Table 4 The mean and relative error of the six detection results of three Nb detection methods							
样品编号	标准值/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	方法一/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%	方法二/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%	方法三/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%
1 [#]	25	25.00	0.00	22.67	-9.31	21.00	-16.0
2 [#]	36	35.33	-1.80	31.33	-12.97	31.67	-12.0
GBW07153	40	40.66	1.65	36.33	-9.17	34.00	-15.0
GBW07155	300	303.33	1.11	292.33	-2.56	299.00	-0.33
3 [#]	1 518	1 518.33	0.02	1 498.6	-1.27	1 518.00	0.00
GBW07185	3 630	3 613.67	-0.45	3 596.0	-0.94	3 601.00	-0.80

从表 3 可以看出,Nb、Ta 在 STD1~STD10 区间范围及 Li 在 std1~std6 区间范围标准曲线线性关系良好。

从表 4~6 可以看出,Nb、Ta、Li 含量测定的相对误差大部分在 10% 以内。当 Nb、Ta、Li 含量在 0~100 mg/kg 范围内时,碱熔或者氢氟酸-硫酸-王水法溶样结果明显偏低。这是因为碱熔基体成分复杂、盐分大,氢氟酸-硫酸-王水法因为基体含

有硫酸介质,电感耦合等离子体原子发射光谱法难以激发。所以比对分析后选择采取氢氟酸-高氯酸-王水溶样、酒石酸-王水提取的样品前处理办法。

2.2 元素谱线的选择

综上所述选择 Nb 269.7 nm、Ta 240.0 nm、Li 670.78 nm 作为待测元素的谱线。元素谱线在测定中受干扰情况见表 7。

表 5 Ta 三种检测方法 6 次检测结果均值及相对误差
Table 5 The mean and relative error of the six detection results of the three Ta detection methods

样品编号	标准值/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	方法一/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%	方法二/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%	方法三/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%
1 [#]	85	84.63	-0.44	78.15	-8.0	76.32	-10.2
2 [#]	112	113.64	1.46	99.32	-11.32	98.99	-11.6
GBW07153	100	98.74	-1.26	98.64	-1.36	92.32	-7.68
GBW07155	570	568.71	-0.23	573.16	0.55	542.1	-4.89
3 [#]	4 513	4 514.92	0.04	4 499.16	-0.31	4 509.1	-0.09
GBW07185	8 350	8 363.81	0.17	8 278.62	-0.85	8 256.4	-1.12

表 6 Li 三种检测方法六次检测结果均值及相对误差
Table 6 The mean and relative error of the six detection results of Li three detection methods

样品编号	标准值/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	方法一/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%	方法二/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%	方法三/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%
1 [#]	8 546.46	8 528.32	-0.21	8 512.32	-0.40	8 532.22	-0.17
2 [#]	5 892.99	5 732.65	-2.72	5 635.35	-4.37	5 342.52	-9.34
GBW07153	10 640	10 658.3	0.17	10 625.2	-0.14	10 645.2	0.05
GBW07155	3 620	3 625.83	0.16	3 612.32	-0.21	3 611.29	-0.24
3 [#]	65.32	63.48	-2.82	59.33	-9.17	58.30	-10.75
GBW07185	49.25	50.12	1.77	46.66	-5.26	45.52	-7.57

表 7 谱线受干扰情况
Table 7 Interference of spectral lines

元素	谱线/nm	谱线干扰	谱线/nm	谱线干扰	谱线/nm	谱线干扰
Nb	309.41	受 Ti 干扰	303.0	受 Ti 干扰	269.7	无
Ta	226.2	受 Nb 干扰	248.8	无,灵敏度相对低	240.0	无
Li	610.36	受 Nd 干扰	670.78	无		

2.3 酒石酸溶液浓度的选择

一般铌、钽、锂等元素的提取剂可以选择氢氟酸、硫酸、过氧化氢和酒石酸,这些试剂最大特点就是可以使铌、钽、锂等元素形成稳定的络合物。但是考虑到氢氟酸容易对玻璃器皿造成腐蚀,硫酸介质的溶液难以雾化,过氧化氢络合能力较弱,故采用王水浸取沉淀的方法,酒石酸使铌、钽、锂等形成稳定络合物,阻止溶液中有效成分水解,但是如果酒石酸含量过高会导致测定溶液中盐分过大,进而会造成仪器管路堵塞,同时酒石酸中碳含量过高容易引起仪器熄火。因此对酒石酸的提取剂浓度进行了探究,具体见表 8。

表 8 结果显示,在酒石酸溶液浓度为 2%~3% 时,相对误差范围较小,故实验选择 2%~3% 酒石酸溶液浸取。

2.4 方法的精密度和准确度

利用硝酸-氢氟酸-盐酸-高氯酸混合酸溶解样品、王水-酒石酸提取法对 GBW07153、GBW07155、GBW07185 三个标准试样进行 6 次平行测定,探究了铌、钽、锂三种元素的精密度和准确度,详见表 9。计算结果表明,标准物质各元素测定值与其标准值基本一致,相对标准偏差(RSD)均在 5% 以内,符合地质矿产实验室测试质量管理规范(DZ/T0130—2006)中对铌、钽、锂元素质量管理的要求^[3]。

表 8 酒石酸介质浓度的探究

Table 8 Study on the concentration of tartaric acid medium				
元素	标准值/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	酒石酸浓度/%	实际测得平均值/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	相对误差 RE/%
Nb	40(GBW07153)	1	37.2	-7.25
		2	39.8	-0.50
		3	40.3	0.75
		5	37.8	-5.66
	300(GBW07155)	1	273.6	-9.21
		2	299.6	-0.13
		3	300.4	0.13
		5	281.5	-6.36
	3 630(GBW07185)	1	3 548.7	-2.27
		2	3 631.3	0.04
		3	3 625.4	-0.13
		5	3 554.8	-2.09
Ta	100(GBW07153)	1	85.7	-15.40
		2	102.3	2.27
		3	99.7	-0.30
		5	83.4	-18.10
	570(GBW07155)	1	532.4	-6.82
		2	569.8	-0.04
		3	573.2	0.56
		5	544.3	-4.61
	3 260(GBW07185)	1	3 055.4	-6.48
		2	3 261.3	0.04
		3	3 218.7	-1.27
		5	3 000.8	-8.28
Li	10 640(GBW07153)	1	10 544.4	-0.90
		2	10 635.5	-0.04
		3	10 642.8	0.03
		5	9 288.33	-13.57
	3 260(GBW07155)	1	3 201.4	-1.81
		2	3 261.4	0.04
		3	3 262.4	0.07
		5	3 007.7	-8.05
	49.25(GBW07185)	1	44.32	-10.54
		2	49.77	1.05
		3	48.3	-1.95
		5	44.58	-9.95

表 9 探究方法准确度和精密度

Table 9 Accuracy and precision of methods									
元素	GBW07153			GBW07155			GBW07185		
	平均值/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	标准值/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%	平均值/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	标准值/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%	平均值/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	标准值/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%
Nb	40.66	40	1.2	303.33	300	0.78	3 613.7	3 630	0.32
Ta	98.74	100	0.90	568.71	570	0.16	8 363.8	8 350	0.12
Li	10 658	10 640	0.12	3 625.8	3 620	0.11	49.25	50.12	1.2

2.5 加标回收实验

称取 1[#]、2[#] 样品 0.100 0 g,分别加入表 10 中浓度标准溶液,利用硝酸-氢氟酸-盐酸-高氯酸混合酸溶解样品、王水-酒石酸提取法进行样品前

处理,并使用 ICP-AES 法进行测定,结果见表 10。由表 10 可以看出,样品加标回收率在 95.7%~102%,显示方法准确度满足样品检测要求。

表 10 加标回收率
Table 10 Increased recovery rate

样品编号	元素	测得值/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	加标量/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	加标后测得值/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	回收率/%
1# 样品	Nb	0.025 0	0.05	0.073 5	98.0
	Ta	0.085 0	0.20	0.280 5	98.4
	Li	8.546 4	1.00	9.553 0	100
2# 样品	Nb	0.036 0	0.05	0.082 3	95.7
	Ta	0.112 0	0.20	0.318 5	102
	Li	5.892 9	1.00	6.878 3	99.8

2.6 方法检出限

方法检出限是评价分析及测试仪器性能的重要指标,是指某一特定分析方法,在给定的显著性水平内,可以定性地从样品中检出待测物质的最小浓度或最小量^[7],还与仪器的灵敏度、精密度和仪器检出限有关,也与测定溶液空白值和方法的总稀释度与有关。在 ICP-AES 最佳条件下,连续测定 10 份样品空白溶液^[6],所得标准偏差乘以 3 计算得到方法的检出限分别为 Nb 0.5 $\mu\text{g/g}$ 、Ta 1.5 $\mu\text{g/g}$ 、Li 15.0 $\mu\text{g/g}$ 。

3 结论

在对比三种不同酸、碱样品前处理方法基础上,选定硝酸-氢氟酸-盐酸-高氯酸混合酸溶解样品、王水-酒石酸提取的方法,作为尼日利亚地区铌钽矿石中铌、钽、锂元素的前处理方法,优化 ICP-AES 法各项条件。此法能够满足尼日利亚地区铌、钽、锂元素各含量范围的测定,为尼日利亚地区铌钽矿石中不同含量范围的铌、钽、锂分析测试找到了一种全面、便捷并具有广泛适应性的方法。实验证明,该方法适应范围广、灵敏度高、流程短、造成污染小,具有较高的应用推广价值。

参考文献

[1] 张军,陈慧连,曾宇斌.两种铌钽矿石消解方法的对比研究[J].广州化工,2014,42(10):120-121.
ZHANG Jun,CHEN Huilian,ZENG Yubin. Comparative study on two methods of niobium-tantalum ore digestion[J]. Guangzhou Chemical Industry,2014,42(10):120-121.

[2] 陈静. X 射线荧光光谱法测定地质样品中铌和钽的探讨[J].冶金分析,2015,35(10):24-29.
CHEN Jing. Determination of niobium and tantalum in geological samples by x-ray fluorimetry[J]. Metallurgical Analysis,2015,35(10):24-29.

[3] 晋勇. 国内铌钽光度分析的进展[J]. 稀有金属材料与工程,1996,25(3):45-51.

JIN Yong. Progress in the photometric analysis of niobium tantalum in China[J]. Rare Metal Materials and Engineering,1996,25(3):45-51.

[4] 关清滨. X-射线荧光光谱法测定斑岩铜矿中的钽、钼[J]. 黑龙江科技信息,2012(7):8.
GUAN Qingbin. X-ray fluorescence spectrometry for the determination of tantalum and hafnium in porphyry copper ore[J]. Heilongjiang Technology Information, 2012(7):8.

[5] 杨生鸿,张明,辛连君. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定碳质板岩样品中铂族元素[J]. 中国无机分析化学,2019,9(2):42-45.
YANG Shenghong, ZHANG Ming, XIN Lianjun. Determination of platinum group elements in graphite samples[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry,2019,9(2):42-45.

[6] 邹阳,杨远,罗悠,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定锂云母中的锂、钽、铌等 7 种元素[J]. 中国无机分析化学,2016,6(1):41-44.
ZOU Yang,YANG Yuan,LUO You,et al. Determination of seven elements (lithium, tantalum, niobium et al.) in lepidolite by inductively coupled plasma emission spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry,2016,6(1):41-44.

[7] 高会艳. ICP-MS 和 ICP-AES 测定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 Huiyan. Determination of niobium and tantalum in rare earth ores by ICP-MS and ICP-AES; Establishment of a geochemistry system[J]. Rock and Mineral Analysis,2014,33(3):312-320.

[8] 胡明,万兵,任志海,等. 高压消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定地质样品中的铌和钽[J]. 中国无机分析化学,2016,6(3):35-38.
HU Ming,WAN Bing,REN Zhihai,et al. Determination of niobium and tantalum in mineral by high pressure dissolution-inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2016,6(3):35-38.