

乙醇增敏-电感耦合等离子体发射光谱法测定矿石及选冶样品中的铌钽

姚玉玲, 吴丽琨, 刘卫, 李刚

(中国地质科学院矿产综合利用研究所, 四川成都 610041)

摘要: 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)在铌钽测定方面获得广泛应用,但灵敏度较低、检出限较高,不能满足矿石和选冶样品中的低含量铌钽的检测要求。本文优化了ICP-AES测试过程中多种有机试剂的增敏效果,结果表明:样品采用氢氟酸-硝酸-硫酸敞开酸溶,选择乙醇作增敏剂,雾化效率最佳,当乙醇浓度为6%时,原子线Nb 292.781 nm、Ta 240.063 nm的灵敏度分别增强了180.5%和265.5%;铌的检出限由不加乙醇的5.85 $\mu\text{g/g}$ 降低到3.22 $\mu\text{g/g}$,钽的检出限由不加乙醇的10.65 $\mu\text{g/g}$ 降低到5.03 $\mu\text{g/g}$;Nb₂O₅回收率为97.7%~101.9%,Ta₂O₅回收率为96.8%~97.2%;方法精密度(RSD)<6%。本方法适用于低含量和高含量铌钽的同时测定,尤其有利于选冶流程样品中同一批次的精矿、中矿和尾矿的同时测定,克服了以往分别采用光谱法和质谱法测定所产生的仪器间误差导致回收率吻合程度不好的缺陷。

关键词: 矿石;选冶样品;铌;钽;敞开酸溶;乙醇;电感耦合等离子体发射光谱法

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A

矿石中的铌钽含量很低,丰度一般在100 $\mu\text{g/g}$ 以下^[1],传统分析方法是采用化学色层光度法,但由于铌、钽化学性质相似会引起两元素间的相互干扰,需要分离后测定,分析流程长且容易受到污染。一些现代的分析方法逐渐用于检测矿石中的铌钽,例如电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)^[2-5]、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)^[6-10]、X射线荧光光谱法(XRF)^[11-15]和中子活化分析法(NAA)^[16]等。其中,XRF法样品制备简单且便于进行无损分析,但识别和排除干扰的能力较弱,定量分析所依赖的标准样品不足,检出限不够低,准确度和灵敏度也达不到要求。NAA法的仪器设备成本较高,其精密度、灵敏度、分析效率和选择性也有待提高。ICP-MS只适宜中、低含量铌钽的测定,而ICP-AES则正好因其较宽的线性范围而弥补了此方面的不足。

近年来,前人利用ICP-AES测定铌钽开展了一些研究工作,如徐娟等^[17]应用ICP-AES的多元光谱拟合(MSF)干扰校正方法测定钽中微量铌;倪文山等^[18]通过微波加热,氢氟酸消解矿石样品,再以酒石酸溶液处理,用ICP-AES测定,回收率高,

但检出限不能满足尾矿的测定要求;伏军胜^[19]则将样品用硝酸、氢氟酸分解后,不经分离直接测定,但其对铌钽检测下限较高,都为0.010%。本文针对ICP-AES测定铌钽检出限较高的不足,借鉴酒石酸、柠檬酸、草酸、甲醇、乙醇、正丙醇、正丁醇在其他元素测定中的运用^[20-21],以乙醇作为增敏剂以降低铌钽的检出限,通过方法的改善拟适用于地质样品和选冶样品的分析。

1 实验部分

1.1 仪器和主要试剂

Optimal 5300V型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国PerkinElmer公司)。

Nb₂O₅和Ta₂O₅的标准储备溶液:1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

硝酸、氢氟酸、硫酸、无水乙醇,优级纯(西陇化工股份有限公司);酒石酸,分析纯(成都市科龙化工试剂厂)。

实验用水为电阻率18.2 M $\Omega \cdot \text{cm}$ 的超纯水。

1.2 样品处理

实验所用样品为锂矿石标准样品GBW 07184、

收稿日期: 2014-09-18; 修回日期: 2015-03-05; 接受日期: 2015-03-08

基金项目: 中国地质调查局地质调查项目(12120113014300)

作者简介: 姚玉玲,工程师,主要从事岩石矿物分析测试技术研究。E-mail: yaoyling@163.com。

钽矿石标准样品 GBW 07185、西部秦岭成矿带的稀有金属矿原矿以及经过选冶提取出的铌钽精矿、中矿和尾矿。原矿主要成分为硅、铝和碱土金属系元素,其铌、钽的含量为 20 ~ 100 $\mu\text{g/g}$ 。

称取约 0.1 g 样品于聚四氟乙烯坩埚中,用少量去离子水润湿,依次加入氢氟酸 6.0 mL、硝酸 4.0 mL 和 50% 的硫酸 1.0 mL,加盖,置于控温电热板上于 250 $^{\circ}\text{C}$ 加热至白烟冒尽,取下,冷却,加入硝酸 0.5 mL、10% 的酒石酸 10.0 mL 和少量去离子水,于电热板上加热约 10 min,取下,冷却,转移至 25 mL 比色管中,定容摇匀。

2 结果与讨论

2.1 增敏剂选择及浓度优化

鉴于 ICP-AES 测定铌钽尤其是钽的灵敏度较低,以及已有文献报道部分有机酸及醇对某些元素有增敏作用,本文试验了酒石酸、柠檬酸、草酸、甲醇、乙醇、正丙醇、正丁醇对 ICP-AES 测定铌钽是否有增敏作用。结果表明,酒石酸、柠檬酸、草酸无增敏,而甲醇、乙醇、正丙醇、正丁醇有增敏作用。

用 10 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液试验了甲醇、乙醇、正丙醇、正丁醇 4 种物质不同浓度时对铌钽谱线强度的影响,结果表明各种有机醇的增敏效果不同,其中乙醇最佳。铌钽谱线强度随着乙醇浓度的增加呈现先逐渐增强后略微降低的趋势,而当乙醇浓度增大到 6% 以后,雾化效率提高趋势减小,这可能是因为乙醇浓度过高会降低等离子体的温度和离子密度,不利于溶液中铌钽的原子化和激发,从而出现谱线强度降低的现象。本实验选定的增敏剂为 6% 乙醇。

2.2 谱线选择及仪器条件优化

用 ICP-AES 测定不含无水乙醇和含 6% 无水乙醇的 Nb_2O_5 、 Ta_2O_5 的 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液,考察其在不同谱线处的灵敏度、增敏程度,以选择合适的谱线。从表 1 增敏情况来看,本法选择了灵敏度相对较高、干扰较少、增敏效果较为明显的 Nb 292.791 nm 和 Ta 240.063 nm 作为分析线,与 ICP-AES 不加乙醇测定时的谱线选择^[10]有一定差异,这与乙醇加入对各条谱线的增敏效果不同有关。当乙醇浓度为 6% 时,原子线 Nb 292.781 nm、Ta 240.063 nm 的灵敏度分别增强了 155.5% 和 170.3%。

考虑到乙醇加入后会对仪器参数有不一样的要求,本实验主要考察了入射功率以及雾化气流速的影响。试验入射功率在 1100 ~ 1500 W 之间变化时仪器信噪比、元素响应值以及等离子体负载稳定性

的变化情况。随着入射功率的增大,铌钽的响应值均成上升趋势,但达到 1250 W 后上升趋势大幅度减弱并趋向平稳。由于较高入射功率有利于维持等离子体,以防止有机试剂的加入可能引起等离子体淬灭,因此等离子体入射功率选择 1300 W。

表 1 谱线选择与增敏效果

Table 1 The selection of spectral line and sensitization effect

元素	谱线长度 (nm)	响应值	增敏倍数 (%)	灵敏度改善情况
Nb	309.418	-757.5	-	标准不成线性,不采用
	313.079	45467.4	150.1	干扰较多,不采用
	269.706	6267.8	155.2	灵敏度较低,不采用
	292.781	13563.8	155.5	增敏效果较好,干扰小,采用
	226.230	1767.9	162.5	灵敏度低,不采用
Ta	233.198	541.2	173.4	灵敏度低,不采用
	248.87	2666.1	183.2	灵敏度低,不采用
	267.59	5725.6	-	-
	240.063	6213.2	170.3	灵敏度相对较高,谱线简单,采用

加入 6% 乙醇后,元素的响应峰值移向较低的雾化气流速 0.8 L/min 附近。这可能是由于乙醇具有较强的挥发性,加入乙醇后对等离子体通道产生制冷作用,而低流速可延长分析元素在等离子体中心通道的停留时间,有利于元素的电离,从而提高响应值。因此,选择 0.8 L/min 为雾化气流速。

仪器其他工作参数见表 2。在此优化条件下,加入 6% 乙醇对铌增敏 180.5%,对钽增敏 265.5%。

表 2 ICP-AES 工作条件

Table 2 Working parameters of the ICP-AES instrument

工作参数	设定条件	工作参数	设定条件
入射功率	1300 W	积分时间	6 s
雾化气 (Ar) 流速	0.80 L/min	观测高度	12 mm
冷却气 (Ar) 流速	14.0 L/min	Nb 分析线	292.781 nm
辅助气 (Ar) 流速	1.0 L/min	Ta 分析线	240.063 nm
进样速度	1.48 L/min		
清洗时间	30 s		

2.3 标准曲线与方法检出限

在 0 ~ 100 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内,铌的线性方程为: $y = 1421.13x + 26.48$,钽的线性方程为 $y = 503.36x + 10.44$,相关系数均大于 0.999995,线性良好。

在仪器最佳条件下,连续测定 11 份样品空白溶液,以其 3 倍标准偏差计算方法检出限。加乙醇和不加乙醇的检出限见表 3。加入乙醇后两元素的检出限各有不同程度的降低,这更有利于同时测定不同样品中的高、中、低含量铌钽。分析检出限降低的

原因可能是由于：①乙醇密度小、黏度小、分子间结合力小、表面张力比水小，它的加入会降低乙醇-水体系的表面张力、增大喷雾的分散率、形成更细的雾滴，从而提高雾化效率，最终使谱线强度增强；②乙醇对于铌钽有增敏效应，但是对于背景噪音却无响应的增敏或者增敏不明显；③改变了基体组成，可能减小基体效应带来的非光谱干扰。

由此，本方法所确定的检出限为： Nb_2O_5 (3.22 $\mu g/g$)， Ta_2O_5 (5.03 $\mu g/g$)。

表3 加入乙醇前后的方法检出限对比

Table 3 A comparison of the detection limits of Nb and Ta with or without ethanol

元素	加入乙醇情况	元素测定值 (ng/mL)				标准偏差 (ng/mL)	检出限 ($\mu g/g$)
Nb_2O_5	不加乙醇	0.005	0.017	0.023	0.014	0.008	5.85
		0.006	0.027	0.011	0.009		
	加6%乙醇	0.015	0.002	0.006		0.004	3.22
		0.008	0.006	0.011	0.004		
Ta_2O_5	不加乙醇	0.012	0.002	-0.015	0.004	0.014	10.65
		0.02	0.031	0.004	-0.004		
	加6%乙醇	-0.017	0.009	0.013		0.007	5.03
		0.005	0.011	0.009	0.004		

2.4 方法精密度和准确度

将标准样品 GBW 07184 (锂矿石)、GBW 07185 (钽矿石)各称取 11 份后进行分解并测定，表 4 结果表明：ICP-AES 的精密都较好，但分析较高含量样品的精密度优于分析较低含量样品的精密度。

2.5 加标回收率

选取未知样品进行加标回收实验。称取未知样品 (Nb_2O_5 测定值为 82.21 $\mu g/g$ ， Ta_2O_5 测定值为

表4 方法精密度和准确度

Table 4 The precision and accuracy tests of the method

标准物质编号	Nb_2O_5 测定值 ($\mu g/g$)						平均值 ($\mu g/g$)	标准值 ($\mu g/g$)	相对误差 (%)	RSD (%)
GBW 07184	59.25	62.34	60.65	57.82	55.2	64.5	59.27	56.62	4.68	6.1
	53.85	55.10	60.25	58.74	64.23					
GBW 07185	5264.9	5233.5	5058.1	5201.4	5376.6		5248.2	5200	0.93	2.1
	5250.4	5369.2	5420.3	5237.8	5201.0	5117.0				
标准物质编号	Ta_2O_5 测定值 ($\mu g/g$)						平均值 ($\mu g/g$)	标准值 ($\mu g/g$)	相对误差 (%)	RSD (%)
GBW 07184	113.52	112.25	108.25	111.56	107.21	103.89	107.83	108.11	-0.26	4.7
	101.25	104.52	104.12	101.36	118.24					
GBW 07185	9888.5	10680.0	10348.8	10322.4	10284.5	10635.6	10286.0	10200	0.84	2.4
	10203.8	10381.9	9901.9	10203.6	10295.3					

27.22 $\mu g/g$)，一份加入等量的 GBW 07152 (加标 1)，一份加入等量的 GBW 07154 (加标 2)，计算回收率。 Nb_2O_5 的回收率为 97.7% ~ 101.9%， Ta_2O_5 的回收率为 96.8% ~ 97.2%，满足样品检测需求。

3 实际样品分析

本法充分利用了 ICP-AES 线性范围宽的优势，并采用乙醇作为增敏剂在一定程度上弥补了其检出限较高的缺陷。用此法同时测定同批次的精矿和尾矿，都取得了较好的效果 (表 5)。

表5 实际样品分析

Table 5 Analytical results of Nb and Ta in the actual samples

样品类型	Nb_2O_5			Ta_2O_5		
	ICP-AES (本法)	国家标准方法	相对误差 (%)	ICP-AES (本法)	国家标准方法	相对误差 (%)
精矿	12.36%	12.09%	2.23	4.09%	4.02%	1.74
尾矿	11.81 $\mu g/g$	12.56 $\mu g/g$	-5.97	5.65 $\mu g/g$	5.27 $\mu g/g$	-7.21

4 结语

采用氢氟酸-硝酸-硫酸敞开酸溶，研究表明乙醇是 ICP-AES 测定铌钽的良好增敏剂，能提高灵敏度，降低检出限，弥补了 ICP-AES 测定铌和钽尤其是钽的灵敏度低、检出限较高的缺点。这对于同时测定低含量 ($\mu g/g$ 级) 和高含量 (百分含量级) 样品有着积极的作用，尤其有利于选冶流程样品中同一批次的精矿、中矿和尾矿的同时测定，解决了以往精矿和尾矿分别采用 ICP-AES 和质谱 (ICP-MS) 测定，仪器间的误差引起同一批次选冶样品回收率吻合程度不好的问题。但在目前研究条件下，本法无法避免长时间测定后碳在锥体上产生沉积，后续研究可考虑引入合适的进样系统，通过加氧和冷凝作用，彻底解决有机溶剂的结碳问题。

5 参考文献

- [1] 矿产资源综合利用手册编辑委员会编著. 矿产资源综合利用手册[M]. 北京:科学出版社,2000:320-321.
The Editorial Committee of Mineral Resources Comprehensive Utilization Manual. Mineral Resources Comprehensive Utilization Manual[M]. Beijing: Science Press,2000:320-321.
- [2] 刘卫,栾亚兰,仵丽萍. 电感耦合等离子体光谱法测定锂辉石选矿产品中铌和钽[J]. 理化检验(化学分册),2006,42(9):715-716.
Liu W, Luan Y L, Wu L P. ICP-AES Determination of Nb and Ta in Products of Oredressing of Spodumene[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2006,42(9):715-716.
- [3] 李韶梅,王国增,赵军,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铌铁中的铌和钽[J]. 冶金分析,2012,32(3):48-50.
Li S M, Wang G Z, Zhao J, et al. Determination of Niobium and Tantalum in Ferroniobium by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2012,32(3):48-50.
- [4] 成勇,彭慧仙,袁金红,等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒钛磁铁矿中锆铌钒铬[J]. 冶金分析,2013,33(3):50-54.
Cheng Y, Pen H X, Yuan J H, et al. Determination of Zirconium, Niobium, Vanadium and Chromium in Vanadium Titanate-Magnetite Ore by Microwave Digestion Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2013,33(3):50-54.
- [5] Smolik M, Turkowska M. Method of Low Tantalum Amounts Determination in Niobium and Its Compounds by ICP-OES Technique[J]. Talanta,2013,115:184-189.
- [6] Yang X J, Pin C. Determination of Niobium, Tantalum, Zirconium and Hafnium in Geological Materials by Extraction Chromatography and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry[J]. Analytica Chimica Acta, 2002,458(2):375-386.
- [7] 时晓露,刘洪青,孙月婷,等. 电感耦合等离子体质谱法测定岩石样品中的锆铌钨两种预处理方法的比较[J]. 岩矿测试,2009,28(5):427-430.
Shi X L, Liu H Q, Sun Y T, et al. Comparison of Two Different Sample Pretreatment Methods in Determination of Zr, Nb, Hf, Ta in Rocks by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis,2009,28(5):427-430.
- [8] 郝冬梅,张翼明,许涛,等. ICP-MS法测定稀土铌钽矿中铍、铀、铌、钽、锆、钪量[J]. 稀土,2010,31(5):67-69.
Hao D M, Zhang Y M, Xu T, et al. Determination of Beryllium, Niobium, Tantalum, Zirconium and Hafnium in Rare Earth-Niobium-Tantalum Mineral by ICP-MS[J]. Chinese Rare Earth,2010,31(5):67-69.
- [9] 张立峰,张翼明,周凯红. 电感耦合等离子体质谱法测定钕铁硼中铝、钴、铜、镓、铋、铪、铌[J]. 冶金分析,2011,31(3):50-54.
Zhang L F, Zhang Y M, Zhou K H. Determination of Aluminum, Cobalt, Copper, Gallium, Zirconium, Terbium, Titanium, Niobium in Neodymium Iron Boron by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2011,31(3):50-54.
- [10] 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 H Y. Determination Systems of Nb and Ta in Geochemical Samples and Rare Earth Ores by ICP-MS and ICP-AES[J]. Rock and Mineral Analysis,2014,33(3):312-320.
- [11] Ruiz M del C, Rodriguez M H, Perino E, et al. Determination of Nb, Ta, Fe and Mn by X-ray Fluorescence[J]. Minerals Engineering,2002,15(5):373-375.
- [12] 安身平,王树安,廖志海,等. X射线荧光光谱法测定镍基合金中镍、铬、钼、铌含量[J]. 理化检验(化学分册);2009,45(11):1339-1340.
An S P, Wang S A, Liao Z H, et al. Determination of Nickel, Chromium, Molybdenum, Niobium in Nickel-base Alloy by X-ray Fluorescence Spectrometry [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2009,45(11):1339-1340.
- [13] 陆晓明,金德龙. 离心浇铸制样-X射线荧光光谱法测定铌铁合金中铌硅磷[J]. 冶金分析,2009,29(3):16-19.
Lu X M, Jin D L. Determination of Niobium, Silicon and Phosphorus in Ferrocolumbium by X-ray Fluorescence Spectrometry Using Sample Preparation Technique of Centrifugal Casting [J]. Metallurgical Analysis, 2009,29(3):16-19.
- [14] 刘江斌,赵峰,余宇,等. X射线荧光光谱法同时测定地质样品中铌钨钨钪钪钪钪等稀有元素[J]. 岩矿测试,2010,29(1):74-76.
Liu J B, Zhao F, Yu Y, et al. Simultaneous Determination of Nb, Ta, Hf, Ce, Ga, Sc and U in Geological Samples by X-ray Fluorescence Spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis,2010,29(1):74-76.
- [15] 董永胜,程昊阳,盛名. X射线荧光光谱法测定矿物中的铌钽钨钪[J]. 吉林地质,2012,31(4):126-129.
Dong Y S, Cheng H Y, Sheng M. Determination of Nb, Ta, Th, Zr by X-ray Fluorescence Spectrometry [J]. Jilin Geology,2012,31(4):126-129.
- [16] Dampare S B, Nyarko B J B, Osafo S, et al. Simultaneous Determination of Tantalum, Niobium, Thorium and Uranium

- in Placer Columbite-Tantalite Deposits from the Akim Oda District of Ghana by Epithermal Instrumental Neutron Activation Analysis [J]. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 2005, 265(1): 53-59.
- [17] 徐娟, 郑诗礼, 郭奋, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钽中微量铌的多元光谱拟合干扰校正方法研究[J]. *冶金分析*, 2010, 30(8): 1-6.
- Xu J, Zheng X L, Guo F, et al. Research on the Multicomponent Spectral-fitting Interference Correction for the Determination of Micro Niobium in Tantalum by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry [J]. *Metallurgical Analysis*, 2010, 30(8): 1-6.
- [18] 倪文山, 张萍, 姚明星, 等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定矿石中铌钽[J]. *冶金分析*, 2010, 30(8): 50-53.
- Ni W S, Zhang P, Yao M X, et al. Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometric Determination of Niobium and Tantalum in Ore Sample after Microwave Digestion [J]. *Metallurgical Analysis*, 2010, 30(8): 50-53.
- [19] 伏军胜. ICP-AES法测定铌钽原矿中 Ta₂O₅、Nb₂O₅ 含量[J]. *湖南有色金属*, 2010, 26(2): 66-67.
- Fu J S. Determination of Ta₂O₅, Nb₂O₅ in Tantalite-Niobate Raw Ore by ICP-AES [J]. *Hunan Nonferrous Metals*, 2010, 26(2): 66-67.
- [20] 陈建国, 江祖成. 有机溶剂对钽和钇 ICP 光谱信号的增敏机理研究[J]. *分析科学学报*, 2002, 18(4): 285-287.
- Chen J G, Jiang Z C. Study on Enhancement Mechanism of Spectral Signals of Lanthanum and Yttrium in ICP with Organic Solvent Introduction [J]. *Journal of Analytical Science*, 2002, 18(4): 285-287.
- [21] 储金树, 郑建明, 石榴花. 乙醇对 ICP-AES 测 Hg 增敏效应的研究[J]. *分析实验室*, 2010, 29(增刊): 146-148.
- Chu J S, Zhen J M, Shi L H. Study on Sensitizing Effect of Ethanol in Determination of Hg by ICP-AES [J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2010, 29 (Supplement): 146-148.

Determination of Nb and Ta in Ores and Metallurgical Samples by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry with Ethanol as a Sensitizer

YAO Yu-Ling, WU Li-kun, LIU Wei, LI Gang

(Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, Chinese Academy of Geological Sciences, Chengdu 610041, China)

Abstract: Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) has been widely used in the determination of Nb and Ta, but its low sensitivity and high detection limits cannot meet the analysis requirement of low content Nb and Ta in ores and metallurgical samples. The sensitizing effect of many organic reagents was optimized in the ICP-AES determination. The results show that ethanol is the best sensitizer for determination of Nb and Ta after the samples were decomposed by open acid-solution with HF-HNO₃-H₂SO₄ mixture. When the concentration of ethanol reaches 6%, the sensitivities of Nb (292.781 nm) and Ta (240.063 nm) have increases of 180.5% and 265.5%, respectively. Moreover, the detection limits of Nb and Ta were reduced from 5.85 to 3.22 μg/g and from 10.65 to 5.03 μg/g, respectively. The recoveries of Nb₂O₅ and Ta₂O₅ were 97.7% - 101.9% and 96.8% - 97.2%, respectively. The precision of this method was less than 6%. The method is suitable for the simultaneous determination of low and high contents of Nb and Ta, and is particularly suitable for determining Nb and Ta in ore concentrates, medium ores and the tailings of metallurgical samples from the same batch, which overcomes the bad agreement of recovery between ICP-AES and Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS).

Key words: ores; metallurgical samples; niobium; tantalum; open acid-solution; ethanol; Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)