

王芳, 朱丹, 鲁力, 等. 应用电子探针分析技术研究某铌 – 稀土矿中铌和稀土元素的赋存状态[J]. 岩矿测试, 2021, 40(5): 670 – 679.

WANG Fang, ZHU Dan, LU Li, et al. Occurrence of Niobium and Rare Earth Elements in Related Ores by Electron Microprobe[J]. Rock and Mineral Analysis, 2021, 40(5): 670 – 679.

【DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.202006090086】

应用电子探针分析技术研究某铌 – 稀土矿中铌和稀土元素的赋存状态

王芳^{1,2}, 朱丹^{1,2}, 鲁力^{1,2}, 魏均启^{1,2}, 潘诗洋^{1,2}

(1. 湖北省地质实验测试中心, 湖北 武汉 430034;
2. 自然资源部稀土稀有稀散矿产重点实验室, 湖北 武汉 430034)

摘要: 铌是一种战略金属, 在现代钢铁技术中发挥着非常重要的作用。某铌 – 稀土矿矿石中的 Nb₂O₅ 平均含量达 0.0855%, 稀土总量 (REO) 含量达 1.03%, 接近铌矿最低工业品位要求, 并伴生有稀土矿, 因此查明铌和稀土的赋存状态至关重要。由于铌矿物、稀土矿物具有颗粒细小且嵌布特征复杂的特点, 在偏光显微镜下不容易发现, 而且定名困难, 很难达到研究目的, 一直是地质分析测试的难点。为查明铌和稀土元素的存在形式以及铌、稀土元素的赋存矿物, 本文应用电子探针背散射图像、能谱分析及电子探针波谱定量分析技术对某铌、稀土矿矿石进行分析, 主要研究铌矿物和稀土矿物的种类、嵌布关系及化学成分等特征, 更准确地分析铌和稀土元素的赋存状态。结果表明: ①铌元素主要以铌铁矿、含铌金红石的形式存在, 其中铌铁矿中 Nb₂O₅ 的平均含量为 78.26%, 含铌金红石中 Nb₂O₅ 的平均含量为 5.26%。②稀土元素主要以独居石、氟碳钙铈矿和氟碳铈矿的形式存在, 其中独居石中稀土总量 (REO) 的平均含量为 64.84%, 氟碳钙铈矿中稀土总量 (REO) 的平均含量为 57.52%, 氟碳铈矿中稀土总量 (REO) 的平均含量为 70.61%。③铌矿物、稀土矿物分布分散, 多包裹于钾长石、方解石及黑云母等脉石矿物中。本研究实现了常规岩矿鉴定手段难以完成的矿物识别和鉴定, 查明该矿床矿石中主要的铌矿物和稀土矿物的种类及特征, 为后续铌 – 稀土矿的综合利用提供了科学依据。

关键词: 铌 – 稀土矿; 矿物组成; 赋存状态; 化学组成; 电子探针

要点:

- (1) 利用偏光显微镜鉴定确定某铌 – 稀土矿中矿石的物质组成。
- (2) 利用电子探针能谱技术确定矿石中主要的铌矿物和稀土矿物及其与其他矿物的嵌布关系。
- (3) 利用电子探针波谱技术确定了主要铌矿物和稀土矿物的化学成分。

中图分类号: P575.1; O614.33 **文献标识码:** A

铌作为高新技术产业的关键元素, 随着高新技术产业领域的快速发展, 对铌的需求量逐年增加, 因此对铌矿勘查、开发和利用研究尤为迫切^[1-2]。中国铌矿资源丰富, 主要分布在内蒙古、湖北和江西, 其中湖北竹山县庙垭铌、稀土矿中的铌资源储量居于世界前列, 稀土资源储量也达到特大型规模, 铌、稀土矿物相伴而生, 与碱性岩关系密切^[3-5]。但由于铌、稀土元素的品位低, 目标矿物种类多, 分布分散及颗粒细小等特殊性质, 工艺矿物学研究难度大, 至今尚未开发利用。为使这一资源得到有效的综合利用, 研究人员对矿床

收稿日期: 2020 – 06 – 09; 修回日期: 2021 – 03 – 29; 接受日期: 2021 – 08 – 20
基金项目: 湖北省地质局科技项目“矿物自动定量分析系统 (AMICS) 在三稀 (稀土稀有稀散) 矿产分析中的应用” (KJ2019 – 29)
作者简介: 王芳, 硕士, 工程师, 主要从事岩矿鉴定、电子探针分析等相关研究。E – mail: wangfang_03@126.com。

中的铌和稀土元素的赋存状态进行了详细研究,并取得一定成果,查明了铌、稀土元素的赋存状态^[6-9]。

近年来,湖北省地质局对南秦岭地区进行铌的普查、详查等工作,发现一系列铌矿化带^[10]。本项目工作区与庙垭大型铌、稀土矿相似,与正长岩关系密切,属于岩浆岩型铌、稀土矿床^[2]。经化学分析,矿石中 Nb₂O₅ 平均含量达 0.0855%,稀土总量(REO)达 1.03%,接近铌矿最低工业品位要求,并伴生有稀土矿。由于该矿区发现较晚,地质工作及赋存状态相关研究相对薄弱,加之有用矿物的粒度细、赋存状态复杂,工艺矿物学研究一直是该区铌、稀土矿床研究的难点,矿石中铌、稀土矿元素的赋存状态以及铌矿物和稀土矿物的化学成分仍不十分清楚。

电子探针微束分析技术^[8]是一种显微结构与成分分析相结合的分析仪器,具有不破坏样品、原位分析、分辨率高、定量准确等优点,在微粒矿物鉴定及矿产综合利用评价中得到广泛应用,弥补了传统的显微镜鉴定和定量较为困难的缺点,在稀有金属矿的研究中发挥着重大作用^[11-20]。本文在光学显微镜岩相学基础上,利用电子探针能谱、波谱分析等原位微区分析技术对矿区中的铌矿物和稀土矿物的种类、矿物学特征、存在形式、连生关系及化学成分开展了系统的研究。

1 实验部分

1.1 样品采集

本次研究挑选有代表性的样品,样品为灰褐色,块状构造,略有定向,进行电子探针光薄片的磨制。

1.2 实验仪器和实验方法

将样品磨制成电子探针光薄片,将磨制好的电子探针薄片置于偏光显微镜(LEICA DM2500P)载物台上,在透射偏光下进行观察鉴定。

电子探针光薄片在高真空环境下在表面喷镀一层导电碳膜,然后在电子探针分析仪上进行 X 射线能谱分析和电子探针波谱定量分析。本次针对该矿区的铌矿物和稀土矿物的电子探针微区分析是在湖北省地质实验测试中心微区分析实验室完成。

1.2.1 X 射线能谱分析

能谱仪型号:AZtec X - Max 50 牛津 X 射线能谱仪。测试条件:X 射线激发电压为 15kV,束流为 10nA,束斑直径为“Min”,采用点模式采集,采集时间 20s,处理时间 5s,采用 XPP 无标样定量分析法。测试方法依据国家标准《微束分析 能谱法定量分析》(GB/T 17359—2012)。

1.2.2 电子探针定量分析

电子探针型号:EPMA - 1720H 岛津电子探针分析仪。测试方法依据《电子探针定量分析方法通则》(GB/T 15074—2008)。

(1) 铌矿物的测试条件:加速电压 15kV,束流 20nA,束斑为“Min”。不同元素选用不同的标样:元素 Nb 选用铌金属单质,Ti 选用金红石,Mn 选用氧化锰,Fe 选用赤铁矿,Ta 选用钽金属单质作标样。元素峰值积分时间 10s,背景积分时间 10s^[22];最后用 ZAF (Z 为原子序数校正因子,A 为 X 射线吸收校正因子,F 为 X 射线荧光校正因子)进行数据校正。

(2) 稀土矿物的测试条件:加速电压 15kV,束流 20nA,束斑为“Min”(独居石)和 5μm(氟碳钙铈矿、氟碳铈矿)。不同元素选用不同的标样:元素 P、Th、La、Ce、Pr、Nd、Ca、Gd、Y、U、Sm、Dy 选用独居石,元素 F 选用萤石,Si 选用石英作标样。元素 Si、P、Ca 和 F 选用 Kα 线系,元素 La、Ce、Nd、Y、Sm 和 Dy 选用 Lα 线系,元素 U、Th 选用 Mα 线系进行测量。为避免 La Lβ、Ce Lβ 对 Pr Lα、Gd Lα 的干扰,Pr、Gd 选用 Lβ 线系,元素峰值积分时间 10s,背景积分时间 10s^[21];最后使用 ZAF 进行数据校正。

2 结果与讨论

2.1 矿石矿物组成及特征

通过偏光显微镜鉴定,经鉴定原岩为正长岩,均发生不同程度的黑云母化、碳酸盐化(图 1)。矿物组成复杂,脉石矿物主要为方解石、正长石、斜长石,其次为石英、黑云母及磷灰石等,还有少量的金属矿物褐铁矿和黄铁矿,由于铌矿物和稀土矿物含量低,且颗粒细小,在偏光显微镜下未见铌矿物和稀土矿物。

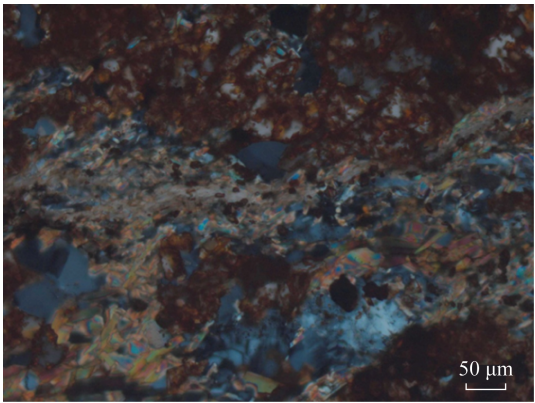


图 1 方解石化黑云母化正长岩的显微照片
Fig. 1 Microphotos of calcitization and biotitization of syenite

另外,经人工重砂鉴定,矿石中的重矿物主要有锆石、重晶石、金红石、白钛石、氟碳钙铈矿、独居石、铈铁矿、黄铁矿、赤-褐铁矿。

2.2 主要铈矿物和稀土矿物及与其他矿物的嵌布关系

2.2.1 铈矿物和稀土矿物的背散射图像及能谱分析结果

背散射电子图像(BSE)是利用入射电子被试样表面组成原子所反射的电子成像,其明暗程度主要决定于组成试样的平均原子序数,原子序数高者在图中呈亮区,反之呈暗区。不同矿物所含元素不同,其平均原子序数也必然不同。矿石中大部分铈矿物和稀土矿物粒度较细,分布分散,用偏光显微镜进行鉴定非常困难,但其原子序数高,在背散射图像中的亮度远高于其他脉石矿物。利用电子探针扫描背散射电子成像技术,在几百到上千倍的放大倍数下重点寻找粒径较小的铈矿物和稀土矿物,同时利用能谱仪可以对其成分进行初步测定^[22]。

在背散射图像下,找到感兴趣的矿物,通过能谱来定性分析,可以判断矿物的种类^[22-23]。根据背散射电子像(BSE),本次在矿石中发现的铈矿物和稀土矿物有铈铁矿、含铈金红石、独居石、氟碳铈矿、氟碳钙铈矿。这与庙垭铈、稀土矿中铈矿物和稀土矿物种类相似^[3-4]。其中主要的铈矿物和稀土矿物背散射图像及能谱图见图2。

(1)铈铁矿。是主要的含铈矿物,如图2a所示,呈半自形-它形粒状,从背散射图中可以看出成分均匀,能谱分析结果显示Nb含量为54.73%。

(2)含铈金红石。如图2b所示,呈粒状,从背散射图上可以看出金红石中Nb含量分布不均匀。能谱分析结果显示Nb含量为7.91%。

(3)独居石。如图2c所示,呈不规则粒状,聚集分布于其他矿物中,成分均匀。能谱分析结果显示La含量为21.38%,Ce含量29.80%,Pr含量2.75%,Nd含量5.98%。

(4)氟碳铈矿。如图2d所示,呈不规则粒状,聚集分布于其他矿物中,成分均匀。能谱分析结果显示La含量为32.29%,Ce含量35.95%,Pr含量2.77%,Nd含量4.84%。

2.2.2 主要铈矿物和稀土矿物的嵌布关系

根据背散射电子图像(BSE)及能谱结果,脉石矿物主要为方解石、正长石、斜长石,其次为石英、黑

云母及磷灰石等。查明主要铈矿物和与其他脉石矿物的共生、连生关系如下(图3)。

(1)铈铁矿呈半自形粒状,主要分布于钾长石颗粒内,与磷灰石、方解石连生(图3中的a、b)。

(2)金红石呈半自形粒状,大部分包含于黑云母颗粒中,有的颗粒与钾长石、钠长石连生(图3中的c、d)。

(3)独居石呈半自形-它形粒状,大部分颗粒包含于方解石颗粒中,与钾、钠长石、黑云母连生,偶见独居石包裹于褐(赤)铁矿(图3中的e、f)。

(4)氟碳(钙)铈矿呈它形粒状,两者在偏光显微镜下和背散射图像下不易区分,单独存在或两者交生,或与方解石连生(图3中的g、h)。

2.3 主要铈矿物和稀土矿物的化学成分

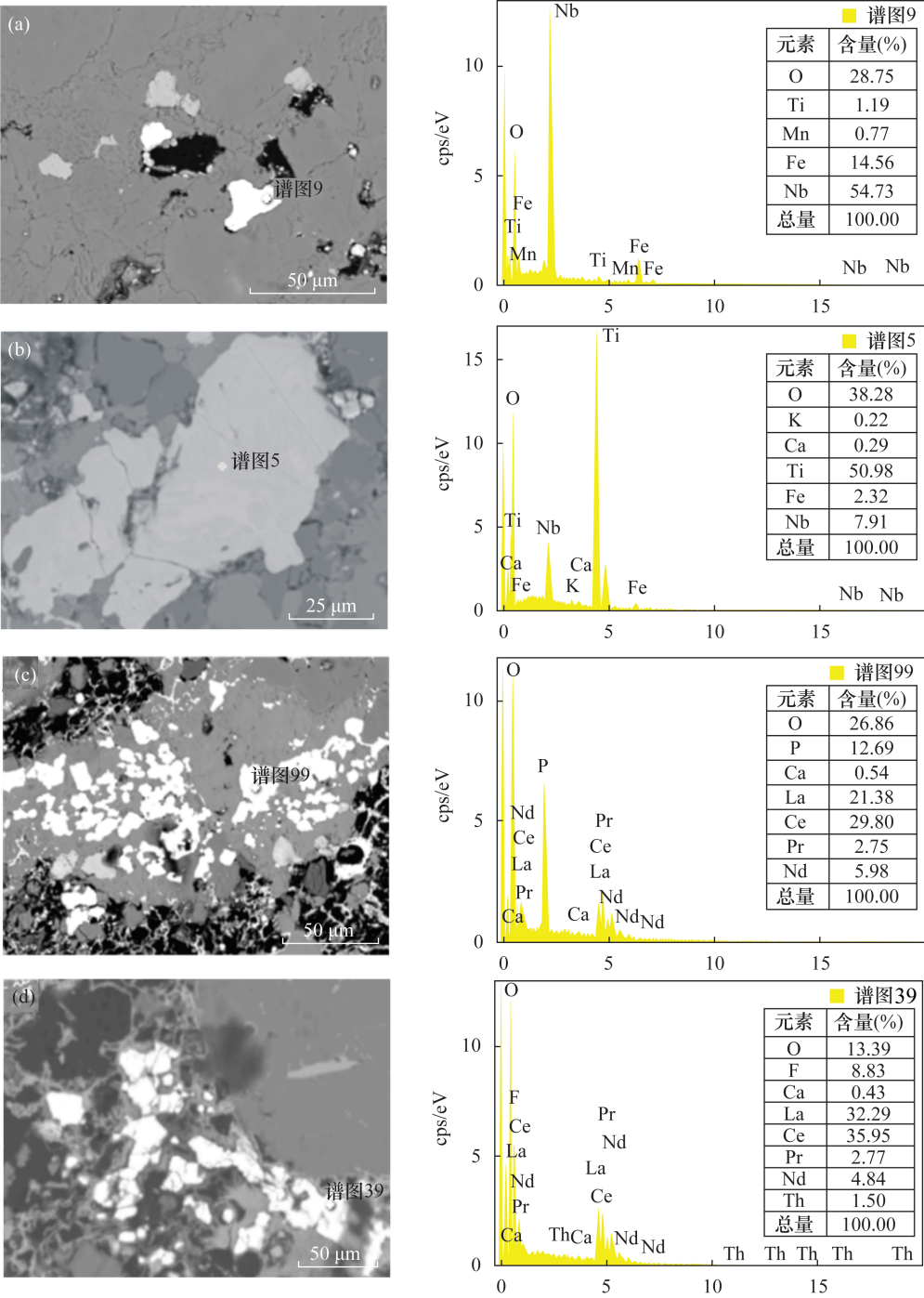
根据能谱定性和半定量分析确定铈、稀土矿物的名称,使用电子探针波谱仪对铈铁矿、金红石(铈)、独居石及氟碳(钙)铈矿进行定量分析。其电子探针波谱定量结果见表1~表4。

(1)铈铁矿是矿石中主要的含铈矿物。颜色为黑色,不规则粒状,个别呈假八面体,金属光泽,不透明。矿物中铁与锰,铈与钽为完全类质同象系列。根据电子探针定量分析结果(表1),铈铁矿中含少量Ti、Mn杂质,其铈、铁的含量变化不大,Nb₂O₅平均含量为78.26%,FeO平均含量为18.45%,基本与铈铁矿的理论值接近。

(2)金红石是矿石中次要的含铈矿物。颜色为褐红色、黑褐色,板状、粒状,玻璃光泽,半透明。根据电子探针定量分析结果(表2),金红石中Nb₂O₅的含量变化较大,从1.72%到11.93%不等,平均含量为5.45%,属于含铈金红石。

(3)独居石是矿石中主要的稀土矿物,又名磷铈镧矿,属含铈、镧等轻稀土为主的稀土磷酸盐。颜色为浅黄色、棕红色,不规则粒状,蜡质光泽,半透明,莫氏硬度为5.0~5.5,性脆,密度为4.9~5.5 g/cm³。根据电子探针波谱定量分析结果(表3),从数据来看,化学成分稳定,各元素含量变化不大,平均含量分别为:La₂O₃ 23.94%,Ce₂O₃ 31.74%,Pr₂O₃ 2.28%和Nd₂O₃ 6.88%,稀土总量(REO)为64.84%。符合独居石的化学成分。

(4)氟碳铈矿是矿石中主要的含稀土矿物。主要为氟碳铈矿和氟碳钙铈矿。颜色为浅黄色,不规则粒状,蜡质光泽,半透明至透明。由于该矿物属于碳酸盐矿物,样品表面为增加导电性,人为进行了喷



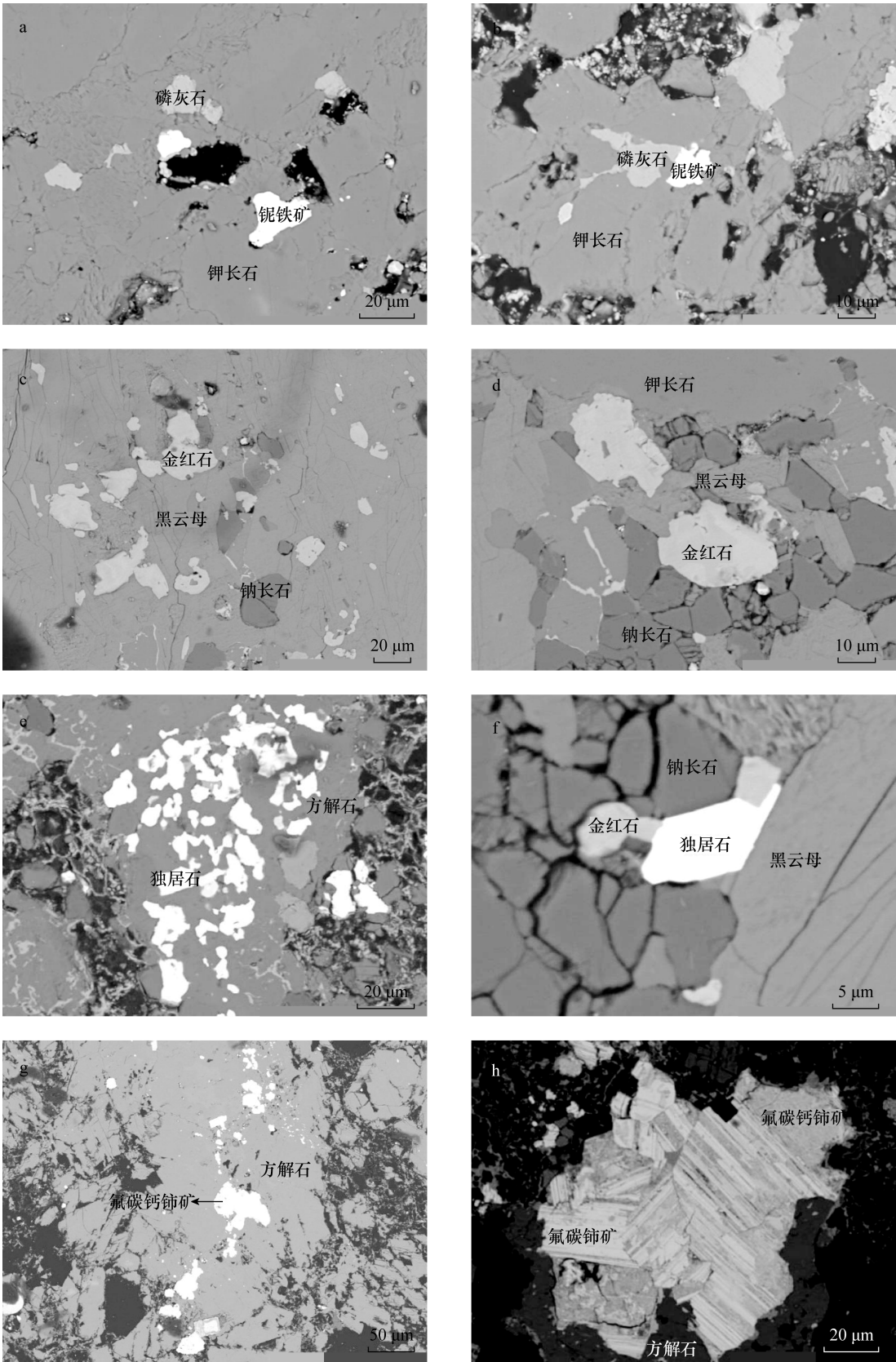
a—铌铁矿；b—含铌金红石；c—独居石；d—氟碳铈矿。

图 2 铌矿物和稀土矿物赋存形式背散射图像及 X 射线能谱分析图

Fig. 2 Backscattering images and X - ray energy spectrograms of niobium minerals and rare - earth minerals

碳处理,加之电子探针对碳等质量数较小的轻元素本身存在分析的不足^[22],因此本文未对氟碳铈矿的碳元素进行分析,导致测试数据总量偏低,但经过归一化计算后,基本上可以推论该数据能够反映矿物成分,其电子探针波谱定量分析结果列于表4。

氟碳钙铈矿中平均含量分别为: La_2O_3 15. 58% , Ce_2O_3 30. 12% , Pr_2O_3 2. 83% , Nd_2O_3 8. 99% , 稀土总量(REO) 57. 52% 。氟碳铈矿中含少量 CaO ,平均含量分别为: La_2O_3 29. 52% , Ce_2O_3 34. 02% , Pr_2O_3 2. 25% , Nd_2O_3 4. 82% , 稀土总量(REO) 70. 61% 。



a、b—铌铁矿包裹于钾长石中，与磷灰石连生；c、d—金红石包含于黑云母中，与钾长石、钠长石连生；e、f—独居石包含于方解石颗粒中，与钠长石、黑云母连生；g、h—氟碳铈矿、氟碳钙铈矿与方解石连生，并相互交生。

图3 铌矿物和稀土矿物与其他矿物的嵌布关系

Fig. 3 Dissemination characteristics of niobium, rare earth minerals and other minerals

表 1 铌铁矿电子探针波谱定量分析结果

Table 1 Electron microprobe analyses of niobite in a niobium – rare earth ore area

铌铁矿 样品	元素含量(%)					
	Nb ₂ O ₅	FeO	TiO ₂	MnO	Ta ₂ O ₅	总计
1	78.27	17.43	2.46	1.03	0.24	99.44
2	78.27	18.48	2.09	1.10	0.00	99.94
3	78.53	18.55	2.31	0.95	0.13	100.47
4	79.07	18.80	1.80	1.04	0.01	100.72
5	78.42	18.58	2.03	1.15	0.23	100.42
6	78.13	18.42	2.19	1.10	0.06	99.89
7	78.08	18.73	2.54	0.90	0.16	100.41
8	77.77	18.64	1.83	1.16	0.23	99.61
9	77.83	18.40	2.03	1.48	0.00	99.75
平均	78.26	18.45	2.14	1.10	0.12	100.07

表 2 金红石(铌)电子探针波谱定量分析结果

Table 2 Electron microprobe analyses of rutile (Nb) in a niobium – rare earth ore area

金红石 样品	元素含量(%)							
	TiO ₂	Nb ₂ O ₅	FeO	CaO	MnO	MgO	Cr ₂ O ₃	总计
1	85.49	9.85	2.12	0.76	0.02	0.01	1.37	99.63
2	86.40	10.01	2.47	0.11	0.04	0.00	1.34	100.36
3	92.45	4.70	0.80	0.07	0.00	0.01	1.41	99.44
4	90.08	7.06	2.05	0.05	0.00	0.00	0.64	99.87
5	84.30	11.93	3.14	0.03	0.01	0.01	0.97	100.40
6	86.39	9.05	3.42	0.37	0.01	0.00	0.00	99.24
7	94.53	3.85	1.83	0.30	0.01	0.01	0.00	100.52
8	95.16	2.61	1.32	0.28	0.01	0.00	0.00	99.39
9	93.96	3.83	1.47	0.67	0.00	0.00	0.00	99.93
10	95.37	2.57	1.06	0.32	0.03	0.01	0.00	99.36
11	94.53	3.09	1.20	0.44	0.01	0.00	0.00	99.26
12	93.32	4.08	1.53	0.34	0.05	0.01	0.00	99.33
13	96.68	1.72	0.70	0.40	0.01	0.01	0.00	99.51
14	96.34	2.00	0.92	0.38	0.02	0.00	0.00	99.66

表 3 独居石电子探针波谱定量分析结果

Table 3 Electron microprobe analyses of monazite in a niobium – rare earth ore area

独居石 样品	元素含量(%)														
	P ₂ O ₅	CaO	SiO ₂	La ₂ O ₃	Ce ₂ O ₃	Pr ₂ O ₃	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Dy ₂ O ₃	UO ₂	ThO ₂	Y ₂ O ₃	总计
1	29.88	0.05	0.23	33.86	28.67	1.50	3.16	0.50	0.08	0.00	0.00	0.00	0.56	0.18	98.65
2	30.24	0.18	0.25	23.98	31.47	2.13	6.63	0.98	0.14	0.15	0.00	0.02	2.71	0.41	99.26
3	30.35	0.12	0.15	24.56	31.06	2.22	6.59	0.99	0.13	0.51	0.00	0.03	1.42	0.46	98.60
4	30.25	0.94	0.22	22.14	32.87	2.29	7.54	1.20	0.13	0.24	0.00	0.05	1.60	0.36	99.82
5	29.57	0.43	0.50	21.47	32.86	2.60	7.72	1.00	0.16	0.61	0.05	0.06	2.39	0.48	99.91
6	30.02	0.60	0.41	21.84	33.35	2.65	7.75	0.99	0.15	0.34	0.03	0.01	1.82	0.44	100.41
7	30.03	0.41	0.32	22.31	31.68	2.40	7.11	0.98	0.16	0.48	0.00	0.08	3.04	0.46	99.47
8	29.51	0.87	0.30	22.74	31.49	2.40	6.44	0.98	0.11	0.15	0.16	0.09	3.37	0.43	99.02
9	30.04	0.59	0.17	23.67	32.62	2.37	7.10	0.92	0.14	0.31	0.17	0.05	1.33	0.43	99.89
10	29.35	1.11	0.22	24.61	31.74	2.12	6.84	0.93	0.15	0.51	0.18	0.02	0.77	0.58	99.13
11	29.73	0.80	0.15	24.34	31.92	2.36	7.44	1.02	0.14	0.40	0.13	0.01	0.56	0.63	99.63
12	30.37	0.57	0.48	21.78	31.19	2.35	8.27	1.08	0.16	0.38	0.09	0.08	2.37	0.45	99.62
平均	29.95	0.56	0.28	23.94	31.74	2.28	6.88	0.96	0.14	0.34	0.07	0.04	1.83	0.44	99.45

表 4 氟碳钙铈矿和氟碳铈矿的电子探针波谱定量分析结果

Table 4 Electron microprobe analyses of bastnaesite and parisite in a niobium – rare earth ore area

氟碳钙铈矿 样品	元素含量(%)									
	F	SiO ₂	CaO	La ₂ O ₃	Ce ₂ O ₃	Pr ₂ O ₃	Nd ₂ O ₃	ThO ₂	Y ₂ O ₃	总计
1	9.31	0.05	12.57	15.05	28.91	2.79	8.52	1.55	0.76	79.51
2	7.44	0.04	11.92	16.30	30.61	2.85	8.98	2.33	1.33	81.78
3	10.47	0.06	11.18	15.38	30.84	2.84	9.48	0.84	0.61	81.69
平均	9.07	0.05	11.89	15.58	30.12	2.83	8.99	1.57	0.90	80.99

氟碳铈矿 样品	元素含量(%)									
	F	SiO ₂	CaO	La ₂ O ₃	Ce ₂ O ₃	Pr ₂ O ₃	Nd ₂ O ₃	ThO ₂	Y ₂ O ₃	总计
1	14.09	0.09	0.86	29.53	32.80	2.14	4.46	1.56	0.37	85.91
2	14.47	0.06	0.57	28.48	34.66	2.18	4.92	0.81	0.29	86.43
3	14.85	0.02	0.67	30.55	32.93	2.04	4.42	1.68	0.32	87.48
4	13.92	0.06	0.18	29.50	35.67	2.62	5.48	0.89	0.38	88.71
平均	14.33	0.06	0.57	29.52	34.02	2.25	4.82	1.24	0.34	87.13

3 结论

本文在光学偏光显微镜观察的基础上,采用电子探针分析能谱仪及波谱仪等测试手段对湖北某铌、稀土矿中的铌矿物和稀土矿物进行系统研究,通过探究矿物种类、连生关系及每种矿物的化学成分,查明铌元素和稀土元素的赋存状态,其中铌元素主要以铌铁矿和含铌金红石的形式存在,稀土元素主要以独居石、氟碳铈矿和氟碳钙铈矿的形式存在。每种铌矿物、稀土矿物与其他矿物的嵌布关系复杂,多包裹在脉石矿物中。

本研究工作解决了矿石中铌、稀土元素的赋存状态及矿物化学成分的问题,对矿床后续开发与矿石中铌、稀土资源的综合利用具有重要的指导意义。但由于未对矿石中铌矿物和稀土矿物的含量和粒度进行统计分析,缺少元素配分和粒度统计的相关信息,下一步需要配合采用其他的测试手段,如矿物表征自动定量分析系统(AMICS)^[23-25],进一步完善该矿区铌、稀土元素的赋存状态数据。

4 参考文献

- [1] 黎洁,谢贤,吕晋芳,等. 铌矿资源概述及选矿技术研究进展[J]. 金属矿山, 2021(2): 120-126.
Li J, Xie X, Lv J F. Overview of niobium resources and research progress in mineral processing technology[J]. Metal Mine, 2021(2): 120-126.
- [2] 何海洋,何敏,李建武. 我国铌矿资源供需形势分析[J]. 中国矿业, 2018, 27(11): 1-5.
He H Y, He M, Li J W. Analysis of the niobium resources supply and demand pattern in China[J]. China Mining Magazine, 2018, 27(11): 1-5.
- [3] 吴昌雄,方鑫,鄢华. 武当地区与碱性岩有关的铌、稀土矿特征及找矿方向[J]. 资源环境与工程, 2015, 29(3): 270-298.
Wu C X, Fang X, Yan H. Charactersiteis of niobium rare earth deposit and prospecting direction of Wudang[J]. Resources Environment & Engineering, 2015, 29(3): 270-298.
- [4] 吴凤贤,李红伟,程钊,等. 湖北省竹溪县蒋家堰铌钽矿区地球化学异常特征[J]. 资源环境与工程, 2016, 30(6): 829-834.
Wu F X, Li H W, Cheng Z, et al. Characteristics of geochemical anomalies of niobium-tantalum mining area in Jiangjiayan of Zhuxi County, Hubei Province[J]. Resources Environment & Engineering, 2016, 30(6): 829-834.
- [5] 朱江,程昌红,王连训,等. 南秦岭竹山地区早古生代

碱性岩浆活动及其相关铌稀土成矿的若干认识[J]. 岩石矿物学杂志, 2017, 36(5): 681-690.

- Zhu J, Cheng C H, Wang L X, et al. Some new knowledge concerning Silurian alkaline magmatism and related Nb-REE mineralization in Zhushan region, South Qinling[J]. Acta Petrologica Et Mineralogica, 2017, 36(5): 681-690.
- [6] 鲁力,廖经慧,刘爽,等. 湖北某稀土矿石工艺矿物学研究[J]. 稀土, 2016, 37(6): 1-8.
Lu L, Liao J H, Liu S, et al. Process mineralogy of a rare earth ore in Hubei Province[J]. Chinese Rare Earths, 2016, 37(6): 1-8.
- [7] 鲁力,刘爽,冉晓红,等. 湖北某黑云母方解石碳酸岩型铌矿石赋存状态及可选性评价[J]. 稀有金属, 2015, 39(9): 831-835.
Lu L, Liu S, Ran X H, et al. Occurrence and evaluation of beneficiation of sovite-alvikite niobium ore in Hubei[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2015, 39(9): 831-835.
- [8] 刘爽,林璠,鲁力,等. 湖北省某矿区复杂稀土矿石选矿实验研究[J]. 稀土, 2016, 37(4): 45-50.
Liu S, Lin P, Lu L, et al. Experimental research on the mineral processing technology for a rare earth ore in Hubei[J]. Chinese Rare Earths, 2016, 37(4): 45-50.
- [9] 刘爽,康健,李健,等. 湖北省两竹地区四个铌矿矿石性质及可选性实验研究[J]. 矿产综合利用, 2021(1): 88-91, 203.
Liu S, Kang J, Li J, et al. Study on mineral composition and processing technology of four niobium mines in Liangzhu area, Hubei Province[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2021(1): 88-91, 203.
- [10] 张迪,陈意,毛骞,等. 电子探针分析技术进展及面临的挑战[J]. 岩石学报, 2019, 35(1): 261-274.
Zhang D, Chen Y, Mao Q, et al. Progress and challenge of electron probe microanalysis technique[J]. Acta Petrologica Sinica, 2019, 35(1): 261-274.
- [11] 邵兴坤,尹京武,杨海涛,等. 电子探针在新疆拜城碱性花岗岩烧绿石研究中的应用[J]. 电子显微学报, 2011, 30(6): 521-526.
Shao X K, Yin J W, Yang H T, et al. Application of EMPA to pyrochlore study from Baicheng alkali granite, Xinjiang[J]. Journal of Chinese Electron Microscopy Society, 2011, 30(6): 521-526.
- [12] 荆国强,廉康,胡菲菲,等. 利用电子探针研究甘肃陇南赵家庄金矿载金矿物特征[J]. 岩矿测试, 2018, 37(5): 490-498.
Jing G Q, Lian K, Hu F F, et al. Application of EMPA to study the characteristics of gold-bearing minerals in the

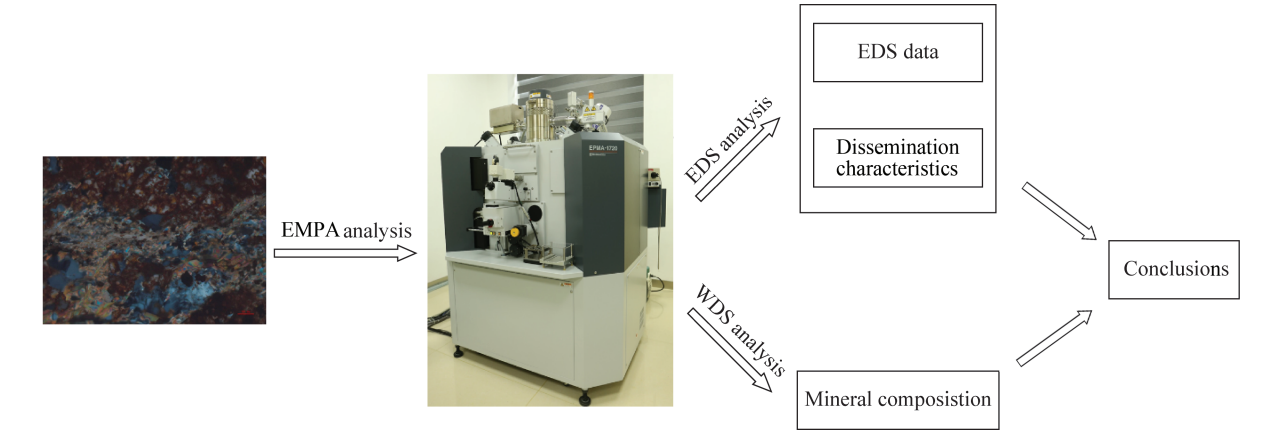
- Zhaojiazhuang gold deposit in Longnan, Gansu Province [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2018, 37 (5): 490–498.
- [13] 王梦亚,尹京武,陈浦浦,等. 陕西洛南长岭正长岩中含稀土矿物的特征[J]. *电子显微学报*, 2015, 34(1): 40–47.
- Wang M Y, Yin J W, Chen P P, et al. Rare earth mineral characteristics of aegirine augite syenite in Changling, Luonan County, Shannxi Province [J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2015, 34(1): 40–47.
- [14] 张随安,刘能,刘文菊,等. 陕西东南部碱性岩中含铌矿物特征及其成因机制研究[J]. *黄金科学技术*, 2017, 25(2): 14–22.
- Zhang S A, Liu N, Liu W J, et al. Study on the niobium minerals characteristics of alkaline rock and its genetic mechanism in southeastern Shannxi [J]. *Gold Science and Technology*, 2017, 25(2): 14–22.
- [15] 张云海,陈化凯,龚书浩,等. 豫西太平镇稀土矿工艺矿物学研究[J]. *稀土*, 2020, 41(1): 117–123.
- Zhang Y H, Chen H K, Gong S H, et al. Study on process mineralogy of rare earth ore in Taipingzhen, western Henan Province [J]. *Chinese Rare Earths*, 2020, 41(1): 117–123.
- [16] 张轰玉,杨占峰,焦登铭,等. 白云鄂博主矿霓石型铌稀土铁矿石中铌在独立矿物中的富集状态和分布规律研究[J]. *有色金属(选矿部分)*, 2020(1): 6–12.
- Zhang H Y, Yang Z F, Jiao D M, et al. Distribution regularity and enrichment state of niobium in independent minerals in aegirine-type niobium rare earth iron ore in Bayan Obo main mine [J]. *Nonferrous Metals (Mineral Processing Section)*, 2020(1): 6–12.
- [17] 李波,梁冬云,张莉莉,等. 富磷灰石复杂稀土矿石工艺矿物学研究[J]. *中国稀土学报*, 2012, 30(6): 761–765.
- Li B, Liang D Y, Zhang L L, et al. Process mineralogy of an apatite-rich complex rare earth ore [J]. *Journal of the Chinese Rare Earth Society*, 2012, 30(6): 761–765.
- [18] 刘洋. 湖南某地独居石型稀土矿工艺矿物学研究[J]. *矿产保护与利用*, 2016(2): 39–42.
- Liu Y. Process mineralogical study of a monazite-type rare earth in Hunan [J]. *Conservation and Utilization of Mineral Resources*, 2016(2): 39–42.
- [19] 原显顺. 山东微山稀土矿床的稀土矿物学研究[J]. *矿产勘查*, 2019, 10(9): 2229–2242.
- Yuan X S. Rare earth mineralogy study of Weishan rare earth deposit in Shandong Province [J]. *Mineral Exploration*, 2019, 10(9): 2229–2242.
- [20] 殷晓. 扫描电镜能谱法测定独居石中铈、镧、钍等元素的含量[J]. *地质与资源*, 2015, 24(5): 501–506.
- Yin X. Content determination of cerium, lanthanum, thorium and other elements in monazite with SEM-EDS analysis [J]. *Geology and Resources*, 2015, 24(5): 501–506.
- [21] 范晨子,詹秀春,曾普胜,等. 白云鄂博稀土氟碳酸盐矿物的 LA-ICP-MS 多元素基体归一定量分析方法研究[J]. *岩矿测试*, 2015, 34(6): 609–616.
- Fan C Z, Zhan X C, Zeng P S, et al. Multi-element content analysis of rare earth fluorocarbonates from Bayan Obo deposit by laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2015, 34(6): 609–616.
- [22] 姚立,田地,梁细荣. 电子探针背景扣除和谱线干扰修正方法的进展[J]. *岩矿测试*, 2008, 27(1): 49–54.
- Yao L, Tian D, Liang X R. Progress in background subtraction and spectral interference correction in electron probe microanalysis [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2008, 27(1): 49–54.
- [23] 朱丹,桂博艺,王芳,等. AMICS 测试技术在铌矿中的应用——以竹溪铌矿为例[J]. *有色金属(选矿部分)*, 2021(3): 1–7.
- Zhu D, Gui B Y, Wang F, et al. Application of the advanced mineral identification and characterization system (AMICS) in the Nb deposit: A case study of the Zhuxi Nb deposit [J]. *Nonferrous Metals (Mineral Processing Section)*, 2021(3): 1–7.
- [24] 苟瑞涛. 基于 MLA 的碳酸岩-碱性杂岩稀土-铌-铁矿矿物学特征研究——以内蒙古白云鄂博矿床为例[D]. 北京: 中国地质大学(北京), 2016: 1–68.
- Gou R T. Study on mineralogical characteristics of REE-Nb-Fe ore within carbonatites-alkaline complexes based on MLA—A case study for Bayan Obo deposit in Inner Mongolia, China [D]. Beijing: China University of Geosciences (Beijing), 2016: 1–68.
- [25] 温利刚,曾普胜,詹秀春,等. 矿物表征自动定量分析系统 (AMICS) 技术在稀土稀有矿物鉴定中的应用[J]. *岩矿测试*, 2018, 37(2): 121–129.
- Wen L G, Zeng P S, Zhan X C, et al. Application of the automated mineral identification and characterization system (AMICS) in the identification of rare earth and rare minerals [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2018, 37(2): 121–129.

Occurrence of Niobium and Rare Earth Elements in Related Ores by Electron Microprobe

WANG Fang^{1,2}, ZHU Dan^{1,2}, LU Li^{1,2}, WEI Jun – qi^{1,2}, PAN Shi – yang^{1,2}
(1. Hubei Geological Research Laboratory, Wuhan 430034, China;
2. Key Laboratory of Rare Mineral, Ministry of Natural Resources, Wuhan 430034, China)

HIGHLIGHTS

- (1) The composition of the ore in the niobium – rare earth deposit was identified by polarizing light microscope.
- (2) The relationship among niobium, rare earth minerals, and other minerals in the ore was determined by energy – dispersive spectrometry of electron microprobe.
- (3) The chemical composition of main niobium and rare earth minerals was determined by wavelength – dispersive spectrometry of electron microprobe.



ABSTRACT

BACKGROUND: Niobium is a strategic metal with wide applications and plays a very important role in modern steel technology. The average content of Nb₂O₅ in a niobium – rare earth ore is 0.0855% , and the content of total rare earth (REO) is 1.03% , which is close to the minimum industrial grade requirement of niobium ore. Niobium minerals and rare earth minerals have the characteristics of small particles and complex intergrowths, which makes them difficult to find under a polarized microscope.

OBJECTIVES: To investigate the forms of niobium and rare earth elements.

METHODS: Electron probe backscatter image , energy spectrum analysis and electron probe spectrum quantitative analysis were used to analyze niobium and rare – earth ore.

RESULTS: Niobium mainly existed in the form of niobite and niobium – bearing rutile. The average content of Nb₂O₅ in niobite was 78.26% and that in niobium – bearing rutile was 5.26% . Rare earth elements mainly existed in the form of monazite , bastnaite and bastnaesite. The average content of rare earth elements (REO) in monazite , bastnaite and bastnaesite was 64.84% , 57.52% and 70.61% , respectively. Niobium and rare – earth minerals were distributed and dispersed. They were mostly trapped in the gangue minerals such as potassium feldspar, calcite and biotite.

CONCLUSIONS: The types and characteristics of the main niobium and rare earth minerals in the ore deposit were identified. This study has important guiding significance for the comprehensive utilization of niobium and rare earth deposits in the future.

KEY WORDS: niobium and rare earth ore; mineral composition; occurrence; chemical composition; electron microprobe

野外快速测试技术助力安宁矿山生态恢复

中国地质调查局国家地质实验测试中心承担的“云南安宁矿山集中区综合地质调查”项目近年来取得重要地质调查成果。该项目查明了云南安宁磷矿活动下的生态环境现状,提出安宁磷矿山生态恢复技术模式建议;开展了磷矿废石可利用性调查,进行废石中有益有害元素种类、含量及赋存状态等特征分析;开展了野外现场快速分析技术的开发与应用示范。取得成果如下。

一是成功建立适用于磷矿石的车载台式 X 射线荧光光谱(ED-XRF)分析技术,在野外现场实现了样品加工、现场制样与上机测试,并能够实时给出分析结果。

二是初步利用原子荧光检测器和直接进样汞测试装置进行了方法建立。

三是采用便携式伽马能谱仪测量了安宁市县街大庙地磷矿及周边树林、田地、村庄等 4 平方千米范围内放射性元素 K、U、Th 的含量。

四是在云南省安宁市自然资源局和相关矿业集团的支持下,在磷矿山的复垦区现场设立了“矿山恢复与监测技术研究工作站”。

(中国地质调查局国家地质实验测试中心供稿)