

岛津 EPMA 分析铌 - 稀土矿复杂成分体系

EPMA-078

摘要： 稀土矿物具有嵌布粒度细、组成复杂、多元素共生伴生等特点，加之稀土元素的特征 X 射线谱线之间重叠干扰严重，对其进行精确、可靠的成分分析面临着很大的困难。本文利用岛津电子探针，对某铌 - 稀土矿样品进行了分析，结果表明，岛津电子探针在面对此类元素种类多达 23 种且谱线重叠严重的矿物样品，仍可以做到有效分辨及可靠定量。

关键词： 稀土矿物 成分分析 谱线干扰 EPMA 找矿勘探

技术特点：

- ❖ EPMA 兼顾高分辨率和高灵敏度的特点，有效解决复杂成分体系微细矿物的成分分析。
- ❖ 岛津 EPMA 52.5°高 X 射线检出角，检测灵敏度高，超轻元素分析具有明显的优势。

稀土元素素有“工业维生素”之美誉，以其优良的光、电、磁等物理特性，被广泛应用到航空航天、国防军工等高新技术领域。铌，地壳丰度仅为 0.002%，是重要的稀有金属，具有高熔点、高沸点、高延展性和抗腐蚀性等特点，能与其它物质组成性能各异和品种繁多的新型材料，大幅度提高产品的质量和性能。因此，稀土元素和稀有金属元素铌在国际社会均被归为关键金属，是新材料、新能源、信息技术等新兴产业和国防军工不可替代的关键战略资源。

我国的白云鄂博稀土 - 铌 - 铁矿床稀土资源量位居全球首位，同时也是我国最大、世界第二大铌矿床。但由于白云鄂博矿床具有十分复杂的元素及矿物组成，又经历了多期地质事件的叠加改造，具有矿物组成复杂、分散度大、嵌布粒度细、嵌布关系紧密、赋存状态复杂、多金属共生伴生等特点，工艺矿物学研究难度大，严重制约了铌、稀土资源的高效利用，同时，

对这种复杂成分体系的微细矿物进行精确、可靠的成分分析亦提出很大的挑战。

传统的化学测试方法，虽然能够测定矿石中元素的整体情况，但很难反映微细矿物的个体信息；传统的光学显微镜受制于其分辨率和实验人员主观判断等因素的限制，在对一些低含量矿物、微米级矿物及光学特征复杂的矿物识别中效果又较差；扫描电子显微镜（SEM）配备 X 射线能谱仪（EDS），虽然可以实现微细矿物的微区成分分析，但因其能量分辨率差，对于复杂成分体系，尤其稀土元素的特征 X 射线谱线之间重叠严重、彼此干扰，亦是无法胜任。

岛津电子探针通过配置统一 4 英寸罗兰圆半径的全聚焦分光晶体，实现了高分辨率和高灵敏度的兼顾，可有效解决此类复杂成分体系微细矿物的成分测试和分析。

■ 仪器

岛津 EPMA-1720 型电子探针显微分析仪



■ 结果与讨论

利用岛津电子探针对某铌-稀土矿样品进行分析，图1为样品背散射电子像（BEI、750×），背散射电子像显示的是平均原子序数衬度，图1显示看似规整的长条状矿物颗粒，仍存在衬度差异，分别对灰色区域（如黄色数字1标记处）及浅灰色区域（如黄色数字2标记处）进行微区成分定性分析，结果分别见图2、图3。

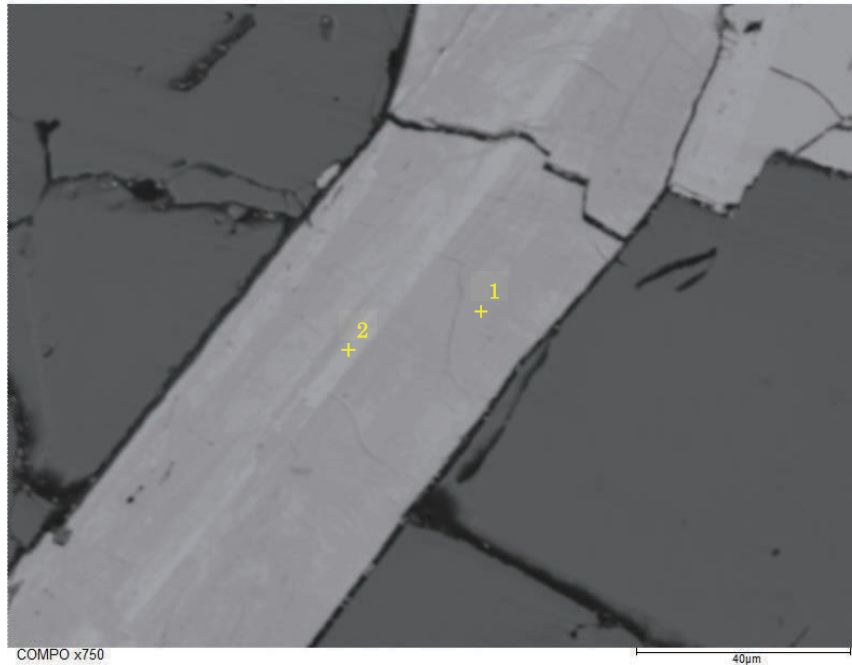


图1 某铌基合金二次电子像（SEI、750×）

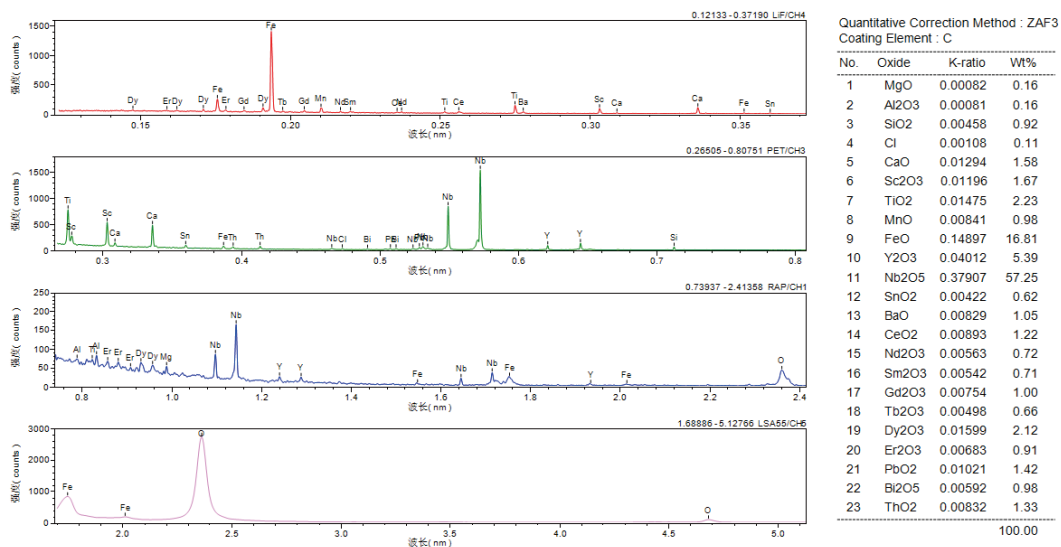


图2 灰色区域（黄色数字1标记处）微区成分定性分析结果

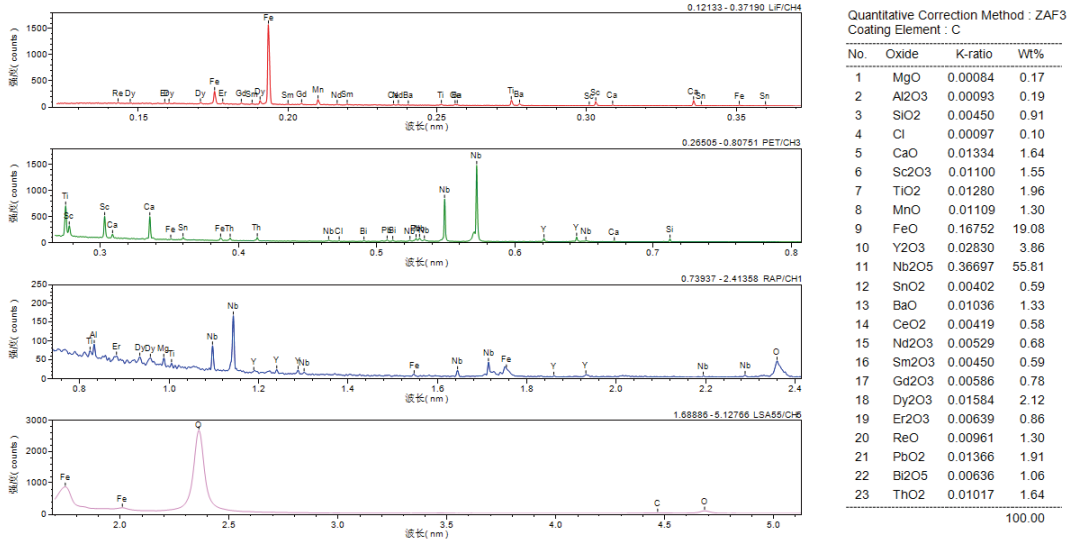


图3 浅灰色区域（黄色数字2标记处）微区成分定性分析结果

定性分析结果表明，该铌-稀土矿样品中元素种类多达23种，表现在特征X射线的谱图上，就是密密麻麻的特征谱线彼此紧邻。

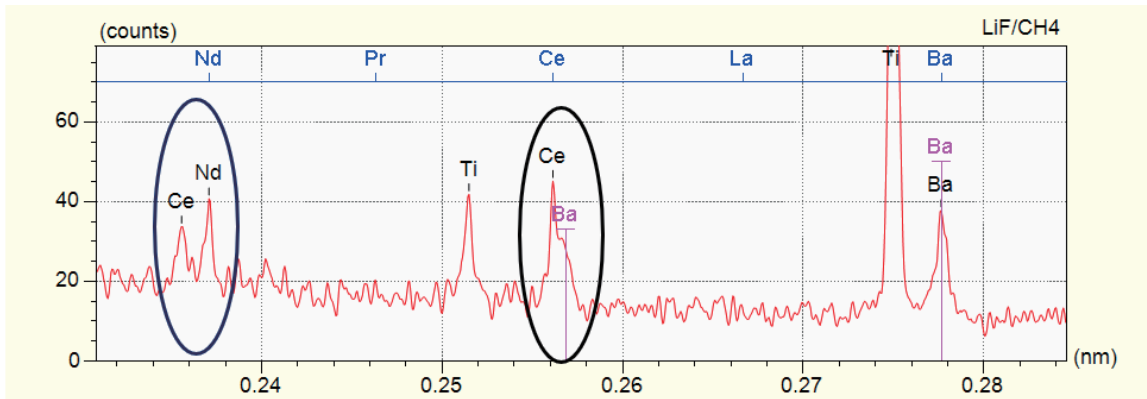


图4 谱图局部放大

对定性谱图进行局部放大，如图4所示，Ce元素L β 谱线（特征能量为5.262 keV）与Nd元素La谱线，非常临近，其中，Ce L β 特征能量为5.262 keV，Nd La特征能量为5.208 keV，两者仅相差54 eV；以及Ba元素L β （特征能量为4.828 keV）谱线与Ce元素La谱线（特征能量为4.823 keV），更是仅仅相差5 eV；而当前SEM上配备的EDS，能量分辨率基本在121 eV以上，显然对于上述这种特征能量非常接近的元素是无法有效分辨的。

进一步对图1中黄色数字标记处进行定量分析，结果见表1。

表1 定量分析结果 (mass%)

	MgO	SiO ₂	Sc ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	TiO ₂	Cl	MnO	Y ₂ O ₃	FeO	Nb ₂ O ₅	ZnO
1	0.17	1.38	1.14	0.29	1.33	2.18	0.04	1.02	3.48	16.59	61.75	0.10
2	0.02	0.12	1.48	0.01	0.26	1.35	0.01	0.11	16.85	10.42	58.88	0.01

表 1 定量分析结果 (mass%) - 续

	SnO ₂	CeO ₂	PbO ₂	Nd ₂ O ₃	Bi ₂ O ₅	Sm ₂ O ₃	ThO ₂	Gd ₂ O ₃	Dy ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	BaO	Total
1	0.56	0.62	2.27	0.30	0.72	0.20	1.25	0.59	0.80	0.44	1.18	98.35
2	0.70	0.25	0.27	0.91	0.21	1.32	0.27	3.42	3.45	1.53	0.07	101.89

表 1 显示，定量结果良好，总量误差 $< \pm 2\%$ ；两个测试位置各个元素定量结果对比显示，相较于灰色区域（黄色数字 1 标记处），浅灰色区域（黄色数字 2 标记处）中富含更高含量的 Y、Nd、Sm、Gd、Dy、Er 等稀土元素，而稀土元素 Ce 及放射性元素 Th 含量较低。

■ 结论

岛津电子探针通过配置高位 52.5° 的 X 射线检出角以及兼具高灵敏度和高分辨率的全聚焦分光晶体，在面对复杂成分体系、谱线重叠干扰严重的情况具有独特的优势。某铌 - 稀土矿样品中典型区域的电子探针测试结果表明，该铌 - 稀土矿样品元素种类多达 23 种，Sc、Y、Ce、Nd、Sm、Th、Gd、Dy、Er 等多种稀土元素共生，进一步的精确定量结果直观的揭示了该铌 - 稀土矿样品不同特征区域赋存元素含量的差异。测试结果可为成岩成矿机制、找矿勘探及矿物的综合开发利用等研究工作提供可靠的数据支撑。

岛津应用云

