

水泥窑协同处置中油液类废物残留元素的荧光分析

EDX-032

摘要：根据《HJ 662-2013 水泥窑协同处置固体废物环境保护技术规范》与《GB 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范》中对于用作燃料投入的油液类废物的残留重金属等元素进行限定，而岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线荧光光谱仪能够进行快速定性或定量分析油液类废物的残留元素，方便快捷、无需化学前处理。

下面介绍岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线荧光光谱法在油液类废物中的分析应用。

关键词：岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线荧光光谱仪 水泥窑协同处置中油液类废物 油液类废物的荧光分析

在水泥窑协同处置中油液类废物主要包括两类：油、烃含量高的物质以及以水为主体的油水混合物。因此处理方法也分为为两种，含油量多的高热值废物可当作燃料直接投入使用，而含水量高的废物则需要先进行处理后才能作为燃料。油液类废物因其包含重金属、燃烧副产物和其他初始用途物质（如多氯联苯）。在将油液类废物投入到水泥窑协同处置过程中燃烧后残留元素尤其一些重金属元素的量是必须控制的。故

分析油液类废物残留元素尤其重金属元素至关重要，而能量色散型 X 射线荧光光谱仪最适用于油液类废物残留元素尤其重金属元素的定性或定量分析。

岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线荧光光谱仪，采用新型硅漂移检测器 (SDD)，实现了高灵敏度、高分辨率的分析要求，能够快速无损分析油液类废物元素尤其金属元素，方便快捷、无需化学前处理。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线
荧光光谱

1.2 分析条件

分析元素：Al, Si, K, Ca, S

氛围：氦气

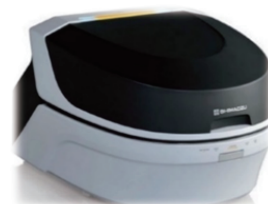
电压 (kV)：15

电流 (uA)：自动

DT(%)：30

滤光片：无

分析时间 (s)：100



分析元素：Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ag, Cd, Sn, Ba, Pb

氛围：氦气

电压 (kV)：50

电流 (uA)：自动

DT(%)：30

滤光片：5#

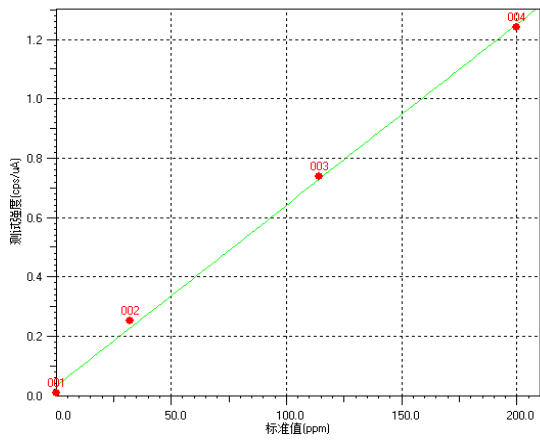
分析时间 (s)：100

■ 样品前处理

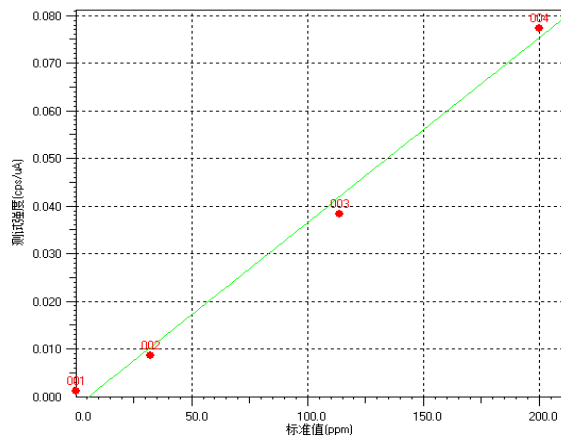
样品直接装样品杯中进行分析，无须样品前处理。

■ 结果与讨论

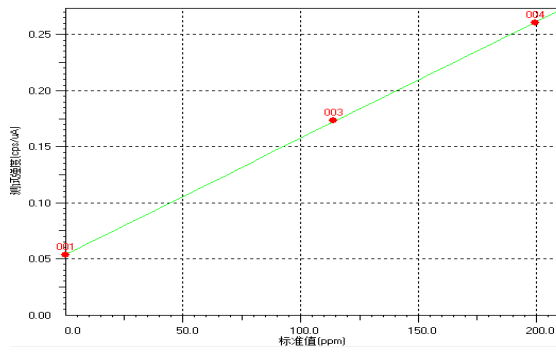
3.1 使用参考标样制作元素的校准曲线



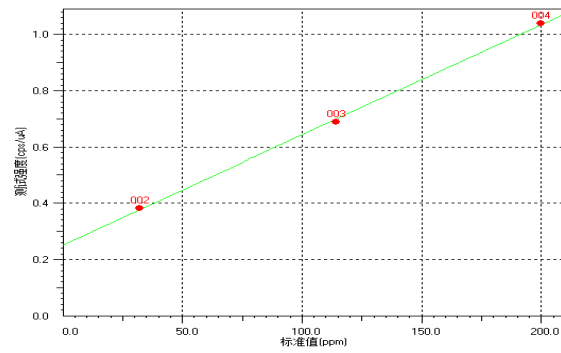
(Zn)



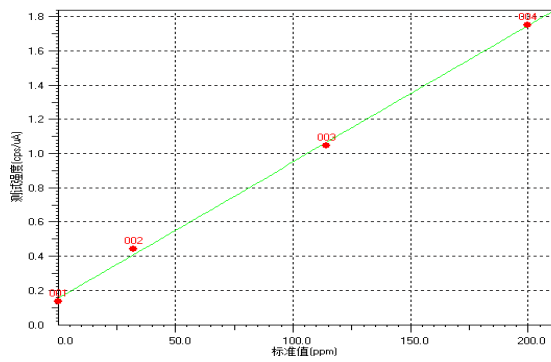
(Al)



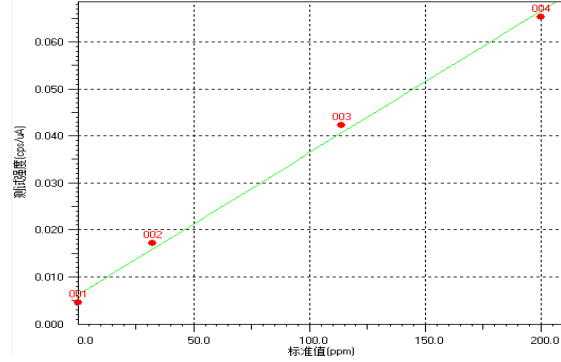
(Si)



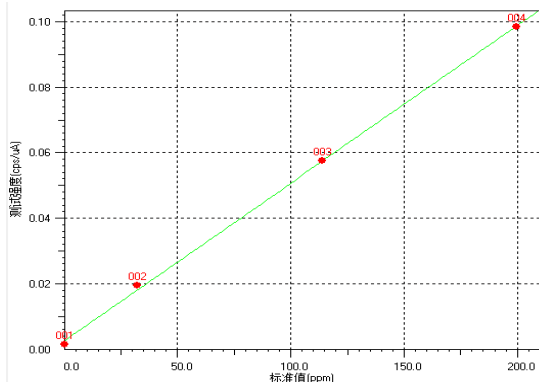
(K)



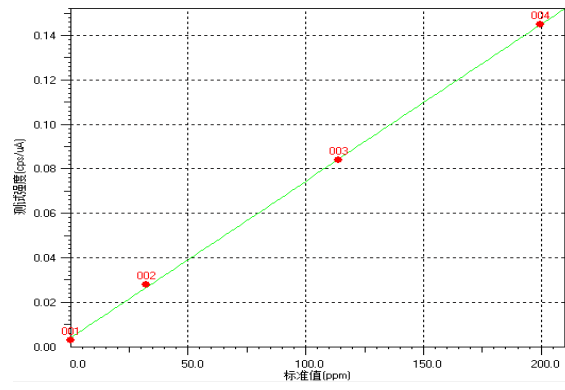
(Ca)



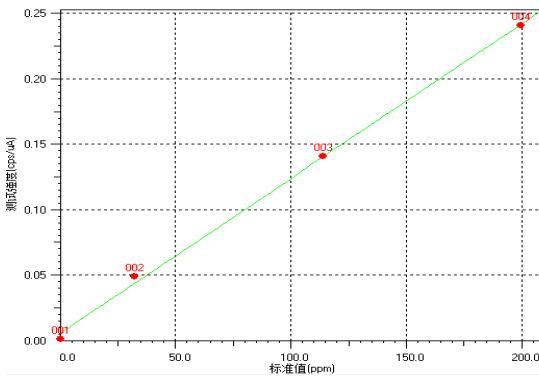
(Ti)



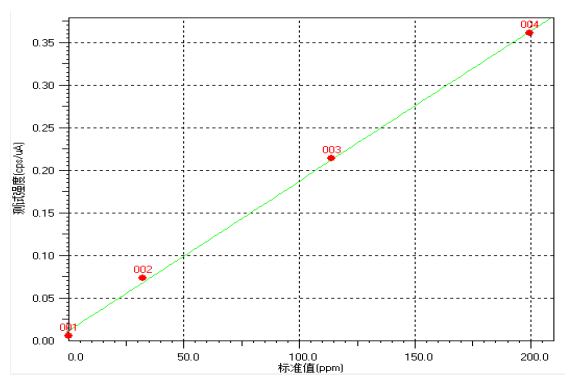
(V)



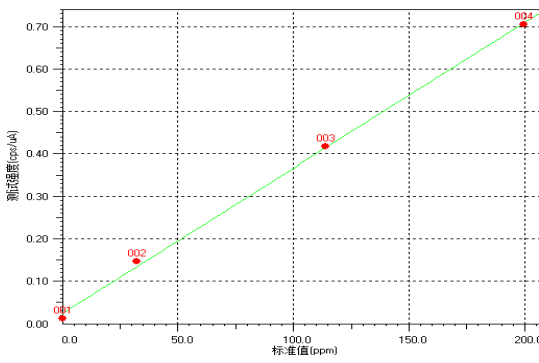
(Cr)



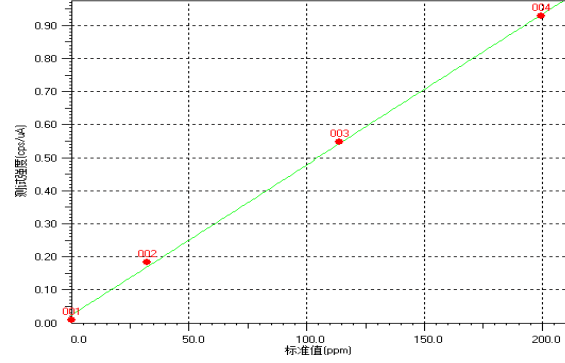
(Mn)



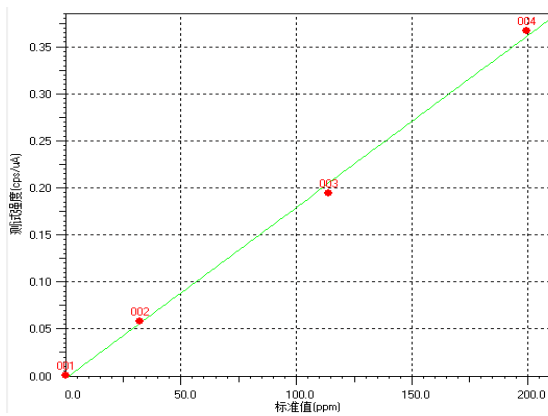
(Fe)



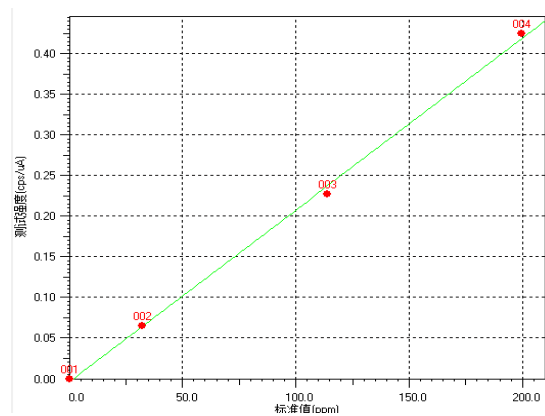
(Ni)



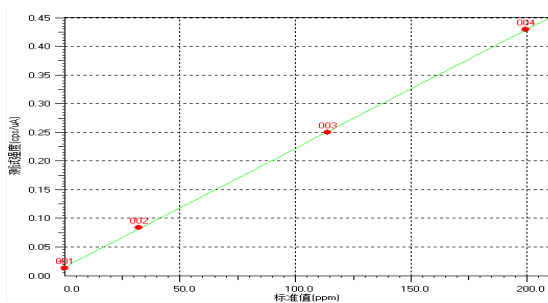
(Cu)



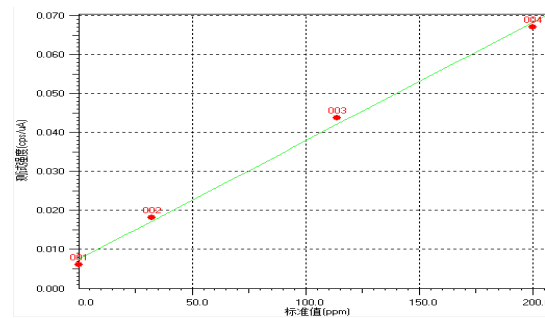
(Ag)



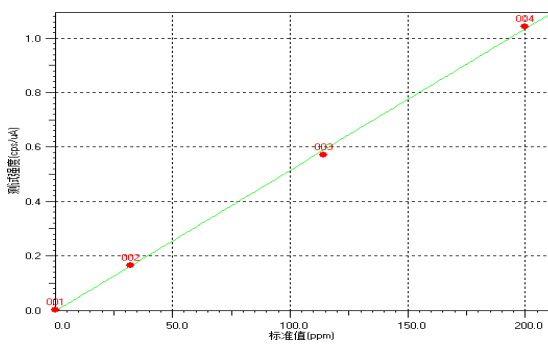
(Cd)



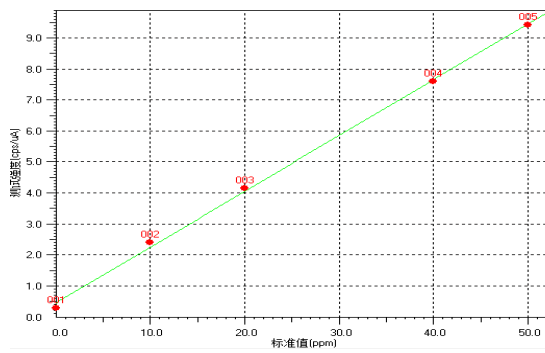
(Sn)



(Ba)



(Pb)



(S)

图 1. 元素标准曲线

3.2 元素检出限

连续 10 次分析空白样品，空白样品的 3 倍标准偏差即为检出限。

表 1. 元素的检出限息

单位: mg/kg

元素	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe
检出限	7.2	16.5	15	4.2	8.7	5.4	3.6	2.4	1.2
元素	Ni	Cu	Zn	Ag	Cd	Sn	Ba	Pb	S
检出限	0.6	0.6	0.3	1.5	1.2	4.8	9.3	1.2	6.3

3.3. 复重性和精确度分析:

连续 10 次分析样品的精确度和复重性。

表 2. 精确度和重复性

单位: mg/kg

元素	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe
10 次平均值	59.1	288.9	183.8	189.4	195.1	201.2	219.3	205.2	212.4
CV(%)	50.6	23.2	7	5.1	2.8	1.2	3.8	3.4	1.8
参考值	200	200	200	200	200	200	200	200	200
元素	Ni	Cu	Zn	Ag	Cd	Sn	Ba	Pb	S
10 次平均值	214.3	216.1	216.7	226.1	226.5	235.7	220.2	221.6	101
CV(%)	0.6	0.7	0.4	1.5	0.6	1.4	2.7	0.7	1.6
参考值	200	200	200	200	200	200	200	200	100

■ 结论

EDX 能量色散 X 射线荧光光谱仪对油类废物中多种元素的 X 射线荧光分析, 简单快捷, 操作方便, 无需化学前处理, 是一种行之有效的快速分析方法。

参考文献

- 1) 姜迪 《谈油类废物的回收利用》;
- 2) 《水泥窑协同处置固体废物环境保护技术规范》(HJ662-2013), 2013-12-27 正式发布, 2014-03-01 正式实施;
- 3) 《水泥窑协同处置固体废物技术规范》(GB 30760-2014), 2014-06-09 正式发, 2015-04-01 正式实施。

岛津应用云

