

# EDX- 水泥窑协同处置固废样品分析作业指导书 (SOP)

## ■ 参考标准

GB 30485-2013 水泥窑协同处置固体废物污染控制标准  
 HJ 662-2013 水泥窑协同处置固体废物环境保护技术规范  
 GB 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范  
 GB 4915 水泥工业大气污染物排放标准

## ■ 方法概述

### 2.1 方法编制说明

本方法参考《GB 30485-2013 水泥窑协同处置固体废物污染控制标准》、《HJ 662-2013 水泥窑协同处置固体废物环境保护技术规范》、《GB 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范》、《GB 4915 水泥工业大气污染物排放标准》制定。

### 2.2 方法使用范围

本方法主要适用于水泥窑协同处置固体废弃物应用的样品分析，按样品来源及组成为三个 Part，Part A—土基类固废，Part B—液体燃油类固废，Part C—有机化工精馏残渣类固废；其它固废行业客户样品成分元素的分析也可参考该方法。

### 2.3 方法技术方案类别表

表 1 水泥窑协同处置固废应对方案类别表

类别	对应固废类别	样品主要性状	分析方法
Part-A	一般固废，污泥、污染土壤、矿渣、尾矿、建筑垃圾等土基类固废	固体粉末	工作曲线法
Part-B	废油类及其他液体类	液体	无标分析方法 + 平衡成分设定
Part-C	有机化工精馏残渣类	高浓度化合物固体 / 液体	无标分析方法 + 自动平衡

## ■ 方法原理

样品中所含元素经过光源 X 射线激励后，发出特征的荧光 X 射线，经过仪器检测系统对接收到信号的处理，在分析软件中形成谱图，横坐标单位为能量，纵坐标单位是强度。元素的种类与能量相关，元素的含量与荧光 X 射线的强度之间存在函数关系，可用标准物质校准计算得到函数关系式，未知样测试所得强度即可依据校准的函数关系式计算出含量。

## ■ 校准样品

Part-A 类使用土壤标准样品，建议至少要 10 块以上的 GSS，GSR 或 GSD 标样，有特殊关注元素要考虑包含该元素并尽量接近的可能浓度范围。标准样品使用前，应使用压片机压制平整光滑，有一定厚度的样片后测试。以岛津上海分析中心现有土壤标样中一部分典型样品为例，其标准值如附录表 1，且附录表 1 中元素可根据客户需求适当增减。

Part B / PartC，这两类样品一般不使用标准样品，采用无标方式测试。

## ■ 仪器设备

推荐使用岛津 EDX-7000, 8000 或 8100 型号设备, 需要配有真空或 He 氛围, 如仅能进行大气下的测试, 则 Na/Mg/Al/Si/P/S/Cl 元素分析效果将有不同程度降低。

## ■ Part-A 分析方法的建立操作步骤 (EDX Pro 软件中操作完成)

### 6.1 分析组的建立

拷贝分析中心提供的条件文件“固废中无机元素分析 .grpqn”至 C:\pcdex\user\grpqn。

### 6.2 校准样品设置

在分析条件里“分析信息”页面的“用于标准样品”模块设置校准样品的名称以及含量信息, 如图 2.; 按照选用的标准样品信息, 依次录入并确认“标准样品名称”和“标准值”两项填写准确完整; 完成“用于标准样品”中的设置后, 点击“OK” — “应用” — “文件” — “保存”, 保存对条件所作的设置。在本方法后续每一步对条件的设置完成后均需要进行该保存步骤, 后续不再赘述。

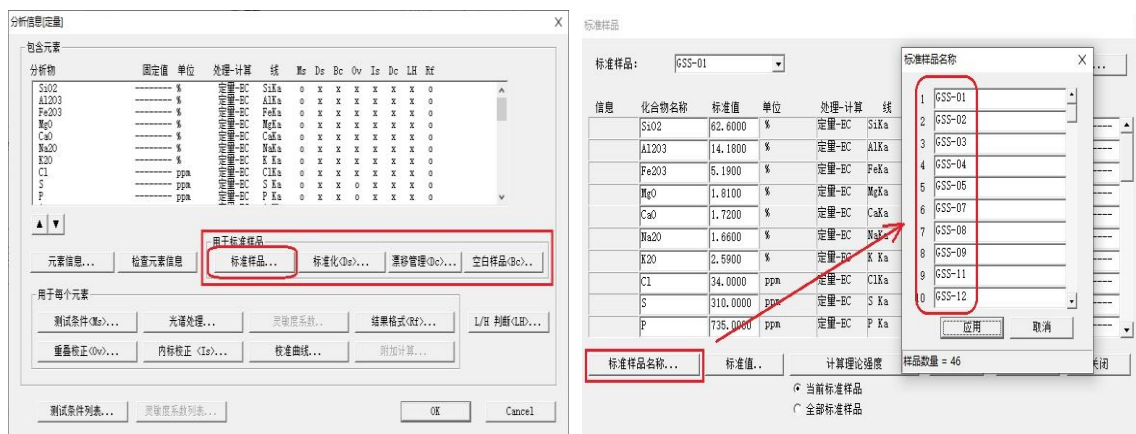


图 1 标准样品名称信息设置步骤



图 2 全部标准样品含量录入步骤

### 6.3 标准样品强度登记

在分析窗口的“样品序列表” — “样品登记”中，选择分析组为新建的“固废中无机元素分析”，设置“测试目的”为“标准”，在该窗口下方即显示待测试的校准样品名称（如有配置转盘，并使用转盘测试标准样品，则应设置好“位置”顺序）。点击“应用”确认该测试序列，在“样品序列表”窗口中即显示待测样品的队列，放置对应校准样品，点击“开始”依次测试。如仪器中未带有自动样品转盘，在“选项”中需要设置为“暂停”，如图 3。

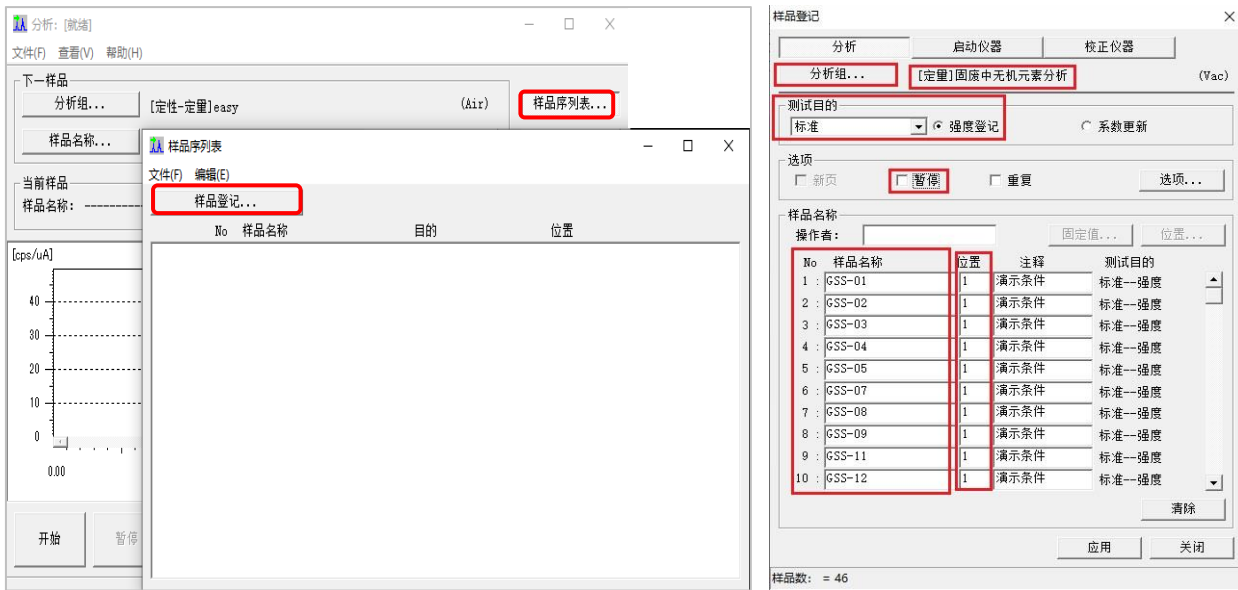


图 3 校准样品强度登记操作步骤

### 6.4 元素灵敏度系数曲线计算

完成校准样品强度登记后,各样品的测试强度已自动录入到对应的分析组条件中。在主程序的“条件”-“定量”中打开对应分析组。进入“分析信息”,依次选择每一个元素的“校准曲线”,观察各校准点的线性情况,进行校正曲线的“计算”,并保存。对明显偏离的点,需要分析其偏离的原因,确认含量值问题导致的偏离,可舍去该点。

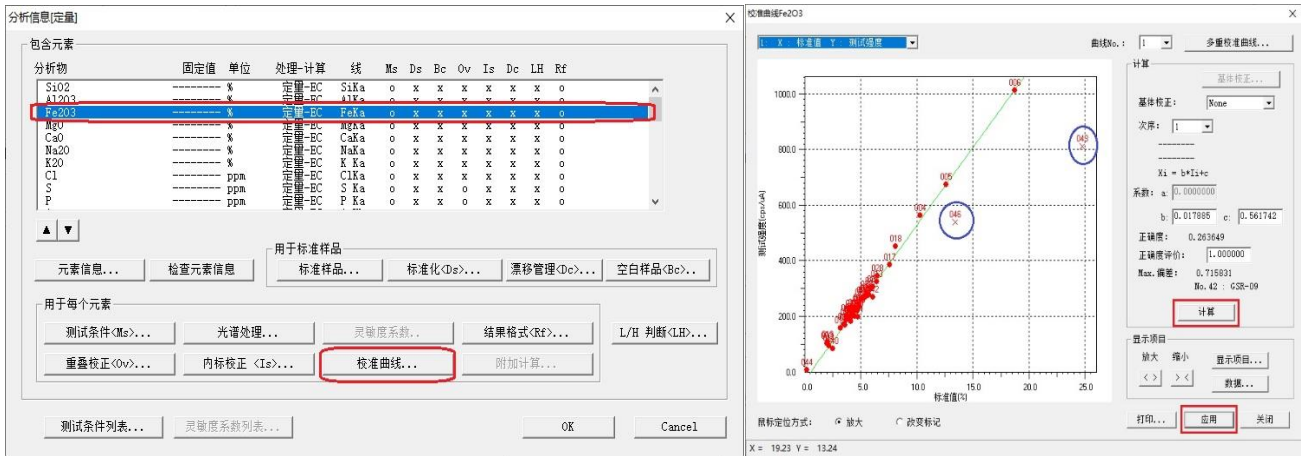
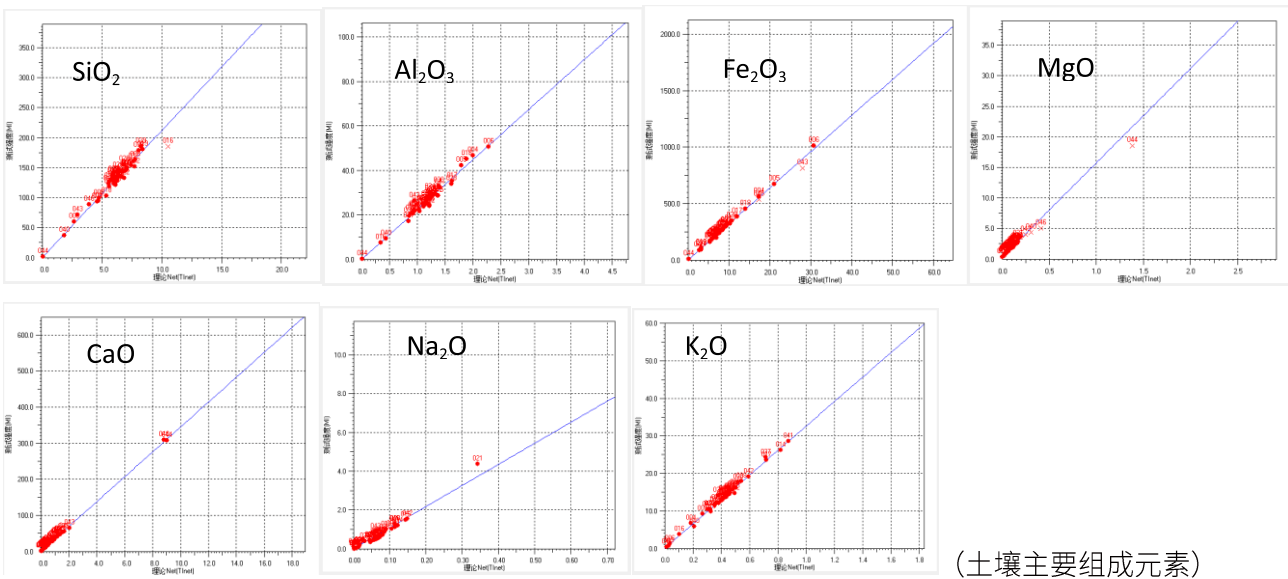


图 4 元素校准曲线计算操作步骤

使用标准样品建立的部分元素灵敏度系数校准曲线示例如图 5 所示。



(土壤主要组成元素)

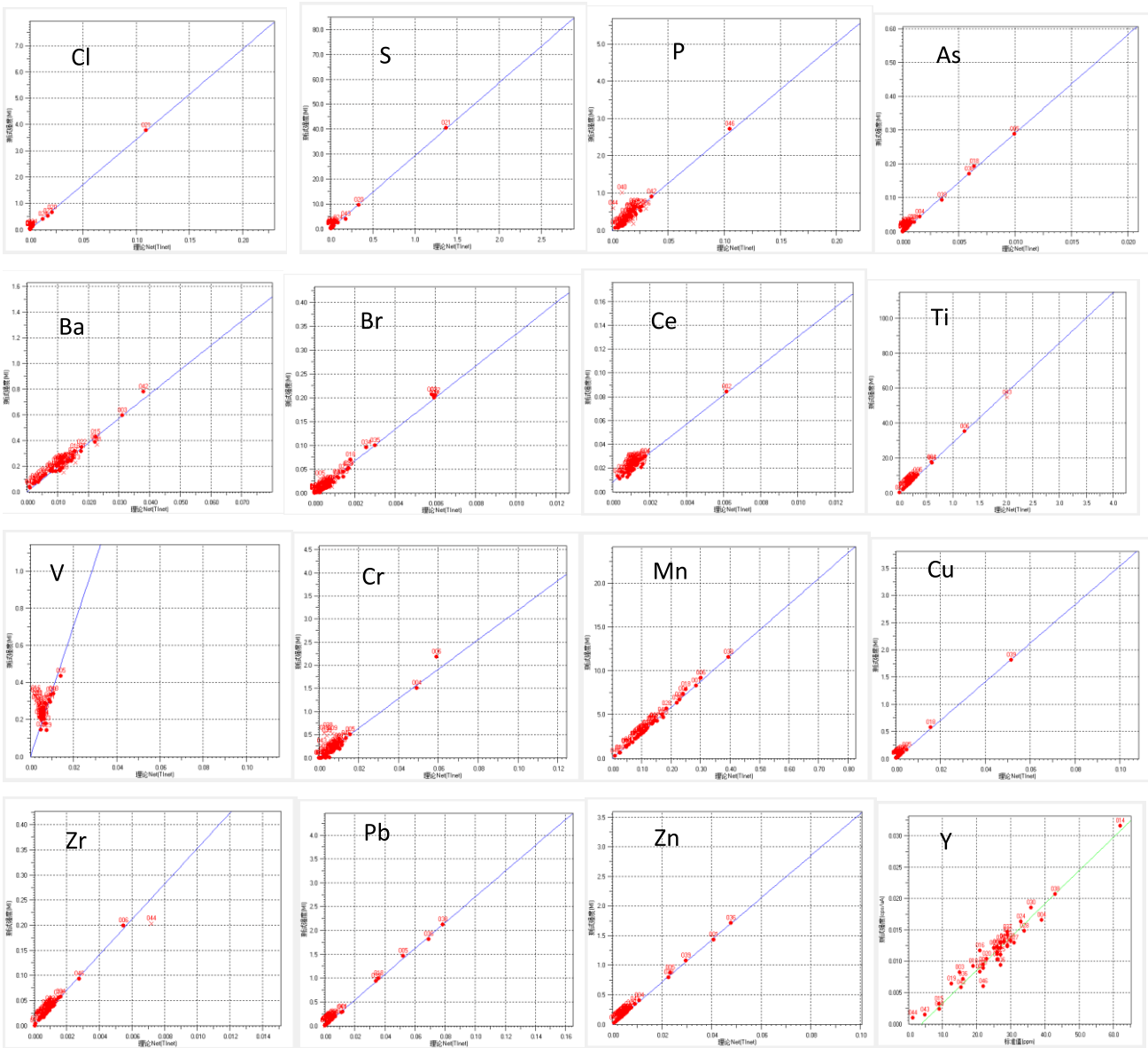


图 5

### 6.5 试样分析

测试样品时，样品的理想状态为烘干研磨后的粉末压片，其次为烘干后的状态，在以上两种都不能保证的情况下，客户可能直接以含水或糊状样品来测试。针对各种样品情况，均希望需要客户提供样品中的烧减量，并在测试开始界面中输入。样品在各状态下需要输入的数据、设置和软件中的输入方式请参考图 6 和表 2。



图 6 测试前样品的烧失量输入方法示意图

表 2 PartA 类固废样品测试时需要输入信息列表

样品测试状态	测试时需输入信息	样品杯设置	氛围
烘干研磨后压片	烘干状态样品的烧失量	无	真空 / 大气
烘干后的样品置样杯中	烘干状态样品的烧失量	迈拉膜 / 聚酯膜	大气 / He
未经处理的样品置样杯中	输入整个样品的烧失量 (包括含水量)	迈拉膜 / 聚酯膜	大气 / He

## ■ Part-B 样品分析方法 (EDX Pro 软件中操作完成)

打开定性 - 定量条件中的“Detail”标准分析条件，在右侧“包含元素”的“元素周期表”中选择“C”元素（有机溶剂基质）或“H”元素（水溶液基质）作为平衡成分设定，再点击“分析信息”进入进一步设置，如图 7 所示。

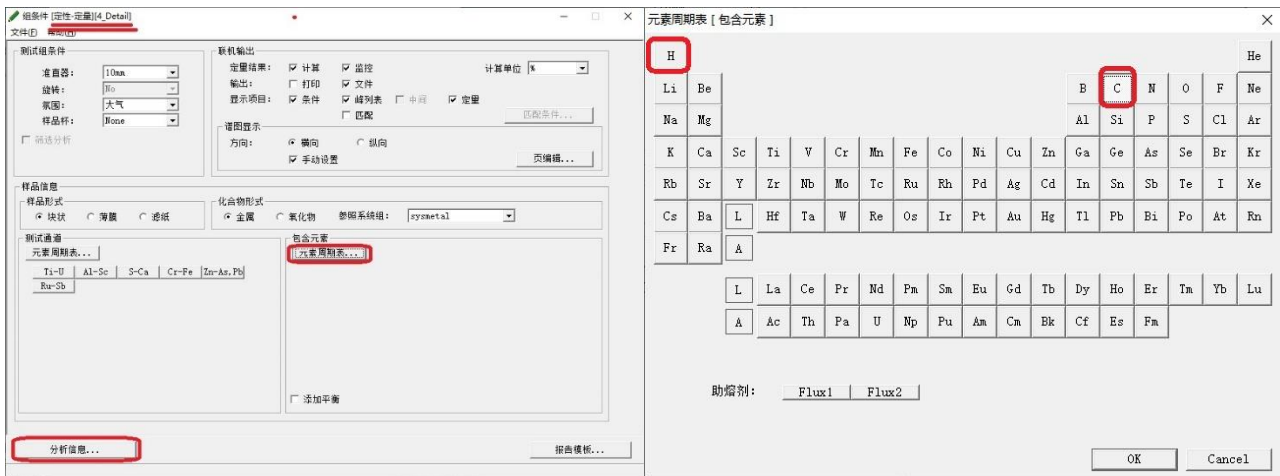


图 7 Part B 类样品分析条件通过标准条件 Detail 修订方法示意图

平衡信息设定: 在分析信息设定窗口内, 点击包含元素区域中的“C”或“H”元素, 修改元素信息“C”为“CH<sub>2</sub>”, 或修改元素信息“H”为“H<sub>2</sub>O”, 依次点击“应用” — “关闭” — “OK”, 保存并退出, 参考图 8 进行:

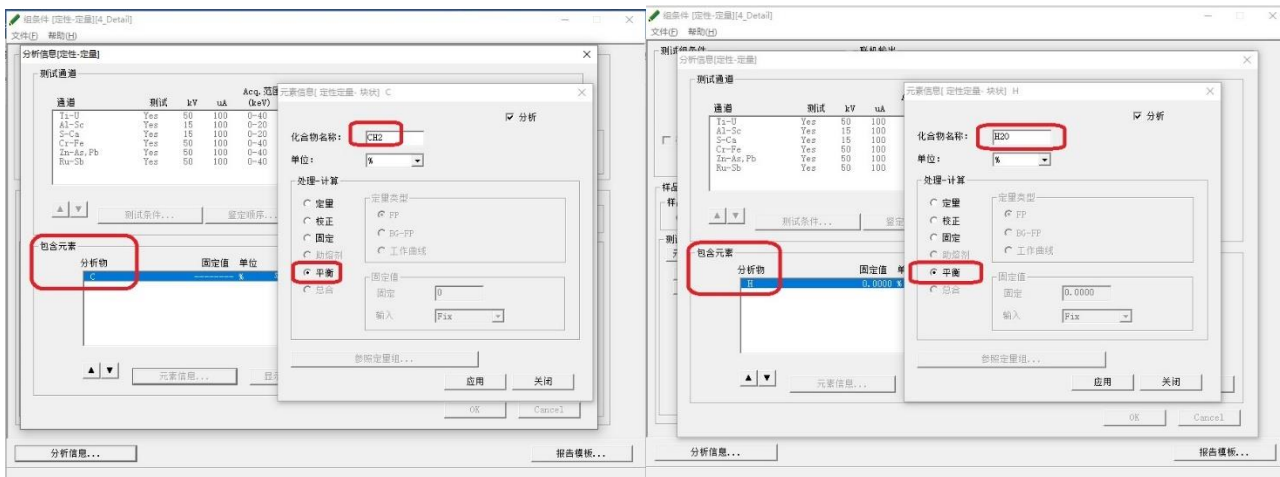


图 8 平衡组分设定示意图示意图

由于 Part B—液体燃油类固废对应的样品, 都需要用样杯盛放, 所以还需要在条件中根据客户配置的杯膜类别设定, 方法参照图 9:

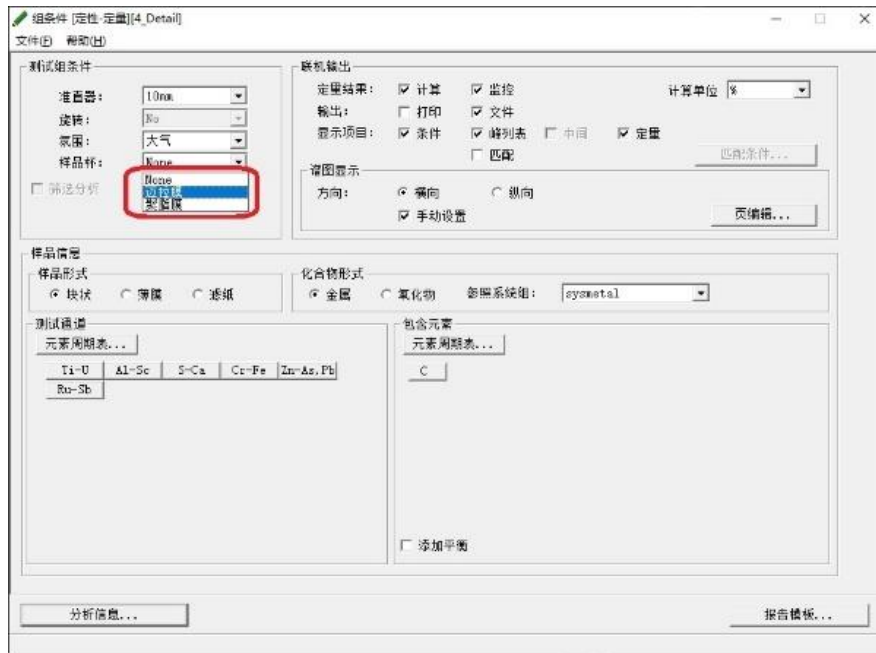
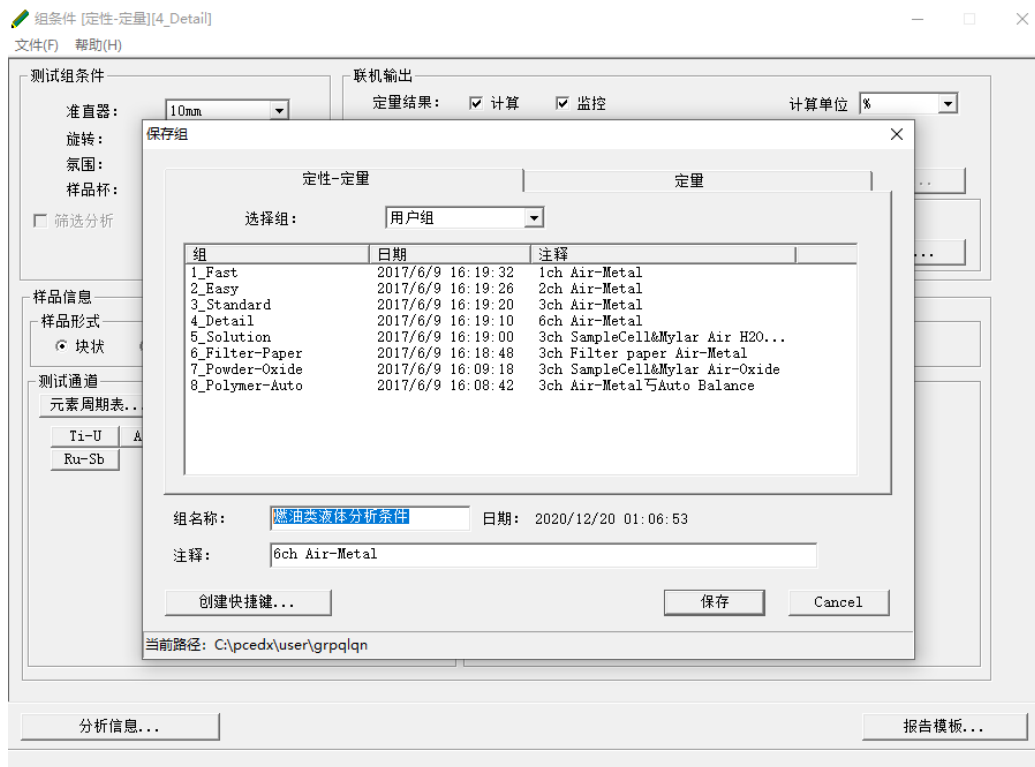


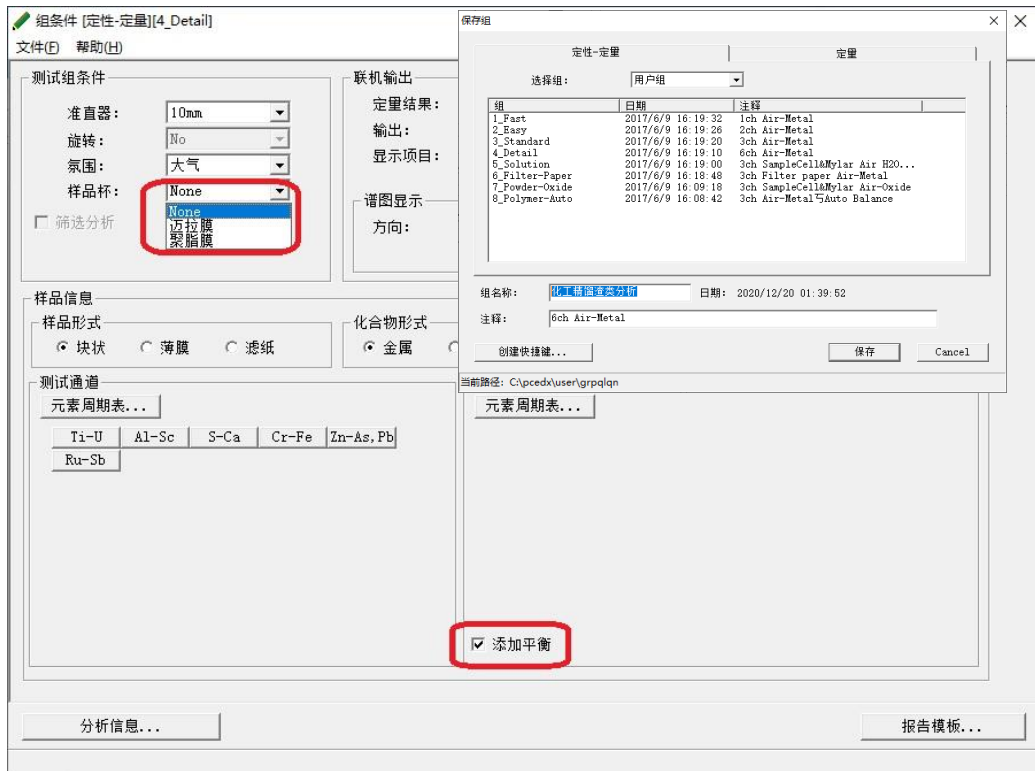
图9 样品杯设置示意图

完成上述设定后，就可以将条件保存使用了，点击选择“文件”－“另存为”－“燃油类液体分析条件”使用。



## ■ Part-C 样品分析方法（EDX Pro 软件中操作完成）

打开定性 - 定量条件中的“Detail”标准分析条件，勾选“添加平衡”，如果样品需要用样杯盛放，还需要在条件中根据客户配置的杯膜类别设定，然后将条件另存为“化工精馏渣类分析”使用化工精馏渣类分析。



附录表一

土壤无机物分析			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
			(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)
Standard		Standard	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Pb
GSS04	石灰岩土壤	GBW07404	51	23.5	10.3	0.49	0.26	0.11	1.03	370	64	40	210	58	58
GSS05	黄红壤	GBW07405	52.6	21.6	12.6	0.61	0.1	0.12	1.5	118	40	144	494	412	552
GSS06	黄色红壤	GBW07406	56.9	21.2	8.09	0.34	0.22	0.19	1.7	75	53	390	97	220	314
GSS07	砖红壤	GBW07407	32.7	29.3	18.8	0.26	0.16	0.08	0.2	410	276	97	142	4.8	14
GSD7A	水系沉积物	GBW07307	68.3	11	4.18	2.5	2.96	2.27	1.83	43	22	22.5	780	11.3	555
GSS08	黄土	GBW07408	58.6	11.9	4.48	2.38	8.27	1.72	2.42	68	31.5	24.3	68	12.7	21
GSD8A	水系沉积物	GBW07308	73.6	13.3	3.7	0.47	0.17	0.38	4.31	11.6	3	5.8	80	7.3	37
GSD11	水系沉积物	GBW07311	76.3	10.4	4.39	0.62	0.47	0.46	3.28	40	14.3	79	373	188	636
GSD12	水系沉积物	GBW07312	77.3	9.3	4.88	0.47	1.16	0.44	2.91	35	12.8	1230	498	115	285
GSS17	土壤	GBW07446	78.3	9.65	2.07	0.78	1.83	2.31	2.56	25	9.6	12.6	29	6.2	17.4
GSS18	土壤	GBW07447	60.4	10.6	3.63	2.58	6.8	3.05	2.11	55	25	19.5	63	10.7	20
GSS20	土壤	GBW07449	47.3	10.4	4.12	2.98	6.48	8.99	1.99	43	20	28	61	8.7	13.4
GSS22	土壤	GBW07451	68.2	13.8	4.06	1.47	1.09	2.84	2.97	57	26	18.3	59	7.8	26
GSS23	土壤	GBW07452	59.8	13.9	5.54	2.61	4.21	1.91	2.64	82	38	32	97	11.8	28
GSS24	土壤	GBW07453	69.1	13.6	4.97	1.16	0.34	0.83	2.48	62	24	28	81	15.8	40
GSS26	土壤	GBW07455	66.2	11.7	4	1.87	4.59	1.9	2.18	61	26	19.1	62	8.9	21
GSS28	土壤	GBW07457	61	18.1	6.5	1.18	0.4	0.29	2.83	94	43	38	134	28.5	61
GSS-29	水系沉积物	GBW07385	63.2	13.2	5.44	2.17	3.13	1.32	2.31	80	38	35	96	9.3	32
GSS-30	水系沉积物	GBW07386	69.1	15	3.81	0.72	0.34	0.41	3.03	51	20	26	92	10	43
GSS-31	水系沉积物	GBW07387	62.8	14.9	5.92	2.16	2.1	1.44	2.65	82	41	37	104	13	28
GSS-32	水系沉积物	GBW07388	67.3	14.5	5.52	1.34	1.09	1.26	2.07	79	37	26	64	12.7	26
GSS-33	水系沉积物	GBW07389	59.7	12.6	4.73	2.24	6.91	1.62	2.4	68	32	25	69	13.7	22
GSS-34	水系沉积物	GBW07390	56.5	14.5	5.76	2.66	5.65	1.55	2.68	76	38	32	86	13.7	26
GSS-35	水系沉积物	GBW7391	59.5	13	4.09	1.47	5.74	1.84	2.41	56	27	21	59▲	9.2	22

土壤无机物分析			14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
			(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)
Standard		Standard	Hg	Ti	V	Mn	Br	Cd	Zr	Co	Ga	Mo	Sn	Sr
GSS04	石灰岩土壤	GBW07404	14	####	247	1420	4		500	22	31	2.6	5.7	77
GSS05	黄红壤	GBW07405	8.1	6290	166	1360	1.5		272	12	32	4.6	18	42
GSS06	黄色红壤	GBW07406	7.5	4390	130	1450	8		220	7.6	30	18	72	39
GSS07	砖红壤	GBW07407	7.7	####	245	1780	5.1		318	97	39	2.9	3.6	26
GSD7A	水系沉积物	GBW07307		4100	77	886	1.3	5.6	184	15.2	14.4	0.82	2.5	236
GSS08	黄土	GBW07408		3800	81	650	2.5		229	12.7	14.8	1.16	2.8	236
GSD8A	水系沉积物	GBW07308		2900	31	645	1.1	0.16	228	6.8	18.5	1.3	3.8	52
GSD11	水系沉积物	GBW07311		2100	47	2490	2.3		153	8.5	18.5	5.9	370	29
GSD12	水系沉积物	GBW07312		1510	47	1400	1.7		234	8.8	14.1	8.4	54	24
GSS17	土壤	GBW07446		1910	40	309	0.8	0.06	134	5	10.8	0.51	1.3	209
GSS18	土壤	GBW07447		3200	66	529	7.2	0.15	204	10.2	13.2	0.61	2.4	242
GSS20	土壤	GBW07449		3300	82	667	6.5	0.11	153	11.3	12.9	3.2	1.8	435
GSS22	土壤	GBW07451		3800	69	755	24	0.07	255	11.6	17.4	0.63	2.6	202
GSS23	土壤	GBW07452		5000	104	882	26	0.15	210	16	18.5	0.65	3.4	154
GSS24	土壤	GBW07453		4500	87	717	24	0.11	342	12.4	18.3	1.1	6.2	55
GSS26	土壤	GBW07455		4100	72	561	3	0.14	277	11.2	14.8	0.47	2.8	184
GSS28	土壤	GBW07457		5100	124	1120	1.8	0.52	225	18.2	25	1.18	8.7	51
GSS-29	水系沉积物	GBW07385		5330	105	760	7.1	0.28	235	16	18	0.68	7.2	132
GSS-30	水系沉积物	GBW07386		4040	67	351	1.43	0.26	288	9.6	21	0.94	8.7	53
GSS-31	水系沉积物	GBW07387		4880	125	907	2.9	0.34	238	16.9	19.8	1.13	3.6	136
GSS-32	水系沉积物	GBW07388		4630	97	841	2.6	0.07	270	16.9	18.9	0.39	3.6	115
GSS-33	水系沉积物	GBW07389		3740	83	664	2.3	0.14	220	13	16.3	0.72	2.9	201
GSS-34	水系沉积物	GBW07390		3940	96	773	11.6	0.16	180	15.6	19.2	0.98	3.2	202
GSS-35	水系沉积物	GBW7391		4180	76	706	12.5	0.11	383	12.2	16.6	0.52	2.9	258

岛津应用云



岛津企业管理(中国)有限公司 – 分析中心  
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center