

X 荧光在水泥窑协同处置砷渣中的应用

岛津企业管理（中国）有限公司

赵伟

【摘要】X 荧光光谱仪是一种快速成分分析仪器，在冶炼、窑业、汽车、化工等现代企业的生产管理中被广泛应用。X 荧光具有分析速度快、操作简单等优点，现代化的水泥生产企业，从原材料检测到过程控制及最终产品检测都会用到 X 荧光。水泥窑协同处置砷渣的生产工艺需要控制水泥主量元素及有害杂质元素，需要对砷渣、生料、熟料、水泥等物料进行主量元素及有害杂质元素进行定量分析，生产中我们搜集生产过程中合适的样品，进行定值，获得系列内控样，用这些控样建立压片法工作曲线用于生产控制，获得了满意的结果。

【关键词】X 荧光 砷渣 水泥窑协同处置

【概述】砷是一种对人体及其他生物具有很强毒害的物质，能形成一系列高毒化合物，可通过呼吸道、皮肤、和消化道被人体吸收，会引起神经衰弱综合征、多发性神经病和皮肤黏膜痉挛等。砷的无机化合物可引起肺癌和皮肤癌。自然界中砷多数与有色金属矿伴生，有色金属矿选矿之后的矿渣以及有色冶炼产生的废弃物常含有大量的砷，由于缺乏合适的处理方法，大量的含砷废弃物随意堆存或丢弃，这些含砷废渣构成了有色金属企业最主要的环境污染源，对企业的周边环境及人类健康造成了十分恶劣的影响。目前国内外对有毒废渣的处理普遍采用固化稳定处理技术，水泥窑协同处置砷渣也是一种固化处理技术，这种处理方式不仅处理了有毒物质的同时还利用了其中水泥生产的有效成分，开辟了砷渣处理的一条有效途径。

砷渣用于水泥生产需要在不影响水泥生产质量的前提下按一定比例合理配入，需要对物料成分进行准确检测，根据所有物料的元素浓度计算配入量。另外，为了验证有害元素的固化效果，需要对各物料有害元素进行检测，通过物料平衡来计算固化效果。本文研究了砷渣协同处置过程中各物料化学成分的检测方法，X 荧光可以快速准确定量各物料化学成分，为生产工艺提供准确的数据依据。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

X 荧光光谱仪：岛津公司 MXF-2400

高温熔样炉：洛阳特耐 TNRV-01A

压片机：众合 MP-50

试剂：混合熔剂（四硼酸锂+偏硼酸锂=67+33）、碘化胺（配制 30%水溶液）、砷标液等。

1.2 测定条件（略）

1.3 熔样方法

称取混合熔剂 6.000 克、试样 0.6000 克于 50ml 瓷坩埚中，用玻璃棒搅拌混合均匀，转移到熔样专用铂黄坩埚中，加入 30%碘化胺水溶液 5-8 滴，放入预先升温到 1050℃的高温熔样炉中，执行自动熔样程序，熔融 15 分钟，取出坩埚，平放于耐热板上，自然冷却至室温，倒出样片备测。

1.4 压片方法

将塑料环置于压片机下压头中间部位，小心加入试样至试样与塑料环上缘平齐，将压头放置于压样机上，开启压片机，压样动作自动完成，取下样片备测。

2 结果与讨论

2.1 内控样定值

根据砷渣等物料的成分选取 GSS 系列土壤标准样品为参考标样，考虑到其中含砷仅有 0.0x%，无法满足测定需求，根据需要再添加砷标液至砷含量 2%以上，按 1.3 制备一系列标准样片，用标准样片建熔片工作曲线，取砷渣、生料、熟料工艺流程样若干，用同样的制样方法制备流程样玻璃片，使用标准工作曲线法进行测量定值，获得内部控制样。(控制样浓度值如表 1、2、3 所示)。

表 1 砷渣控样定值浓度(%)

Sample	As ₂ O ₃	PbO	ZnO	TiO ₂	NiO	MnO	Cr ₂ O ₃
砷渣-1	0.25	0.004	0.024	0.526	0.0042	0.251	0.027
砷渣-2	0.11	0.005	0.022	0.796	0.0040	0.020	0.013
砷渣-3	1.70	0.042	0.100	0.589	0.0037	0.043	0.012
砷渣-4	0.48	0.048	0.062	0.791	0.0048	0.044	0.013
砷渣-5	0.61	0.047	0.114	0.893	0.0045	0.034	0.015
砷渣-6	0.029	0.005	0.067	0.777	0.0052	0.109	0.017
砷渣-7	1.87	0.238	2.650	0.305	0.0039	0.071	0.010
砷渣-8	0.86	0.029	0.156	0.752	0.0050	0.073	0.013
砷渣-9	0.95	0.040	0.234	0.683	0.0041	0.064	0.014
砷渣-10	1.22	--	--	2.155	0.0051	0.048	0.016
砷渣-11	2.45	0.277	0.0403	0.23	0.0032	0.026	0.012
砷渣-12	0.07	0.011	0.226	1.08	0.0049	0.173	0.014

表 2 生料定值浓度(%)

Sample	As ₂ O ₃	PbO	ZnO	TiO ₂	MnO	NiO	Cr ₂ O ₃
生料-1	0.0377	0.0051	0.0262	0.1952	0.0647	0.0026	0.0113

生料-2	0.0954	0.005	0.0339	0.1626	0.0772	0.0022	0.0092
生料-3	0.0782	0.0033	0.0334	0.1968	0.0776	0.0028	0.0091
生料-4	0.0592	0.0049	0.0357	0.2238	0.0913	0.0028	0.0101
生料-5	0.1266	0.0159	0.0408	0.2177	0.0781	0.0024	0.0115
生料-6	0.0878	0.0069	0.0394	0.2452	0.0977	0.0026	0.0112
生料-7	0.0536	0.0069	0.033	0.2474	0.0813	0.0022	0.0098
生料-8	0.0834	0.003	0.0353	0.1802	0.0532	0.0027	0.0091
生料-9	0.0956	0.0038	0.0393	0.157	0.0546	0.0030	0.0077
生料-10	0.0442	0.0063	0.0308	0.2012	0.0714	0.0030	0.0110
生料-11	0.0507	0.0062	0.0347	0.2144	0.09	0.0027	0.0106
生料-12	0.0557	0.0052	0.0352	0.2174	0.0896	0.0028	0.0105

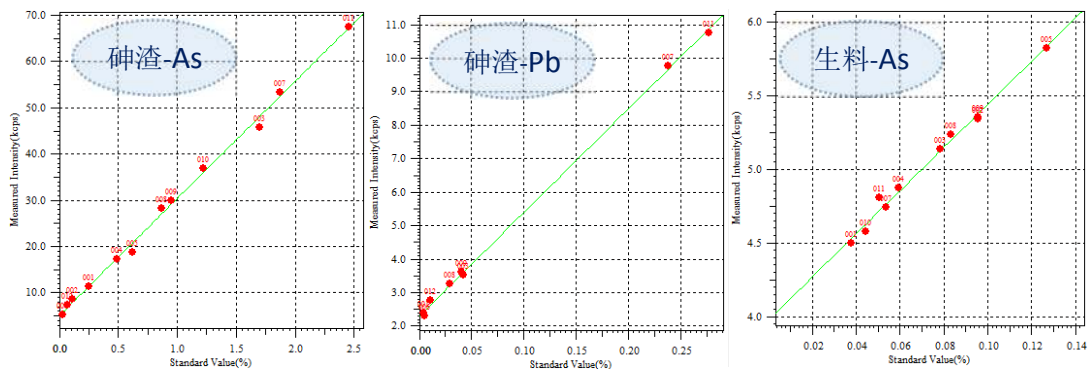
表 3 熟料定值浓度(%)

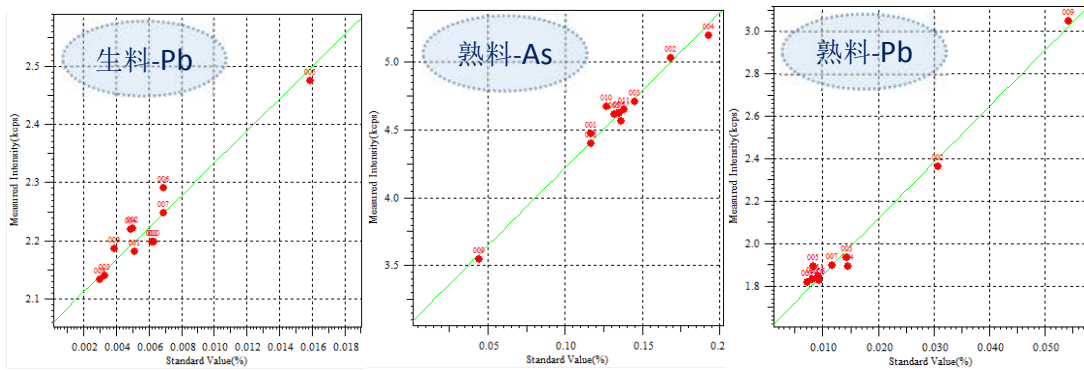
Sample	As ₂ O ₃	PbO	ZnO	TiO ₂	MnO	NiO	Cr ₂ O ₃
熟料-1	0.1169	0.0061	0.0553	0.5908	0.1036	0.0044	0.0142
熟料-2	0.1684	0.0308	0.1028	0.5419	0.117	0.0044	0.0152
熟料-3	0.1451	0.0144	0.0579	0.5375	0.12	0.0041	0.0132
熟料-4	0.1931	0.0146	0.0662	0.4797	0.1258	0.0043	0.015
熟料-5	0.1322	0.0083	0.056	0.5583	0.086	0.0049	0.0132
熟料-6	0.1353	0.0094	0.0524	0.4356	0.0788	0.0042	0.0136
熟料-7	0.1365	0.0117	0.0672	0.5329	0.1064	0.0039	0.0159
熟料-8	0.1168	0.0072	0.0588	0.5701	0.1184	0.0048	0.0167
熟料-9	0.0441	0.0543	0.1828	0.4614	0.1145	0.0046	0.0116
熟料-10	0.1271	0.0082	0.0637	0.5318	0.104	0.0047	0.0151
熟料-11	0.138	0.0092	0.0558	0.4511	0.0765	0.0044	0.0128

2.2 压片法工作曲线

采用 2.1 备好的控样，按 1.4 提供的方法制备粉末压片，建立相应的压片法工作曲线，

重点关注元素 As、Pb 的工作曲线如下：





2.3 数据比对

选取生产样品做数据比对，结果在分析误差允许范围之内。

Sample		As ₂ O ₃	PbO	ZnO	CuO	TiO ₂	NiO	MnO	Cr ₂ O ₃
砷渣	化学	0.936	0.0395	0.238	0.173	0.69	0.0049	0.061	0.0136
	荧光	0.951	0.0405	0.234	0.166	0.684	0.0041	0.065	0.0142
生料	化学	0.092	0.0042	0.035	0.012	0.151	0.0026	0.049	0.0086
	荧光	0.096	0.0039	0.039	0.018	0.157	0.0031	0.055	0.0077
熟料	化学	0.109	0.0055	0.061	0.02	0.598	0.005	0.111	0.0155
	荧光	0.117	0.0061	0.055	0.025	0.591	0.0044	0.104	0.0142

Sample		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O
砷渣	化学	45.25	15.23	17.82	1.70	1.03	3.035	2.776	0.236
	荧光	45.38	15.15	17.79	1.72	1.05	3.023	2.769	0.229
生料	化学	11.76	2.66	2.52	46.88	0.90	0.296	0.245	0.045
	荧光	11.88	2.71	2.57	46.84	0.92	0.316	0.233	0.039
熟料	化学	22.45	5.46	4.69	65.80	1.50	0.805	0.275	0.046
	荧光	22.33	5.52	4.72	65.82	1.46	0.798	0.289	0.056

2.4 X 荧光分析结果为元素总量，当需要对溶出量或价态等进行分析时，需要考虑荧光光谱以外的其他分析方法。

3 结论

X 荧光光谱仪做为水泥厂过程控制分析仪器，能够快速检测多个元素成分，分析结果稳定，在工艺控制过程中能够快速反映物料元素含量变化，从而合理指导配料，是现代化水泥生产企业工艺控制必备的分析仪器。