

Zwavel en halogenen

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/III/C van april 2025.

Zuurstofverbranding kan toegepast worden om oliemonsters te destrueren en de te bepalen elementen in oplossing te brengen.

Voor de bepaling van halogenen en zwavel zijn de volgende Europese normmethoden van toepassing:

- NBN EN 14582:2016 Characterization of waste - Halogen and sulfur content - Oxygen combustion in closed systems and determination methods
- NBN EN 17813:2023 Environmental solid matrices – Determination of halogens and sulfur by oxidative pyrohydrolytic combustion followed by ion chromatography
- ASTM D7359-23 Standard Test Method for Total Fluorine, Chlorine and Sulfur in Aromatic Hydrocarbons and Their Mixtures by Oxidative Pyrohydrolytic Combustion followed by Ion Chromatography Detection (Combustion Ion Chromatography-CIC)

2 PRINCIPE

NBN EN 14582 beschrijft een verbrandingsmethode voor de bepaling van halogeen- en zwavelgehaltes in materialen door verbranding in een gesloten systeem met zuurstof (calorimetrische bom), en de daaropvolgende analyse van het verbrandingsproduct met behulp van verschillende analytische technieken.

NBN EN 17813 beschrijft de oxidatieve pyrohydrolytische verbranding gevolgd door ionen chromatografie. Het gehomogeniseerde monster wordt verbrand onder oxidatieve omstandigheden. Voor de bepaling van fluor wordt de verbranding uitgevoerd onder pyrohydrolytische omstandigheden. De verbrandingsgassen worden geabsorbeerd in een waterige oplossing. Voor de bepaling van zwavel bevat de absorptieoplossing een oxiderend middel om volledige omzetting naar sulfaat te waarborgen. Veranderingen in het volume van de absorptieoplossing worden meegenomen in de concentratieberekeningen. De anionen (bromide, chloride, fluoride en sulfaat) worden gescheiden door ionchromatografie en gedetecteerd met een geleidbaarheidsdetector.

ASTM D7359-23 Standaard Testmethode beschrijft de procedure voor het bepalen van het totale gehalte aan fluor, chloor en zwavel in aromatische koolwaterstoffen en hun mengsels. Deze methode maakt gebruik van oxidatieve pyrohydrolytische verbranding, gevolgd door detectie via ionchromatografie (Combustion Ion Chromatography – CIC) om deze elementen te meten.

3 OPMERKINGEN

Oliemonsters kunnen een hoge viscositeit bezitten en zijn in sommige gevallen moeilijk mengbaar. Het nemen van een deelmonster dient uitgevoerd te worden na grondig mengen van het laboratoriummonster. Viskeuze monsters kunnen opgewarmd worden bij 40 °C in een ultrasoonbad. Na homogenisatie dient onmiddellijk een deelmonster voor analyse genomen te worden.

4 ANALYSEPROCEDURE

De monsters worden gedestruëerd en geanalyseerd zoals beschreven in de compendiummethode CMA/2/II/B.2.

5 REFERENTIE

- NBN EN 14582: 2016 Characterization of waste – Halogen and sulfur content – Oxygen combustion in closed systems and determination methods.
- NBN EN 17813:2023 Environmental solid matrices – Determination of halogens and sulfur by oxidative pyrohydrolytic combustion followed by ion chromatography
- ASTM D7359-23 Standard Test Method for Total Fluorine, Chlorine and Sulfur in Aromatic Hydrocarbons and Their Mixtures by Oxidative Pyrohydrolytic Combustion followed by Ion Chromatography Detection (Combustion Ion Chromatography-CIC)
- C. Vanhoof, Groep AN, V. Corthouts en K. Tirez, *Bepaling van halogenen en zwavel in vaste stoffen*, VITO rapport 2004/MIM/R/07, januari 2004, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/rapport_halogenen_2004.pdf
- CMA/2/II/B.2 Bepaling van zwavel en halogenen door zuurstofverbranding in gesloten bom.