

ORGANISCH ZWAVELGEHALTE

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

De methode laat toe de in olie aanwezige organische zwavel te bepalen waarvan het gehalte hoger is dan 0,02 m %.

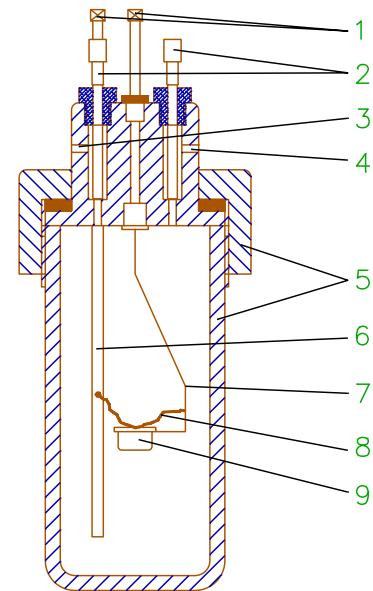
Afvalolie komt in aanmerking als vervangingsbrandstof wanneer het gehalte aan organische zwavel maximaal 0,3 % bedraagt.

2 PRINCIPE

Het oliemonster wordt geoxideerd door verbranding in een bom die zuurstof onder druk bevat. De organische zwavel wordt hierbij omgezet in sulfaationen die met ionenchromatografie worden bepaald.

3 APPARATUUR EN MATERIAAL

- Calorimetrische bom (inhoud : 300 ml)
- Monsterkroesje (kwarts)
- Ontstekingsdraad (ijzerdraad) (diameter : 0,12 mm)
- Capsulen (om ca. 1 g olie te bevatten)
- Ontstekingsinrichting : om elektrische stroom door de ontstekingsdraad te sturen waarbij de olie tot verbranding wordt gebracht.
- Papierfilter (diameter : 15 cm; blauwband)
- Maatkolf : 100 ml
- Pipet : 10 ml
- Filtreertrechter
- Analytische balans (tot op 0,1 mg)



Calorimetrische bom

1. Poolklemmen
2. Kegelklep
3. Inblaasopening
4. Uitblaasopening
5. Deksel en cylinder van staal
6. Zuurstoftoevoer
7. Kroeshouder
8. Ontstekingsdraad
9. Monsterkroes

4 ANALYSEPROCEDE

Ongeveer 0,5 tot 1 g olie (tot op 0,1 mg nauwkeurig afwegen) wordt in de capsule gebracht. Een ontstekingsdraad met een lengte van ca. 15 cm wordt aan de capsule bevestigd. Het geheel wordt in het monsterkroesje geplaatst. De uiteinden van de ontstekingsdraad worden rond de electrode punten (uiteinden van het ontstekingsmechanisme) gewikkeld. In de bom wordt 10 ml water gebracht. Na stevig dichtschroeven wordt zuurstofgas in de bom geleid om de aanwezige lucht te verdringen. Daarna wordt de bom afgesloten en zuurstofgas ingeleid tot een druk van 30 atmosfeer is bereikt. De bom wordt vervolgens in een waterbad geplaatst. De elektroden worden verbonden met het elektrische circuit en het monster wordt ontstoken. Ten minste 10 minuten dient gewacht te worden vooraleer de bom uit het water te nemen. De gasdruk traag en gelijkmatig aflaten (uitvoeren in trekkast). De inhoud van de bom filtreren over een papierfilter. Het filtraat opvangen in een maatkolf van 100 ml. De bom, het deksel en het monsterkroesje naspoelen met gebidestilleerd water. De maatkolf aanlengen tot de maatstreep. Een blanco proef uitvoeren door een lege capsule te verbranden in de bom. Voor de metingen van sulfaationen met de ionenchromatograaf wordt verwezen naar : 'De bepaling van anionen' (anorganische analysemethoden /water).

5 BEREKENINGEN

Het zwavelgehalte in de afvalolie, uitgedrukt in massa %, wordt omgerekend volgens :

$$C_s = \frac{[(SO_4^{2-})_m - (SO_4^{2-})_{bl}] V f}{10 M} \quad \text{m \%}$$

met

- C_s = zwavelconcentratie in m %
 f = omrekening van SO_4^{2-} naar S, 0,3338
 V = volume van de maatkolf voor het filtraat, in ml
 M = massa van het monster, in mg

6 REFERENTIE

- Zwavelgehalte, Bommethode, Belgische Norm, NBN 52.046, Belgisch Instituut Voor Normalisatie, Brussel, 1963