

Zwavel en halogenen

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/II/B.2 van mei 2024.

Zwavel en halogenen (fluor, chloor, broom en jood) kunnen in verschillende vormen voorkomen in afvalstoffen. Zuurstofverbranding kan toegepast worden om de afvalstoffen 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

Daarnaast kunnen voor specifieke matrices volgende methoden worden toegepast:

- S bepaling in vaste stoffen: digestie volgens CMA/2/II/A.3 en analytische bepaling met ICP-AES volgens CMA/2/I/B.1
- S bepaling in hout en shredder-polymeer: 10 g, verassen, 450°C, 6 uur, digestie volgens CMA/2/II/A.3 en analytische bepaling met ICP-AES volgens CMA/2/I/B.1

Voor de bepaling van F in moeilijke verbrandbare materialen (bijv. vlieg-as) moet de hydropyrolyse volgens CMA/2/II/B.1 of de oxidatieve pyrohydrolytische verbranding gevolgd door ionen chromatografie conform NBN EN 17183 worden toegepast. Dit is van toepassing voor pakket A.5.1 *Stortplaatsen*.

De bepaling van zwavel en halogenen in olie volgende NBN EN 14582 is beschreven in CMA/III/D.

2 NBN EN 14582: 2016

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.

Deze methode is toepasbaar voor zowel vaste als vloeibare afvalstoffen. Enkel de organisch en anorganisch gebonden zwavel en halogenen die door verbranding omgezet worden naar fluoride, chloride, bromide, iodide en sulfaat, en absorberen of oplossen in de waterige oplossing kunnen bepaald worden. De bepaling van de aanwezige halogenen en zwavel kan uitgevoerd worden met verschillende analysetechnieken zoals:

- CMA/2/I/B.1 Metalen met inductief gekoppeld plasma - atoomspectrometrie (ICP-AES)
- CMA/2/I/C Methoden voor de bepaling van anionen

De detectielimiet is afhankelijk van de toegepaste analysetechniek.

De procedure zoals beschreven in NBN EN 14582:2016 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- §8: Monsterbewaring en voorbehandeling van de testportie:
 - o De conservering en behandeling van monsters wordt beschreven in CMA/1/B.

- Een beschrijving van de monstervoorbehandeling kan men terugvinden in CMA/5/A.1 t.e.m. A.9, en in functie van de matrix is de monstervoorbehandeling beschreven in CMA/5/B.1 t.e.m. CMA/5/B.7.

3 NBN EN 17813: 2023

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.

De procedure zoals beschreven in NBN EN 17813:2023 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- §8: Monsterbewaring en voorbehandeling van de testportie:
 - De conservering en behandeling van monsters wordt beschreven in CMA/1/B.
 - Een beschrijving van de monstervoorbehandeling kan men terugvinden in CMA/5/A.1 t.e.m. A.9, en in functie van de matrix is de monstervoorbehandeling beschreven in CMA/5/B.1 t.e.m. CMA/5/B.7.

4 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.
- 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