

欧洲标准

草案

prEN 14582

2002 年 10 月

ICS

英文版本

废弃物特性描述—卤素和硫含量— 密闭系统内氧气燃烧法和测定方法

本欧洲标准草案提交至 CEN 成员并征求询问。它是由技术委员会 CEN/TC 292 拟订的。

如果此草案成为欧洲标准，CEN 成员必须遵守《CEN 和 CENELEC 内部章程》，其中制订了赋予此欧洲标准国家标准的地位而不可更改的条件。

本欧洲标准由欧洲标准化委员会（CEN）制定，存在三种官方版本（英文，法文，德文），其它在 CEN 成员的负责之下经过翻译成为自己的语言并通知到管理中心的版本具有官方版本相同的地位。

CEN 的成员为以下国家的国家标准机构：奥地利、比利时、捷克、丹麦、芬兰、法国、德国、希腊、冰岛、爱尔兰、意大利、卢森堡、马耳他、荷兰、挪威、葡萄牙、西班牙、瑞典、瑞士和大不列颠王国。

警告：本文件并非欧洲标准。它分发至各成员以备审查和征询意见。此文件变更时将不予以通知，不可作为欧洲标准参考。

欧洲标准化委员会（CEN）

管理中心：布鲁塞尔斯塔沙特路 36 号 B-1050

目录

前言	3
简介	4
1 范围	4
2 引用标准	5
3 术语和定义	5
4 原理	5
5 干扰	6
6 危险	6
7 试剂和控制混合物	6
8 样品储存和预处理	7
9 方法 A(量热弹燃烧法).....	8
10 方法 B(Schöniger 烧瓶燃烧法)	11
11 建议的测定方法	13
12 控制测量	14
13 评估	14
14 性能特征	14
15 测试报告	14
附录 A(参考信息)方法 A 的变异.....	17
附录 B(参考信息)实验室间比对实验结果	18
附录 C(参考信息)控制物质举例.....	19
参考书目	20

前言

本文件（prEN 14582）由技术委员会 CEN/TC 292 “废弃物的特性描述”制订，其秘书处隶属于 NEN。

本文件目前已提交给 CEN 征求他们的意见。

简介

硫和卤素（氟，氯，溴，碘）在废弃物中以各种形态存在，在燃烧这些废弃物的过程中，会释放出腐蚀性和有害的化合物。测定硫和卤素可以用来评估焚烧废弃物的适合性。

密闭系统内氧气燃烧法是用来将废弃物样品消解后测定卤素和硫的优先选用方法。也可以使用其它的预处理方法，例如：高温炉燃烧法，酸消解法，碱熔融法，Wickbold 氢氧焰燃烧法，但是必须证明分析性能至少等同于优选方法。

生成的卤化物和硫化物可以通过不同的技术来的测定，例如：使用原子发射光谱法，滴定法，离子色谱法。

在所有情况下，这些方法不会产生可以比对的结果。

1 范围

本欧洲标准描述两种通过在含有氧气的密闭系统内燃烧的方法测定废弃物中的卤素和硫含量，接着可采用不同的分析技术分析燃烧后的产物。

这些制备程序是：

—方法 A) 氧弹燃烧法（量热弹）；

—方法 B) 氧气烧瓶燃烧法（Schöniger 烧瓶）。

方法 A 适用于含有卤素和/或硫超过 0.025g/kg 的固体、膏体和液体样品。

方法 B 的灵敏度大约要低 10 倍。

对于两种方法，检出限取决于元素及最终使用的测定方法。

原始样品中存在的或在燃烧过程中产生的不可溶的卤化物或硫化物不能通过这些方法完全测定。

本欧洲标准为测定燃烧之后所获得溶液中的卤化物和硫化物的标准化方法提供建议。

2 引用标准

本欧洲标准包含了注明日期或未注明日期的参考文件、其它出版物中的条款。在文中合适的位置引用到这些标准，这些出版物的名称在此列出。对于注明日期的参考资料，其后的修订案或修订版只有当修订案或修订版将它包括在内时才适用于本欧洲标准。对于未注明日期的参考资料，所提到的出版物其最新版本适用之。

ISO 3696: 1995 分析实验室用水-规范和测试方法

prEN 14346 废弃物的特性描述-通过计算干燥的残渣或水含量计算干重

EN ISO 11885 水质-采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 33 种元素 (ISO 11885: 1996)

EN ISO 10304-1 水质-采用离子液相色谱法测定溶解的氟化物、氯化物、亚硝酸盐、正磷酸盐、溴化物、硝酸盐和硫酸根盐-第 1 部分: 轻度污染的水的测定方法 (ISO 10304-1: 1992)

EN ISO 10304-2 水质-采用离子液相色谱法测定溶解的阴离子-第 2 部分: 测定废水中的溴化物、氯化物、硝酸盐、亚硝酸盐、磷酸盐及硫酸盐 (ISO 10304-2: 1995)

EN ISO 10304-3 水质-采用离子液相色谱法测定溶解的阴离子-第 3 部分: 测定铬酸盐、碘化物、亚硫酸盐、硫氰酸盐、硫代硫酸盐 (ISO 10304-3: 1997)

ISO 9280 水质-硫酸盐的测定-采用氯化钡重量分析法

ISO 9297 水质-测定氯离子-采用铬酸盐做指示剂的硝酸银滴定法 (摩尔法)

ISO 10359-1 水质-测定氟离子-第 1 部分: 电化学电极法测定可饮用的和轻度污染的水

3 术语和定义

以下术语和定义适用于本标准:

3.1 硫含量

在废弃物中以有机化合物或无机化合物存在的总硫量，可以在燃烧后通过水溶液吸收或溶解于水溶液当中转化成硫酸根离子。

3.2 卤素含量

在废弃物中以有机化合物或无机化合物的形式存在的总卤素的量，可以在燃烧后通过水溶液吸收或溶解于水溶液当中转化成卤化物（氟化物、氯化物，溴化物、碘化物）。

备注：注意到以上的定义只针对此经验化的欧洲标准是有效的，与硫和卤素含量的科学定义并不相符。

4 原理

4.1 概略

样品在密闭的系统内燃烧被氧化（A方法用到含有高压氧的氧弹；B方法中用到一个厚壁的玻璃烧瓶-Schöniger装置-瓶内装满氧气），当碳被转化成CO₂时，卤素化合物和硫的化合物被吸收溶液吸收和/或溶解于吸收溶液中，分别转化为氟化物，氯化物，溴化物，碘化物及硫酸盐。

可用几种方法测定此水溶液中的卤化物和硫酸盐的浓度。

4. 2 适用性

一般地，方法 A 适用于浓度超过 0.025g/kg，取决于元素及其测定方法。它可用于含水的废弃物或焚烧困难的废弃物。这些会包括使用助燃剂。

方法 B，速度快且容易操作，使用更少量的均匀的有代表性的废弃物样品。一般地，它适用于浓度超过 0.25g/kg，取决于元素及其测定方法。

5 干扰

在目前的标准中所描述的燃烧步骤中不存在干扰，但是干扰可能会发生在接下来的测定硫酸盐和卤化物中（见相应的标准）。

6 危险

双氧水是非常有腐蚀性的，水合肼是腐蚀性且致癌作用，实验员应戴上护目镜和手套，在接触这些试剂时应在通风橱中进行，这两种方法在高温高压下使用一种反应气体（氧气），实验员应采取预防措施。

7 试剂和控制混合物

7. 1 试剂

7. 1. 1 概略

所有的试剂都至少为分析等级且适用它们相关的目的。特别是不含硫和卤素。

7. 1. 2 ISO 3696: 1995 所规定的一级水。

7. 1. 3 双氧水（浓度约为 30%）（ H_2O_2 ）；

7. 1. 4 水合肼溶液（浓度约为 50%）（ $N_2H_4 \cdot H_2O$ ）；

7. 1. 5 吸收溶液，其种类和浓度取决于最终测试方法和估计的卤素和硫含量，例如：

—水（7.1.2）或

—0.3M 的氢氧化钾或氢氧化钠溶液（将 16.8 克 KOH 或 12.0 克 NaOH 弹丸溶解于水（7.1.2）并稀释至 1L）或

—碳酸盐/碳酸氢盐溶液（将 2.52 克碳酸氢钠和 2.54 克碳酸钠溶解于水（7.1.2）并稀释至 1L）。

- 7. 1. 6 氧气，不含可燃材料，气压为 3MPa~4MPa（30~40 个大气压）（例如：医用等级）；
- 7. 1. 7 助燃剂（矿物油、丙三醇、乙二醇、乙醇、苯甲酸、二甲基甲酰胺、异辛烷、丙酮等）；
- 7. 1. 8 三氧化二铝， Al_2O_3 ，中性，粒度 $<200\mu\text{m}$ ，预热到 600°C ；
- 7. 1. 9 白明胶或乙酰丁酸胶囊；
- 7. 1. 10 滤纸做的包装纸，例如尺寸为 $3\text{cm}\times 3\text{cm}$ 带有 $3.5\text{cm}\times 1\text{cm}$ 的尾巴（见图 1）（只适用于方法 B）

7. 2 控制混合物

附录 C 表中列出了一些控制物质的例子，使用方法 A 它们能够为卤素和硫产生充分的回收率（90%~110%）。

为了配制合适的控制混合物，选择几种混合在一起的控制物质使样品中被测定的所有元素都能够被代表。卤素和硫的含量应处在样品元素含量相同的范围内且大致处于测定方法工作范围的中间。如果有必要，可掺入纤维质或三氧化二铝得到合适的元素浓度。控制物质与纤维质或三氧化二铝的混合物需要被混匀，例如：使用一台砾磨机。

举例说明一种测定氟、氯、溴、硫的控制物质的混合物：

将 0.50g 4-氟代苯酸、2.0g 4-氯代苯酸、0.25g 4-溴代苯酸、0.25g 4-碘代苯酸、2.0g 磺胺酸和 55.0g 纤维质混合。

将混合物混匀，例如：用一台砾磨机。

此混合物含有 1.130g/kg 氟、7.547g/kg 氯、1.656g/kg 溴、2.132g/kg 碘及 6.170g/kg 硫。

8 样品储存和预处理

收集废弃物样品于干净的、敞口的容器中（例如：棕色玻璃瓶或聚乙烯瓶）。样品应于 4°C 下储存，且卤素和硫的分析应在取样后 7 天之内进行。如果不可行，为了减少生物降解及挥发性的卤化物及硫化物的损失，样品应当冷冻保存（例如：在 -18°C 下保存）。

提供用于分析的废弃物样品应尽可能均匀且不被干燥。

特殊情况：根据方法的准确度，如果样品含有可以忽略不计的在 105°C 下挥发的除了水以外的化合物，样品在混匀之前可以在此温度下干燥。在此情况下，测试报告中须含有一条“样品在 105°C 下干燥”（见 15e）。

固体材料可以直接粉碎（避免加热）成粒状粉末，如果可以的话，微粒大小应小于 $200\mu\text{m}$ ，如果必要的话，材料在研磨之前可以冷冻（例如：使用液氮或固体二氧化碳）。

备注 1：避免使用卤素聚合物，例如：PVC 手套。

备注 2：非均质的潮湿的样品或膏状样品可以同氧化铝混合（7.1.8）直至获得颗粒状的材料然后磨碎成粒状粉末，最好微粒大小小于 $200\mu\text{m}$ 。在这种情况下，氧化铝与样品的比率在计算卤素和硫的含量时应考虑进去，如果有必要，加入助燃剂。

9 方法 A (量热弹燃烧法)

9.1 仪器

9.1.1 量热弹, 容积不少于 200ml 且装有清洗系统

测试中量热弹不会泄漏且能够对液体定量进行回收, 它的内表面由不锈钢或其它材料制成, 不会受对燃烧过程或燃烧产品的影响。

量热弹组件所用的材料, 如密封垫片或导线绝缘, 应是耐热的且不易发生化学反应, 不会发生任何影响测试结果的化学反应。

有凹痕表面的量热弹不得使用, 因为它们倾向于粘有卤化物和硫化物(见第 13 节)。在重复使用量热弹之后, 可以在其内表面观察到一层薄膜。根据制造商的说明书定期清洗量热弹, 去除这种暗淡。

备注: 某些量热弹的内表面有陶瓷涂层或铂金勺斗, 这些更耐腐蚀。

9.1.2 样品杯, 铂金或不锈钢或石英。

9.1.3 导火线, 铂金或不锈钢。

9.1.4 点燃线路, 能够提供足够的电流点燃样品而不将线熔化。

9.1.5 吸收瓶(例如: 50ml 试管装有玻璃滴管以吸收燃烧后的气体)。

9.1.6 常用实验室设备, 用作材料均匀化设备(如混合机, 搅拌机, 研磨机, 粉碎机), 分析天平(至少精确至 0.1mg)等。

9.2 安全措施

量热弹不得有任何有机残留(有机溶剂蒸汽, 油脂等)

需要考虑到制造商的说明书, 特别是关于量热弹内的氧气压和试样允许的最大发热量。

备注: 燃烧 1g 碳氢化物如润滑油会产生约 40KJ 的热量(苯甲酸和异辛烷的发热量分别为 26MJ/kg 和 48MJ/KG)。

9.3 程序

9.3.1 概略

在一系列测定之前, 需根据第 12 章对控制混合物(7.2)进行空白试验和质量检查。

当可能时, 避免高浓度和低浓度的卤素和硫的样品交替进行试验。设备内表面的离子残留痕迹很难冲洗, 且观察残留的元素会从一个样品传递到另一个样品的倾向。当含有高浓度的卤素和硫的样品处于一个低浓度的卤素和硫的样品之前时, 第二个样品应重复试验。当获得一个或两个较低的值时, 如果它们不符合本方法的再现性的限值时, 应当认为是可疑的, 在每个样品之间加入一个空白试验是一种良好的操作, 除非被分析的一系列样品拥有的浓度相似。

当样品的组分或均匀性未知时, 最好是重复分析样品或三次分析样品, 然后报告时取所有测量的平均值。

9. 3. 2 水含量

水的含量应根据 prEN 14346 对另一份样品单独地进行测定（结果将用来计算）。

9. 3. 3 选择吸收溶液

燃烧的气体收集于量热弹内部和/或量热弹外部的一种吸收溶液中。当预计卤素和硫的浓度较低（一般小于 1 g/kg），一般用水来吸收。碱性溶液用来吸收高浓度的卤素和硫，且肯定可以中和产生的酸性化合物。

当用离子色谱法测定卤素和硫时，吸收可以是流动相，例如 7.1.5 中所述的碳酸盐/碳酸氢盐溶液。

对于较高的硫含量（例如：测试溶液中超过 20~30mg），建议在燃烧之前向吸收溶液中加入 0.5ml 双氧水（7.1.3）用来提高硫的氧化。然而，双氧水可能会将碘氧化成碘酸盐，导致对碘的含量作出较低的评估。

备注 1：当对同一个样品进行硫和碘的测定时，建议分别进行两次不同的燃烧。

当测定碘和溴时，需要将量热弹冷却至少 45 分钟。

备注 2：如果有必要减少冷却周期，在将量热弹密封之前应加入 0.5ml 水合肼溶液（7.1.4）。由于水合肼是致癌的，它的日常用途应当禁止。强烈建议使用一种能够测定卤氧化物及卤化物的分析方法（例如：离子色谱法）。

9. 3. 4 量热弹的准备

根据制造商的说明书准备好量热弹，并将导火线（9.1.3）的自由端与点火线路（9.1.4）的电端子相连接。如果在量热弹内使用吸收溶液，加入大约 10ml 此吸收溶液（7.1.5），使量热弹（9.1.1）内壁润湿。

备注 1：样品杯不能与吸收溶液接触。根据量热弹的设计，可能需要加入的吸收溶液小于 10ml，或将燃烧气体用外部的吸收瓶（9.3.6）吸收。

备注 2：某些类型的样品含有较低浓度的硫和卤素。样品中最初含有的水和燃烧过程中产生的水可以足够吸收气体。在这种特殊情况下，使用吸收溶液就没有必要了。

9. 3. 5 燃烧

根据样品的发热值、存在元素的量和最终使用的测定方法，准确称量 0.1~1g 样品（精确到 0.1mg）至样品杯中（9.1.2），难于燃烧样品（例如：矿物样品或有较高水含量的样品）可能需要加入助燃剂（7.1.7），液体样品可以放在胶囊中称量（7.1.9）。为了防止量热弹装入氧气时样品被卷起，应根据它们的发热量，粉末样品应盖上惰性材料（例如氧化铝（7.1.8））或用助燃剂（7.1.7）润湿。

为了防止高压强产生的危险和量热弹可能的破裂，样品加助燃剂的总重量不得超过 1.5g。

将样品杯放好并安装好点火线（9.1.3），使它刚好与样品接触而不接触样品杯（9.1.2）。

备注 1 某些实验员使用尼龙线或棉绳并将它环绕在点火线上，使其终端直接浸入液体样品中或与固体样品接触。

prEN 14582: 2002 (E)

组装好量热弹并将盖子盖紧，小心地（为避免将杯中的样品吹起）让氧气（7.1.6）进入，产生的氧气应于制造商规定的安全气压。

当量热弹中的空气中存在的氮气氧化时产生氮气的氧化物可能会干扰到分析测定时，环境中存在的空气可以用排真空或用氧气吹扫来排出。

备注 2：这种氧气弹燃烧而没有残留空气的方法也可以用来燃烧样品测定废弃物样品中作为硝酸盐的总氮。

将端子连接到断开的电路上，闭合上电路点燃样品，让量热弹冷却至环境温度，例如：在水浴中。

9. 3. 6 收集卤化物和硫化物

当预计含有较高浓度的卤素和硫（例如：超过 20g/kg）和/或当量热弹瓶内没有吸收溶液时，将量热弹的出口连接到一个装有大约 20ml 在 9.3.3 中使用的吸收溶液（7.1.5）的吸收烧瓶（9.1.5），以缓慢的相同的速率释放出压强，使吸收试管中只能观察到小的汽泡。

在其它情况下，这种收集燃烧气体于吸收瓶中是不必要的，它可能会迅速地释放出气体。

打开量热弹，并按照以下内容检验：

- ☞ 如果发现有烟垢似的残留，中止测试，并加入助燃剂和/或更少量的试样重新测试。
- ☞ 如果观察到有粉红色的蒸汽，也中止测试，并采取措施以吸收到所有的碘，重新测试（例如：加入少量的试样或加入水合肼）。
- ☞ 如果存在矿物燃烧的残渣，它可能含有不可溶的卤化物或硫化物，在测试报告记录下来（见 15.f）。

备注 1：这种矿物残留可以进一步使用其它消解方法（例如：碱熔融法）处理后再分析，来测定不可溶的卤素和硫含量，然后计算出总的卤素和总的硫含量。

利用吸收瓶中的溶液或 20ml 吸收溶液（见 9.3.2）彻底冲洗量热弹内部，端子，量热弹盖子的内表面和样品杯（取决于分析目标-见附录 A）。

将溶液定量转移至容量瓶中，加水（7.1.2）或吸收溶液（7.1.5）稀释至刻度线。最终选择的体积需根据卤化物和硫化物的含量以及所使用的最终分析方法。

9. 3. 7 清洗程序

如果有必要，将残存的导火线从端子和杯中移开。

使用热水冲洗量热弹的内部，样品杯，端子和量热弹盖子的内表面。用去离子水（7.1.2）彻底清洗量热弹，盖子、样品杯。

10 方法 B (Schöniger 烧瓶燃烧法)

10.1 设备

10.1.1 燃烧瓶: 一个耐化学反应的、厚壁锥形瓶, 容积为 500 到 1000ml, 装有被轻微扩口的颈并且带有标准锥形的磨口玻璃瓶塞。

10.1.2 铂丝样品托架, 粗的铂丝, 焊接铂金丝密封入另一个标准锥形的磨口玻璃瓶塞内 (见图 2)。

10.1.3 常规实验室仪器设备, 均匀化设备 (例如: 混合器, 搅拌机, 研磨机, 粉碎机), 分析天平 (至少准确至 0.1mg), 等。

10.2 安全措施

烧瓶不得含有任何用来清洗和干燥的有机溶剂残留或蒸汽。如果存在这些材料, 当燃烧的滤纸进入时, 可能会发生剧烈的爆炸。

当将燃烧的纸放入烧瓶时, 瓶塞必须盖严。在燃烧开始阶段, 一般烧瓶内会产生轻微的压强。在完全吸收燃烧产物后, 会产生轻微的真空。

燃烧必须在通风橱内进行, 实验员必须戴上防护眼镜和手套。

10.3 程序

10.3.1 概略

在一系列测定之前, 需要根据第 12 节对控制混合物 (7.2) 进行空白试验和质量检查。

当可能时, 避免高浓度和低浓度的卤素和硫的样品交替进行实验, 设备内表面的离子残留痕迹很难冲洗, 且有观察到残存的元素会从一个样品传递到另一个样品的倾向。当含有高浓度的卤素和硫的样品在一个含低浓度的卤素和硫的样品之前时, 第二个样品应重复试验。如果它们不符合本方法的再现性限值时, 所获得一个或两个较低的值应当认为是可疑的。在每个样品间加入空白试验是一种良好的操作, 除非被分析的一系列样品其预见浓度极为相似。

当样品的组分或均匀性未知时, 最好是重复分析样品或三次分析样品, 然后报告时取所有测量值的平均值。

10.3.2 水含量

水的含量应根据 prEN 14346 对另一份样品单独地进行测定 (结果将用来计算)。

10.3.3 选择吸收溶液

当预计的卤素和硫浓度较低 (一般小于 1 g/kg) 时, 一般使用水来吸收。碱性溶液用来吸收高浓度的卤素和硫, 且肯定可以中和产生的酸性化合物。

当用离子色谱法测定卤素和硫时, 吸收溶液可以是流动相, 例如 7.1.5 所述的碳酸盐/碳酸氢盐溶液。

对于较高的硫含量 (例如: 试样中超过 5~10mg), 建议在燃烧之前向吸收溶液中加入 0.5ml 双氧水 (7.1.3) 用来提高硫的氧化。然而, 双氧水可能会将碘氧化成碘酸盐, 导致对碘含量作出较低的评估。

prEN 14582: 2002 (E)

备注 1: 当测定同一个样品中的硫和碘, 建议进行两次不同的燃烧操作。

当测试碘和溴时, 需要将烧瓶冷却至少 30 分钟。

备注 2: 如果有必要减短冷却周期, 将烧瓶盖上前应加入 0.5ml 水合肼溶液 (7.1.4), 由于水合肼是致癌的, 它的日常用途应当禁止, 强烈推荐使用能够测定卤氧化物及卤化物的分析方法 (例如: 离子色谱法)。

10. 3. 4 样品制备

一般称取重量在 10~50mg 之间的均质样品 (或均匀的), 精确至 0.1mg。称取的样品含有每种卤素和硫不得超过 10~20mg。

10. 3. 4. 1 固体和膏体样品

将用来包裹样品的滤纸 (7.1.10) 折叠成一只船, 如图 1。数分钟后再进行称量, 让滤纸平衡达到室内的湿度条件, 并记录空重至 0.1mg。

使用小的药勺取预计量的样品于焦油纸上, 并重新称量准确到 0.1mg。然后, 将滤纸的“a”和“b”面折叠如图 1, 将“c”面和“d”面折叠在样品上, 并用干净的镊子挤压包裹好的滤纸。将样品放到铂样品托架中 (10.1.2)。

10. 3. 4. 2 液体样品

将预计量的样品加入到油浸过的胶囊中 (7.1.9), 胶囊中含有小片折叠的滤纸, 将小滴的液体滴到滤纸上。立即重新称量胶囊, 准确至 0.1mg。同固体样品一样, 将胶囊包在滤纸中 (7.1.10) 并将它放到铂金样品托架上 (10.1.2)。

10. 3. 5 燃烧

将 10ml 吸收溶液 (7.1.5) 加入到燃烧瓶中 (10.1.1), 用氧气吹扫烧瓶约 1 分钟, 使氧气输入管接近烧瓶的底部以排出空气, 将烧瓶盖上标准瓶塞。

观察安全装置, 点燃装有样品的滤纸包, 取出标准瓶塞, 并迅速将一个带有燃烧纸的瓶塞 (10.1.2) 插入烧瓶, 并立即将盖好瓶塞的烧瓶倒转, 使吸收溶液在瓶塞周围形成良好的密封。

如图 2 所示, 烧瓶放置时应使铂金样品托架的开口朝上, 使样品在燃烧过程中不会掉落出来。

燃烧完成后, 将倒转的烧瓶冷却约 1 分钟, 然后, 为了吸收燃烧后的产物, 用力摇荡约 3 分钟。在正常的位置静置约 5 分钟。

小心从烧瓶的颈井中吸取约 10ml 吸收溶液 (7.1.5) 中。轻轻拔出瓶塞使液体被吸收到烧瓶里。然后让盖好瓶塞的烧瓶缓慢冷却约 15 分钟。

定量将烧瓶内的物质转移到容量瓶中, 加水 (7.1.2) 或吸收溶液 (7.1.5) 稀释至刻度线。最终体积的选择取决于溶液的预计浓度和最终的分析方法。

11 建议的测定方法

ISO/CEN 有关分析水和废水的标准适用于分析 9.3.6（量热弹方法）或 10.3.5（Schöniger 烧瓶法）所获得的吸收溶液，由于分析吸收溶液不在这些标准的范围内，所以有必要检验它们的适用性。

第 2 节中所述的方法为国际标准，可以使用。

其它方法（例如：测光法，浊度分析法或浊度测定法测试硫和氯，原子发射光谱法测定氯和碘，毛细电泳法测定所有元素）也可以使用，但是相比较建议的标准化方法，需要验证其有效性。

以下方法在国际范围内一般被标准法，可以使用：

	F	Cl	Br	I	S
离子色谱法	×	×	×	×	×
原子发射光谱法					×
电势测定法（离子选择电极法）	×				
电势测定法（AgNO ₃ 滴定法）		×	×	×	
BaCl ₂ 重量分析法					×

12 控制测量

进行空白试验的条件须与样品相同：吸收溶液、助燃剂、胶囊、反应物，氧气净化等。

如果与检出限相比，空白测试的值太高，将此分析批作废并检查每一试剂。

为了检验整个程序的可信度，使用控制混合物（7.2）对每一系列的测定进行控制测试，处于工作范围中间的某一点作三次分析是足够的。对于每种元素，平均回收率须达到 90%~110%，且相关系数变化应小于 10%。

如果可以的话，建议使用标准参考材料。最少，也建议对控制混合物用管制图来管控。

13 评估

根据以下公式（1）计算样品中卤素和硫的含量（单位为：g/kg）

$$X_i = (C_i \times V) / 1000m$$

上式中：

X_i 为非干燥样品中的元素含量（单位为g/kg）；i代表S, Cl, Br, I, F

C_i 为吸收溶液中此元素i的浓度（单位为mg/l）；

m 为试样的质量，表述为 g。

由公式（1）得到的元素含量再根据公式（2）计算干重中的元素含量：

$$X_{id} = X_i \times 100 / (100 - W)$$

上式中：

X_{id} 为干重中的元素含量（单位为g/kg），“i”代表S, Cl, Br, I或 F

W 为根据 9.3.2 或 10.3.2 得到的原始样品中水含量，表述为质量百分数。

这些结果也可以用毫克每千克（mg/kg）或百分数（质量百分数）来报告和计算。

卤素和硫的含量经常用非干燥的样品来测度但用干重中元素的含量来报告。

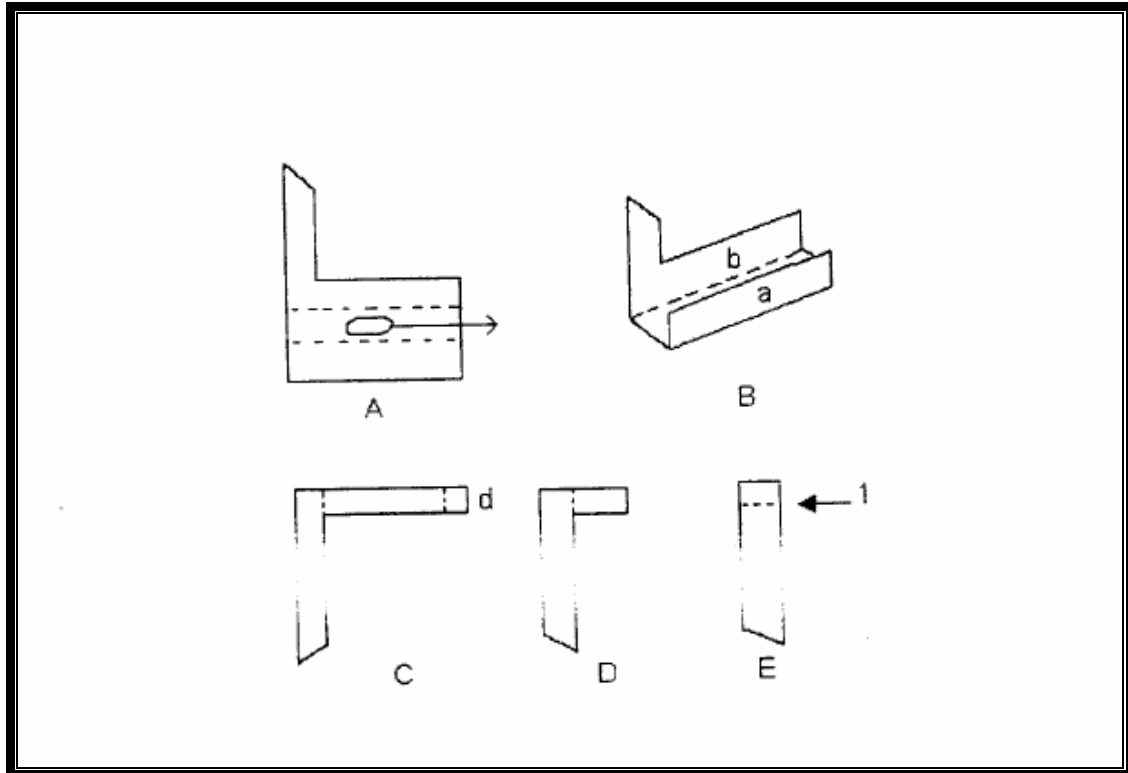
14 性能特征

（待完成）

15 测试报告

测试报告至少包含以下信息：

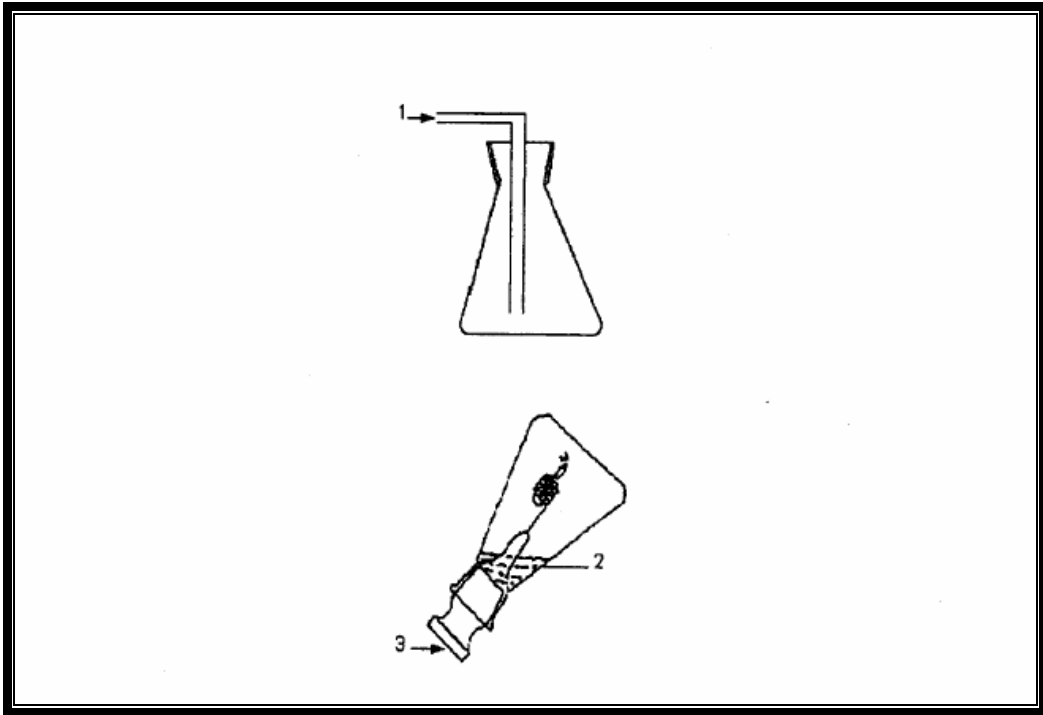
- a) 参考此欧洲标准和所使用的方法（方法 A，方法 A 之附录 A 或方法 B）；
- b) 测定每种元素所参考的分析标准；
- c) 对废弃物完全鉴别的所有必要信息；
- d) 分析结果，参考第 13 条；
- e) 所有偏离此标准步骤的细节及可能会影响到结果的环境；
- f) 燃烧后存在可见的矿物残留。



说明：

1 样品

图 1-燃烧之前将样品包裹在滤纸条中的方法



说明:

- 1 氧气
- 2 吸收液
- 3 燃烧过程中托住瓶塞

图 2-将燃烧瓶装上氧气及燃烧过程中的燃烧瓶

附录 A

参考信息

方法 A 的变异

某些实验室只对测定废弃物样品在燃烧过程中挥发的卤素和硫的含量感兴趣，以确定在燃烧过程中所释放的硫的氧化物及卤素酸的释放量，他们对灰烬中残留的卤素和硫不感兴趣。

定义

对于此变异的标准（方法 A 附录 A），以下定义适用之：

燃烧中可挥发性硫的分数：有机化合物和无机化合物中通过燃烧和随后的含水溶液的吸收可以转化为硫酸盐的硫的总量。

燃烧中可挥发性卤素的分数：有机化合物和无机化合物中通过燃烧和随后水溶液吸收可以转化为卤化物（氟化物，氯化物，溴化物，碘化物）的卤素的总量。

程序

此变异的标准所使用的程序不同之处在于此欧洲标准的第 9 条在 9.3.6 中的次级条款的应用时“收集卤化物和硫化物”：当冲洗量热弹的内表面时，没有必要将残渣包含在样品杯内。

附录 B

(参考信息)

实验室间比对实验结果

参考书目

- 1] ASTM E 442-74: 采用氧气烧瓶内燃烧法测试有机化合物中的氯、溴、碘的标准测试方法
- 2] ASTM E 443-74: 采用氧气烧瓶内燃烧法测试有机化合物中硫的标准测试方法
- 3] ASTM D 808-81: 新旧石油产品中氯的标准测试方法（氧弹法）
- 4] EPA 5050: 固体废弃物的氧弹燃烧法
- 5] H Aidrich, M.Müller, H.Pinhack 合著《在燃烧后释放测定 F, Cl, Br 和 S 的含量》