



Petrotest a.s

KJEMISK LABORATORIUM - ANALYSESERVICE - RÅDGIVNING

Adresse: Fjordveien 3 - 1363 Høvik

Postadr: Postboks 11 - 1322 Høvik

Foretaksnr: NO 932607697 MVA

Telefon: 67534708

Telefax: 67538828

E-mail: petrotest@c2i.net

Refusjonsordningen for spillolje

-

Vurdering av analysemetoder for bestemmelse av kvalitetssegenskaper i spillolje

1. Forord

Refusjonsordningen for spillolje er en statlig tilskuddsordning som skal bidra til å øke mengden spillolje som samles inn og at den behandles miljømessig forsvarlig. Refusjon utbetales bare dersom vilkårene beskrevet i ”*Refusjonsordning for spillolje, vilkår for refusjon/tilskudd for mottak av spillolje*” av 23.november 2005 (vilkårskokument) er oppfylt. Vilråene er detaljerte, og gjelder både hvem som har rett til å søke refusjon, hvilke oljer som er refusjonsberettiget og hvordan oljen skal håndteres. Det stilles i tillegg en rekke krav til dokumentasjon.

I vilkårsdokumentet til ”Refusjonsordningen for spillolje” stilles det krav til noen kvalitetsparametre i en refusjonsolje. Det finnes imidlertid ingen krav eller forslag til analysemetoder, som kan anvendes for å bestemme disse parametrene.

For at refusjon skal kunne utbetales, må det parallelt med en refusjonsanmodning sendes en prøve av refusjonsoljen til et laboratorium som har akkrediterte analysemetoder for kvalitetskontroll av spillolje. I vilkårsdokumentet er det beskrevet fire parametre som skal analyseres: vanninnhold, totalt organiske halogener, svovel og flammepunkt. Resultatene fra disse analysene danner grunnlaget for den refusjonen som blir utbetalt.

Norsk Spesialolje - Laboratoriet (Kambo) og Eurofins (Bergen) er de to laboratorier som per i dag er akkreditert for å analysere disse parametrene. Siden dagens krav til analysemetoder er lite detaljerte, har det vist seg at de to laboratoriene benytter forskjellige metoder, slik at resultatene ikke alltid er sammenlignbare.

I oljebransjen benyttes en rekke forskjellige analysemetoder for å karakterisere en olje. Fra KLIFs side er det ønskelig at det stilles krav til de analysemetodene som skal anvendes i ”Refusjonsordningen for spillolje”. Dette oppdraget har gått ut på å gå igjennom de metoder som er akkreditert og anvendes i dag, og vurdere disse opp mot andre metoder for de aktuelle analyseparametrene.

Spillolje som ”produkt”, kan være meget utfordrene å kvalitetsbestemme. Dette skyldes at oljen i seg selv ikke er homogen, noe som gjør prøvetaking og analysering utfordrende.

Etter en samlet vurdering av de metoder som i dag er akkreditert og andre metoder, er det anbefalte analysemetoder som bør inngå i vilkårsdokumentet. Vilråskokumentet bør også inneholde alternative analysemetoder.

Høvik, 30.11.2010

Lars-Ivar Haslerud
Siv.ing.

Innhold

1.	Forord	2
2.	Sammendrag.....	4
3.	English summary	8
4.	Innledning.....	11
5.	Refusjonsordningen og aktuelle metoder	13
5.1	Refusjonsordningen og analysemetoder.....	13
5.2	Aktuelle analysemetoder – metoder som anvendes i dag og alternativer	14
5.2.1	Flammepunkts bestemmelse	15
5.2.2	Totalt organisk halogen og svovel.....	16
5.2.3	Totalt organisk halogen.....	17
5.2.4	Totalt svovel.....	18
5.2.5	Totalt vanninnhold.....	19
5.3	Prøvetaking	21
6.	Resultater og diskusjon	24
6.1	Generelt	24
6.2	Likheter og forskjeller ved de enkelte metodene	24
6.2.1	Flammepunkt.....	24
6.2.2	Totalt organisk halogen.....	25
6.2.3	Totalt svovelinnhold	25
6.2.4	Totalt vanninnhold.....	26
6.3	Prøvehåndtering og prøvetaking	32
6.4	Instrumentering/investering	32
6.5	Metodevalg	33
6.5.1	Flammepunktet	33
6.5.2	Totalt organisk halogen.....	33
6.5.3	Totalt svovelinnhold	34
6.5.4	Totalt vanninnhold.....	34
7.	Konklusjon	36
7.1	Anbefalte metoder:.....	36
7.1.1	Flammepunktet	36
7.1.2	Totalt organisk halogen.....	36
7.1.3	Totalt svovelinnhold	37
7.1.4	Totalt vanninnhold.....	37
7.2	Alternative metoder:.....	37
7.2.1	Flammepunktet	37
7.2.2	Totalt svovelinnhold	38
7.2.3	Vanninnhold	38
8.	Referanser.....	39

2. Sammendrag

I vilkårsdokumentet for "Refusjonsordningen for spillolje" finnes det kvalitetskrav som må tilfredstilles for en refusjonsolje. Disse kravene omfatter parametrene: flammepunkt, totalt organisk halogen, svovelinnhold og vanninnhold. I vilkårsdokumentet stilles det imidlertid ikke krav til analysemetoder som skal anvendes for å analysere disse.

I dag er det to laboratorier, Norsk Spesialolje - Laboratoriet (Kambo) og Eurofins (Bergen), som har akkrediterte metoder for å analysere refusjonsoljer. Siden det ikke stilles krav til anvendte metoder, har det medført at de to laboratoriene benytter forskjellige metoder. Dette gjør at resultatene fra disse laboratoriene ikke alltid har vært sammenlignbare.

Sammen med Elin M. Tingstad hos Norsk Spesialolje og Tommie Christensen hos Eurofins, er analysemetodene som benyttes i dag gjennomgått, og relevant dokumentasjon er innhentet for de aktuelle prosedyrer og metoder.

Det finnes en rekke analysemetoder som kan anvendes for å måle forskjellige kvalitetskrav til en olje. De mest benyttede analysemetodene har enten amerikansk eller engelsk opphav. Disse metodene eller modifikasjoner av disse, danner i mange tilfeller grunnlaget for de internasjonale metodene som inngår i internasjonale og nasjonale analysestandarder. Som følge av dette kan enkelte metoder være identiske, men ha forskjellige utgivere.

De analysemetodene som anvendes i dag, er vurdert opp mot alternative metoder. Utgangspunktet for vurderingen er at dagens instrumentpark skal benyttes. Det har ført til en liste med anbefalte analysemetoder, og en tilleggs liste med alternative metoder. Begge disse bør inngå i "Refusjonsordningen for spillolje".

Flammepunkt:

Metoder som anvendes i dag:

ASTM D6450 Flammepunkt med Continuously Closed cup (CCCFP)

og

ASTM D93A Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Anbefalte metoder:

NS-EN ISO 2719 Bestemmelse av flammepunkt - Pensky-Martens metode med lukket digel. Prosedyre B.

Samme metode som:

IP 34 Determination of closed flash point - Pensky-Martens method

Samme metode som:

ASTM D93B Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Anbefalte alternative metoder:

ASTM D6450 Flammepunkt med Continuously Closed cup (CCCFP)

ASTM D93A Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Totalt organisk halogen og Svovelinnhold

Metode som anvendes i dag:

DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat.

Totalt organisk halogen

Metode som anvendes i dag:

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content –Oxidativ microcoulometric method

Anbefalte metoder:

DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat.

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content –Oxidativ microcoulometric method

Samme metode som:

IP 510 Petroleum products —Determination of organic halogen content — Oxidative microcoulometric method

Samme metode som:

SS 15 5118 Petroleumprodukter - Bestämning av totalhalt och halt organiskt bunden halogen med mikrocoulometri

Svovelinnhold

Metode som anvendes i dag:

ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

Anbefalte metoder:

ISO 4260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content – Wickbold combustion method

Samme metode som:

EN 24260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur contents Wickbold combustion method

Samme metode som:

IP 243 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content – Wickbold combustion method

DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat.

Anbefalte alternative metoder:

ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

NS-EN ISO 8754 Petroleum products -- Determination of sulfur content -- Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry

Samme metode som:

IP 336 Petroleum products - Determination of sulfur content - Energy-dispersive-X-ray fluorescence method.

Totalt vanninnhold

Metoder som anvendes i dag:

ASTM D1744 Standard Test Method for Determination of Water in Liquid Petroleum Products by Karl Fischer Reagent

og

ASTM D4377 Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration

Anbefalte metoder

ASTM D6304 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration. Ved lavt vanninnhold, under 2 masse-%.

Ved store vannmengder (over 2 masse-%) kan følgende metoder anvendes:

ISO 3733 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water – Distillation method

Samme metode som:

ASTM D95 Standard test metode for vann i petroleumsprodukter og bituminøse materialer ved destillasjon

Samme metode som:

IP 74 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water - Distillation method

Anbefalte alternative metoder:

ASTM D4377 Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration

Samme metode som:

IP356 Crude petroleum - Determination of water - Potentiometric Karl Fischer titration method

Alle metodebeskrivelser er jevnlig gjenstand for revisjoner. I de tilfeller der kravspesifikasjonen oppdateres årlig, kan det være på sin plass å oppgi gjeldende årgang for metodene. Alternativt kan man i kravspesifikasjonen enten ”låse” en metode med et gitt årstall, eller skrive ”siste gyldige utgave”. Ovenfor er det derfor ikke angitt noe år for utgivelse av metodene.

Spillolje er et utfordrende ”produkt” å analysere. Noe av utfordringen ligger i at prøvematriks varierer, som en funksjon av oljesammensetningen på de oljene som returneres. For metodene der dette er spesielt kritisk bør det vurderes om laboratoriene skal benytte samme kontroll-/kalibreringsoljer.

Det stilles krav om godkjenning (*Norsk Standard NS-EN ISO/IEC 17025 Generelle krav til prøvings- og kalibreringslaboratoriers kompetanse*) av laboratoriene som skal analysere spillolje. Skal analyseresultatene fra flere laboratorier kunne sammenlignes, bør det også stilles krav til prøvetaking og prøvebehandling, fram til laboratoriet. Slik at homogene og representative prøver blir resultatet.

Det fremkommer ikke alltid i en metodebeskrivelse hvilke produktsegment metoden dekker. I *NS-EN ISO/IEC 17025* er det krav til at alle metoder og analyseinstrumenter valideres før de blir tatt i bruk.

Det anbefales at det gjennomføres en validering av metoder og analyseinstrumenter i henhold til kravene i *NS-EN ISO/IEC 17025*, før metodene nedfelles som et krav.

3. English summary

In the criteria document (vilkårsdokumentet) for "Reimbursement for Waste Oil", there are quality standards that must be met for a "reimbursement oil". These requirements include the parameters: flash point, total organic halogen, sulfur and water content. In terms of the document, however, no requirements for analytical methods are applied for the analyzing of these parameters.

Today there are two laboratories, Norsk Spesialolje - Laboratoriet (Kambo) and Eurofins (Bergen), which has accredited analytical methods to analyze reimbursement oils. Since there are no requirements for applied methods, the two laboratories are using different methods. It means that the results from the laboratories are not always comparable.

The analytical methods used today was reviewed together with Elin M. Tingstad at Norsk Spesialolje and Tommie Christensen at Eurofins, and relevant documentation was obtained for the appropriate procedures and methods.

There are several methods that can be used to measure the different quality requirements for an oil. The most widely used methods of analysis are either of American or English origin. These methods or modifications thereof, in many cases forms the basis for the international methods included in the international and national standards. As a result, certain methods will be identical but have different publishers.

The analytical methods used today, is evaluated against alternative methods. The basis for assessment is that the current analytical instruments should be used. This has led to a list of recommended analytical methods, and an additional list of alternative methods. Both of these should be included in the "Reimbursement for Waste Oil."

Flash point:

Methods in use:

ASTM D6450 Flash Point by Continuously Closed Cup (CCCFP)

ASTM D93A Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Recommended method:

NS-EN ISO 2719 Determination of flash point - Pensky-Martens closed-crucible method. Procedure B.

The same method as:

IP 34 Determination of closed flash point - Pensky-Martens Method

The same method as:

ASTM Standard Test Methods D93B for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Options:

ASTM D6450 Flash Point by Continuously Closed Cup (CCCFP)

ASTM Standard Test Methods D93A for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Total organic halogen and sulfur content

Methods in use:

DIN 51 408 Determination of organically bound chlorine and sulfur after combustion in Wichbold apparatus.

Total organic halogen

Methods in use:

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content –Oxidative microcoulometric method

Recommended method:

DIN 51 408 Determination of organically bound chlorine and sulfur after combustion in Wichbold set.

EN 14077 Petroleum products - Determination of Organic Halogen Content oxidative microcoulometric method

The same method as:

IP 510 Petroleum products-Determination of organic halogen content - oxidative microcoulometric method

The same method as:

SS 1915 5118 Petroleum products - Determination of total content and content of organic bound halogen by microcoulometric method

Sulfur Content

Methods in use:

ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

Recommended method:

ISO 4260 Petroleum products and Hydrocarbons - Determination of sulfur content - Wickbold combustion method

The same method as:

EN 24260 Petroleum products and Hydrocarbons - Determination of sulfur contents Wickbold combustion method

The same method as:

IP 243 Petroleum products and Hydrocarbons - Determination of sulfur content - Wickbold combustion method

DIN 51 408 Determination of organically bound chlorine and sulfur after combustion in Wichbold set.

Options:

ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

ISO 8754 Petroleum products - Determination of sulfur content - Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry

The same method as:

IP 336 Petroleum products - Determination of sulfur content - Energy-dispersive-X-ray fluorescence method.

Total Water Content

Methods in use:

ASTM D1744 Standard Test Method for Determination of Water in Liquid Petroleum Products by Karl Fischer Reagent

ASTM D4377 Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration.

Recommended method:

ASTM D6304 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration.

At low water content, less than 2 mass%.

If large amounts of water (above 2 mass%), the following methods used:

ISO 3733 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water -

Distillation method

The same method as:

ASTM D95 Standard Test Method for Water in petroleum products and bituminous materials by distillation

The same method as:

IP 74 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water - Distillation method

Options:

ASTM D4377 Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration

Same method:

IP356 Crude petroleum – Determination of water - Potentiometric Karl Fischer Titration method

All method descriptions are subject to regular audits. In cases where the specification is updated annually, it might be appropriate to specify the current year of the methods. Alternatively, in the specification either "freeze" a method by a certain date, or type "latest version". Above it is not set any year for the release of the methods.

Waste oil is a challenging "product" to analyze. Part of the challenge lies in the sample matrix that varies as a function of the composition of the oils collected. For methods where this is particularly critical, there should be considered that the laboratories should use identical control-/calibration oils.

There are specific requirements for approval (Norwegian Standard NS-EN ISO / IEC 17025 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories) of the laboratories that will analyze the waste oil. If the analytical results are compared, from multiple laboratories, it should also be a requirement for sampling and sample treatment, from sample site to the laboratory. To secure homogeneous and representative samples as a result.

It does not always appear in a method description which product segment the method covers. ISO / IEC 17025 requires a validation of all methods and analytical instruments before they are adopted.

It is advisable to carry out a validation of analytical methods and instruments in accordance to the requirements in ISO / IEC 17025, before the methods are set as a requirement.

4. Innledning

”Refusjonsordningen for spillolje” er en statlig ordning der statlige tilskudd skal bidra til at mer spillolje samles inn, samtidig som den blir behandlet miljømessig forsvarlig.

Innsamlingen skjer gjennom et fåtall anlegg, anlegg som er godkjente som refusjonsanlegg og som kan søke om refusjon.

Det stilles krav for å få denne refusjonen. Disse kravene er spesifisert i vilkårsdokumentet: ”Refusjonsordning for spillolje, vilkår for refusjon/tilskudd for mottak av spillolje” av 23.november 2005.

For å dra nytte av ordningen, må avfallsprodusenter og mottaksanlegg levere spilloljen til et av disse refusjonsanleggene.

Oppfylles kravene i vilkårsdokumentet, blir refusjonen utbetalt etter innsendelse av en anmodning. Parallelt med at anmodningen sendes inn skal det sendes en prøve av oljen til et laboratorium som har akkrediterte metoder for analyse av spillolje.

I vilkårsdokumentet er det satt tre kvalitetskrav denne refusjonsoljen skal tilfredsstille:

Flammepunkt: høyere enn 70 °C

Organisk halogen: mindre enn 500mg/kg totalt organisk halogen

Svovel: mindre enn 0,6% totalt svovel.

I tillegg til disse tre parametrene skal vanninnholdet måles og rapporteres i vekt-%. Denne verdien inngår i beregningen av oljeinnholdet i returoljen, og er grunnlag for størrelsen på refusjonen.

Per i dag er det to laboratorier som har akkrediterte metoder for analysering av spillolje. Begge laboratoriene er akkreditert i hht NS-EN ISO/IEC 17025. Som en følge av akkrediteringen blir laboratorienes metoder fulgt opp nøye i forbindelse med revisjoner, og laboratoriene må vise til resultater fra kontrollstandarder, prøvesammenligning etc.

I vilkårsdokumentet er det ikke angitt hvilke metoder, eller angitt forslag til metoder, som skal anvendes ved analysering av kvalitetskravene som stilles til disse spilloljene. Siden dagens krav til analysemetoder er lite detaljerte, har de aktuelle laboratoriene akkreditert forskjellige metoder, for analyse av de samme parametrene.

Siden metodene som benyttes ikke er de samme, kan det hende at resultatene ikke alltid er direkte sammenlignbare.

For å avklare likheter og ulikheter i dagens metoder er de to laboratoriene avlagt et besøk. Sammen med Elin M. Tingstad hos Norsk Spesialolje og Tommie Christensen hos Eurofins, ble analysemetodene som benyttes i dag gjennomgått og diskutert, og relevant dokumentasjon ble innhentet for de aktuelle prosedyrer og metoder.

De mest benyttede analysemetodene, som anvendes innen oljeindustrien, har enten amerikansk eller engelsk opphav. I første rekke er det det amerikanske ”American Society for Testing and Materials (ASTM)” og det engelske ”Institute of Petroleum (IP)” (nå ”Energy Institute” (EI)) som har vært de toneangivende leverandører av metoder og standarder for anvendelse i internasjonal oljeindustri. I tillegg finnes det enkelte tyske metoder, ”Deutsches Institut für Normung (DIN)”.

Analysemetoder fra disse ”hovedleverandørene” danner i mange tilfeller grunnlaget for de internasjonale og nasjonale metodene som utgis av International Organization of

Standardization (ISO), European Committee for Standardization (CEN) som publiserer European Standard (EN) og Norsk Standard (NS).

Med utgangspunkt i produktet ”spillolje” og de kvalitetskrav som stilles dette produkt, er det søkt i databasene til disse institusjonene etter andre relevante analysemetoder.

I forbindelse med laboratoriebesøkene, og problemstillingen ”ikke sammenlignbare resultater”, dukket betydningen av nøyaktighet i forbindelse med prøvetaking opp. Det ble bla stilt spørsmål om:

Hva med prøvetakingen?

Hvor representative og homogene er prøvene?

Hvordan behandles prøvene før de ankommer laboratoriet?

Betydningen av nøyaktighet i forbindelse med prøvetaking kan ikke poengteres sterkt nok.

Det har liten verdi å utføre en akkreditert, nøyaktig analyse på en prøve, dersom prøven analysen blir utført på ikke er god nok.

Avslutningsvis er alle analysemetodene vurdert med utgangspunkt i de metoder som anvendes i dag, og at spillolje er et spesielt ”produkt”.

5. Refusjonsordningen og aktuelle metoder

5.1 Refusjonsordningen og analysemetoder

I refusjonsordningen for spillolje er det utarbeidet et vilkårsdokument for refusjon/tilskudd for mottak av spillolje.

Vilkårsdokumentet er delt inn i følgende kapitler:

- 1 Definisjoner
- 2 Refusjonsberettiget spillolje
- 3 Håndtering av olje
- 4 Dokumentasjon
- 5 Utstyr
- 6 Dispensasjoner
- 7 Utbetaling
- 8 Avslag på anmodning om refusjon
- 9 Tilbakekreving av utbetalt refusjon
- 10 Motregning
- 11 Innføring av skjerpede krav
- 12 Tilbakekalling av godkjenning

I dette dokumentet er det listet en rekke definisjoner om bla hva en refusjonsolje er og hvilke krav som stilles til de som skal dokumentere refusjonsoljenes kvalitet.

At de for eksempel skal være akkreditert av Norsk Akkreditering eller godkjent av Klima- og Forurensningsdirektoratet.

I kapittel 2 *Refusjonsberettiget spillolje*, avsnitt 2.2 *Kvalitetskrav*

og i kapittel 4 *Dokumentasjon*, avsnitt 4.3 *Analysebevis* fremmekommer det kvalitetskrav til refusjonsoljen og hvilke parametre det stilles krav til:

- *Flammepunktet, som skal være høyere enn 70 °C.*
- *Organisk halogen, som skal være mindre enn 500 mg/kg totalt organisk halogen.*
- *Svovelinnhold, som skal være mindre enn 0,6 % totalt svovel.*
- *Vanninnhold, som skal rapporteres i vekt-%.*

Det er ikke spesifisert hvilke analysemetoder som skal eller bør benyttes. Det normale ville være at det i forbindelse med kravene til grenseverdier, også var krav til analysemetoder og/eller anbefaling til alternative metoder.

Spillolje er et ”produkt” som kan være meget utfordrende å kvalitetsbestemme.

Dette skyldes flere ting. Den største utfordringen er at ”produktet” ikke alltid er homogent. Spilloljene som pumpes inn på en tank kan variere ganske mye i sammensetning. Dette kan føre til lagdeling i lagertankene, noe som er utfordrende når representative prøver skal trekkes. Det at oljen ikke er homogen betyr også at prøvematriks varierer. For enkelte analysemetoder kan dette være kritisk siden de har et krav at prøvematriks bør være mest mulig lik matriks til kontroll-/kalibreringsoljer. Dette gir utfordringer til de som skal analysere oljen.

Siden det stilles krav om akkreditering/godkjenning av laboratoriene som skal analysere prøvene, bør det også stilles krav om en eller annen godkjenning til de som skal ta prøver og prøvebehandlingen fram til laboratoriet.

Det er tatt med et avsnitt om prøvetaking i den forbindelse og problemstillingen representative prøver.

Det har liten verdi å utføre en akkreditert, nøyaktig analyse på en prøve, dersom prøven analysen blir utført på ikke er god nok. Oljeprøven må være representativ.

5.2 Aktuelle analysemetoder – metoder som anvendes i dag og alternativer

I oljebransjen benyttes en rekke forskjellige analysemetoder for å karakterisere en olje. De mest benyttede analysemetodene har enten amerikansk eller engelsk opphav. Historisk er det i første rekke American Society for Testing and Materials (ASTM) som har vært den toneangivende leverandør av metoder og standarder. I tillegg finnes det enkelte engelske og tyske metoder, fra hhv Institute of Petroleum (IP) (nå Energy Institute (EI)) og Deutsches Institut für Normung (DIN).

Disse metodene eller modifikasjoner av disse, danner i mange tilfeller grunnlaget for de internasjonale metodene som inngår i europeiske og nasjonale standarder (ISO-EN-NS).

ISO: International Organization of Standardization

EN: European Standard som publiseres av CEN: European Committee for Standardization

NS: Norsk Standard

Relevant informasjon om metoder og prosedyrer som anvendes i dag, er innhentet fra de to laboratoriene som per i dag har akkrediterte metoder for analysearbeid i refusjonsordningen. I møter med Elin M. Tingstad hos Norsk Spesialolje og Tommie Christensen hos Eurofins, ble metoder og prosedyrer gjennomgått og diskutert.

Foruten de analysemetodene som anvendes i dag, finnes det en rekke andre metoder som dekker de samme analyseparametre og måleområder.

I noen tilfeller er disse metodene mer eller mindre identiske. Selv om det er nyanseforskjeller i prosedyreteksten er metodene analyseteknisk like.

Et eksempel er metodene *NS-EN ISO 2719:2002 Bestemmelse av flammepunkt - Pensky-Martensmetoden med lukket digel*, *IP 34 Determination of closed flash point - Pensky-Martens method* og *ASTM D93 - 10 Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester* for bestemmelse av flammepunkt.

5.2.1 Flammepunkts bestemmelse

5.2.1.1 Dagens metoder for flammepunkts bestemmelse

ASTM D6450 Standard Test Method for Flash Point by Continuously Closed Cup (CCCFP)

Prinsippet for denne metoden:

Denne testmetoden dekker bestemmelse av flammepunkt på fyringsoljer, smøreoljer, løsemidler, og andre væsker ved en kontinuerlig lukket kopp tester.

Målingen gjøres på et testvolum på 1 ml og er egnet for testing av prøver med et flammepunkt fra 10 til 250°C.

I denne metoden benyttes en lukket, men uforseglet kopp der luft injiseres i test kammeret over oljen. Metoden er en dynamisk metode og er avhengig av en definert temperaturøkingsfrekvens.

Flammepunktsbestemmelser under 10°C og over 250°C kan utføres, men presisjonen er ikke blitt bestemt under og over disse temperaturene.

Vann interfererer ved temperaturer over 80°C.

ASTM D93 Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Prinsippet for denne metoden:

Denne testmetoden dekker bestemmelse av flammepunkt i petroleumsprodukter i temperaturområdet fra 40 til 360°C ved et manuelt eller en automatisert Pensky-Martens lukket-cup apparat.

Metoden har to prosedyrer. I dag er prosedyre A akkreditert.

Prosedyre A gjelder destillater (diesel, parafin, fyringsolje, turbin drivstoff), nye og "in-use" smøreoljer, og andre homogene petroleumsprodukter som ikke dekkes i prosedyre B.

I prosedyre A varmes prøven opp med 5 til 6 °C /min under konstant omrøring (90 – 120 r.p.m.) i en lukket kopp. En tennkilde dyppes ned i koppen for hver grad temperaturen stiger opp til 110°C , deretter ved hver andre grad. Tennkilden kan være en gassflamme eller en glødetråd.

(Prosedyre B gjelder tunge fyringsoljer, cutback residue, brukte smøreoljer, blandinger av petroleumsprodukter med faste stoffer, petroleumsprodukter som har en tendens til å danne en overflatefilm under testing, eller er petroleumsprodukter med slik kinematisk viskositet at de ikke blir jevnt oppvarmet under omrøring og oppvarming ved betingelsene i prosedyre A.

I prosedyre B varmes prøven opp med 1 til 1,6 °C /min under konstant omrøring (250+/-10 r.p.m.) i en lukket kopp. Testforløp og tennkilde som nevnt ovenfor.)

Komponenter i prøven som gir en ikke brennbar damp, for eksempel vann og halogenerte hydrokarboner, vil påvirke analysen slik at flammepunktet ikke blir registrert eller at resultatet blir en ukorrekt høy verdi.

5.2.1.2 Andre metoder for flammepunkts bestemmelse

NS-EN ISO 2719 Bestemmelse av flammepunkt - Pensky-Martensmetoden med lukket digel

Samme metode som:

IP 34 Determination of closed flash point - Pensky-Martens method

Samme metode som:

ASTM D93 Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Prinsippet for denne metoden:

Denne testmetoden dekker to prosedyrer (i noen metoder beskrives tre prosedyrer) for bestemmelse av flammepunkt i petroleumsprodukter, i temperaturområdet fra 40 til 360°C ved et manuelt Pensky-Martens lukket-cup apparat eller en automatisert Pensky-Martens lukket-cup tester. Metoden dekker også bestemmelse av flammepunkt i biodiesel i temperaturområdet 60 til 190°C med det automatiserte Pensky-Martens lukket kopp-apparatet.

Prosedyre A gjelder destillat drivstoff (diesel, biodiesel blandinger, parafin, fyringsolje, turbin drivstoff), nye og ”in-use” smøreoljer, og andre homogene petroleumsprodukter som ikke dekkes i prosedyrene B eller C.

Prosedyre B gjelder tunge fyringsoljer, cutback residue, brukte smøreoljer, blandinger av petroleumsprodukter med faste stoffer, petroleumsprodukter som har en tendens til å danne en overflate film under test betingelsene, eller er petroleumsprodukter med slik kinematisk viskositet at de ikke blir jevnt oppvarmet under omrøring og oppvarming ved betingelsene i prosedyre A.

(Prosedyre C gjelder for biodiesel (B100). Siden et flammepunkt på rest alkohol i biodiesel er vanskelig å observere ved manuell flammepunktsbestemmelse, har automatisert apparat med elektronisk flammepunktsdeteksjon blitt funnet egnet.)

5.2.2 Totalt organisk halogen og svovel

5.2.2.1 Dagens metoder totalt organisk halogen og svovel

DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat.

Prinsippet for denne metoden:

Denne standard angir metode for bestemmelse av organisk bundet klor og svovel i oljeprodukter samt andre væsker som er løselige i et svovel-/klorfrittløsemiddel og som brenner i Wichbold-brenneren. Før analysering ”vaskes” prøven med destillert vann og sentrifugeres.

Organisk bundet klor og svovel blir bestemt med forbrenning av oljen i et Wichboldapparat med absorpsjon av forbrenningsgassene i fortynnet lut. Klorid og sulfat bestemt deretter på ionekromatografi.

Måleområde organisk bundet klor, for ca. 1 gram Brent olje: 50 – 1000ppm.

Måleområde svovel i olje: for ca. 1 gram Brent olje: 0,05 – 1%.

Ved analysing av svovel korrigerer ikke laboratoriet som benytter denne metoden for interferens.

5.2.3 Totalt organisk halogen

5.2.3.1 Dagens metoder for bestemmelse av totalt organisk halogen

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content –Oxidativ microcoulometric method

Prinsippet for denne metoden:

Denne metoden dekker innhold av organisk bundet halogen, for destillat: 2 mg / kg - 100 mg / kg, og for returoljer: 4 mg / kg - 100 mg / kg.

En injeksjons-mekanisme fører prøven til et forbrenningskammer der prøven forbrennes. Forbrenningsgassen vaskes/renses for vann og NO_x, før halogen-ionene titreres med sølv-ioner.

Organisk brom, jod og klor forbindelser reagerer på samme måte (ikke fluor). I denne standarden betyr halogen summen av de tre organisk bundne halogenene. Halogen rapporteres som ekvivalent antall av klor-ioner.

En forutsetning for at metoden skal anvendes i sin helhet er at vann-separasjon kan gjøres ved ekstraksjon. Før analysing på totalt organisk halogen (TOX), må uorganiske halogener (IX) fjernes fra oljen. Dette kan gjøres på forskjellige måter, bla ved ekstraksjon med vann. Gjennom ekstraksjon med vann vil ikke vannløslige halogener påvirke analyseresultatet

Begge de to analysemetodene som er akkreditert for halogenanalysen, kan også analysere svovelforbindelser, med en type titrercelle for halogen og en annen for svovel. Det ene laboratoriet har bare halogen-metoden operativ.

5.2.3.2 Andre metoder for bestemmelse av totalt organisk halogen

IP 510 Petroleum products —Determination of organic halogen content — Oxidative microcoulometric method

Samme metode som:

SS 15 5118 Petroleumprodukter - Bestemmelse av totalinnhold og innhold av organisk bundet halogen med mikrocoulometri

Prinsippet for denne metoden:

Denne standard gjelder for nye og brukte petroleumsprodukter med et innhold av organisk bundet halogen for destillat 2 mg / kg - 100 mg / kg, og tung oljer 4 mg / kg - 100 mg / kg.

For tungoljer er ikke analysenøyaktigheten bestemt. Produkter med konsentrasjoner høyere enn 100 mg / kg kan bli fortynnet så halogeninnholdet kan bli analysert med denne metoden. En forutsetning for at metoden skal kunne bli anvendt i sin helhet er at vannseparasjon kan gjøres. Organiske brom-, jod- og klor-forbindelser reagerer på samme måte (ikke fluor). I denne standarden er halogen å forstå som summen av disse tre organisk bundne halogenene. Gjennom ekstraksjon med vann, vil innholdet av vannløslige organiske forurensninger ikke påvirke analyseresultatet.

Samme metode som:

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content –Oxidativ microcoulometric method

5.2.4 Totalt svovel

5.2.4.1 Dagens metoder for bestemmelse av svovelinnhold

ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

Prinsippet for denne metoden:

Prøven plasseres i kammeret der den bestråles med røntgenstråler fra et røntgenrør, den radioaktive kilden her er normalt beryllium. Prøven sender da ut fluorescensstråling med bølgelengder som er karakteristiske for bl.a. svovel.

Måleområdet som benyttes i dag er 0,05 - 5,0m/m%. I en revidert standard, ASTM D4294-08, er måleområdet angitt til 0,0020 - 4,6m/m%.

Når det gjelder måleusikkerhet for denne svovelmetoden har det aktuelle laboratoriet gjort erfaringer som gjør at de korrigerer for interferens fra jern og sink. (For bly og klor har de funnet ut at disse elementene ikke influerer på måleresultatene).

Verdien som skyldes interferens subtraheres fra avlest svovelinnhold. Denne verdien er en funksjon av svovelinnholdet som avleses. Laboratoriet har satt opp en lineær kurve hvor interferens er satt som funksjon av avlest svovelinnhold til spilloljeprøven. Det er satt en max. verdi for interferenser = 0,09m/m%.

5.2.4.2 Andre metoder for bestemmelse av svovelinnhold

ISO 4260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content Wickbold combustion method

Samme metode som:

EN 24260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur contents - Wickbold combustion method

Samme metode som:

IP 243 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content – Wickbold combustion method

Prinsippet for denne metoden:

Denne standarden angir en metode for bestemmelse av totalt svovel i oljeprodukter, naturgass og olefiner. Metoden kan brukes på produkter som har svovelinnhold i fra 1 til 10 000 mg / kg, og er spesielt egnet for destillater med totalt svovelinnhold på mindre enn 300 mg / kg.

Prøver som er tykflytende, svært aromatisk, eller med høyt svovelinnhold kan første fortynnes med et svovelfritt løsemiddel.

Metoden kan brukes til bestemmelse av det totale svovelinnhold i gasser, og flytende brensel. Den er ikke egnet for bestemmelse av svovel i heavy-duty motorolje.

Hvis nødvendig, kan totalt klorinnhold i petroleumsprodukter bli bestemt med denne metoden. Ved en vanlige volumetrisk, gravimetrisk eller potensiometrisk metode kan kloridioner i absorpsjonsløsningen bestemmes. Uorganisk bundet klor må fjernes ved vann-ekstraksjon før analysering.

IP 336 Petroleum products - Determination of sulfur content - Energy-dispersive-X-ray fluorescence method

Samme metode som:

NS-EN ISO 8754 Petroleum products -- Determination of sulfur content -- Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry

Prinsippet for denne metoden:

Denne internasjonale standarden angir en metode for bestemmelse av svovelinnholdet i hydrokarboner som nafta, destillater, fyrings oljer, tungoljer, baseoljer til smøreoljer, blyfri bensin og komponenter. Metoden gjelder for produkter som har svovelinnhold i området 0,01% (m / m) til 5% (m / m).

Prøver som inneholder tungmetall additiver, bly alkylater, etc., forstyrrer metoden. Stoffer som silisium, fosfor, kalsium, kalium og hallider, interfererer hvis de finnes i konsentrasjoner over noen få hundre milligram per kilo.

5.2.5 Totalt vanninnhold

5.2.5.1 Dagens metoder for bestemmelse av totalt vanninnhold

ASTM D1744 Standard Test Method for Determination of Water in Liquid Petroleum Products by Karl Fischer Reagent

Prinsippet for denne metoden:

Denne metoden dekker bestemmelse av vannkonsentrasjoner fra 50 til 1000mg/kg i flytende oljeprodukter.

Produktet som skal analyseres titreres med standard Karl Fischer reagens.

Målemetoden påvirkes av frie alkalier, oksiderende og reduserende stoffer, merkaptaner, enkelte nitrogenforbindelser, eller annet innhold som reagerer med jod. 1ppm svovel som merkaptan forårsaker en feil i titreringen på ca 0,2mg/kg med vann.

ASTM D4377 Standard Test Method for Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration

Prinsippet for denne metoden:

Denne metoden dekker bestemmelse av vann i området fra 0,02 til 2% i råolje.

Merkaptan og sulfid (S or H₂S) svovel er kjent for å gi interferens. I mengder mindre enn 500ppm, som svovel, er interferensen neglisjerbar ved måling av vanninnhold i området 0,05 % (m/m) til 2,00 % (m/m)..

Prøven titreres med standard Karl Fischer reagens.

Samme metode som:

IP356 Crude petroleum - Determination of water - Potentiometric Karl Fischer titration method

5.2.5.2 Andre metoder for bestemmelse av totalt vanninnhold

ASTM D6304 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration

Prinsippet for denne metoden:

Denne testmetoden dekker direkte bestemmelse av vann i området fra 10 til 25 000 mg / kg vann i petroleumsprodukter og hydrokarboner ved hjelp av automatisert instrumentering. Metylmerkaptan, sulfide (S eller H₂S) som svovel, og andre forbindelser er kjent for å forstyrre denne testmetoden.

Denne testmetoden omfatter også indirekte analyse av vann som termisk fjernes fra prøver og over i en Karl Fischer titreringscelle. Dette eliminerer matriks interferens fra bla svovelforbindelsene nevnt ovenfor.

Denne testmetoden er beregnet for bruk med kommersielt tilgjengelige coulometrisk Karl Fischer reagenser og for bestemmelse av vann i tilsetningsstoffer, smøreoljer, baseoljer, gearoljer, løsningsmidler, og andre petroleumsprodukter.

Ved riktig valg av prøvevolum, kan denne metoden brukes for bestemmelse av vanninnhold fra mg/kg til konsentrasjoner i %.

ASTM D95 Standard test metode for vann i petroleumsprodukter og bituminøse materialer ved destillasjon

Samme metode som:

IP 74 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water - Distillation method

Samme metode som:

ISO 3733 Petroleum products and bituminous materials -- Determination of water -- Distillation method

Prinsippet for denne metoden:

Denne testmetoden omfatter bestemmelse av vann ved destillasjonen, i området fra 0 til 25% volum, i petroleumsprodukter, kull tjære og andre bituminøse materialer.

Vannmengden kan bestemmes til nærmeste 0,05 eller 0,1 volum-% med denne metoden, avhengig av størrelsen på vannfellen som benyttes.

Flyktige vannløslige organiske stoffer vil bli analysert som vann.

5.3 Prøvetaking

Oljeprøver må være representativ for å kunne sammenlignes. Dette var en av de tilbakemeldingene som kom i møte med de akkrediterte laboratoriene. Betydningen av nøyaktighet i forbindelse med prøvetaking kan ikke poengteres sterkt nok. Det mest nøyaktig utførte analysearbeid kan være verdiløst dersom de prøver analysen blir utført på ikke er gode nok.

Det kan være tilfeller der det er usikkert om de prøver som er tatt er tilstrekkelig representative.

Et eksempel kan være der det er mistanke om lagdeling i en tank og at denne er av en slik karakter at prøver tatt på forskjellige nivåer i tanken ikke vil gi en representativ gjennomsnittsprøve for det totale innhold i tanken.

Dette er en situasjon som lett kan inntreffe der flere batcher returrolje legges inn på en tank for spillolje.

Målet med prøvetakingen er å ta en representativ prøve av en tankbeholdning. Dette gjøres ved å ta en liten del (spot prøve) av materialet fra et valgt område i tanken. En rekke spot prøver kan eventuelt kombineres for å lage en representativ prøve.

Før prøvetaking må tankbeholdningen få stå i karantene, slik at tunge komponenter (slik som fritt vann) får anledning til å separere og felle ut.

Noen forholdsregler ved prøvetaking .

1 En prøve skal ikke inneholde andre elementer enn det produktet det skal tas prøve av.

Prøvens sammensetning må heller ikke endre seg under lagring og transport, for eksempel som følge av fordampning eller av andre årsaker.

2 Alt prøveutstyr, inkludert liner og annet hjelpeutstyr, skal være tørt og fritt for alle forurensende stoffer. ”Prøvetyv” og beholder og/eller flasker skal skylles med det produkt det skal tas prøve av. ”Prøvetyven” må ha en design som gjør det mulig å ta prøver på nøyaktig ønsket nivå, og at den kan trekkes opp uten å forurense prøven.

3 Under prøvetaking må prøven i størst mulig utstrekning beskyttes mot sol, regn og andre klimatiske forhold som kan skade prøven. Prøvebeholdere og flasker må lukkes og merkes umiddelbart etter at prøver er tatt.

4 Ekspansjonsvolum må tillates i beholdere og flasker. Prøvebeholdere må ikke fylles mer enn 80%.

5 Alt utstyr for prøvetaking skal være av gnistsikkert materiale. Er noen del av metall, må dette være jordnet av hensyn til faren for utladning av statisk elektrisitet. Ellers må alt utstyr som brukes være av ikke-ledende materiale.

6 Om det under eller etter prøvetaking er mistanke om at en eller flere prøver ikke er representative, må ny prøve eller nye prøver tas.

7 Skal det tas prøver i flere nivåer, skal den øverste prøve tas først og de øvrige suksessivt nedover i tanken.

Det finnes prosedyrer og metoder for prøvetaking og prøvebehandling. En av disse er:

ASTM D4057 Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products
Denne metoden gjelder prosedyrer for manuell prøvetaking, for å få representative prøver av flytende petroleumsprodukter, delvis flytende, eller i fast form med damptrykk, ved omgivende temperatur, under 101 kPa (14,7 psia).

Representative prøver av petroleum og petroleumsprodukter er nødvendig for bestemmelse av kjemiske og fysiske egenskaper, som brukes til å etablere standard volumer, priser og samsvar mellom kommersielle og regulerende spesifikasjoner.

Etterfølgende benevnelser av prøver er fritt oversatt fra *ASTM D4057 Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*.

Topp prøve: Prøve tatt fra et nivå som ligger 15 cm under væskeoverflaten.

Øvre prøve: Prøve tatt fra et nivå som ligger 5/6 av produktets høyde over bunnen.

Midtprøve: Prøve tatt fra et nivå som ligger halvparten (3/6) av produktets høyde over bunnen.

Nedre prøve: Prøve tatt fra et nivå som ligger 1/6 av produktets høyde over bunnen.

Utløpsprøve: Prøve tatt fra nivå som tilsvarer bunnen av tankenes uttaksrør (enten fast eller svingrør), men ikke høyere enn 1 meter over bunnen av tanken.

Alle nivå-prøve: En prøve tatt ved å føre en lukket ”prøvetyv”/beholder/flaske ned til et punkt så nær uttaksnivå som mulig. ”Prøvetyv”/beholder/flaske åpnes i toppen og trekkes opp med jevn hastighet slik at den er ¾ full når den når overflaten (men aldri mer enn 85% full).

Sammensatt prøve: En prøve blandet av representative prøver, i forhold til det volumet de forskjellige prøvene representerer.

En sammensatt prøve fra en tank, er en homogen blanding av for eksempel: Øvre, Midt, og Nedre prøve eller Topp, Øvre, Midt, Nedre og Utløpsprøve. For en tank som har lik størrelse i hele høyden er en sammensatt prøve en homogen blanding av like deler fra hver prøve.

Representativprøve: En prøve som representerer det totale volumet av et produkt (for eksempel fra skips- eller land-tanker). Prøven må være tatt med en presisjon som er lik eller bedre enn nøyaktigheten for den laboratorietest prøven skal analyseres etter.

Tatt riktig er en alle nivå-prøve (fra en tank som har lik størrelse i hele høyden) og en sammensatt prøve representative prøver.

6. Resultater og diskusjon

6.1 Generelt

Spillolje er analyseteknisk et "utfordrende produkt". Forurensninger som vann og partikler, og varierende prøvematriks gjør enkelte av analysemetodene utfordrende. Det er vanskelig å finne passende kontroll-/kalibreringsprøver som har en matriks som er tilfredsstillende i forhold til matriks i spillolje. For metodene der dette er spesielt kritisk bør det vurderes om laboratoriene skal benytte samme kontroll-/kalibreringsoljer.

Generelt kan det ikke garanteres korrelasjon mellom oppnådde resultater for en parameter, når ulike testmetoder og/eller test apparater er anvendt. Ingen av laboratoriene i "refusjonsordningen" har sammenfallende metoder eller utstyr, selv om analyseprinsippet er likt for et par metoder. (Vannbestemmelse: Karl Fischer og Halogenbestemmelse: Forbrenning med etterfølgende titrering).

Det vil alltid være en viss usikkerhet i et analyseresultat. For de fleste analysemetoder er det derfor utarbeidet data for denne usikkerheten. Vanligvis er denne usikkerheten definert som:

repetierbarhet (samme operatør i samme lokalitet): r

og

Reproduserbarhet (forskjellige operatører i forskjellige lokaliteter): R

Opplysninger om metodenes reproduserbarhet bør gjengis i analyserapportene. På forespørsel kan eventuelt laboratoriets interne usikkerhet oppgis, med samme enhet som måleresultatet.

6.2 Likheter og forskjeller ved de enkelte metodene

6.2.1 Flammepunkt

Generelt vil alle analysemetoder for flammepunkt påvirkes av et eventuelt vanninnhold.

Vann gir ved oppvarming en ikke brennbar damp som vil påvirke analysen slik at flammepunktet ikke blir registrert eller at resultatet blir en ukorrekt høy verdi.

Tilsvarende skjer også hvis prøven inneholder andre komponenter som ikke gir en brennbar damp, for eksempel halogenerte hydrokarboner.

Et par anmerkninger kan knyttes til enkelte av metodene.

ASTM D6450 Flammepunkt med Continuously Closed cup (CCCFP)

Enkelte brukere av analyseinstrumentet knyttet opp til denne metoden, har erfaring for at små mengder lett-flyktige forbindelser ikke alltid detekteres.

ASTM D93A Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Denne metoden har to prosedyrer: Prosedyre A og Prosedyre B. Prosedyre A gjelder nye smøreoljer, Prosedyre B gjelder brukte smøreoljer. (I noen metoder beskrives tre prosedyrer: Prosedyre C, for biodiesel).

Fortrinnsvis bør prosedyre B anvendes for denne type oljer.

Metode:

ASTM D93 Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Er samme metode som:

NS-EN ISO 2719 Bestemmelse av flammepunkt - Pensky-Martensmetoden med lukket digel

Som igjen er samme metode som:

IP 34 Determination of closed flash point - Pensky-Martens method

6.2.2 Totalt organisk halogen

Det finnes mange metoder for bestemmelse av halogen, men de fleste omhandler bestemmelse av klor i vann.

For de aktuelle oljerelaterte metodene gjelder den samme forbehandlingen: Vannløslige, uorganiske halogenforbindelser må fjernes for ikke å påvirke analyseresultatet. Dette gjøres for eksempel ved å ekstrahere prøven med vann. Dette krever at olje og vann separerer.

De metodene som egner seg for totalt halogener i spilloljer bygger i de fleste tilfellene på det samme prinsippet. Avbrenning av prøven etterfulgt av en titrering.

Ved analysering av klor/halogen rapporteres dette ofte som total mengde klor, som et analytisk mål for halogener. I mange tilfeller er det total mengden med halogener som analyseres, ikke bare klor.

Et par anmerkninger kan knyttes til enkelte av metodene.

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content – Oxidativ microcoulometric method

Instrumentet kan utstyres med titrercelle for jodometrisk bestemmelse av svovel.

IP 510 Petroleum products —Determination of organic halogen content — Oxidative microcoulometric method

Samme metode som:

SS 15 5118 Petroleumsprodukter - Bestemmelse av totalinnhold og innhold av organisk bundet halogen med mikrocoulometri

Samme metode som:

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content – Oxidativ microcoulometric method

Metodene for bestemmelse av totalt innhold av halogen er basert på det samme analyseprinsippet, oksidativ mikrocoulometri.

6.2.3 Totalt svovelinnhold

De mest anvendbare analyseprinsippene for bestemmelse av svovelinnhold, påvirkes av andre forbindelser i oljene og av oljenes matriks.

Halogeninnhold over ca 3 500 mg / kg forstyrrer metodene som er basert på ultrafiolett fluorescens.

Metoder som er basert på røntgenfluorescens kan påvirkes av C/H masseforholdet og elementer som bly, silikon, fosfor, kalsium, kalium og halogener. For denne type metoder advares det og anbefales tolking av analyseresultatene hvis prøvematriks er signifikant forskjellig fra kalibreringsprøvene angitt i metodebeskrivelsen.

Det ene av de akkrediterte laboratoriene har i tillegg observert at jern og sink påvirker analyseresultatet.

Et par anmerkninger kan knyttes til enkelte av metodene.

ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

Metodebeskrivelsen poengterer krav til prøvematriks, at den bør være mest mulig identisk med de oljene som brukes til kalibrering og kontroll. Det laboratoriet som i dag følger denne metoden, korrigerer for et eventuelt innhold av jern og sink - som en funksjon av svovelinnholdet. Denne korreksjonen kan være en feilkilde, hvis prøven ikke inneholder jern og/eller sink.

ISO 4260 Petroleum products and hydrocarbons -- Determination of sulfur content -- Wickbold combustion method

Samme metode som:

DS/EN 24260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur contents - Wickbold combustion method

Samme metode som:

IP 243 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content -- Wickbold combustion method

Disse metodene er ikke egnet for å måle svovel i motorolje til tunge kjøretøy (heavy-duty engine oils).

NS-EN ISO 8754 Petroleum products -- Determination of sulfur content -- Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry

Samme metode som:

IP 336 Petroleum products - Determination of sulfur content - Energy-dispersive-X-ray fluorescence method

Disse metodene er egnet for svovelanalyse av baseoljer

6.2.4 Totalt vanninnhold

Det mest brukte analyseprinsippet for vannbestemmelse i oljer, er basert på titrering med Karl Fischer-reagenser. Det er utarbeidet en rekke analysemetoder basert på dette prinsippet. Mange av disse tar utgangspunkt i bestemmelse av vann i råolje, uten at det i metodebeskrivelsen spesifikt står at metoden ikke kan anvendes på andre oljeprodukter. En "svakhet" ved Karl Fischer titrering er at en rekke stoffer, og klasser av forbindelser, knyttet til kondensering eller oksidasjons-reduksjons reaksjoner, interfererer med denne metoden. For eksempel merkaptan og hydrogensulfid. Interferens fra merkaptansvovel følger den teoretisk støkiometrien av 1 til 0,28 som vil si 1000 ppm merkaptan svovel kan generere en respons ekvivalent med 280 ppm vann.

Interferensen fra H₂S svovel følger den teoretisk støkiometrien av 1 til 0,56 som vil si 1000 ppm hydrogenulfid svovel kan generere en respons ekvivalent med 560 ppm vann. Ved merkaptan og hydrogenulfid nivå mindre enn 0,05% (m/m) som svovel, er interferensen ubetydelig for bestemmelse av vann i området 0,05% (m/m) til 2,00% (m/m).

Et par anmerkninger kan knyttes til enkelte av metodene.

ASTM D1744 Standard Test Method for Determination of Water in Liquid Petroleum Products by Karl Fischer Reagent

Denne analysemetoden ble trukket tilbake av ASTM i 2000. Denne metoden bør derfor utgå.

ASTM D4377 Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration

Denne metoden er en av mange, som i utgangspunktet beregner for råolje.

ASTM D6304 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration

I denne metoden elimineres matriks interferens fra bla svovelforbindelser ved at metoden også omfatter indirekte analyse av vann. Vann fjernes termisk fra prøven og over i en Karl Fischer titreringscelle.

ISO 3733 Petroleum products and bituminous materials -- Determination of water -- Distillation method

Samme metode som:

IP 74 Determination of water content of petroleum -- Distillation method

Samme metode som:

ASTM D95 Standard test metode for vann i petroleumsprodukter og bituminøse materialer ved destillasjon

Disse metodene anvendes ved store mengder vann i prøvene. Målenøyaktigheten er avhengig av "vannfellen", 10 eller 25ml, som benyttes for å samle opp overdestillert vann.

Metoder basert på titrering med Karl Fischer-reagenser kan anvendes ved lavt vanninnhold (under 2% (m/m)). Ved høyt vanninnhold (over 2% (m/m)) kan bestemmelse av vann ved destillasjon, med fordel benyttes.

I tabellene 1 til 4 nedenfor fremkommer noen likheter og forskjeller mellom aktuelle metoder.

Metode: Flammepunkt (flpt.)	ASTM D6450 Standard Test Method for Flash Point by Continuously Closed Cup (CCCFP)	ASTM D93 A Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester	ASTM D93 B Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester
	<i>Anvendes i dag</i>	<i>Anvendes i dag</i>	
Testområde	10 til 250°C	40 til 360°C	40 til 360°C
Presisjon Repeterbarhet: r	1,9 °C	A(v/ flpt.100 °C) : 2,9°C / B: 5°C	A(v/ flpt.100 °C) : 2,9°C / B: 5°C
Reproduserbarhet: R	3,1 °C	A(v/ flpt.100 °C) : 7,1°C / B:10°C	A(v/ flpt.100 °C) : 7,1°C / B:10°C
Teststart før forventet flpt.	18°C før forventet flpt.	18°C før forventet flpt.	18°C før forventet flpt.
Prøve mengde/volum	1 ml	70ml	70ml
Oppvarmingshastighet	forhåndsdefinert temperaturøkingsfrekvens	Prosedyre A:5 - 6°C/min Prosedyre B:1 - 1,6 °C /min	Prosedyre A:5 - 6°C/min Prosedyre B:1 - 1,6 °C /min
Rørehastighet	250 – 270 r.p.m	Prosedyre A: 90 - 120 r.p.m Prosedyre B: 250+/-10 r.p.m	Prosedyre A: 90 - 120 r.p.m Prosedyre B: 250+/-10 r.p.m
Interferens og lignende.	Ikke-brennbare stoffer som avdamper før registrering av flammepunkt	Ikke-brennbare stoffer som avdamper før registrering av flammepunkt	Ikke-brennbare stoffer som avdamper før registrering av flammepunkt
Tennkilde	Gnist	Gassflamme/glødetråd	Gassflamme/glødetråd
Lufttilførsel	1,5 ml luft blåses inn i testkammer etter hver test	Noe utlufting når tennkilden dyppes ned i koppen, når spjeldet i lokket åpnes	Noe utlufting når tennkilden dyppes ned i koppen, når spjeldet i lokket åpnes

Tabell 1: Flammepunkt

Metode: Totalt organisk halogen	DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat	NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content –Oxidativ microcoulometric method		
	<i>Anvendes i dag</i>	<i>Anvendes i dag</i>		
Testområde	50 – 1000ppm			
Presisjon	Repetisjonsbarhet:			
R	Reproduserbarhet:			
Prøve mengde/volum	1,5 g			
Forbehandling	Ja, for å fjerne uorganisk klor	Ja, for å fjerne uorganisk halogen		
Analyseprinsipp	Forbrenning i miks av toluen/isooctan, med oksygen og hydrogen	Prøven flushes med argon inn i forbrenningskammer med oksygen		
	Absorpsjon av forbrenningsgass	Forbrenningsgassen føres etter gassvask (to trinn) til titrercella		
	Ionekromatografi for bestemmelse av mengde klorid	Coulometrisk sølv titrering, i titrercella, for å bestemme mengden halogen		
		(Instrumentet kan også utstyres med titrercelle for jodometrisk bestemmelse av svovel)		

Tabell 2: Totalt organisk halogen

Metode: Totalt svovelinnhold	DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat	ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry	ISO 4260 Petroleum products and hydrocarbons -- Determination of sulfur content -- Wickbold combustion method	NS-EN ISO 8754 Petroleum products -- Determination of sulfur content -- Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry
	<i>Anvendes i dag</i>	<i>Anvendes i dag</i>		
Testområde	0,05 – 1%.	0,05 – 5,0m/m%	1 til 10000mg/kg	0,01% (m/m) til 5% (m/m)
Presisjon Repeterbarhet: r		0,4m/m% => r = 0,016m/m%	1000mg/kg: 35 5000mg/kg: 180 10000mg/kg: 200	0,017 (X + 0,8)
Reproduserbarhet: R		0,4m/m% => R = 0,055m/m%	1000mg/kg: 130 5000mg/kg: 700 10000mg/kg: 1500	0,055 (X + 0,8)
Prøve mengde/volum	1,5 g			
Analyseprinsipp	Forbrenning med oksygen og hydrogen	Røntgen bestråling fra en radioaktiv kilde (beryllium)		
	Absorpsjon av forbrenningsgass	Prøven sender ut fluorescensstråling karakteristisk for svovel		
	Ionekromatografi for bestemmelse av mengden sulfat	En kalibrert detektor registrerer denne fluorescensstrålingen		
Interferens		Laboratoriets erfaring er at jern og sink interfererer i denne metoden, mens bly og klor interfererer neglisjerbart.		
		Laboratoriet har satt opp en kurve hvor interferensen er satt som en funksjon av svovelinnholdet, og med en maks-verdi på 0,09m/m%.		

Tabell 3: Svovelinnhold

Metode: Totalt vanninnhold	ASTM D1744 Standard Test Method for Determination of Water in Liquid Petroleum Products by Karl Fischer Reagent	ASTM D4377 Standard Test Method for Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration	ASTM D6304 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration	ISO 3733 Petroleum products and bituminous materials -- Determination of water -- Distillation method = IP 74 = ASTM D95
	<i>Anvendes i dag</i>	<i>Anvendes i dag</i>		
Testområde	50 til 1000mg/kg	0,02 til 2%	10 til 25000mg/kg	0 til 25%
Presisjon Repeterbarhet: r		$0,032 X^{1/3} / 0,034 X^{1/3}$	$0,0381 X^{0,6}$ masse%	0 til 1,0ml vann i prøven: 0,1ml 1,1 til 25ml vann i prøven: 0,1ml eller 2%
Reproduserbarhet: R		$0,095 X^{1/3} / 0,111 X^{1/3}$	$0,4243 X^{0,6}$ masse%	0 til 1,0ml vann i prøven: 0,2ml 1,1 til 25ml vann i prøven: 0,2ml eller 10%
Analyseprinsipp	Potesiometrisk titrering med Karl Fischer reagens	Potesiometrisk titrering med Karl Fischer reagens	Titrering med Karl Fischer-reagenser	Vann-destillasjon
Interferens/målefeil pga:	Merkaptan, hydrogensulfid	Merkaptan, hydrogensulfid		

Tabell 4: Vanninnhold

6.3 Prøvehåndtering og prøvetaking

I den ideelle verden bør prøveopparbeidelse og analytiske teknikker velges med utgangspunkt i kunnskap om den brukte oljens fysiske sammensetning (f.eks, vanninnhold) og forstyrrende (interfering) kjemikalier/stoffer/forbindelser.

Dette kan være vanskelig, til det har spilloljer en alt for kompleks sammensetning av mer eller mindre ukjent opphav. De fleste av returoljene har vært additiverte. Disse additivene er til stede i mer eller mindre grad i spilloljene. Mange av disse additivene inneholder stoffer som kan påvirke analyseresultatet, siden de inneholder stoffer som: svovel, nitrogen og en rekke metallforbindelser. (Som eksempel: alkylsulfider, metallthiosulfat, metallsulfonat, organiske komplekser som inneholder nitrogen og svovel, metall-triborat, aromatiske aminer osv).

Med sin komplekse sammensetning av brukte smøreoljer, mer eller mindre additivert, kan det være vanskelig å forbehandle prøvene utover normale rutiner for god laboratoriepraksis. For eksempel er det viktig at prøveflasken ikke åpnes unødvendig, slik at flyktige stoffer kan fordampe. Og at de lagres kjølig/temperert og at de homogeniseres før analyse.

Spillolje inneholder forurensninger som kan påvirke et analyseresultat. En validering av tiltak som kan redusere feilkilder og usikkerheter kan være en løsning. For eksempel kunne oljene sentrifugeres eller filtreres (gjennom et spesifisert filter) for å fjerne vann og faste forurensninger før analysering av noen av parametrene.

Det stilles krav om godkjenning av de som skal analysere spillolje. For å sikre at prøvene som skal analyseres er representative for den beholdningen de representerer, bør det også stilles krav til prøvetaking og prøvebehandling, fram til laboratoriet.

ASTM D4057 Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products kan være et utgangspunkt for en slik presisering. Betydningen av nøyaktighet i forbindelse med prøvetaking kan ikke poengteres sterkt nok. Det mest nøyaktig utførte analysearbeid kan være verdiløst dersom de prøver analysen blir foretatt på ikke er gode nok.

6.4 Instrumentering/investering

I dagens marked finnes det et utall analyseinstrumenter, fra en rekke forskjellige produsenter, som dekker hver enkelt av de parametrene som inngår i "refusjonsordningen". Siden det kan være stort sprang i instrumentteknologi, så er det også et stort sprang i priser. Fra de rimeligste manuelt opererte, til de dyreste, mest avanserte datastyrt instrumenter.

Prisspranget kan være fra et par hundre tusen til det firedobbelte.

Når det gjelder investeringer er det mange forhold som spiller inn, av lokal selskapsmessig karakter. Hvilken analysemetode skal velges, hva passer inn i det prøvetilfanget vi har, antall prøver, økonomi, bemanning osv. Forhold dette prosjektet ikke har hatt innsyn i.

6.5 Metodevalg

Spillolje er et "oljeprodukt" som kan være vanskelig å analysere. Årsaken er den komplekse sammensetningen. Mange av returoljene inneholder additiver og forurensninger som kan påvirke måleresultatet.

Det finnes mange metoder som dekker de aktuelle analyseområdene. Forskjellene mellom enkelte metoder kan være av betydning for resultatet, mens andre forskjeller er uten betydning.

De analysemetodene som anvendes i dag, er vurdert opp mot andre metoder. Utgangspunktet for vurderingen er at dagens instrumentpark skal benyttes. Det har ført til en liste med anbefalte analysemetoder, og en tilleggs liste med alternative metoder. Begge disse bør inngå i "Refusjonsordningen for spillolje".

6.5.1 Flammepunktet

Anbefalt metode:

NS-EN ISO 2719 Bestemmelse av flammepunkt - Pensky-Martens metode med lukket digel. Prosedyre B.

Samme metode som:

IP 34 Determination of closed flash point - Pensky-Martens method

Samme metode som:

ASTM D93B Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

Alternativ:

ASTM D6450 Flammepunkt med Continuously Closed cup (CCCFP)

ASTM D93A Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

6.5.2 Totalt organisk halogen

Anbefalt metode:

DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat.

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content –Oxidativ microcoulometric method

Samme metode som:

IP 510 Petroleum products —Determination of organic halogen content — Oxidative microcoulometric method

Samme metode som:

SS 15 5118 Petroleumprodukter - Bestämning av totalhalt och halt organiskt bunden halogen med mikrocoulometri

6.5.3 Totalt svovelinnhold

Anbefalt metode:

ISO 4260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content – Wickbold combustion method

Samme metode som:

EN 24260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur contents Wickbold combustion method

Samme metode som:

IP 243 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content – Wickbold combustion method

DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat.

Alternativ:

ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

NS-EN ISO 8754 Petroleum products -- Determination of sulfur content -- Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry

Samme metode som:

IP 336 Petroleum products - Determination of sulfur content - Energy-dispersive-X-ray fluorescence method.

6.5.4 Totalt vanninnhold

Anbefalt metode:

ASTM D6304 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration. Ved lavt vanninnhold, under 2 masse-%.

Ved store vannmengder (2 til 20 masse-%) kan følgende metoder anvendes:

ISO 3733 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water – Distillation method

Samme metode som:

ASTM D95 Standard test metode for vann i petroleumsprodukter og bituminøse materialer ved destillasjon

Samme metode som:

IP 74 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water - Distillation method

Alternativ:

ASTM D4377 Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration

Ved lavt vanninnhold, under 2 masse-%.

Same metode som:

IP356 Crude petroleum - Determination of water - Potentiometric Karl Fischer titration method

Alle metodebeskrivelser er jevnlig gjenstand for revisjoner. I de tilfeller der kravspesifikasjonen oppdateres årlig, kan det være på sin plass å oppgi gjeldende årgang for metodene. Alternativt kan man i kravspesifikasjonen enten ”låse” en metode med et gitt årstall, eller skrive ”siste gyldige utgave”. Ovenfor er det derfor ikke angitt noe år for utgivelse av metodene.

7. Konklusjon

I refusjonsordningen for spilloljen skal følgende parametre bestemmes:

- *Flammepunktet, skal være høyere enn 70°C.*
- *Organisk halogen, skal være mindre enn 500 mg/kg totalt organisk halogen.*
- *Svovelinhold, skal være mindre enn 0,6 % totalt svovel.*
- *Vanninnhold, skal rapporteres i vekt-%.*

De metodene som skal dekke disse kravene må derfor dekke måleområder utover dette.

Spillolje er et utfordrende ”produkt” å analysere. Noe av utfordringen ligger i at prøvematriks varierer, som en funksjon av oljesammensetningen på de oljene som returneres. For metodene der dette er spesielt kritisk bør det vurderes om laboratoriene skal benytte samme kontroll-/kalibreringsoljer.

Det stilles krav om godkjenning (*Norsk Standard NS-EN ISO/IEC 17025 Generelle krav til prøvings- og kalibreringslaboratoriets kompetanse*) av laboratoriene som skal analysere spillolje. Skal analyseresultatene fra flere laboratorier kunne sammenlignes, bør det også stilles krav til prøvetaking og prøvebehandling, fram til laboratoriet. Slik at homogene og representative prøver blir resultatet.

Det fremkommer ikke alltid i en metodebeskrivelse hvilke produktsegment metoden dekker. I *NS-EN ISO/IEC 17025* er det krav til at alle metoder og analyseinstrumenter valideres før de blir tatt i bruk.

Det anbefales at det gjennomføres en validering av metoder og analyseinstrumenter i henhold til kravene i *NS-EN ISO/IEC 17025*, før metodene nedfelles som et krav.

Etter en samlet vurdering av de metoder som i dag er akkrediter og andre alternativer er konklusjonen at følgende analysemetoder bør inngå i vilkårsdokumentet:

7.1 Anbefalte metoder:

7.1.1 Flammepunktet

NS-EN ISO 2719 Bestemmelse av flammepunkt - Pensky-Martens metode med lukket digel. Prosedyre B.

Samme metode som:

IP 34 Determination of closed flash point - Pensky-Martens method

Samme metode som:

ASTM D93B Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

7.1.2 Totalt organisk halogen

DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat.

NS-EN 14077 Petroleum products – Determination of Organic Halogen content –Oxidativ microcoulometric method

Samme metode som:

IP 510 Petroleum products —Determination of organic halogen content — Oxidative microcoulometric method

Samme metode som:

SS 15 5118 Petroleumprodukter - Bestämning av totalhalt och halt organiskt bunden halogen med mikrocoulometri

7.1.3 Totalt svovelinnhold

ISO 4260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content – Wickbold combustion method

Samme metode som:

EN 24260 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur contents Wickbold combustion method

Samme metode som:

IP 243 Petroleum products and hydrocarbons - Determination of sulfur content – Wickbold combustion method

DIN 51 408 Bestemmelse av organisk bundet klor og svovel etter forbrenning i Wichbold-apparat.

7.1.4 Totalt vanninnhold

ASTM D6304 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration. Ved lavt vanninnhold, under 2 masse-%.

Ved store vannmengder (2 til 20 masse-%) kan følgende metoder anvendes:

ISO 3733 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water – Distillation method

Samme metode som:

ASTM D95 Standard test metode for vann i petroleumsprodukter og bituminøse materialer ved destillasjon

Samme metode som:

IP 74 Petroleum products and bituminous materials - Determination of water - Distillation method

7.2 Alternative metoder:

7.2.1 Flammepunktet

ASTM D6450 Flammepunkt med Continuously Closed cup (CCCFP)

ASTM D93A Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

7.2.2 Totalt svovelinnhold

ASTM D4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

NS-EN ISO 8754 Petroleum products -- Determination of sulfur content -- Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry

Samme metode som:

IP 336 Petroleum products - Determination of sulfur content - Energy-dispersive-X-ray fluorescence method.

7.2.3 Vanninnhold

ASTM D4377 Water in Crude Oils by Potentiometric Karl Fischer Titration

Ved lavt vanninnhold, under 2 masse-%.

Same metode som:

IP356 Crude petroleum - Determination of water - Potentiometric Karl Fischer titration method

8. Referanser

American Society for Testing and Materials (ASTM): www.astm.org

European Committee for Standardization (CEN): www.cen.eu

European Standard (EN): www.cen.eu

International Organization of Standardization (ISO): www.iso.org

Norsk Standard (NS): www.standard.no

Refusjonsordningen for spillolje. Vilkår for refusjon / tilskudd for mottak av spillolje. 23. november 2005.

Utførende institusjon Petrotest AS	ISBN-nummer (Frivillig å bruke)
---------------------------------------	------------------------------------

Oppdragstakers prosjektansvarlig Lars-Ivar Haslerud	Kontaktperson i Klima- og forurensningsdirektoratet Isabelle Thélin	TA-nummer 2736/2010
		SPFO-nummer

	År 2010	Sidetall 40	Klima- og forurensningsdirektorat ets kontraktnummer 3010067
--	------------	----------------	---

Utgiver Petrotest AS	Prosjektet er finansiert av Klima- og forurensningsdirektoratet
-------------------------	--

Forfatter(e) Lars-Ivar Haslerud
Tittel - norsk og engelsk Refusjonsordningen for spillolje - Vurdering av analysemetoder for bestemmelse av kvalitetsegenskaper i spillolje Reimbursement for waste oil – Evaluation of analytical methods for determining the quality characteristics of waste oil
Sammendrag – summary I vilkårsdokumentet: "Refusjonsordning for spillolje, vilkår for refusjon/tilskudd for mottak av spillolje" av 23.november 2005 er det ikke angitt analysemetoder for bestemmelse av de kvalitetsparametrene som inngår i ordningen. Dette prosjektet har vurdert analysemetoder for bestemmelse av: Flammepunkt, Totalt svovelinnhold, Totalt organisk halogen og Totalt vanninnhold i spillolje, og konkludert med en anbefalt liste av analysemetoder og en liste med alternative metoder. In terms of the document: "Reimbursement for Waste Oil" by 23. November 2005, there are no analytical methods for determination of the quality parameters that are included in the scheme. This project has evaluated the analytical methods for determination of: Flash point, Total sulfur content, Total organic halogen and Total water content in waste oil, and concluded with a recommended list of analytical methods and a list of alternative methods.

4 emneord Refusjonsordning, Spillolje, Analysemetoder, Kvalitetsegenskaper	4 subject words Reimbursement, Waste oil, Analytical methods, Quality properties
---	---