

**PÕLEVKIVIÕLID**

**Tahkete lisandite ja tuhasuse määramise meetod**

**Shale oils**

**Method for determination of sediment content and ash**

## EESTI STANDARDI EESSÕNA

See Eesti standard on

- standardi EVS 652:1994 uustöötlus;
- jõustunud sellekohase teate avaldamisega EVS Teataja 2020. aasta juulikuu numbris.

Standardi koostamise ettepaneku on esitanud tehniline komitee EVS/TK 57 „Põlevkivi ja põlevkiviproduktide töötlemine“, standardi koostamist on korraldanud Eesti Standardikeskus ning rahastanud Majandus- ja Kommunikatsiooniministeerium ja osaliselt rahastanud TalTech Virumaa Kolledži Põlevkivi Kompetentsikeskus.

Standardi uustöötlust on koostanud EVS/TK 57 juurde moodustatud töörühm, mille koosseisu kuulusid Tallinna Tehnikaülikooli Virumaa Kolledži Põlevkivi Kompetentsikeskuse kütuste tehnoloogia teadus- ja katselaboratooriumi töötajad: O. Pihl (laborijuhataja), H. Riisalu (vanemteadur), M. Tšepelevitš (keemiainsener), O. Ademson (laborant). Kavandi ekspertiisi on teinud J. Obolonskaja (Enefit Energiatootmine AS, keemialabori juhataja), E. Koidu (VKG Oil AS, keemialabori keemiainsener), O. Toom (Kiviõli Keemiatööstus, labori juhataja asetäitja), standardi on heaks kiitnud EVS/TK 57.

Standardi uustöötlustes on

- arvestatud aparatuurile ja reaktiividele kehtivate uute Euroopa ja rahvusvaheliste standarditega;
- kaasajastatud standardi teksti ja terminoloogiat, tehtud redaktsioonilisi parandusi;
- lisatud peatükk „Terminid ja määratlused“ meetodi täpsuse hindamiseks kasutatavate terminite sisu selgitamiseks;
- määratud nõuded filtripaberile kinnipeetavate osakeste diameetri kohta;
- lisatud täiendav analüüsivõimalus põlevkiviõli proovidele määratlusega „nagu vastu võetud (*as received*)“, kus ei teostata õliproovis eelnevat veesisalduse määramist, ning seda arvestav arvutusvalem.

Standardi mõni osa või mõni standardis kirjeldatud lahendus võib olla patendiõiguse objekt. EVS ei vastuta sellis(t)e patendiõigus(t)e väljaselgitamise ega selgumise eest.

Tagasisidet standardi sisu kohta on võimalik edastada, kasutades EVS-i veebilehel asuvat tagasiside vormi või saates e-kirja meiliaadressile [standardiosakond@evs.ee](mailto:standardiosakond@evs.ee).

ICS 75.160.20

### Standardite reprodutseerimise ja levitamise õigus kuulub Eesti Standardikeskusele

Andmete paljundamine, taastekitamine, kopeerimine, salvestamine elektroonsesse süsteemi või edastamine ükskõik millises vormis või millisel teel ilma Eesti Standardikeskuse kirjaliku loata on keelatud.

Kui Teil on küsimusi standardite autorikaitse kohta, võtke palun ühendust Eesti Standardikeskusega: Koduleht [www.evs.ee](http://www.evs.ee); telefon 605 5050; e-post [info@evs.ee](mailto:info@evs.ee)

**SISUKORD**

SISSEJUHATUS.....	4
1 KÄSITLUSALA.....	5
2 NORMIVIITED.....	5
3 TERMINID JA MÄÄRATLUSED.....	5
4 TAHKETE LISANDITE MÄÄRAMINE.....	5
4.1 Meetodi olemus.....	5
4.2 Proovivõtmine.....	5
4.3 Aparatuur, reaktiivid ja materjalid.....	5
4.4 Katseks ettevalmistamine.....	7
4.5 Katse läbiviimine.....	8
4.6 Tulemuste arvutamine.....	9
4.7 Meetodi täpsus.....	9
5 TUHASUSE MÄÄRAMINE.....	10
5.1 Meetodi olemus.....	10
5.2 Aparatuur ja reaktiivid.....	10
5.3 Katseks ettevalmistamine.....	10
5.4 Katse läbiviimine.....	10
5.5 Tulemuste arvutamine.....	11
5.6 Täpsus.....	11
Kirjandus.....	12

## SISSEJUHATUS

See standard on ette nähtud tahkete lisandite ja tuhasuse määramiseks samast põlevkiviõli proovist.

Standardi algversioon EVS 652:1994 on GOST 14038-78 "Масла сланцевые. Метод определения содержания механических примесей и зольности" tõlge eesti keelde, mille koostas Põlevkivi Teadusliku Uurimise Instituut. Tõlkeversioon tingis mitmete lõikude raskesti mõistetavust, mis võib viia ebatäpsusteni analüüsi tegemisel. Aja jooksul on palju muutunud, sh ka üldised normid standardite vormistamisele. Uustöötluses on arvestatud aparatuurile ja reaktiividele kehtivate uute Euroopa ja rahvusvaheliste standarditega, standardi teksti on kaasajastatud ning uustöötluse koostamisel on lisaks arvestatud kõigi normiviidete all toodud uute dokumentidega. Ülaltoodu on alus redaktsioonilistele parandustele.

Standardi uustöötlusele on lisatud peatükk „Terminid ja määratlused“ meetodi täpsuse hindamiseks kasutatavate terminite sisu selgitamiseks. Lisatud on täiendav analüüsivõimalus põlevkiviõli proovidele määratlusega „nagu vastu võetud (*as received*)“, kus ei teostata õliproovis eelnevat veesisalduse määramist, ja seda arvestav arvutusvalem. Oluline muudatus võrreldes algversiooniga on uustöötluses kindlalt määratud nõuded filtripaberile kinnipeetavate osakeste diameetri kohta.

## 1 KÄSITLUSALA

Selles Eesti standardis kirjeldatakse tahkete lisandite ja tuhasuse määramise meetodit. See standard kehtib põlevkivi termilisel töötlemisel saadud õlide kohta.

## 2 NORMIVIITED

Allpool nimetatud dokumentidele on tekstis viidatud selliselt, et nende sisu kujutab endast kas osaliselt või tervenisti selle dokumendi nõudeid. Dateeritud viidete korral kehtib üksnes viidatud väljaanne. Dateerimata viidete korral kehtib viidatud dokumendi uusim väljaanne koos võimalike muudatustega.

EVS-EN ISO 3170. Petroleum liquids — Manual sampling

EVS-EN ISO 3696. Water for analytical laboratory use — Specification and test methods

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

## 3 TERMINID JA MÄÄRATLUSED

Standardi rakendamisel kasutatakse allpool esitatud termineid ja määratlusi.

### 3.1

#### **korduvus** (*repeatability*)

paralleelmääramiste tulemuste lahknevus, kui tulemused on saadud ühes ja samas laboratooriumis lühikese ajavahemiku vältel ühe ja sama täitja poolt, kasutades üht ja sama aparatuuri ning esinduslikke kaalutisi, mis on võetud ühest ja samast proovist

### 3.2

#### **korratavus** (*reproducibility*)

katsetulemuste (igäüks neist on paralleelmääramiste aritmeetiline keskmine) lahknevus, kui katsed on teostatud kahes laboratooriumis ühest ja samast proovist selle ettevalmistamise viimases staadiumis võetud esinduslikest portsjonitest

## 4 TAHKETE LISANDITE MÄÄRAMINE

### 4.1 Meetodi olemus

Meetod seisneb põlevkiviõli tolueeniga ekstraheerimises ja tahkete (mineraalsete ja tolueenis mittelahustuvate orgaaniliste) lisandite massiosa määramises.

### 4.2 Proovivõtmine

Teostatakse proovivõtmist standardi EVS-EN ISO 3170 kohaselt.

### 4.3 Aparatuur, reaktiivid ja materjalid

**4.3.1** Soxhleti aparaat (joonis 1), mis koosneb omavahel lihvidega ühendatud osadest:

**4.3.1.1** Kolb kuumakindlast klaasist, mahuga 250 ml, ümarapõhjaline või lamedapõhjaline, lihviga 29/32.

**4.3.1.2** Otsak tahkete ainete ekstraheerimiseks kuumakindlast klaasist, mahuga 150 ml, kärni lihviga 29/32 ja muhvi lihviga 45/40.