

INNOVHUB

STAZIONI SPERIMENTALI PER L'INDUSTRIA

Prova Interlaboratorio Gas di Raffineria 2019

Davide Faedo

18 novembre 2020

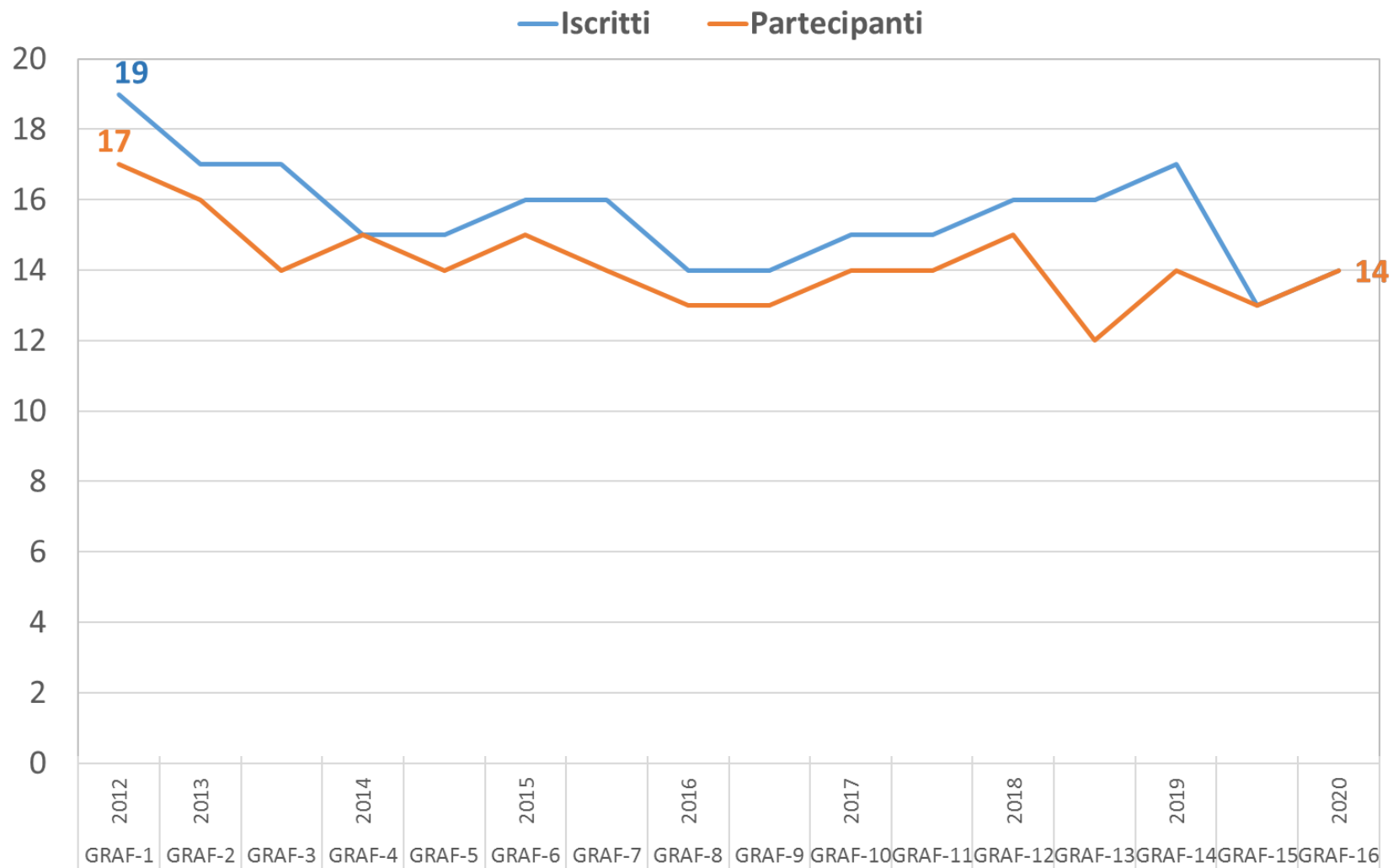
Materiale

- Materiale di riferimento certificati (CRM) in accordo alla norma ISO/IEC 17034
- Miscela sintetica di gas che simula un gas di raffineria
- 13 componenti: Idrogeno, Azoto, Monossido di carbonio, Metano, Etano, Etere, Propano, Propene, n-Butano, iso-Butano, 1-Butene, n-Pentano, iso-Pentano

Parametri

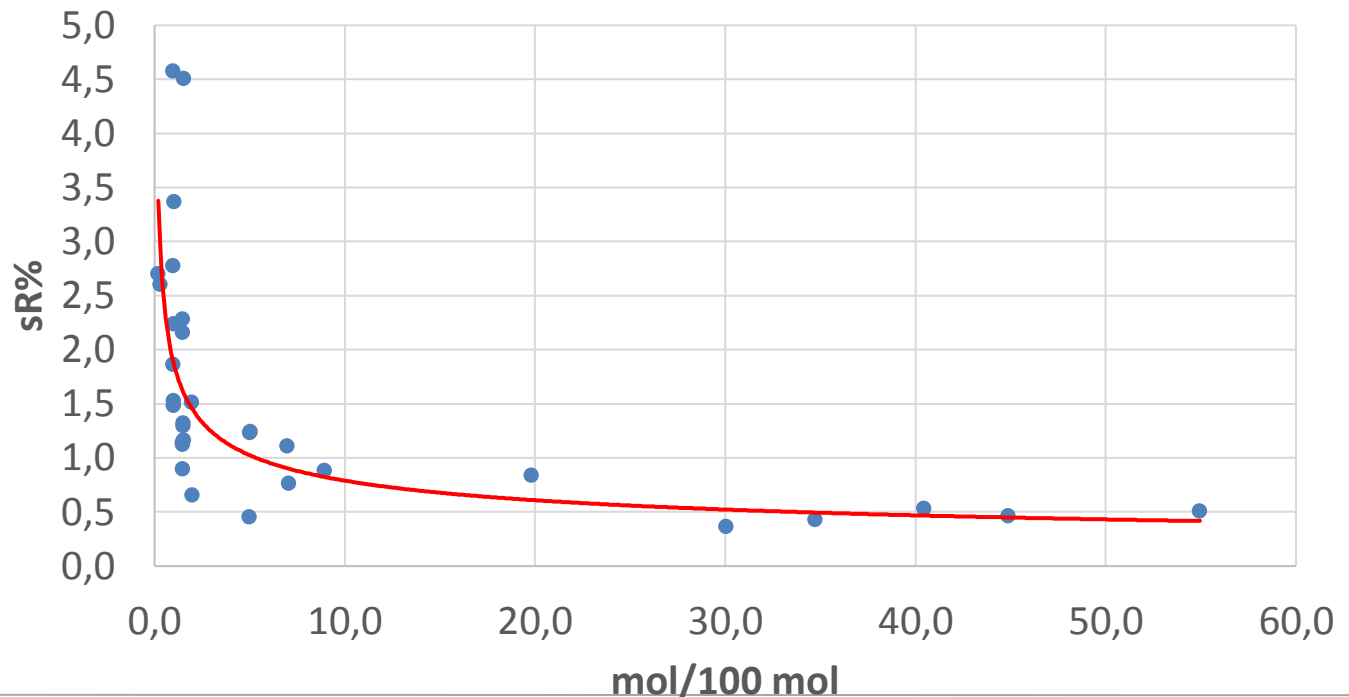
- Composizione, potere calorifico inferiore, contenuto di carbonio (metodo UNI EN 15984:2017)

Prova Interlaboratorio Gas di Raffineria 2019



Modifiche introdotte nel 2019

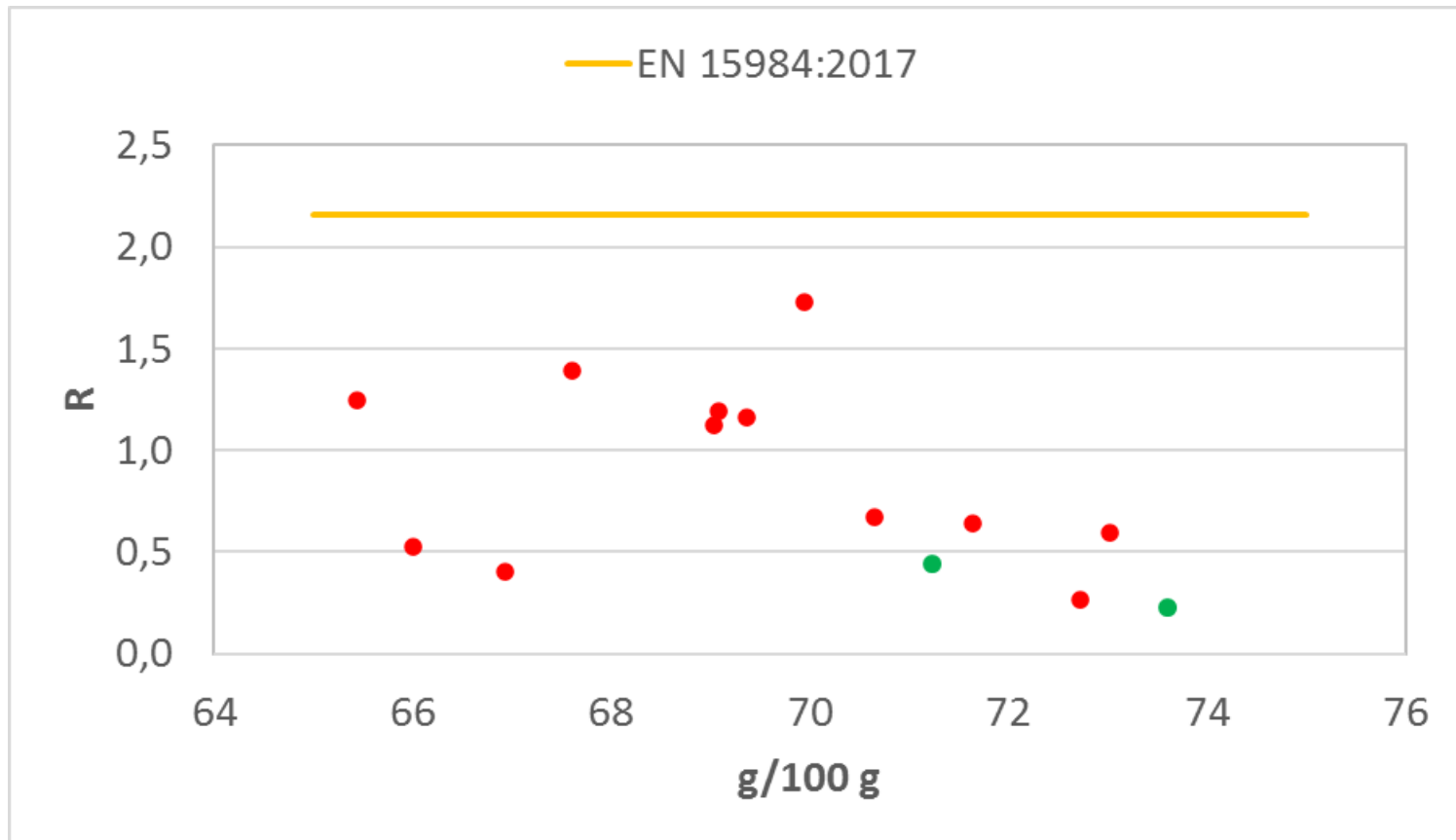
- 1) Valore assegnato: utilizzato il valore certificato della bombola (CRM)
- 2) No analisi robusta ma confronto tra un laboratorio e la sua bombola
- 3) Scarto tipo assegnato per l'analisi composizionale calcolato sulla base degli ultimi tre cicli effettuati: **GRAF 11-12-13**



Composizione delle due miscele (valori medi di preparazione)

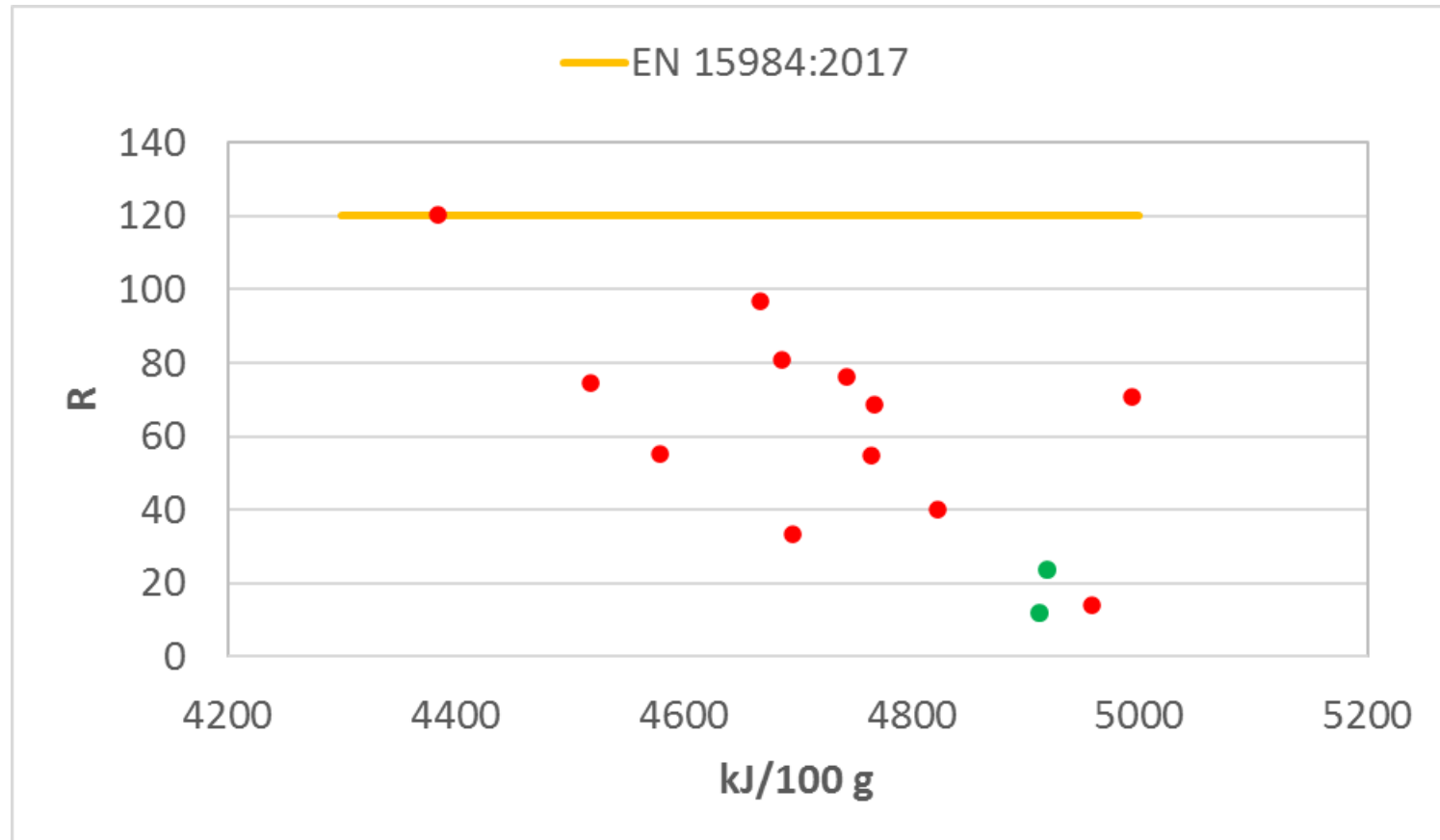
	GRAF-14		GRAF-15
Idrogeno	46,5	Idrogeno	36,0
Metano	25,4	Metano	35,5
Etano	9,0	Etene	10,0
Etene	5,1	Etano	6,0
Propano	5,0	Propene	4,0
Iso-butano	2,0	iso-Butano	2,0
Azoto	2,0	Azoto	1,5
N-butano	1,5	1-Butene	1,5
Monossido di carbonio	1,5	Propano	1,5
Propene	1,0	Monossido di carbonio	1,0
1-butene	0,5	n-Butano	0,5
N-pentano	0,3	iso-Pentano	0,3
Iso-pentano	0,2	n-Pentano	0,2

Confronto dati di precisione (in verde i dati 2019*) Contenuto di carbonio



* i dati del 2019 sono stati elaborati mediante analisi robusta per confrontarli con i precedenti

Confronto dati di precisione (in verde i dati 2019*) *Potere calorifico inferiore*



* i dati del 2019 sono stati elaborati mediante analisi robusta per confrontarli con i precedenti

INNOVHUB

STAZIONI SPERIMENTALI PER L'INDUSTRIA

Prova Interlaboratorio GPL 2019

Davide Faedo

18 novembre 2020



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA

Virtual meeting, 18 novembre 2020

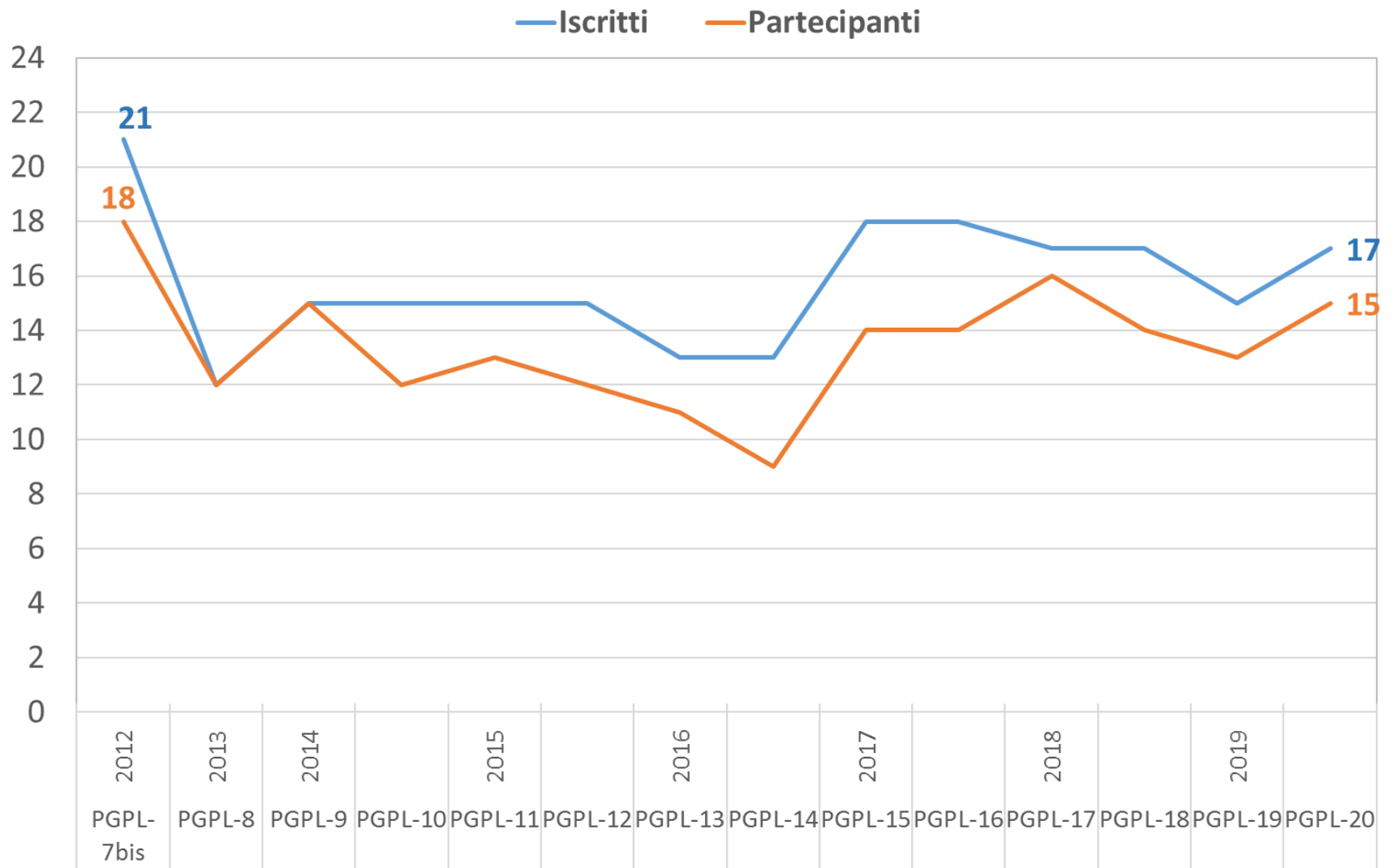
Prova Interlaboratorio PGPL 2019

Miscela sintetica (miscela gas campione standard):

7 componenti + zolfo, simulante un campione di gas di petrolio liquefatto

PGPL	8	9-10	11-12	13-14	15-16	17-18	19-20
Propano	X	X	X	X	X	X	X
Propene	X	X	X	X	X	X	X
n-Butano	X	X	X	X	X	X	X
iso-Butano	X	X	X	X	X	X	X
iso-Butene	X						
1-Butene		X	X	X	X	X	X
n-Pentano			X	X	X	X	X
1,3-butadiene				X	X	X	X
Zolfo							X
Componenti tot.	5	5	6	7	7	7	7+1

Prova Interlaboratorio PGPL 2019



Modifiche introdotte nel 2019

- 1) Valore assegnato: utilizzato il valore certificato della bombola (RM)
- 2) No analisi robusta ma confronto tra ogni laboratorio e la sua bombola
- 3) Aggiunta la determinazione dello zolfo allo scopo di verificare i dati di precisione del metodo EN 17178:2019, che riporta le seguenti note:

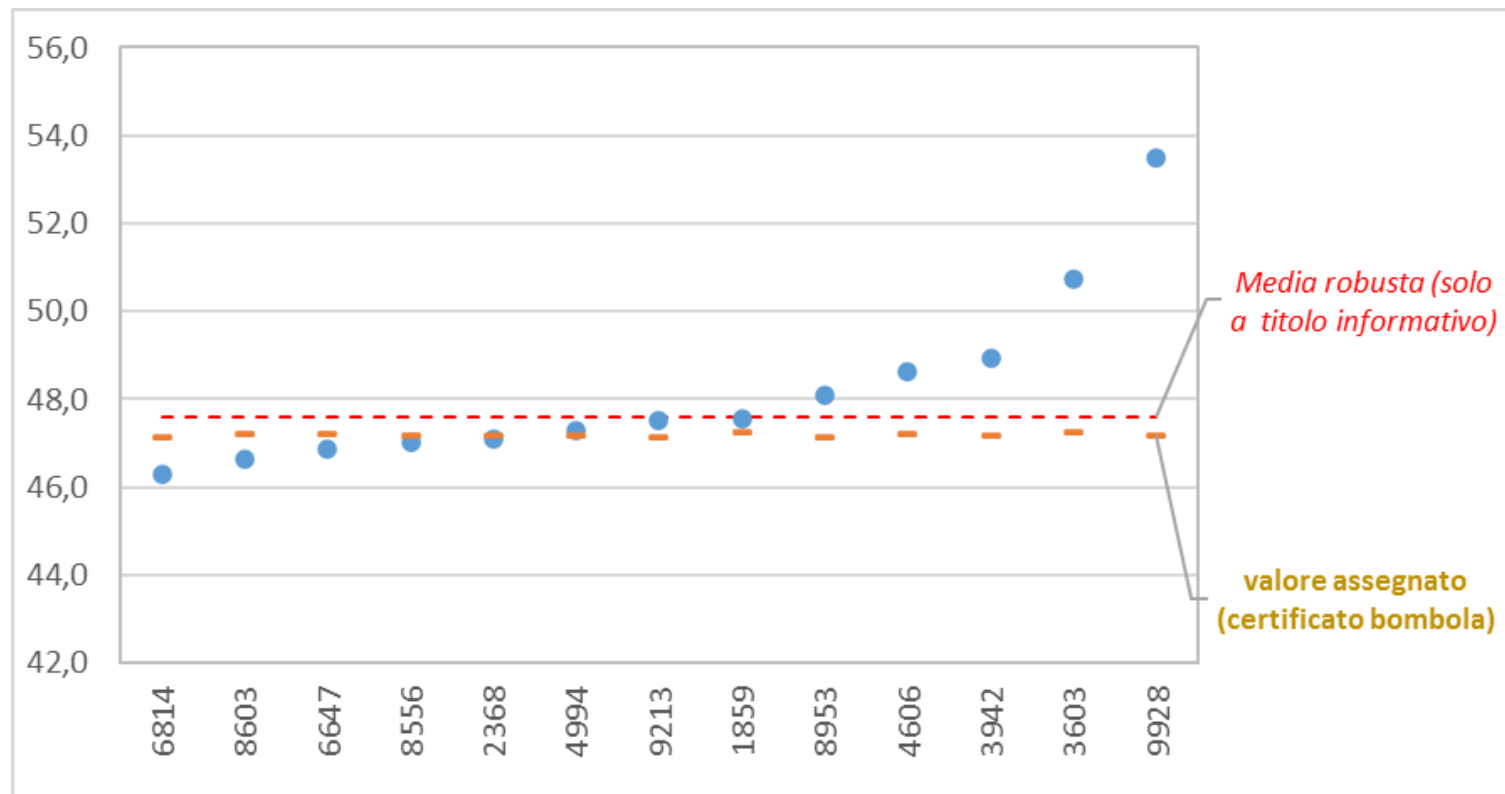
NOTE 1 The interlaboratory study and the statistical evaluation are described in detail in the CEN Research Report 2016-800 [2]. The ILS conditions were assessed and mutually agreed upon by CEN/TC 19/WG 36. For technical and logistical reasons the conditions could not be set in full accordance with EN ISO 4259 rules.

NOTE 2 The precision is under review. The current precision statement can be changed based on field experience As it was developed under ideal conditions, it should be used with caution.

- 4) Scarto tipo assegnato (per l'analisi composizionale): ricavato dalla riproducibilità del metodo EN 27941 relativa al butano commerciale, iniezione in fase gassosa

Prova Interlaboratorio PGPL 2019

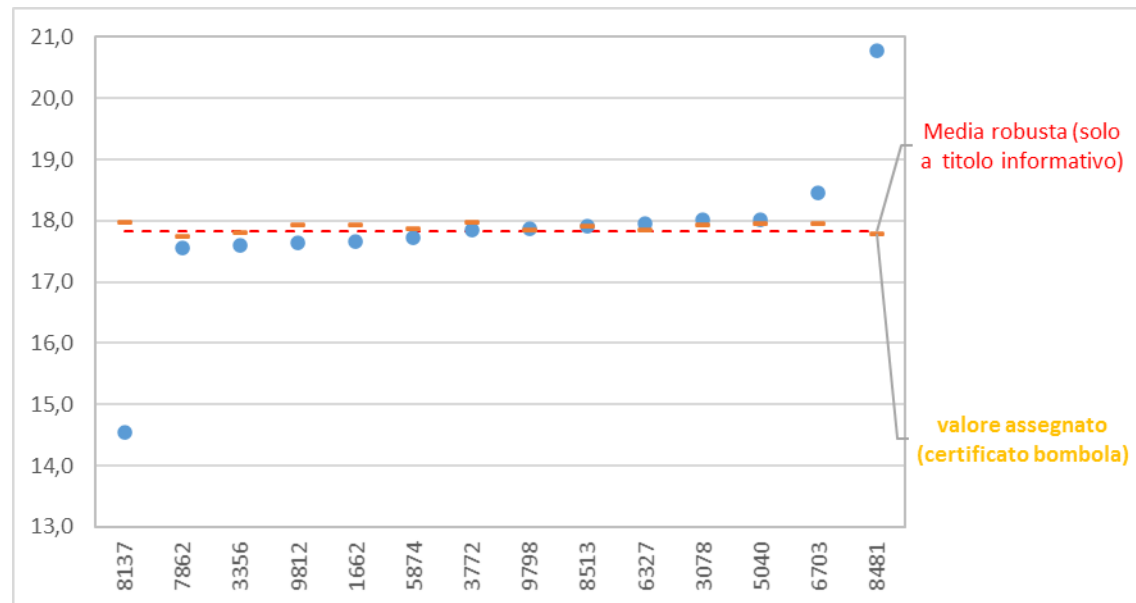
PGPL-19 (valori certificati)			
	Valore min	Valore max	Range
Propano	47,08	47,26	0,18
n-butano	52,73	52,91	0,18



Prova Interlaboratorio PGPL 2019

PGPL-20 (valori certificati)

	Valore min	Valore max	Range
Propano	37,34	37,60	0,26
Propene	0,798	0,803	0,005
n-Butano	17,75	18,00	0,25
iso-Butano	40,76	41,04	0,28
1-Butene	1,611	1,629	0,018
1,3-Butadiene	0,1022	0,1040	0,0018
n-Pentano	1,244	1,254	0,011



Prova Interlaboratorio PGPL 2019

Zolfo: risultati molto critici nella PGPL-19, in miglioramento nella PGPL-20

PGPL-19		
Codice laboratorio	Valore assegnato (mg/kg)	Risultato (mg/kg)
2368	26,6	63,7
9928	26,5	45,4
3603	26,7	2,0
6814	26,8	28,9
8953	26,7	35,8
4994	26,6	25,8
8556	26,8	28,6

PGPL-20		
Codice laboratorio	Valore assegnato (mg/kg)	Risultato (mg/kg)
9798	22,8	20,7
8137	22,1	5,1
1662	22,2	50,5
5874	22,2	22,5
9812	22,3	20,3
7862	22,0	22,4
6703	22,4	79,1
5040	22,2	24,4

PGPL-20

EN 17187: R (a 22 mg/kg) = 1,6

Forzando l'elaborazione statistica della prova (solo 5 dati validi...): R = 5,3

INNOVHUB

STAZIONI SPERIMENTALI PER L'INDUSTRIA

Prova Interlaboratorio “Bitume” 2019

Davide Faedo

18 novembre 2020



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA

Virtual meeting, 18 novembre 2020

15

Prova Interlaboratorio Bitume 2019

Partecipanti

	Anno	Iscritti	Partecipanti
BITU-1	2017/2018	27	93 %
BITU-2			100 %
BITU-3	2019	26	100 %
BITU-4			100 %

Materiali

In entrambe le prove è stato distribuito un bitume tradizionale (EN 12591)

Table 1 — Paving grade bitumen specifications for grades from 20 × 0,1 mm to 220 × 0,1 mm penetration —
Properties applying to all paving grade bitumen listed in this table

Property	Test method	Unit	20/30	30/45	35/50	40/60	50/70	70/100	100/150	160/220
Penetration at 25 °C	EN 1426	0,1 mm	20 to 30	30 to 45	35 to 50	40 to 60	50 to 70	70 to 100	100 to 150	160 to 220
Softening point	EN 1427	°C	55 to 63	52 to 60	50 to 58	48 to 56	46 to 54	43 to 51	39 to 47	35 to 43

BITU-4

BITU-3

Nella BITU-4 è stato distribuito anche un campione **di test** di bitume modificato di tipo hard (45/85 – 70).

Bitume tradizionale (EN 12591)

Parametri: in **rosso** le novità introdotte nel 2019

DENSITA' A 25 °C	EN 15326
PENETRAZIONE A 25 °C	EN 1426
PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 1427
PUNTO DI ROTTURA FRAASS	EN 12593
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ	EN ISO 2592
SOLUBILITÀ	EN 12592
RESISTENZA ALL'INDURIMENTO - VARIAZIONE IN MASSA - PENETRAZIONE RESIDUA A 25 °C - AUMENTO PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 12607-1
VISCOSITÀ DINAMICA A 60 °C*	EN 12596 EN 13302 EN 13702
VISCOSITÀ CINEMATICA A 135 °C	EN 12595
VISCOSITÀ DINAMICA A 135 °C*	EN 13302 EN 13702
DETERMINAZIONE DEL MODULO COMPLESSO DI ELASTICITÀ E DELL'ANGOLO DI FASE - REOMETRO DINAMICO DI ELASTICITÀ/SCORRIMENTO (DSR)	EN 14770

Bitume modificato (EN 14023)

Parametri: in **rosso** i parametri specifici del bitume modificato

PARAMETRO	METODO	PARTECIPANTI
PENETRAZIONE A 25 °C	EN 1426	22
PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 1427	22
PUNTO DI ROTTURA FRAASS	EN 12593	9
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ	EN ISO 2592	4
PROVA A CICLI RIPETUTI A CARICO COSTANTE E RECUPERO (MSCRT)	EN 16659	3
RESISTENZA ALL'INDURIMENTO (VARIAZIONE IN MASSA)	EN 12607-1	11
CARATTERISTICHE A TRAZIONE DEL BITUME MODIFICATO ("FORCE DUCTILITY")	EN 13589	6
RITORNO ELASTICO DI UN BITUME MODIFICATO	EN 13398	12
STABILITÀ ALLO STOCCAGGIO DI BITUMI MODIFICATI	EN 13399	9

Prova Interlaboratorio Bitume 2019

Parametro	Metodo	UM	BITU-3	BITU-4	BITU-4 mod	Valutazione della prestazione ?
Massa volumica a 25 °C	EN 15326	kg/m ³ Rrel	1045,2 4,8	- -		NO (pochi dati)
Penetrazione a 25 °C	EN 1426	0,1 mm Rrel	54,3 3,8	49,0 6,1	49,0 4,6	SI (σ_{pt} della prova)
Punto di rammollimento	EN 1427	°C Rrel	50,13 1,6	50,85 1,2		SI
Punto di rottura FRAASS	EN 12593	°C Rrel	-10,8 1,5	-8,3 1,1		SI
Punto di infiammabilità	EN ISO 2592	°C Rrel	319,9 2,8	306,4 3,8		NO (pochi dati/dispersi)
Solubilità	EN 12592	% (m/m) Rrel	- -	- -		NO (pochi dati)

Rrel: R prova / R metodo

Prova Interlaboratorio Bitume 2019

Parametro	Metodo	UM	BITU-3	BITU-4	BITU-4 mod	Valutazione della prestazione ?
Massa volumica a 25 °C	EN 15326	kg/m ³ Rrel	1045,2 4,8	- -		NO (pochi dati)
Penetrazione a 25 °C	EN 1426	0,1 mm Rrel	54,3 3,8	49,0 6,1	49,0 4,6	SI (opt della prova)
Punto di rammollimento	EN 1427	°C Rrel	50,13 1,6	50,85 1,2	76,4 8,3	SI
Punto di rottura FRAASS	EN 12593	°C Rrel	-10,8 1,5	-8,3 1,1		SI
Punto di infiammabilità	EN ISO 2592	°C Rrel	319,9 2,8	306,4 3,8		NO (pochi dati/dispersi)
Solubilità	EN 12592	% (m/m) Rrel	- -	- -		NO (pochi dati)

Rrel: R prova / R metodo

Prova Interlaboratorio Bitume 2019

Parametro	Metodo	UM	BITU-3	BITU-4	BITU-4 mod	Valutazione della prestazione ?
Massa volumica a 25 °C	EN 15326	kg/m ³ Rrel	1045,2 4,8	- -		NO (pochi dati)
Penetrazione a 25 °C	EN 1426	0,1 mm Rrel	54,3 3,8	49,0 6,1	49,0 4,6	SI (opt della prova)
Punto di rammollimento	EN 1427	°C Rrel	50,13 1,6	50,85 1,2	76,4 8,3	SI
Punto di rottura FRAASS	EN 12593	°C Rrel	-10,8 1,5	-8,3 1,1	-14,43 2,3	SI
Punto di infiammabilità	EN ISO 2592	°C Rrel	319,9 2,8	306,4 3,8		NO (pochi dati/dispersi)
Solubilità	EN 12592	% (m/m) Rrel	- -	- -		NO (pochi dati)

Rrel: R prova / R metodo

Prova Interlaboratorio Bitume 2019

Parametro	Metodo	UM	BITU-3	BITU-4	BITU-4 mod	Valutazione della prestazione ?
Resistenza all'indurimento: Variazione in massa	EN 12607-1	% Rrel	-0,048 0,8	-0,125 0,8	-0,116 0,4	SI
Resistenza all'indurimento: Penetrazione residua a 25 °C		% Rrel	63,7 1,4	62,0 1,0	-	SI
Resistenza all'indurimento: Aumento punto di rammollimento		°C Rrel	5,4 1,4	6,3 1,4	-	SI

Rrel: R prova / R metodo

Bitume modificato (BITU-4-mod)

Ritorno elastico di un bitume modificato a 25°C, EN 13398

Materiale	BITU-4-mod
Parametro	Ritorno elastico di un bitume modificato a 25°C
Unità di misura	%
Metodo	EN 13398

Laboratori iscritti	26
Laboratori partecipanti	12
Risultati validi	12
Media robusta	94,2
Scarto tipo robusto	2,24
Scarto tipo robusto relativo %	2,38
Incertezza della media	0,81
Riproducibilità della prova	6,3
Scarto tipo del metodo	2,33
Riproducibilità del metodo	6,6
Distribuzione normale	SI

Valore assegnato, x_{pt}	94,2
Incertezza del valore assegnato, $u(x_{pt})$	0,81
Numero di risultati, p	12
Scarto tipo assegnato, σ_{pt}	2,33

A = segnale di intervento	0
W = segnale di avvertimento	0

Codice	Risultato	z' score	Segnale
8563	92	-0,91	-
8542	95	0,31	-
1391	97	1,12	-
5175	96	0,71	-
2407	97	1,12	-
2675	94	-0,10	-
3485	95	0,31	-
4463	94	-0,10	-
7958	92	-0,91	-
4835	90	-1,72	-
6033	93	-0,50	-
2629	95	0,31	-

Pianificazione prova 2020-2021

BITUME: In occasione della VI di Accredia di settembre 2020 è stata chiesta l'estensione dell'accreditamento per la prova BITU

I parametri indicati **in verde** sono stati accreditati:

DENSITA' A 25 °C	EN 15326
PENETRAZIONE A 25 °C	EN 1426
PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 1427
PUNTO DI ROTTURA FRAASS	EN 12593
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ	EN ISO 2592
SOLUBILITÀ	EN 12592
RESISTENZA ALL'INDURIMENTO	EN 12607-1
VISCOSITÀ DINAMICA A 60 °C*	EN 12596
VISCOSITÀ CINEMATICA A 135 °C	EN 12595
VISCOSITÀ DINAMICA A 135 °C*	EN 13302

Davide Faedo

Tel. 02 8515 3516

davide.faedo@mi.camcom.it

www.innovhub-ssi.it

