

Prove interlaboratorio Prodotti Petroliferi e Qualità Combustibili

Riunione Plenaria

Evoluzione delle norme tecniche europee

Ing. Franco Del Manso - Unione Petrolifera
UNI - Via Sannio - Milano 13 novembre 2013



Benzina E10 - La modifica della EN 228

- La nuova EN 228 è stata pubblicata dal CEN nell'ottobre scorso ed è stata recepita come UNI EN 228:2013 ed è entrata in vigore il 23 maggio 2013. E' la versione ufficiale in lingua italiana della norma europea EN 228 (edizione ottobre 2012)
- Continua a livello CEN l'attività di valutazione dei nuovi limiti di volatilità presenti nella EN228 E10 per verificare l'eventuale presenza di problemi derivanti dalla modifica dei suddetti limiti

La modifica della EN 15376 per Bioetanolo in miscela nella benzina fino all'85% volume

- In ambito CEN prosegue la messa a punto della nuova versione della EN15376 che introduce quelle modifiche alla qualità dell'etanolo per renderlo utilizzabile in miscele fino all'85%
- Tale versione ha introdotto una restrizione del limite dei solfati da 4 a 3 mg/kg (ed in futuro a 2.5), una ulteriore riduzione del limite dei cloruri da 6 a 1.5 mg/kg e nessuna variazione al contenuto d'acqua 0,300 % m/m
- In giugno si è conclusa l'inchiesta pubblica. Commenti tuttora irrisolti UK e Svezia acqua 1% e Olanda perché i cloruri 1,5 mg/kg? Questi commenti saranno risolti con uno studio ad hoc.
- E' stato deciso di chiedere al WG se il testo nella formulazione attuale poteva essere inviato al TC 19 per il FV. La risposta andava data entro il 1° novembre 2013 e si è risposto si

La modifica della EN 15376 per Bioetanolo in miscela nella benzina fino all'85% volume

Table 1 — Generally applicable requirements and test methods for undenatured ethanol

Property	Unit	Limits		Test method ^a
		minimum	maximum	(See Clause 2. Normative references)
Ethanol + higher saturated alcohols content	% (m/m)	98,7		prEN 15721 ^b
Higher saturated (C3-C5) mono-alcohols content ^c	% (m/m)		2,0	prEN 15721 ^b
Methanol content	% (m/m)		1,0	prEN 15721 ^b
Water content ^d	% (m/m)		0,300	EN 15489 EN 15692
Total acidity (expressed as acetic acid)	% (m/m)		0,007	EN 15491
Electrical conductivity ^e	µS/cm		2,5	EN 15938
Appearance		clear and colourless		EN 15769
Inorganic chloride content	mg/kg		1,5	EN 15492
Sulfate content	mg/kg		3,0	EN 15492
Copper content ^f	mg/kg		0,100	EN 15488 EN 15837
Phosphorus content ^g	mg/l		0,15	EN 15487 EN 15837
Involatile material content	mg/100 ml		10	EN 15691
Sulfur content ^f	mg/kg		10,0	EN 15485 EN 15486 EN 15837

I lavori del WG 38 sulle benzine E10+

- Sono in corso lavori per verificare la possibilità di sviluppare specifiche sulle miscele E10+. Il WG 38 ha pubblicato nel giugno scorso il Technical Report CEN/TR 16514:2013
- L'Unione Europea ha finanziato uno studio tecnico sulla E20/E25 alla ePURE (160.000 €) che lo svilupperà su tre moduli:
 - Revisione dei parametri e dei metodi analitici per la E20/E25
 - Esame dei dati disponibili e dei risultati analitici su campioni ad hoc
 - Prove di performance su vetture compatibili
- Il progetto dovrebbe concludersi in 24 mesi e il WG 38 riceverà il rapporto su cui effettuerà le necessarie valutazioni

La proposta di denaturazione dell'etanolo da miscelare alle benzine

- L'Agenzia delle Dogane ha circolato una bozza di circolare con la formula di denaturazione: 1 lt. Benzina + 2 lt MTBE per ogni ettolitro anidro di etanolo
- Non differisce di molto rispetto alla precedente. Di seguito i nostri commenti preliminari:
 - non vengono riportati il/i metodo/i di prova (metodi chimici di analisi) con il/i quale/i accertare la corretta denaturazione e la/le relative tolleranza/e;
 - a conoscenza di UNICHIM non sono disponibili né metodi normati né metodi ufficiali che rispondano all'esigenza di cui sopra, e tale mancanza potrebbe creare contenziosi in sede di accertamento
 - Non è prevista l'additivazione dell'etanolo direttamente sulle baie di carico al fine di ottenere benzina conforme alla EN 228/2012 contrariamente a quanto prescritto dalla circolare n. 3662 del 21 luglio 2008, aggiornata con circolare n. 96634 del 5 settembre 2011
 - Va chiarito che il denaturante deve essere conteggiato quale biocarburante sostenibile in quanto è impensabile valutare la quantità di denaturante presente in ogni partita

I lavori del WG 21 sulla benzina E85

- Il CEN/TS 15293 (benzina E85) verrà promosso a norma CEN a tutti gli effetti
- A livello di metodologie di analisi, si riscontrano ancora problemi soprattutto per la rilevazione dei parametri RON e MON. Su altri metodi (rame, fosforo, zolfo, cloruri, solfati - WG 27), metanolo e alcoli superiori (WG 9), Tensione di vapore (DVPE - WG 15) sono in corso RRT per la loro messa a punto
- In SSC si stanno eseguendo i test sulla misurazione di RON e MON per miscele con contenuto di bioetanolo intorno al 50%, per ipotizzare un limite di 104 RON
- Prevedendo tempi non brevi per la soluzione delle criticità sui metodi ancora esistenti nell'ultima riunione del CEN/TC19 è stato deciso di non aprire ancora il Work Item relativo alla trasformazione in norma EN del CEN/TS 15293.

I lavori del WG 21 sulla benzina E85

E85 timeline

Parameter	Method	Limit	Action	2013												2014											
				1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Density	EN ISO 12185	760.0-800.0 kg/m ³	confirm limit and method OK			Blue																					
Oxidation stability	EN ISO 7536	360 min	small testing and validation needed					Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow														
Existent gum	EN ISO 6246	5 mg/100ml max	small assessment and confirm OK																								
Copper strip corrosion	EN ISO 2160	Class 1	found to be applicable			Blue																					
Total acidity	EN 15491	0.005 % m/m max	amend method to put E85 in scope					Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow														
Elec conductivity	EN 15938	1.5 uS/cm max	method applicable; new footnote in EN 15376 agreed; revise section 5.2			Blue																					
Methanol	new standard	1.0% max	WG9 RR on two techniques			Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red												
Higher alcohols (C3-C5)	EN ISO 22854	6.0% max	under revision for E85, to be included in specification once published			Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green				
Ethers (C5+)	EN ISO 22854	11.0% max	deleted from specification			Blue																					
Water	EN 15489, EN 15692	0.4% m/m max	small assessment, check r for both methods					Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow														
Inorganic chloride	EN 15492	1.2 mg/kg max	WG27 to confirm precision			Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red
Copper	EN 15488, EN 15837	0.1 mg/kg max	WG27 to confirm precision EN 15837 (ICP)			Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red
Phosphorus	EN 15487, EN 15837	0.15 mg/kg max	WG27 to confirm precision EN 15837 (ICP)			Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red
Sulfur	EN 15485,15486,15837	10.0 mg/kg max	WG27 to confirm precision			Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red
Sulfate	EN 15492	2.6 mg/kg max	WG27 to confirm precision			Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red
Ethanol & higher alcohols	EN ISO 22854	see Table 2 in spec	adopt revised version in updated spec			Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green
Vapour pressure	EN 13016-1	see Table 2 in spec	WG15 focus on DVPE/triple expansion			Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue
Octane	EN ISO 5163/5164	not in spec, but desirable	method required if in spec, or not if guarantee can be given			Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow	Yellow
High boilers	EN 16270	not in spec yet, but desirable	WG9 revising method					Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red
Higher water limits work			discuss need / plan			Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green
Corrosion effects work			discuss need / plan			Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green
EFTF meeting						Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green
Draft new CEN/TS								Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green	Green

- = lead with EFTF, no further test work
- = lead with EFTF, further test work needed
- = lead with other WG
- = completed
- = no issue, but other WG studying improvement



Le specifiche sul diesel EN 590 B7 - EN xxx B10

- A seguito delle discussioni con la Commissione UE il CEN ha definitivamente accettato di sviluppare una specifica del B10 separata dalla EN 590 B7
- La EN 590 per il B7 (inserendo metodo e limite per il manganese) è stata adottata nel luglio scorso e pubblicata come norme EN 590:2013 l'11 settembre, da recepire entro l'11 marzo 2014
- Per quanto riguarda la nuova EN xxx per il B10 è stato attivato un NWI nell'ambito del quale è stato trasmesso un primo draft su cui erano richiesti commenti entro il 24 ottobre
- L'insieme dei commenti e delle osservazioni saranno discussi nella riunione del WG 24 programmata per il 27 novembre ad Amburgo

Le specifiche sul diesel EN 590 B7 - EN xxx B10

Table 1 — Generally applicable requirements and test methods for automotive **B10** diesel fuel

Property	Unit	Limits		Test method ^a (See Clause 2)
		minimum	maximum	
Cetane number		51,0	—	EN ISO 5165 ^b EN 15195 EN 16144
Cetane index		46,0	—	EN ISO 4264
Density at 15 °C	kg/m³	820,0	845,0	EN ISO 3675 ^c EN ISO 12185
Polycyclic aromatic hydrocarbons ^d	% (m/m)	—	8,0	EN 12916
Sulfur content	mg/kg	—	10,0	EN ISO 20846 ^e EN ISO 20884 EN ISO 13032
Manganese content ^f until 2013-12-31 from 2014-01-01 onwards	mg/l	- -	6,0 2,0	prEN 16576
Flash point	°C	Above 55,0	—	EN ISO 2719
Carbon residue ^g (on 10 % distillation residue)	% (m/m)	—	0,30	EN ISO 10370
Ash content	% (m/m)	—	0,010	EN ISO 6245
Water content	mg/kg	—	200	EN ISO 12937
Total contamination	mg/kg	—	24	EN 12662- ^h
Copper strip corrosion (3 h at 50 °C)	rating	class 1		EN ISO 2160
Fatty acid methyl ester (FAME) content ⁱ	% (V/V)	-	107,0	prEN 14078
Oxidation stability ^j	g/m ³ h	—	25	EN ISO 12205 EN 15751
		20	-	
Lubricity, corrected wear scar diameter (wsd 1,4) at 60 °C	µm	—	460	EN ISO 12156-1
Viscosity at 40 °C	mm ² /s	2,000	4,500	EN ISO 3104
Distillation ^{k, l} % (V/V) recovered at 250 °C % (V/V) recovered at 350 °C 95 % (V/V) recovered at	% (V/V)	85	< 65	EN ISO 3405 ^m EN ISO 3924
	% (V/V)			
	°C		360	



La specifica per il B10

- L'ACEA conferma come molto improbabile la diffusione nei prossimi anni di auto e veicoli commerciali compatibili con miscele B10
- Tuttavia le miscele B10 richiederanno l'etichettatura delle pompe. La bozza di norma prevede:

For automotive B10 diesel fuel, pump marking shall consist of easily recognised visual symbols that:

- a) identify the product as complying with EN XXXXX,
- a) identify that the diesel has a fatty acid methyl ester (FAME) content greater than 7 % (V/V), in this case the recommended symbol is "B10", and ~~Red dispensing pump labelling:~~
- b)
- c) indicate in the national language: "Not suitable for all vehicles: consult vehicle manufacturer or manual before use".

La specifica per il B10

Italy comments

- b) identify that the diesel has a fatty acid methyl ester (FAME) content greater than 7 %(V/V)...
- b) identify that the diesel has a fatty acid methyl ester (FAME) content up to 10 %(V/V)...
- "Labelling shall be clearly visible, easily legible and displayed at any point where automotive B10 diesel fuel ~~with metallic additives~~ is made available to consumers. **If diesel fuel contains metallic additives** the label shall **also** contain: "Contains metallic additives"...
- The climate dependent requirements for FAME as blending component, set out in paragraph 5.4.3 of EN 14214:2012, don't include ENXXXX (B10), but only "FAME being used as a blend component in EN 590". EN 14214 should be also revised accordingly

La nuova norma UNI EN 14214

- La nuova norma EN 14214 pubblicata dal CEN nell'ottobre scorso, è stata prontamente recepita come norma UNI nel mese di novembre. Rappresenta il riferimento sia per il B7 che per il B10
- Come noto l'addendum nazionale riporta le diverse opzioni sulle caratteristiche a freddo che rappresentano una novità nel panorama nazionale e che nel primo anno di applicazione sembra non abbiano generato problemi sul campo
- In ambito CEN la norma EN 14214:2012 sta già subendo una prima revisione per aggiornare l'Annex A con l'inserimento dei metodi mancanti e le relative precisioni
- Il documento è stato inviato ai National Standardization Body per l'attivazione della fase UAP (Unique Acceptance Procedure). La votazione sul testo con le modifiche da apportare alla norma prevedeva la scadenza al 22 settembre. UNI ha espresso parere favorevole.



La nuova norma EN 14214

Metodi

- La discussione sull'Annex C (quello con la correlazione Concawe Cloud point - Monogliceridi totali - Monogliceridi saturi) non è stata inserita nelle modifiche in fase di approvazione e sarà gestita da piccola Task Force per identificare possibili miglioramenti
- Il metodo per la misura diretta degli Sterol Glucosidi ha presentato una scarsa precisione migliorabile solo con sofisticati apparati GC/MS
- Sui monogliceridi saturi si stanno valutando diversi metodi sui quali è stato deciso di procedere con RRT.



La nuova norma EN 14214

Metodi

- E' allo stadio di formal vote il metodo della total contamination (scadenza 18 ottobre) sul quale resta da decidere cosa fare quando l'intero campione non riesce ad essere filtrato bloccando la procedura prima della fine del metodo. Altro tema in discussione è la temperatura di pretrattamento del campione di miscela gasolio biodiesel (40 - 60°C)
- Continua il lavoro sull'FBT - Filter Blocking Tendency ma si è deciso di non ancora attivare il NWI non prospettandosi soluzioni definitive a breve. Il WG 31 ha trasmesso un draft su cui ha chiesto a tutti I memebri del CEN di procedere nel corso del prossimo inverno ad una sperimentazione con tale metodo per stabilire la filtrabilità cold-soak del FAME nelle miscele gasolio biodiesel



I lavori per la specifica del B30

- **Nell'ultima riunione del WG 24 è stato deciso di articolare la norma per il B30 nel modo seguente:**
 - **Due diversi range di contenuti di biodiesel per agevolare la calibrazione dei motori da B15 a B20 e da B25 a B30**
 - **Tutti gli altri parametri con valori identici su entrambi i range**
- **Continua il confronto con la Commissione UE per verificare la possibilità di rilassare il limite alla densità di 845 kg/m³ presente nella Direttiva Fuel (e quindi vincolante) ad un valore tale da poter utilizzare combustibile diesel con densità di 845 e biodiesel con densità compresa tra 860 e 900 kg/m³.**
- **Per quanto riguarda i metodi analitici sono in corso valutazioni per verificare applicabilità e accuratezza dei metodi della EN 590 a miscele contenenti biodiesel fino al 30% in volume.**
- **L'inchiesta pubblica dovrebbe partire a metà febbraio 2014. Il testo definitivo della norma dovrebbe essere disponibile non prima dell'estate 2015.**

I lavori per la specifica del B30

Tabella B 20

Table 1 — Generally applicable requirements and test methods for high FAME (B20) fuel

Property	Unit	Limits		Test method ^a (See Clause 2)
		minimum	maximum	
Cetane number		51,0	–	EN ISO 5165 ^b EN 15195 EN 16144
Cetane Index		46,0	–	EN ISO 4264
Density at 15 °C	kg/m ³	8250,0	85560,0	EN ISO 3675 ^c EN ISO 12185
Sulfur content	mg/kg	–	10,0	EN ISO 20846 ^d EN ISO 20884
Manganese content ^a	mg/l	–	2,0	prEN 16576
Flash point	°C	Above 55,0	–	EN ISO 2719
Ash content	% (m/m)	–	0,0100	EN ISO 6245
Water content	mg/kg	–	250	EN ISO 12937
Total contamination	mg/kg	–	24	EN 12662
Fatty acid methyl ester (FAME) content ^f	% (V/V)	15,0	20,0	prEN 14078
Oxidation stability	g/m³ h	– 20	24 –	EN ISO 12936 EN 15751
Viscosity at 40 °C	mm ² /s	2,0000	4,5900	EN ISO 3104
Distillation ^{g,h}				EN ISO 3405 ^h EN ISO 3924
% (V/V) recovered at 250 °C	% (V/V)		< 65	
% (V/V) recovered at 350 °C	% (V/V)	85		
95 % (V/V) recovered at	°C		360	

^a See also 6.7.1.

^b See also 6.7.4.

^c See also 6.7.2.

^d See also 6.7.3.

I lavori per la specifica del B30

Tabella B 30

Table 2 — Generally applicable requirements and test methods for high FAME (B30) fuel

Property	Unit	Limits		Test method ^a (See Clause 2)
		minimum	maximum	
Cetane number		51,0	—	EN ISO 5165 ^b EN 15195 EN 16144
Cetane Index		46,0	—	EN ISO 4264
Density at 15 °C	kg/m ³	830,0 830,0	860,0 ¹	EN ISO 3675 ^c EN ISO 12185
Sulfur content	mg/kg	—	10,0	EN ISO 20846 ^d EN ISO 20884
Manganese content ^e	mg/l	—	2,0	prEN 16576
Flash point	°C	Above 55,0	—	EN ISO 2719
Ash content	% (m/m)	—	0,010	EN ISO 6245
Water content	mg/kg	—	250	EN ISO 12937
Total contamination	mg/kg	—	24	EN 12662
Fatty acid methyl ester (FAME) content ^f	% (V/V)	25,0	30,0	prEN 14078
Oxidation stability	g/m ³ h	— 20	24 —	EN ISO 12205 EN 15751
Viscosity at 40 °C	mm ² /s	2,00 2,00	4,50 4,50	EN ISO 3104
Distillation ^{g,h}				EN ISO 3405 ⁱ EN ISO 3924
% (V/V) recovered at 250 °C	% (V/V)		< 65	
% (V/V) recovered at 350 °C	% (V/V)	85		
95 % (V/V) recovered at	°C		360	

^a See also 6.7.1.

^b See also 6.7.4.

^c See also 6.7.2.

^d See also 6.7.3.

^e See also 6.2.2.