

Metodo prEN 17178:2018

Liquid petroleum products — Determination of the total volatile sulfur content in liquefied petroleum gases by ultraviolet fluorescence

Alessandro Bonini
Unichim Plenaria Prodotti Petroliferi
21 Novembre 2018

Table 1 — Requirements and test methods

Property	Unit	Limits		Test method ^a (See Clause 2, Normative references)
		Minimum	Maximum	
Motor octane number, MON		89,0		Annex B
Total dienes content ⁱ	% (m/m)		0,5	EN 27941 DIN 51619
1,3 Butadiene	% (m/m)		0,1	DIN 51619
Propane content ^g until 2022-04-30 from 2022-05-01	% (m/m)	20 30		EN 27941 DIN 51619
Hydrogen sulphide		negative		EN ISO 8819
Total sulfur content (after odorization) ^j	mg/kg		30	prEN 17178 ASTM D6667
Copper strip corrosion (1 h at 40 °C)	rating	class 1		EN ISO 6251
Evaporation residue ^b	mg/kg		60	EN 15470 EN 15471 EN 16423
Vapour pressure, gauge at 40 °C ^c	kPa		1 550	EN ISO 4256 EN ISO 8973 and Annex C
Vapour pressure, gauge, min 150 kPa at a temperature of: d, e - for grade A - for grade B - for grade C - for grade D - for grade E	°C		- 10 - 5 0 + 10 + 20	EN ISO 8973 and Annex C
Water content ^f		pass		EN 15469
Odour ^h		unpleasant and distinctive at 20 % LFL		See 6.3 and Annex A

^a See also 6.5.1.

FprEN 589:2018 Automotive fuels - LPG – Requirements and test methods



^j See also 6.5.5. ASTM D6667 is intended to be no longer referenced when sufficient data on EN 17178 is available.

6.5.5 In cases of dispute concerning total sulfur content, prEN 17178 shall be used. See paragraph 14.1 in that document for additional information on precision.

prEN 17178

prEN 17178:2018 (E)

14 Precision

14.1 General

The precision, as determined by statistical examination in accordance with EN ISO 4259-1 [1] of interlaboratory test results on 6 LPG products with test results in the range (0,25 to 60) mg/kg from a study executed in November 2016 , is given in 14.2 and 14.3.

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 mutually agreed with 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 observation and the statement may be changed based on field experience.

UNI 7133:2014 – Odorizzazione di gas per uso domestico e similare

7.2

Concentrazione minima nel GPL liquido

Gli assunti di seguito riportati per la determinazione della concentrazione minima da rilevare nel GPL liquido presentano alcune semplificazioni, pertanto possono essere oggetto di revisione nel corso di successive edizioni della norma.

La quantità di odorizzante presente nel GPL in fase liquida deve essere tale per cui, trasformando la concentrazione di odorizzante da rapporto in peso (mg/kg) a peso su volume (mg/m^3) si ottenga una concentrazione di odorizzante nella fase gas del GPL almeno pari a quella che consente di ottenere 2 gradi olfattivi alla concentrazione di allarme.

Dai seguenti assunti:

- il contenuto in mg di odorizzante in 1 kg di propano liquido è considerato teoricamente sviluppato in $0,535 \text{ m}^3$ di propano gassoso;
- l'intensità di odore pari a 2 gradi olfattivi si raggiunge, alla concentrazione di allarme del GPL in aria, con $21 \text{ mg}/\text{m}^3$ di TBM.

La concentrazione di riferimento del TBM nel GPL liquido è pari a:

$$21 \text{ mgTBM}/\text{m}^3 \times 0,535 \text{ m}^3 = 11,2 \text{ mgTBM}/\text{kg}^{8)}$$

8) Questo valore corrisponde a circa 4 ppm peso di Zolfo.

Nel caso di utilizzo di THT la concentrazione minima corrisponde a circa 9 mg/kg di zolfo

prEN 17178

- Campo di applicazione 2-50 mg/kg
- Tecnica UV-F
- Metodo tecnicamente equivalente alla norma ASTM D6667

prEN 17178

- Ripetibilità $r = 0,0177 (X + 20,4367)$
- Riproducibilità $R = 0,03773 (X + 20,4367)$

Dove X è il contenuto di zolfo in mg/kg

Alla concentrazione di 30 mg/kg:

$$r = 0,9 \text{ mg/kg}$$

$$R = 1,9 \text{ mg/kg}$$

prEN 17178: confronto con altre metodiche (concentrazione 30 mg/kg)

prEN 17178

ASTM D6667

ISO 20846

$r = 0,9 \text{ mg/kg}$

$r = 2,9 \text{ mg/kg}$

$r_{\text{benzina}} = 2,2 \text{ mg/kg}$

$r_{\text{gasolio}} = 2,2 \text{ mg/kg}$

$R = 1,9 \text{ mg/kg}$

$R = 25,1 \text{ mg/kg}$

$R_{\text{benzina}} = 6,2 \text{ mg/kg}$

$R_{\text{gasolio}} = 4,5 \text{ mg/kg}$

prEN 17178 - Modalità di conduzione della prova interlaboratorio

3. ILS setup

In order to avoid high costs by distributing multiple LPG cylinders across Europe, it was agreed with CEN TC19/WG 36 to conduct the study at sgs Botlek, Rotterdam. For the test, four new GC instruments were installed in the lab, operated by experienced lab technicians. The following instruments were used:

- MULTI EA5000 (Analytic Jena),
- XPLOER Series (TEInstruments),
- Multitek (PAC Antek),
- NSX 2100 (Mitsubishi).

In addition, the samples were tested at sgs Spijkenisse using a Mitsubishi NSX 2100 device.

Two sets of samples (A and B) were supplied (6 LPG cylinders each) together with two Quality Control samples.

Measurements were carried out by calibrating the instrument with sample set A, testing sample set B and vice versa. Different operators were working with different instruments, in two cases instruments were calibrated by others than the operator conducted the test. See Annex B for the test matrix.

Thus, ten sets of results for sample set A and 11 sets of results for sample set B could be generated.

Three measurement were conducted for each sample.

prEN 17178

- I dati di precisione della norma sono rappresentativi della reale situazione operativa?
- In caso di accreditamento della prova, è fattibile traguardare i dati di precisione previsti dalla norma?
- In caso di disputa, come comportarsi?

prEN 17178 – Proposta di organizzazione di un circuito interlaboratorio Unichim

- Lo scopo del lavoro è ricavare dati di precisione maggiormente rappresentativi della normale operatività dei laboratori
- I dati potrebbero essere presentati in sede CEN per rivedere i dati di precisione del metodo
- Le risultanze possono aiutare a valutare gli attuali limiti di specifica con riferimento alla precisione dei metodi di analisi

prEN 17178 – Proposta di organizzazione di un circuito interlaboratorio Unichim

- Fattibilità di produrre bombole omogenee e stabili contenenti zolfo intorno al limite di specifica
- Composizione della miscela
- Fattibilità di velocizzare i tempi di produzione per avere il primo ciclo del 2019 entro il primo trimestre 2019