

**281****ROZPORZĄDZENIE MINISTRA GOSPODARKI<sup>1)</sup>**

z dnia 28 lutego 2007 r.

**w sprawie metod badania jakości biopaliw ciekłych**

Na podstawie art. 26 pkt 2 ustawy z dnia 25 sierpnia 2006 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw (Dz. U. Nr 169, poz. 1200) zarządza się, co następuje:

**§ 1. Metody badania jakości biopaliw ciekłych:**

1) estru stanowiącego samoistne paliwo,

2) oleju napędowego zawierającego 20 % estru — w zakresie poszczególnych ich parametrów, określa załącznik do rozporządzenia.

**§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia.**Minister Gospodarki: *P. G. Woźniak*

<sup>1)</sup> Minister Gospodarki kieruje działem administracji rządowej — gospodarka, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 1 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 18 lipca 2006 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Gospodarki (Dz. U. Nr 131, poz. 909).

Załącznik do rozporządzenia Ministra Gospodarki  
z dnia 28 lutego 2007 r. (poz. 281)

## METODY BADANIA JAKOŚCI BIOPALIW CIEKŁYCH

- I. Metody badania jakości estru stanowiącego samoistne paliwo, w zakresie poszczególnych parametrów tego biopaliwa ciekłego
1. Zawartość estrów metylowych kwasów tłuszczowych oznacza się metodą chromatografii gazowej z użyciem wzorca wewnętrznego, polegającą na rozdziale mieszaniny na poszczególne składniki w fazie gazowej.
    - 1.1. Warunki chromatograficzne powinny być tak dobrane, aby były dobrze widoczne piki estrów metylowych kwasu lignocerowego ( $C_{24}$ ) i nerwonowego ( $C_{24:1}$ ). Integracja powinna być tak przeprowadzona, aby były uwzględnione piki, począwszy od estru metylowego kwasu mirystynowego ( $C_{14}$ ) do pików estrów metylowych kwasu nerwonowego ( $C_{24:1}$ ).
    - 1.2. Zawartość estrów metylowych kwasów tłuszczowych oblicza się na podstawie całkowitej powierzchni pików estrów metylowych od  $C_{14}$  do  $C_{24:1}$  oraz powierzchni pików odpowiadającego estrowi metylowemu kwasu heptadekanowego i wyraża się jako ułamek masowy określony w procentach.
    - 1.3. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości estrów metylowych kwasów tłuszczowych, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14103.
  2. Gęstość estru stanowiącego samoistne paliwo, w temperaturze 15 °C, oznacza się:
    - 1) metodą oscylacyjną z U-rurką, polegającą na wprowadzeniu niewielkiej objętości (zwykle mniejszej niż 1 ml) badanej próbki do U-rurki o ustalonej temperaturze, pomiarze częstotliwości drgań U-rurki i obliczeniu gęstości badanej próbki, z zastosowaniem stałej pomiarowej wyznaczonej przez pomiar częstotliwości drgań U-rurki wypełnionej materiałem odniesienia o znanej gęstości, albo
    - 2) metodą z areometrem, polegającą na pomiarze gęstości badanej próbki o określonej temperaturze, za pomocą areometru zanurzonego w próbce znajdującej się w cylindrze.
  - 2.1. W przypadku oznaczania gęstości estru stanowiącego samoistne paliwo, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 1, rodzaj aparatury, odczynniki, przygotowanie próbki i aparatury, kalibrację aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 12185.
  - 2.2. W przypadku oznaczania gęstości estru stanowiącego samoistne paliwo, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2, należy:
    - 1) odpowiedni do wymagań areometru zanurzyć w badanej próbce i pozostawić do czasu ustabilizowania się temperatury. Po osiągnięciu stanu równowagi temperatury odczytać wskazanie ze skali areometru, zanotować temperaturę badanej próbki i przy użyciu wzoru określonego w załączniku C do normy PN-EN 14214 przeliczyć wynik pomiaru, aby odnieść go do temperatury 15 °C;
    - 2) jeżeli jest to konieczne, cylinder, w którym zanurzony jest areometr, umieścić w łaźni utrzymującej stałą temperaturę, aby uniknąć nadmiernych zmian temperatury w trakcie badania.
  - 2.3. W przypadku oznaczania gęstości estru stanowiącego samoistne paliwo, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, kontrolę i przygotowanie aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 3675.
  3. Lepkość estru stanowiącego samoistne paliwo, w temperaturze 40 °C, oznacza się metodą polegającą na pomiarze czasu przepływu określonej objętości badanej próbki, pod wpływem sił grawitacyjnych, przez wzorcowany, szklany lepkościomierz kapilarny w powtarzalnych warunkach, w znanej i ściśle kontrolowanej temperaturze.
    - 3.1. Lepkość estru stanowiącego samoistne paliwo oblicza się, mnożąc zmierzony czas swobodnego przepływu stałej objętości cieczy, pomiędzy kreskami zbiornika pomiarowego, przez stałą kalibracji lepkościomierza.
    - 3.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej wzorcowanie, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 3104.
    - 3.3. Precyzję metody oznaczania lepkości określa załącznik A do normy PN-EN 14214.

4. Temperaturę zapłonu estru stanowiącego samoistne paliwo oznacza się szybką metodą równowagową, w tyglu zamkniętym, polegającą na umieszczeniu badanej próbki w tyglu i podgrzewaniu jej do chwili zaobserwowania zapłonu par na powierzchni badanej próbki.
  - 4.1. Do badania należy użyć 2 ml badanej próbki i zastosować aparat pomiarowy wyposażony w urządzenie rejestrujące temperaturę.
  - 4.2. Najniższą temperaturę, w której następuje zapłon par na powierzchni badanej próbki, przyjmuje się jako temperaturę zapłonu w warunkach otoczenia.
  - 4.3. Zmierzoną temperaturę zapłonu badanej próbki, w warunkach otoczenia, koryguje się w zależności od ciśnienia atmosferycznego.
  - 4.4. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania temperatury zapłonu, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 3679.
5. Zawartość siarki oznacza się metodą:
  - 1) rentgenowskiej spektroskopii fluorescencyjnej z dyspersją fali, polegającą na poddaniu badanej próbki, znajdującej się w kuwecie pomiarowej, działaniu pierwotnego promieniowania o określonej długości fali, pochodzącego z lampy rentgenowskiej, albo
  - 2) fluorescencji UV, polegającą na wykorzystaniu zjawiska fluorescencji ditlenku siarki wzbudzonego promieniowaniem ultrafioletowym, powstałego uprzednio na skutek spalania badanej próbki w określonych warunkach.
  - 5.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 1, należy wyznaczyć zawartość siarki na podstawie mierzonych szybkości zliczeń rentgenowskiego promieniowania fluorescencyjnego linii S-K<sub>α</sub> oraz promieniowania tła, korzystając z krzywej wzorcowania.
  - 5.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 1:
    - 1) wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników określa norma PN-EN ISO 20884;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
  - 5.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 2, intensywność fluorescencyjnego promieniowania ultrafioletowego jest miarą zawartości siarki w badanej próbce.
  - 5.4. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 2:
    - 1) wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników określa norma PN-EN ISO 20846;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
6. Pozostałość po koksowaniu (z 10 % pozostałości destylacyjnej) oznacza się metodą wagową mikro, jako pozostałość po odparowaniu i rozkładzie termicznym badanej próbki, w określonych warunkach.
  - 6.1. Badaną próbkę umieszcza się w szklanej fiolce i podgrzewa do temperatury 500 °C w strumieniu obojętnego gazu, w kontrolowanych warunkach, przez określony czas. Lotne substancje powstające podczas reakcji są usuwane obojętnym gazem, a zwęglona pozostałość jest ważona.
  - 6.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania pozostałości po koksowaniu, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 10370.
7. Liczbę cetanową oznacza się metodą silnikową, stosując znormalizowany silnik badawczy typu WAUKESH i znormalizowane warunki pracy tego silnika, przez porównanie właściwości samozapłonowych badanego paliwa z właściwościami paliw wzorcowych.
  - 7.1. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 5165.
  - 7.2. Precyzję metody oznaczania liczby cetanowej określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
8. Zawartość popiołu siarczanowego oznacza się metodą wagową polegającą na obliczeniu udziału popiołu siarczanowego, uzyskanego przez spalanie badanej próbki i reakcję pozostałości po spopieleniu z kwasem siarkowym.
  - 8.1. Badaną próbkę spala się do chwili, gdy zostanie tylko popiół i węgiel. Po schłodzeniu produktów spalania poddaje się je działaniu kwasu siarkowego i prażeniu w temperaturze 775 °C, aż zakończy się utlenianie węgla. Następnie popiół schładza się, ponownie poddaje działaniu kwasu siarkowego i prażeniu, aż do uzyskania stałej masy.
  - 8.2. Odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-ISO 3987.

- 8.3. Precyzję metody oznaczania zawartości popiołu siarczanowego określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
9. Zawartość wody oznacza się metodą miareczkowania kulometrycznego, polegającą na wstrzyknięciu zważonej próbki do naczynia do miareczkowania aparatu kulometrycznego Karla Fischera, w którym jod do reakcji Karla Fischera wydziela się elektrolitycznie na anodzie, proporcjonalnie do ilości wody zawartej w próbce.
  - 9.1. Gdy cała zawartość wody zostaje odmiareczkowana, nadmiar jodu wykrywa czujnik elektrometrycznego punktu końcowego i miareczkowanie zostaje przerwane. Ze stochiometrii reakcji wynika, że jeden mol jodu reaguje z jednym molem wody, stąd ilość wody jest proporcjonalna do całkowitego zsumowanego prądu, zgodnie z prawem Faradaya.
  - 9.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, test kontrolny aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości wody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 12937.
10. Zawartość zanieczyszczeń stałych określa się metodą polegającą na oznaczeniu udziału masy zanieczyszczeń odfiltrowanych na sączku w odniesieniu do całkowitej masy próbki.
  - 10.1. Określoną ilość przygotowanej próbki sączy się w temperaturze 40 °C przez uprzednio zważony sączek oraz oznacza wagowo udział masy zanieczyszczeń pozostałych na sączku w odniesieniu do całkowitej masy próbki.
  - 10.2. Odczynniki, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 12662.
  - 10.3. Precyzję metody określania zawartości zanieczyszczeń określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
11. Działanie korodujące na płytkach z miedzi określa się porównawczo w stosunku do znormalizowanych wzorców korozji.
  - 11.1. Płytkę miedzianą zanurza się w badanej próbce o określonej objętości, a następnie ogrzewa w ściśle określonych warunkach. Po zakończeniu ogrzewania płytkę miedzianą wyjmuje się, przemywa i ocenia jej barwę, porównując z wzorcami korozji.
  - 11.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wykonanie badania, sposób interpretacji i podawania wyników, precyzję metody określania działania korodującego na płytkach z miedzi, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 2160.
12. Stabilność oksydacyjną w temperaturze 110 °C oznacza się metodą polegającą na przepuszczeniu, przez badaną próbkę, strumienia oczyszczonego powietrza. Lotne związki, uwalniane z próbki w procesie utleniania, przechodzą wraz z powietrzem do naczynia zawierającego wodę demineralizowaną lub destylowaną, zaopatrzonego w elektrodę do pomiaru przewodności właściwej połączonej z jednostką pomiarową wskazującą koniec okresu indukcyjnego.
  - 12.1. Wykonanie oznaczania, odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania stabilności oksydacyjnej, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14112.
13. Liczbę kwasową oznacza się metodą miareczkową, polegającą na rozpuszczeniu badanej próbki w mieszaninie rozpuszczalników i miareczkowaniu rozcieńczonym roztworem wodorotlenku potasu, przy zastosowaniu fenolftaleiny jako wskaźnika do ustalenia punktu końcowego miareczkowania.
  - 13.1. Odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania liczby kwasowej, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14104.
14. Liczbę jodową oznacza się metodą miareczkową polegającą na rozpuszczeniu badanej próbki w mieszaninie rozpuszczalników, dodaniu odczynnika Wijsa, a następnie, po określonym czasie, dodaniu do próbki jodku potasu i wody oraz miareczkowaniu uwolnionego jodu mianowanym roztworem tiosiarczanu sodu.
  - 14.1. Odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania liczby jodowej, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14111.
15. Zawartość estru metylowego kwasu linolowego oznacza się metodą chromatografii gazowej z użyciem wzorca wewnętrznego, polegającą na rozdzieleniu mieszaniny na poszczególne składniki w fazie gazowej.
  - 15.1. Warunki chromatograficzne powinny być tak dobrane, aby były dobrze widoczne piki estrów metylowych kwasu lignocerowego (C<sub>24</sub>) i nerwonowego (C<sub>24:1</sub>). Integracja powinna być tak przeprowadzona, aby były uwzględnione piki, począwszy od estru metylowego kwasu mirystynowego (C<sub>14</sub>) do piku estru metylowego kwasu nerwonowego (C<sub>24:1</sub>).
  - 15.2. Zawartość estru metylowego kwasu linolowego oblicza się na podstawie całkowitej po-

- wierzchni pików estrów metylowych od  $C_{14}$  do  $C_{24:1}$  oraz powierzchni piku odpowiadającego estrowi metylowemu kwasu heptadekanowego i wyraża się jako ułamek masowy określony w procentach.
- 15.3. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości estru metylowego kwasu linolenowego, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14103.
  16. Zawartość alkoholu metylowego oznacza się metodą polegającą na ogrzewaniu próbki w temperaturze 80 °C w hermetycznie zamkniętej fiołce, a następnie po osiągnięciu stanu równowagi, nastrzykiwaniu określonej części fazy gazowej do chromatografu, gdzie metanol jest wykrywany z użyciem detektora płomieniowo-jonizacyjnego, a jego ilość jest określana w odniesieniu do wzorca zewnętrznego.
    - 16.1. Metanol może być także oznaczany poprzez dodanie wzorca wewnętrznego do próbki, a następnie określany z użyciem współczynnika kalibracji wewnętrznej.
    - 16.2. Odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, precyzję metody oznaczania zawartości alkoholu metylowego, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14110.
  17. Zawartość monoacylogliceroli, diacylogliceroli, triacylogliceroli oraz ogólnego glicerolu oznacza się metodą polegającą na analizie pochodnych silanowych metodą chromatografii gazowej na krótkiej kolumnie kapilarnej z cienkowarstwowym filmem, z zastosowaniem bezpośredniego dozowania na kolumnę oraz detektora płomieniowo-jonizacyjnego.
    - 17.1. Po przeprowadzeniu kalibracji analizę ilościową wykonuje się metodą wzorca wewnętrznego, a całkowitą (ogólną) zawartość glicerolu oblicza się na podstawie uzyskanych wyników.
    - 17.2. Odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości monoacylogliceroli, diacylogliceroli, triacylogliceroli oraz ogólnego glicerolu, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14105.
  18. Zawartość wolnego glicerolu oznacza się metodą polegającą na:
    - 1) analizie pochodnych silanowych metodą chromatografii gazowej na krótkiej kolumnie kapilarnej z cienkowarstwowym filmem, z zastosowaniem bezpośredniego dozowania na kolumnę oraz detektora płomieniowo-jonizacyjnego, albo
    - 2) dodaniu, do badanej próbki, alkoholu etylowego, wody, heksanu i wzorca wewnętrznego, co spowoduje utworzenie dwóch faz i ilościowe przeniesienie wolnego glicerolu do fazy dolnej, której analiza, metodą chromatografii gazowej, pozwala na ilościowe oznaczenie stężenia wolnego glicerolu.
  - 18.1. W przypadku oznaczania zawartości wolnego glicerolu w sposób określony w pkt 18 ppkt 1, po przeprowadzeniu kalibracji, analizę ilościową wolnego glicerolu wykonuje się metodą wzorca wewnętrznego.
  - 18.2. W przypadku oznaczania zawartości wolnego glicerolu w sposób określony w pkt 18 ppkt 1, odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14105.
  - 18.3. W przypadku oznaczania zawartości wolnego glicerolu w sposób określony w pkt 18 ppkt 2, odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14106.
  19. Zawartość sodu oznacza się:
    - 1) bezpośrednio metodą płomieniowej spektrometrii absorpcji atomowej przy długości fali równej 589,0 nm, rozpuszczając uprzednio badaną próbkę w roztworze ksylenu, albo
    - 2) metodą optycznej spektrometrii emisyjnej z plazmą sprzężoną indukcyjnie, rozcieńczając uprzednio badaną próbkę frakcją naftową.
  - 19.1. W przypadku oznaczania zawartości sodu w sposób określony w pkt 19 ppkt 1, stosowane roztwory wzorcowe sporządza się z organicznego związku sodu w postaci soli, rozpuszczonego w mieszaninie ksylenu i oleju do rozcieńczeń.
  - 19.2. W przypadku oznaczania zawartości sodu w sposób określony w pkt 19 ppkt 1, odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, a także precyzję metody i sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14108.
  - 19.3. W przypadku oznaczania zawartości sodu w sposób określony w pkt 19 ppkt 2, zawartość sodu określa się przez porównanie intensywności emisji atomowej roztworu wzorcowego i próbki przy określonych długościach fal.
  - 19.4. W przypadku oznaczania zawartości sodu w sposób określony w pkt 19 ppkt 2, odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, wykonanie oznaczania, sposób obliczania i podawania wyników, pre-

cyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14538.

20. Zawartość potasu oznacza się:

1) bezpośrednio metodą płomieniowej spektrometrii absorpcji atomowej przy długości fali równej 766,5 nm, rozpuszczając uprzednio badaną próbkę w roztworze ksyleny i stabilizatora, albo

2) metodą optycznej spektrometrii emisyjnej z plazmą sprzężoną indukcyjnie, rozcieńczając uprzednio badaną próbkę frakcją naftową.

20.1. W przypadku oznaczania zawartości potasu w sposób określony w pkt 20 ppkt 1, stosowane roztwory wzorcowe sporządza się z organicznego związku potasu w postaci soli, rozpuszczonego w mieszaninie ksyleny i stabilizatora.

20.2. W przypadku oznaczania zawartości potasu w sposób określony w pkt 20 ppkt 1, odczynnik, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, a także precyzję metody i sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14109.

20.3. W przypadku oznaczania zawartości potasu w sposób określony w pkt 20 ppkt 2, zawartość potasu określa się przez porównanie intensywności emisji atomowej roztworu wzorcowego i próbki przy określonych długościach fal.

20.4. W przypadku oznaczania zawartości potasu w sposób określony w pkt 20 ppkt 2, odczynnik i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, wykonanie oznaczania, sposób obliczania i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14538.

20.5. Precyzję oznaczania zawartości sumy sodu i potasu określa załącznik A do normy PN-EN 14214.

21. Zawartość wapnia i magnezu oznacza się metodą optycznej spektrometrii emisyjnej z plazmą sprzężoną indukcyjnie, rozcieńczając uprzednio badaną próbkę frakcją naftową.

21.1. Zawartość wapnia i magnezu określa się przez porównanie intensywności emisji atomowej roztworu wzorcowego i próbki przy określonych długościach fal.

21.2. Odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, wykonanie oznaczania, sposób obliczania i podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości wapnia i magnezu, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14538.

22. Zawartość fosforu oznacza się metodą polegającą na rozpuszczeniu badanej próbki

w ksylenie i wprowadzeniu, w formie aerozolu, wraz z roztworami wzorcowymi przygotowanymi z organicznego związku fosforu, do plazmy argonowej sprzężonej indukcyjnie.

22.1. Zawartość fosforu oznacza się przez porównanie emisji tego pierwiastka w roztworze badanej próbki z emisją wzorców przy tej samej długości fali.

22.2. Odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości fosforu, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14107.

23. Temperaturę zablokowania zimnego filtra (CFPP) oznacza się metodą polegającą na zasysaniu badanej próbki przez znormalizowany filtr do pipety w warunkach kontrolowanego podciśnienia i w temperaturze obniżanej co 1 °C, do chwili zatrzymania lub spowolnienia przepływu tak, że czas napełniania pipety przekroczy 60 sekund lub paliwo nie sphywa całkowicie do naczynia pomiarowego.

23.1. Rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, precyzję metody oznaczania temperatury zablokowania zimnego filtra, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 116.

II. Metody badania jakości oleju napędowego zawierającego 20 % estru, w zakresie poszczególnych parametrów tego biopaliwa ciekłego

1. Zawartość estrów metylowych kwasów tłuszczowych (FAME) oznacza się metodą spektroskopii w podczerwieni, polegającą na rejestrowaniu widma w podczerwieni badanej próbki rozcieńczonej cykloheksanem, a następnie pomiarze absorbancji w maksimum piku około  $1745\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$  i porównaniu z absorbancją wzorcowych roztworów estrów metylowych kwasów tłuszczowych.

1.1. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości estrów metylowych kwasów tłuszczowych, a także sporządzenie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14078.

2. Gęstość oleju napędowego zawierającego 20 % estru, w temperaturze 15 °C, oznacza się:

1) metodą oscylacyjną z U-rurką, polegającą na wprowadzeniu niewielkiej objętości (zwykle mniejszej niż 1 ml) badanej próbki do U-rurki o ustalonej temperaturze, pomiarze częstotliwości drgań U-rurki i obliczeniu gęstości badanej próbki, z zastosowaniem stałej pomiarowej wyznaczonej przez pomiar częstotliwości drgań U-rurki wypełnionej materiałem odniesienia o znanej gęstości, albo

- 2) metodą z areometrem, polegającą na pomiarze gęstości badanej próbki o określonej temperaturze, za pomocą areometru zanurzonego w próbce znajdującej się w cylindrze.
- 2.1. W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego zawierającego 20 % estru, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 1, rodzaj aparatury, odczynniki, przygotowanie próbki i aparatury, kalibrację aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 12185.
- 2.2. W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego zawierającego 20 % estru, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2, należy:
- 1) odpowiedni do wymagań areometr zanurzyć w badanej próbce i pozostawić do czasu ustabilizowania się temperatury. Po osiągnięciu stanu równowagi temperaturowej odczytać wskazanie ze skali areometru, zanotować temperaturę badanej próbki i przy użyciu standardowych tablic odczytać wynik pomiaru zredukowany do temperatury 15 °C;
  - 2) jeżeli jest to konieczne, cylinder, w którym zanurzony jest areometr, umieścić w łaźni utrzymującej stałą temperaturę, aby uniknąć nadmiernych zmian temperatury w trakcie badania.
- 2.3. W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego zawierającego 20 % estru, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, kontrolę i przygotowanie aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 3675.
3. Zawartość wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych oznacza się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej HPLC z detektorem współczynnika załamania światła, polegającą na rozcieńczeniu próbki o znanej masie fazą ruchomą (n-heptanem) i wstrzykiwaniu określonej objętości tego roztworu do wysokosprawnego chromatografu cieczowego wyposażonego w kolumnę polarną.
- 3.1. Kolumna polarna ma wykazywać małe powinowactwo do węglowodorów niearomatycznych, umożliwiając wydzielenie i selektywny rozdział węglowodorów aromatycznych, w wyniku czego węglowodory aromatyczne są oddzielane od węglowodorów niearomatycznych i wmywane w odpowiednich zakresach odpowiadających ich strukturze pierścieniowej. W określonym czasie, po elucji dwu- i trój- i wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych, kolumnę przełącza się do trybu elucji wstecznej tak, aby węglowodory aromatyczne zostały wydzielone w postaci pojedynczego ostrego piku.
- 3.2. Kolumna polarna jest połączona z detektorem współczynnika załamania światła, który wykrywa składniki wmywane z kolumny. Sygnał elektroniczny z detektora jest monitorowany w sposób ciągły za pomocą procesora danych. Amplitudy sygnałów związków aromatycznych w próbce porównuje się z tymi, które uzyskano w czasie przeprowadzonego wcześniej oznaczania wzorców, w celu obliczenia ułamka masowego, wyrażonego w procentach, poszczególnych grup węglowodorów aromatycznych.
- 3.3. Suma ułamków masowych węglowodorów aromatycznych dwu- (DAH), trój- i wielopierścieniowych (T+AH), wyrażonych w procentach, podawana jako ułamek masowy, stanowi zawartość węglowodorów wielopierścieniowych aromatycznych POLY-AH.
- 3.4. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie aparatury i jej kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 12916.
4. Lepkość oleju napędowego zawierającego 20 % estru, w temperaturze 40 °C, oznacza się metodą polegającą na pomiarze czasu przepływu określonej objętości badanej próbki, pod wpływem sił grawitacyjnych, przez wzorcowany, szklany lepkościomierz kapilarny w powtarzalnych warunkach, w znanej i ściśle kontrolowanej temperaturze.
- 4.1. Lepkość oleju napędowego zawierającego 20 % estru oblicza się, mnożąc zmierzony czas swobodnego przepływu stałej objętości cieczy, pomiędzy kreskami zbiornika pomiarowego, przez stałą kalibracji lepkościomierza.
- 4.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej wzorcowanie, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 3104. Precyzję metody oznaczania lepkości określa norma PN-EN 590.
5. Temperaturę zapłonu oleju napędowego zawierającego 20 % estru określa się metodą zamkniętego tygla Pensky'ego-Martensa, polegającą na umieszczeniu badanej próbki w tyglu i podgrzewaniu jej do chwili, gdy skierowane przez otwór w tyglu źródło zapłonu spowoduje zapłon par na powierzchni badanej próbki.

- 5.1. Najniższą temperaturę, w której następuje zapłon par na powierzchni badanej próbki, przyjmuje się jako temperaturę zapłonu w warunkach otoczenia.
- 5.2. Zmierzoną temperaturę zapłonu badanej próbki, w warunkach otoczenia, koryguje się w zależności od ciśnienia atmosferycznego.
- 5.3. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczania oraz podawania wyników, a także sporządzenie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 2719. Precyzję metody określania temperatury zapłonu określa norma PN-EN 590.
6. Zawartość siarki oznacza się metodą:
  - 1) rentgenowskiej spektroskopii fluorescencyjnej z dyspersją fali, polegającą na poddaniu badanej próbki, znajdującej się w kuwecie pomiarowej, działaniu pierwotnego promieniowania o określonej długości fali, pochodzącego z lampy rentgenowskiej, albo
  - 2) fluorescencji UV, polegającą na wykorzystaniu zjawiska fluorescencji ditlenku siarki wzbudzonego promieniowaniem ultrafioletowym, powstałego uprzednio na skutek spalania badanej próbki w określonych warunkach.
- 6.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 6 ppkt 1, należy wyznaczyć zawartość siarki na podstawie mierzonych szybkości zliczeń rentgenowskiego promieniowania fluorescencyjnego linii S-K<sub>α</sub> oraz promieniowania tła, korzystając z krzywej wzorcowania.
- 6.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 6 ppkt 1, wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody, określa norma PN-EN ISO 20884.
- 6.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 6 ppkt 2, intensywność fluorescencyjnego promieniowania ultrafioletowego jest miarą zawartości siarki w badanej próbce.
- 6.4. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 6 ppkt 2, wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody, określa norma PN-EN ISO 20846.
7. Pozostałość po koksovaniu (z 10 % pozostałości destylacyjnej uzyskanej metodą destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem według ASTM D 1160) oznacza się metodą wagową mikro, jako pozostałość po odparowaniu i rozkładzie termicznym badanej próbki w określonych warunkach.
  - 7.1. Badaną próbkę umieszcza się w szklanej fiole i podgrzewa do temperatury 500 °C w strumieniu obojętnego gazu, w kontrolowanych warunkach, przez określony czas. Lotne substancje powstające podczas reakcji są usuwane obojętnym gazem, a zwęglona pozostałość jest ważona.
  - 7.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania pozostałości po koksovaniu, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 10370.
  8. Pozostałość po spopieleniu oznacza się metodą polegającą na spalaniu badanej próbki w specjalnym naczyniu, redukcji pozostałości węglowej do popiołu przez podgrzewanie, w piecu muflowym, w temperaturze 775 °C i zważeniu otrzymanej pozostałości.
    - 8.1. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania pozostałości po spopieleniu, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 6245.
  9. Liczbę cetanową oleju napędowego zawierającego 20 % estru oznacza się metodą silnikową, stosując znormalizowany silnik badawczy typu WAUKESH i znormalizowane warunki pracy tego silnika, przez porównanie właściwości samozapłonowych badanego paliwa z właściwościami paliw wzorcowych.
    - 9.1. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania liczby cetanowej, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 5165.
  10. Indeks cetanowy określa się metodą równania czterech zmiennych, na podstawie znajomości:
    - 1) gęstości oleju napędowego zawierającego 20 % estru, w temperaturze 15 °C, oznaczonej metodami, o których mowa w pkt 2,
    - 2) temperatur, w których oddestylowuje 10 % (V/V), 50 % (V/V) i 90 % (V/V), określonych metodą, o której mowa w pkt 17— wykorzystując określone zależności matematyczne.
  - 10.1. Sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody równania czterech zmiennych, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 4264.
  11. Zawartość wody oznacza się metodą miareczkowania kulometrycznego, polegającą na wstrzyknięciu zważonej próbki do naczynia



do miareczkowania aparatu kulometrycznego Karla Fischera, w którym jod do reakcji Karla Fischera wydziela się elektrolitycznie na anodzie, proporcjonalnie do ilości wody zawartej w próbce.

- 11.1. Gdy cała zawartość wody zostaje odmiareczkowana, nadmiar jodu wykrywa czujnik elektrometrycznego punktu końcowego i miareczkowanie zostaje przerwane. Ze stochiometrii reakcji wynika, że jeden mol jodu reaguje z jednym molem wody, stąd ilość wody jest proporcjonalna do całkowitego zsumowanego prądu, zgodnie z prawem Faraday'a.
- 11.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, test kontrolny aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania zawartości wody, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 12937.
12. Zawartość zanieczyszczeń statycznych określa się metodą polegającą na oznaczeniu udziału masy zanieczyszczeń odfiltrowanych na sączku w odniesieniu do całkowitej masy próbki.
  - 12.1. Określoną ilość przygotowanej próbki sączy się w temperaturze 40 °C, przez uprzednio zważony sączek, oraz oznacza wagowo udział masy zanieczyszczeń pozostałych na sączku w odniesieniu do całkowitej masy próbki.
  - 12.2. Odczynniki, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody określania zawartości zanieczyszczeń, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 12662.
13. Działanie korodujące na płytkach z miedzi określa się porównawczo w stosunku do znormalizowanych wzorców korozji.
  - 13.1. Płytkę miedzianą zanurza się w badanej próbce o określonej objętości, a następnie ogrzewa w ściśle określonych warunkach. Po zakończeniu ogrzewania płytkę miedzianą wyjmuje się, przemywa i ocenia jej barwę, porównując z wzorcami korozji.
  - 13.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wykonanie badania, sposób interpretacji i podawania wyników, precyzję metody określania działania korodującego na płytkach z miedzi, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 2160.
14. Odporność na utlenianie oleju napędowego zawierającego 20 % estru określa się metodą polegającą na poddaniu badanej próbki starzeniu w temperaturze 95 °C przez 16 godzin, przy przepływie przez tę próbkę tlenu.
  - 14.1. Po zakończeniu procesu starzenia badanej próbki próbka ta jest schładzana do temperatury pokojowej, a następnie sączona, w celu oznaczenia zawartości w niej osadów nierozpuszczalnych filtrowalnych.
  - 14.2. Osady nierozpuszczalne przylegające usuwa się z próbki do utleniania i innych części szklanych rozpuszczalnikiem trójskładnikowym. Trójskładnikowy rozpuszczalnik odparowuje się w celu uzyskania osadów nierozpuszczalnych przylegających.
  - 14.3. Sumę zawartości osadów nierozpuszczalnych przylegających i osadów nierozpuszczalnych filtrowalnych określa się jako całkowitą zawartość osadów nierozpuszczalnych, która jest miarą odporności na utlenianie.
  - 14.4. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody określania odporności na utlenianie, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-ISO 12205.
15. Liczbę kwasową oleju napędowego zawierającego 20 % estru oznacza się metodą miareczkową, polegającą na rozpuszczeniu badanej próbki w mieszaninie rozpuszczalników i miareczkowaniu rozcieńczonym roztworem wodorotlenku potasu, przy zastosowaniu fenoloftaleiny jako wskaźnika do ustalenia punktu końcowego miareczkowania.
  - 15.1. Odczynniki, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania liczby kwasowej, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 14104.
16. Smarność oleju napędowego zawierającego 20 % estru oznacza się, stosując aparat o ruchu posuwisto-zwrotnym wysokiej częstotliwości (HFRR).
  - 16.1. Zamocowana w pionowo montowanym uchwycie stalowa kulka testowa dociskana jest do nieruchomej, poziomo montowanej stalowej płytki. Kulka testowa oscyluje z ustaloną częstotliwością i długością skoku, podczas gdy powierzchnia kontaktu tej kulki ze stalową płytką jest całkowicie zanurzona w badanej próbce.
  - 16.2. Skorygowana, do warunków standardowych, średnica śladu zużycia powstałego na kulce testowej jest miarą smarności badanej próbki.
  - 16.3. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie oraz wzorcowanie, wykonanie oznaczania, pomiar średnicy śladu zużycia powstałego na kulce testowej, sposób obliczenia wyników, precyzję metody oznaczania smarności i jej odchylenie, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN ISO 12156-1.
17. Skład frakcyjny oznacza się przy ciśnieniu atmosferycznym, stosując metodę polegającą na rozdziale frakcji przy pomocy destylacji, której przebieg i parametry są uzależnione od

składu i przewidywanych właściwości lotnych (grupy 0, 1, 2, 3 i 4). Każda z tych grup ma określony zestaw aparatury, temperaturę kondensacji i zakres zmiennych.

- 17.1. Badaną próbkę, o objętości 100 ml, poddaje się destylacji w ściśle określonych warunkach, stosownie do wymagań dla grupy wymienionej w pkt 17, do której dana próbka została zaliczona, oraz prowadzi się systematyczne obserwacje wskazań termometru i objętości uzyskiwanego kondensatu.
- 17.2. Po zakończeniu destylacji mierzy się objętość cieczy pozostałej w kolbie oraz zapisuje straty ilościowe powstałe w procesie destylacji.
- 17.3. Odczytane wskazania termometru koryguje się, w zależności od ciśnienia atmosferycznego, a następnie, na podstawie tych danych, dokonuje się obliczeń, stosownie do rodzaju próbki i określonych wymagań.
- 17.4. Rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, kontrolę aparatury, wykonanie

oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oznaczania składu frakcyjnego, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3405.

18. Temperaturę zablokowania zimnego filtra (CFPP) oznacza się metodą polegającą na zasysaniu badanej próbki przez znormalizowany filtr do pipety w warunkach kontrolowanego podciśnienia i w temperaturze obniżanej co 1 °C, do chwili zatrzymania lub spowolnienia przepływu tak, że czas napełniania pipety przekroczy 60 sekund lub paliwo nie spływa całkowicie do naczynia pomiarowego.
  - 18.1. Rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, wykonanie oznaczania, sposób podawania wyników, precyzję metody oznaczania temperatury zablokowania zimnego filtra, a także sporządzanie sprawozdania z badania, określa norma PN-EN 116.
- III. Procedurę postępowania w sprawach dotyczących precyzji metody badania oraz interpretacji wyników badań określa norma PN-EN ISO 4259.