

1668

ROZPORZĄDZENIE MINISTRA GOSPODARKI¹⁾

z dnia 17 grudnia 2010 r.

w sprawie wymagań jakościowych dla biokomponentów, metod badań jakości biokomponentów oraz sposobu pobierania próbek biokomponentów²⁾

Na podstawie art. 22 ust. 6 ustawy z dnia 25 sierpnia 2006 r. o biokomponentach i biopaliwach ciekłych (Dz. U. Nr 169, poz. 1199, z późn. zm.³⁾) zarządza się, co następuje:

§ 1. Określa się:

1) wymagania jakościowe dla biokomponentów:

a) bioetanolu, stanowiące załącznik nr 1 do rozporządzenia,

b) estru metylowego, stanowiące załącznik nr 2 do rozporządzenia;

2) metody badań jakości biokomponentów, stanowiące załącznik nr 3 do rozporządzenia;

3) sposób pobierania próbek biokomponentów, stanowiący załącznik nr 4 do rozporządzenia.

§ 2. Wymagań jakościowych dla biokomponentów określonych w rozporządzeniu nie stosuje się do biokomponentów, o których mowa w § 1 pkt 1, wyprodukowanych lub wprowadzonych do obrotu w innym niż Rzeczpospolita Polska państwie członkowskim Unii Europejskiej, w Turcji lub wyprodukowanych w państwie członkowskim Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) — stronie umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym, zgodnie z przepisami obowiązującymi w tych państwach, pod warunkiem że przepisy te zapewniają ochronę zdrowia oraz życia ludzi i zwierząt, środowiska, a także interesu konsumentów w stopniu odpowiadającym przepisom niniejszego rozporządzenia.

§ 3. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia.⁴⁾

Minister Gospodarki: *W. Pawlak*

¹⁾ Minister Gospodarki kieruje działem administracji rządowej — gospodarka, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 16 listopada 2007 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Gospodarki (Dz. U. Nr 216, poz. 1593).

²⁾ Niniejsze rozporządzenie zostało notyfikowane Komisji Europejskiej w dniu 25 sierpnia 2010 r., pod numerem 2010/0588/PL, zgodnie z § 4 rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. Nr 239, poz. 2039 oraz z 2004 r. Nr 65, poz. 597), które wdraża postanowienia dyrektywy Parlamentu Europejskiego i Rady 98/34/WE z dnia 22 czerwca 1998 r. ustanawiającej procedurę udzielania informacji w zakresie norm i przepisów technicznych (Dz. Urz. WE L 204 z 21.07.1998, z późn. zm.; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 20, str. 337).

³⁾ Zmiany wymienionej ustawy zostały ogłoszone w Dz. U. z 2007 r. Nr 35, poz. 217 i Nr 99, poz. 666, z 2009 r. Nr 3, poz. 11 oraz z 2010 r. Nr 21, poz. 104, Nr 229, poz. 1496 i Nr 238, poz. 1578.

⁴⁾ Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Gospodarki i Pracy z dnia 19 października 2005 r. w sprawie wymagań jakościowych dla biokomponentów oraz metod badań jakości biokomponentów (Dz. U. Nr 218, poz. 1845), które traci moc z dniem wejścia w życie niniejszego rozporządzenia na podstawie art. 39 ustawy z dnia 25 sierpnia 2006 r. o biokomponentach i biopaliwach ciekłych (Dz. U. Nr 169, poz. 1199, z 2007 r. Nr 35, poz. 217 i Nr 99, poz. 666, z 2009 r. Nr 3, poz. 11 oraz z 2010 r. Nr 21, poz. 104, Nr 229, poz. 1496 i Nr 238, poz. 1578).

Załączniki do rozporządzenia Ministra Gospodarki
z dnia 17 grudnia 2010 r. (poz. 1668)

Załącznik nr 1**WYMAGANIA JAKOŚCIOWE DLA BIOETANOLU¹⁾**

Właściwość	Jednostka	Zakresy	
		minimum	maksimum
Zawartość etanolu i alkoholi wyższych	% (m/m)	98,7	—
Zawartość alkoholi wyższych (C3 – C5) ²⁾	% (m/m)	—	2,0
Zawartość metanolu	% (m/m)	—	1,0
Zawartość wody	% (m/m)	—	0,300
Zawartość nieorganicznych chlorków	mg/l	—	20,0
Zawartość miedzi	mg/kg	—	0,100
Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy	% (m/m)	—	0,007
Wygląd		przezroczysty, pozbawiony zanieczyszczeń	
Zawartość fosforu	mg/l	—	0,50
Zawartość substancji nielotnych	mg/100 ml	—	10
Zawartość siarki	mg/kg	—	10,0

¹⁾ Wymagania odnoszą się do bioetanolu nieskażonego.
²⁾ W przypadku przeznaczenia bioetanolu do syntezy eterów, zawartość alkoholi wyższych jest uzgadniana między dostawcą a odbiorcą.

WYMAGANIA JAKOŚCIOWE DLA ESTRU METYLOWEGO

Właściwość	Jednostka	Wartość	
		minimum	maksimum
Zawartość estru metylowego kwasów tłuszczowych (FAME) ¹⁾	% (m/m)	96,5	—
Gęstość w temperaturze 15 °C	kg/m ³	860	900
Lepkość w temperaturze 40 °C	mm ² /s	3,50	5,00
Temperatura zapłonu	°C	101	—
Zawartość siarki	mg/kg	—	10,0
Pozostałość po koksowaniu (z 10 % pozostałości destylacyjnej) ²⁾	% (m/m)	—	0,30
Liczba cetanowa		51,0	—
Zawartość popiołu siarczanowego	% (m/m)	—	0,02
Zawartość wody	mg/kg	—	500
Zawartość zanieczyszczeń stałych	mg/kg	—	24
Badanie działania korodującego na miedzi (3 h w temperaturze 50 °C)	stopień korozji	stopień korozji 1	
Stabilność oksydacyjna w temperaturze 110 °C	h	6,0	—
Liczba kwasowa	mg KOH/g	—	0,50
Liczba jodowa	g jodu/100g	—	120
Zawartość estru metylowego kwasu linolenowego	% (m/m)	—	12,0
Zawartość estrów metylowych kwasów polienowych (zawierających nie mniej niż cztery wiązania podwójne)	% (m/m)	—	1
Zawartość metanolu	% (m/m)	—	0,20
Zawartość monoacylogliceroli	% (m/m)	—	0,80
Zawartość diacylogliceroli	% (m/m)	—	0,20
Zawartość triacylogliceroli	% (m/m)	—	0,20
Zawartość wolnego glicerolu	% (m/m)	—	0,02
Zawartość ogólnego glicerolu	% (m/m)	—	0,25
Zawartość metali grupy I (Na + K)	mg/kg	—	5,0
Zawartość metali grupy II (Ca + Mg)	mg/kg	—	5,0
Zawartość fosforu	mg/kg	—	4,0
<p>¹⁾ Nie dopuszcza się innych składników oprócz dodatków uszlachetniających. Jeżeli w FAME występują w sposób naturalny estry C17, fakt ten może wpływać na zaniżenie oznaczonej zawartości estrów metylowych kwasów tłuszczowych. W takim przypadku należy wykonać w celu weryfikacji badanie referencyjne zgodnie z procedurą [4], podaną w normie PN-EN 14214, do czasu ustanowienia przez CEN zmodyfikowanej procedury. Zaleca się, aby natychmiast po wyprodukowaniu estru dodawać środki stabilizujące w celu poprawy jego stabilności w długim okresie.</p> <p>²⁾ W celu otrzymania 10 % pozostałości po destylacji należy stosować metodę wg ASTM D 1160.</p>			

METODY BADAŃ JAKOŚCI BIOKOMPONENTÓW

- I. Metody badań jakości bioetanolu, w zakresie poszczególnych parametrów tego biokomponentu.
 1. Zawartość etanolu i alkoholi wyższych oznacza się metodą chromatografii gazowej, polegającą na wprowadzeniu porcji próbki do chromatografu gazowego (GC), wydzieleniu etanolu i alkoholi wyższych z pozostałych składników, wykryciu ich przy pomocy detektora płomieniowo-jonizacyjnego (FID) i określeniu ich zawartości w odniesieniu do wewnętrznego wzorca na podstawie współczynnika odpowiedzi.
 - 1.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej wyposażenie, sposób obliczenia, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15721.
 2. Zawartość alkoholi wyższych (C3 — C5) oznacza się metodą chromatografii gazowej, polegającą na wprowadzeniu porcji próbki do chromatografu gazowego (GC), wydzieleniu alkoholi wyższych (C3 — C5) z pozostałych składników, wykryciu ich przy pomocy detektora płomieniowo-jonizacyjnego (FID) i określeniu ich zawartości w odniesieniu do wewnętrznego wzorca na podstawie współczynnika odpowiedzi.
 - 2.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej wyposażenie, sposób obliczenia, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15721.
 3. Zawartość metanolu oznacza się metodą chromatografii gazowej, polegającą na wprowadzeniu porcji próbki do chromatografu gazowego (GC), wydzieleniu metanolu z pozostałych składników, wykryciu go przy pomocy detektora płomieniowo-jonizacyjnego (FID) i określeniu jego zawartości w odniesieniu do wewnętrznego wzorca na podstawie współczynnika odpowiedzi.
 - 3.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej wyposażenie, sposób obliczenia, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15721.
 4. Zawartość wody oznacza się metodą miareczkowania kulometrycznego Karla Fischera, polegającą na wprowadzeniu 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.
 - 4.1. Gdy cała zawartość wody zostaje odmiareczkowana, nadmiar jodu wykrywany jest przez czujnik elektrometrycznego punktu końcowego i miareczkowanie zostaje przerwane. Ze stechiometrii reakcji wynika, że jeden mol jodu reaguje z jednym molem wody, stąd ilość wody jest proporcjonalna do całkowitego ładunku, zgodnie z prawem Faradaya.
 - 4.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, test kontrolny aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15489.
 5. Zawartość nieorganicznych chlorków oznacza się metodą:
 - 1) potencjometryczną, polegającą na odparowaniu odważonej ilości próbki w łaźni wodnej, rozpuszczeniu suchej pozostałości w dejonizowanej wodzie i określeniu zawartości nieorganicznych chlorków w drodze miareczkowania potencjometrycznego, albo
 - 2) chromatografii jonowej, polegającą na odparowaniu próbki w łaźni wodnej, rozpuszczeniu suchej pozostałości w wodzie i określeniu zawartości chlorków przez porównanie na chromatografie powierzchni pików badanej próbki ze standardową krzywą kalibracji.
 - 5.1. W przypadku wykonania oznaczenia w sposób określony w pkt 5 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, kalibrację, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15484.
 - 5.2. W przypadku wykonania oznaczenia w sposób określony w pkt 5 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, przygotowanie roztworu kalibracyjnego i aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15492.
6. Zawartość miedzi oznacza się metodą spektrometrii absorpcji atomowej z kuetą grafitową, polegającą na wprowadzaniu porcji próbki na powierzchnię wewnętrzną lub półeczkę kuwety oraz ogrzewaniu kuwety zgodnie z odpowiednim programem temperaturowym.
 - 6.1. Ilość światła zaabsorbowanego przez atomy miedzi w czasie ostatniego etapu programu jest mierzona w określonych jednostkach czasu, a zintegrowana absorbancja A_t , wytworzona przez miedź zawartą w próbce jest porównywana z krzywą kalibracji otrzymaną na podstawie zawartości miedzi w roztworach wzorcowych.
 - 6.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie roztworu do próby ślepej i roztworu wzorcowego, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15488.

7. Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy oznacza się metodą miareczkowania kolorymetrycznego, polegającą na zmieszaniu próbki z taką samą porcją wody niezawierającą ditlenku węgla i zmia-reczkowaniu roztworem wodorotlenku potasu w obecności fenoloftaleiny do momentu zubożenia związków o charakterze kwaśnym.
- 7.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, aparaturę, sposób obliczenia i poda-wania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 15491.
8. Wygląd sprawdza się metodą wizualną, polegającą na ocenie koloru oraz przezroczystości, przez porów-nanie z próbką wody na tle białym oraz czarnym.
- 8.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowaną aparaturę, sposób interpretacji i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15769.
9. Zawartość fosforu oznacza się metodą spektrometryczną, polegającą na odparowaniu próbki, rozpusz-czeniu suchej pozostałości w wodzie i dodaniu kwaśnego roztworu zawierającego jony molibdenu i anty-monu w celu uzyskania kompleksu antymonowo- fosforowo-molibdenowego.
- 9.1. Kompleks jest poddawany działaniu kwasu askorbinowego w celu uzyskania kompleksu molibdenowego o mocnej niebieskiej barwie. Zawartość fosforu uzyskuje się poprzez pomiar absorpcji kompleksu przy długości fali równej 880 nm.
- 9.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, aparaturę, kalibrację, sposób oblicze-nia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 15487.
10. Zawartość substancji nielotnych oznacza się metodą grawimetryczną, polegającą na zważeniu pozostało-ści po odparowaniu alkoholu w łaźni wodnej i osuszeniu w suszarce.
- 10.1. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj aparatury i wyposażenie, sposób obliczenia oraz podawania wyni-ków, a także precyzję metody określa norma PN-EN 15691.
11. 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 pro-mieniowaniem ultrafioletowym, powstałego uprzednio na skutek spalenia badanej próbki w określo-nych warunkach.
- 11.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 11 ppkt 1, należy wyznaczyć zawar-tość siarki na podstawie krzywej kalibracji określonej dla odpowiedniego zakresu pomiarowego.
- 11.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 11 ppkt 1, sposób wykonania ozna-czenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie roztworów kalibracyjnych, procedurę kalibracji, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawo-zdania z badania określa norma PN-EN 15485.
- 11.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 11 ppkt 2, sposób wykonania ozna-czenia, stosowane odczynniki i materiały, kalibrację i weryfikację aparatury, sposób obliczenia i podawa-nia wyników, precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15486.
- II. Metody badań jakości estru metylowego, w zakresie poszczególnych parametrów tego biokomponentu.
 1. Zawartość estru metylowego kwasów tłuszczowych oznacza się metodą chromatografii gazowej z uży-ciem wzorca wewnętrznego, polegającą na rozdziale mieszaniny na poszczególne składniki w fazie gazo-wej.
 - 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 piku estru metylo-wego kwasu nerwonowego ($C_{24:1}$).
 - 1.2. Zawartość estru metylowego kwasów tłuszczowych oblicza się na podstawie całkowitej powierzchni pi-ków 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.
 - 1.3. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14103.
 2. Gęstość estru metylowego w temperaturze 15 °C oznacza się:
 - 1) metodą z areometrem, polegającą na pomiarze gęstości badanej próbki o określonej temperaturze, za pomocą areometru zanurzonego w próbce znajdującej się w cylindrze, albo
 - 2) metodą oscylacyjną, wprowadzając próbkę (o objętości około 1 ml) do celi pomiarowej gęstościomierza oscylacyjnego, termostatowanej w celu utrzymania temperatury odniesienia 15 °C.

- 2.1. W przypadku oznaczania gęstości w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 1, należy odczytać wskazanie na podziałce areometru, zanotować temperaturę badanej próbki i przeliczyć wynik pomiaru przy użyciu wzoru określonego w załączniku C do normy PN-EN 14214, aby odnieść go do temperatury 15 °C.
- 2.2. W przypadku oznaczania gęstości w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 1, sposób wykonania oznaczenia, rodzaj aparatury oraz jej przygotowanie i kontrolę, przygotowanie próbki, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3675.
- 2.3. W przypadku oznaczania gęstości w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2, sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, przygotowanie próbki, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 12185.
3. Lepkość estru metylowego 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 określonej i precyzyjnie utrzymywanej, stałej i ściśle kontrolowanej temperaturze.
 - 3.1. Lepkość w temperaturze 40 °C oblicza się, mnożąc zmierzony czas przepływu stałej objętości cieczy, pomiędzy kreskami zbiornika pomiarowego, przez stałą lepkościomierza.
 - 3.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej wzorcowanie, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3104.
 - 3.3. Precyzję metody oznaczania lepkości w temperaturze 40 °C określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
4. Temperaturę zapłonu estru metylowego oznacza się:
 - 1) 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, albo
 - 2) metodą zamkniętego tygla Pensky'ego-Martensa, polegającą na umieszczeniu badanej próbki w tyglu i podgrzewaniu, przy ciągłym mieszaniu, do chwili, gdy wprowadzone przez otwór w pokrywie tygla źródło zapłonu spowoduje zapłon par na powierzchni badanej próbki.
- 4.1. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu w sposób określony w pkt 4 ppkt 1, do badania należy użyć 2 ml badanej próbki i zastosować przyrząd pomiarowy wyposażony w urządzenie rejestrujące temperaturę.
- 4.2. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu w sposób określony w pkt 4 ppkt 1, najniższą temperaturę, w której następuje zapłon par na powierzchni badanej próbki, przyjmuje się jako temperaturę zapłonu w warunkach otoczenia.
- 4.3. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu w sposób określony w pkt 4 ppkt 1, zmierzoną temperaturę zapłonu badanej próbki w warunkach otoczenia, koryguje się do normalnego ciśnienia atmosferycznego.
- 4.4. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu w sposób określony w pkt 4 ppkt 1:
 - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3679;
 - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
- 4.5. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu w sposób określony w pkt 4 ppkt 2, najniższą temperaturę, w której przyłożenie źródła zapłonu spowoduje zapłon par badanej próbki i szerzenie się płomienia ponad powierzchnią cieczy, przyjmuje się jako temperaturę zapłonu w warunkach otoczenia.
- 4.6. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu w sposób określony w pkt 4 ppkt 2, zmierzoną temperaturę zapłonu badanej próbki w warunkach otoczenia, koryguje się do normalnego ciśnienia atmosferycznego.
- 4.7. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu w sposób określony w pkt 4 ppkt 2, należy stosować procedurę A, oraz używać aparatury do określania temperatury zapłonu wyposażonej w odpowiednie urządzenie wykrywające (termiczne lub jonizacyjne).
- 4.8. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu w sposób określony w pkt 4 ppkt 2:
 - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, postępowanie z próbką, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 2719;
 - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
5. Zawartość siarki oznacza się metodą:
 - 1) rentgenowskiej spektrometrii 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 w nadfiolecie, 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_α oraz promieniowania tła, korzystając z krzywej wzorcowania.
- 5.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 1:
 - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, 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, miarą zawartości siarki w badanej próbce jest intensywność fluorescencyjnego promieniowania ultrafioletowego.
- 5.4. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 2:
 - 1) sposób wykonania oznaczenia, 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 probówce 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. 10 % pozostałości destylacyjnej należy uzyskać metodą destylacji próżniowej, przeprowadzonej pod ciśnieniem 1,33 hPa (1 mm Hg).
- 6.3. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 10370.
- 6.4. Precyzję metody oznaczania pozostałości po koksowaniu określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
7. Liczbę cetanową oznacza się metodą silnikową, polegającą na porównaniu własności samozapłonowych oleju napędowego z analogicznymi właściwościami mieszanek paliw wzorcowych o znanych liczbach cetanowych, przy zastosowaniu silnika badawczego w znormalizowanych warunkach.
 - 7.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, przygotowanie próbki i aparatury, kalibrację, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 5165.
 - 7.2. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
8. Zawartość popiołu siarczanowego oznacza się metodą wagową, polegającą na obliczeniu udziału popiołu siarczanowego, uzyskanego przez spalenie badanej próbki i reakcję pozostałości po spopieleniu z kwasem siarkowym.
 - 8.1. Badaną próbkę spala się do chwili, gdy pozostanie 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. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-ISO 3987.
 - 8.3. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
9. Zawartość wody oznacza się metodą miareczkowania kulometrycznego, polegającą na wprowadzeniu 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 stechiometrii reakcji wynika, że jeden mol jodu reaguje z jednym molem wody, stąd ilość wody jest proporcjonalna do całkowitego ładunku, zgodnie z prawem Faraday'a.
 - 9.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie oraz test kontrolny, przygotowanie próbki, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, 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 pokojowej, z zastosowaniem próżni, przez uprzednio zważony sączek oraz oznacza wagowo udział masy zanieczyszczeń pozostałych na sączku w odniesieniu do całkowitej masy próbki.
 - 10.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, przygotowanie próbki, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 12662.

11. Działanie korodujące na 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. Sposób wykonania badania, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób interpretacji i podawania wyników, precyzję metody, 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, połączoną z jednostką pomiarową wskazującą koniec okresu indukcyjnego.
- 12.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, 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 fenoloftaleiny jako wskaźnika do ustalenia punktu końcowego miareczkowania.
- 13.1. Sposób wykonania oznaczenia, odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14104.
14. Liczbę jodową oznacza się:
 - 1) 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, albo
 - 2) metodą obliczeniową, polegającą na wykorzystaniu składu estrów metylowych, wyrażonego w ułamku masowym w procentach.
- 14.1. W przypadku oznaczania liczby jodowej w sposób określony w pkt 14 ppkt 1, sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14111.
- 14.2. W przypadku oznaczania liczby jodowej w sposób określony w pkt 14 ppkt 2, sposób obliczania liczby jodowej oraz podawania wyniku określa załącznik B do normy PN-EN 14214.
15. Zawartość estru metylowego kwasu linolenowego oznacza się metodą chromatografii gazowej z użyciem wzorca wewnętrznego, polegającą na rozdziale 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_{24}) i nerwonowego ($C_{24:1}$). Integracja powinna być tak przeprowadzona, aby były uwzględnione piki, począwszy od estru metylowego kwasu mirystynowego (C_{14}) do piku estru metylowego kwasu nerwonowego ($C_{24:1}$).
- 15.2. Zawartość estru metylowego kwasu linolenowego oblicza się na podstawie całkowitej powierzchni 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. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14103.
16. Zawartość metanolu oznacza się metodą polegającą na ogrzewaniu próbki w temperaturze 80 °C w hermetycznie zamkniętej fiolce, 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 określane z użyciem współczynnika kalibracji wewnętrznej.
- 16.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury, precyzję metody, 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. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób podawania wyników, precyzję metody, 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, etanolu, 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, sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, 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, sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14106.
19. Zawartość sodu oznacza się:
 - 1) bezpośrednio metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej przy długości fali równej 589,0 nm, rozpuszczając uprzednio badaną próbkę w roztworze ksylenu, albo
 - 2) metodą optycznej emisyjnej analizy spektralnej z plazmą wzbudzoną 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, sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, 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, sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczania i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14538.
20. Zawartość potasu oznacza się:
 - 1) bezpośrednio metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej przy długości fali równej 766,5 nm, rozpuszczając uprzednio badaną próbkę w roztworze ksylenu i stabilizatora, albo
 - 2) metodą optycznej emisyjnej analizy spektralnej z plazmą wzbudzoną 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 ksylenu i stabilizatora.
- 20.2. W przypadku oznaczania zawartości potasu w sposób określony w pkt 20 ppkt 1, sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także 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, sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczania i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14538.
- 20.5. Precyzję oznaczania łącznej zawartości sodu i potasu, w przypadku oznaczania zawartości sodu zgodnie z normą PN-EN 14108 oraz potasu zgodnie z normą PN-EN 14109, określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
21. Zawartość wapnia i magnezu oznacza się metodą optycznej emisyjnej analizy spektralnej z plazmą wzbudzoną 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. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczania i podawania wyników, precyzję, 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. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14107.
 - III. Procedurę postępowania w sprawach dotyczących precyzji metody badania oraz interpretacji wyników badań określa norma PN-EN ISO 4259.

SPOSÓB POBIERANIA PRÓBEK BIOKOMPONENTÓW

1. Próbki pobiera się ręcznie ze zbiornika lub z opakowania jednostkowego, gdy ich zawartość znajduje się w spoczynku.
2. Próbki ze zbiornika należy pobierać w kolejności od lustra cieczy do jego dna, aby uniknąć zaburzeń w niższych poziomach cieczy.
3. Próbki z opakowania jednostkowego należy pobierać z wybranego poziomu cieczy lub jako próbkę reprezentatywną przekrojową.
4. Próbki pobiera się przy użyciu odpowiednich przyrządów do pobierania próbek.
- 4.1. Rodzaje przyrządów do pobierania próbek:
 - 1) bioetanolu, określa norma PN-A 79527 lub norma PN-EN ISO 3170;
 - 2) estru metylowego określa norma PN-EN ISO 3170.
5. Próbki pobiera się do odpowiednich pojemników.
- 5.1. Pojemniki przeznaczone na próbki:
 - 1) bioetanolu powinny być wykonane ze szkła lub z tworzyw sztucznych;
 - 2) estru metylowego powinny być wykonane ze stali nierdzewnej lub z tworzyw sztucznych, chemicznie obojętnych.
- 5.2. Pojemniki przeznaczone na próbki powinny:
 - 1) mieć pojemność 5 litrów oraz być wyposażone w uszczelki dławikowe lub mieć połączenia szczelne, zdolne do wytrzymania wewnętrznych ciśnień, powstających podczas normalnej ich eksploatacji;
 - 2) mieć zamocowanie, umożliwiające ich zaplombowanie.
- 5.3. W przypadku pobierania próbek bioetanolu, pojemniki przeznaczone na próbki powinny być schłodzone. Na ściankach naczyń nie może być kondensatu pary wodnej.
- 5.4. Pojemniki przeznaczone na próbki nie mogą być zabezpieczone przed korozją środkami wytworzonymi na bazie produktu naftowego.
- 5.5. Zamknięcie pojemników przeznaczonych na próbki składa się z nakrętki z dopasowaną podkładką odporną na działanie pobieranego biokomponentu. Podkładki te nie mogą być wykonane z korka lub gumy.
6. Przyrządy do pobierania próbek oraz pojemniki przeznaczone na próbki powinny być wykonane z materiałów chemicznie obojętnych dla pobieranego biokomponentu.
7. Pojemnik przeznaczony na próbkę należy:
 - 1) napęlnić maksymalnie 4 litrami biokomponentu;
 - 2) po napęlnieniu biokomponentem natychmiast zamknąć, stosując zamknięcie zapewniające niezmienną wartość parametrów jakościowych próbki.
8. Szczelność zamkniętego pojemnika przeznaczonego na próbkę należy sprawdzić, odwracając go do góry dnem i trzymając w tej pozycji przez 30 sekund. Jeżeli zaobserwuje się wyciek biokomponentu, należy wymienić zamknięcie pojemnika na nowe i ponownie sprawdzić jego szczelność.
- 8.1. W przypadku gdy wyciek biokomponentu nie ustaje, należy ponownie pobrać próbkę, używając nowego pojemnika wraz z nowym zamknięciem i ponownie przeprowadzić ocenę szczelności pojemnika i zamknięcia.
9. Sposób postępowania przy pobieraniu próbek, postępowanie z próbkami oraz wymagania dotyczące bezpieczeństwa w tym zakresie, określa norma PN-EN ISO 3170.