

## 520

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

z dnia 22 kwietnia 2010 r.

w sprawie metod badania jakości biopaliw ciekłych<sup>2)</sup>

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, z 2008 r. Nr 157, poz. 976 oraz z 2009 r. Nr 18, poz. 97) zarządza się, co następuje:

<sup>1)</sup> 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).

<sup>2)</sup> Niniejsze rozporządzenie zostało notyfikowane Komisji Europejskiej w dniu 30 września 2009 r., pod numerem 2009/0532/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 98/34/WE Parlamentu Europejskiego i Rady 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, str. 37, z późn. zm.; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 20, str. 337, z późn. zm.).

§ 1. Metody badania jakości biopaliw ciekłych:

- 1) estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo,
- 2) oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego,
- 3) benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu

— w zakresie poszczególnych ich parametrów, określa załącznik do rozporządzenia.

§ 2. Traci moc rozporządzenie Ministra Gospodarki z dnia 28 lutego 2007 r. w sprawie metod badania jakości biopaliw ciekłych (Dz. U. Nr 44, poz. 281).

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

Minister Gospodarki: *W. Pawlak*

Załącznik do rozporządzenia Ministra Gospodarki z dnia 22 kwietnia 2010 r. (poz. 520)

## METODY BADANIA JAKOŚCI BIOPALIW CIEKŁYCH

- I. Metody badania jakości estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo, w zakresie poszczególnych parametrów tego biopaliwa ciekłego
  1. Zawartość estru metylowego kwasów tłuszczowych (FAME) 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<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 pików estru metylowego kwasu nerwonowego (C<sub>24:1</sub>).
    - 1.2. Zawartość estru metylowego kwasów tłuszczowych oblicza się na podstawie całkowitej powierzchni pików estrów metylowych od C<sub>14</sub> do C<sub>24:1</sub> oraz powierzchni pików 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 stanowiącego samoistne paliwo w temperaturze 15 °C oznacza się:
    - 1) metodą oscylacyjną, wprowadzając próbkę (o objętości około 1 ml) do celi pomiarowej gęstościomierza oscylacyjnego, termostатовanej w celu utrzymania temperatury odniesienia 15 °C, 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 metylowego stanowiącego samoistne paliwo, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 1, 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.

- 2.2. W przypadku oznaczania gęstości estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2, należy odczytać wskazanie na podziałce areometru, zanotować temperaturę badanej próbki i przy użyciu odpowiednich tablic przeliczeniowych odczytać wynik pomiaru odniesiony do temperatury 15 °C.
- 2.3. W przypadku oznaczania gęstości estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2, 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.
3. Lepkość estru metylowego 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 określonej i precyzyjnie utrzymywanej, stałej i ściśle kontrolowanej temperaturze.
  - 3.1. Lepkość estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo oblicza się, mnożąc zmierzony czas przepływu stałej objętości cieczy, pomiędzy kreskami zbiornika pomiarowego, przez stałą kalibracji 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 określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
4. Temperaturę zapłonu estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo oznaczają 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 estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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 estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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 estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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 estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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 estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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 estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo w sposób określony w pkt 4 ppkt 2 należy stosować procedurę A, określoną w normie PN-EN ISO 2719, oraz używać aparatury do określania temperatury zapłonu wyposażonej w odpowiednie urządzenie wykrywające zapłon (termiczne lub jonizacyjne).
  - 4.8. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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 oznaczania temperatury zapłonu 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 spalenia 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 $\alpha$  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) estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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. W celu otrzymania 10 % pozostałości destylacyjnej należy stosować metodę określoną w normie ASTM D 1160.
  - 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.
7. Liczbę cetanową estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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 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 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 oznaczania zawartości popiołu siarczanowego 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 Faradaya'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, przemycwa 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 estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo oznacza się metodą:
  - 1) polegającą na przepuszczeniu przez badaną próbkę strumienia oczyszczonego powietrza albo
  - 2) przyspieszonego utleniania, polegającą na poddaniu badanej próbki starzeniu w temperaturze 110 °C w strumieniu oczyszczonego powietrza.
- 12.1. W przypadku oznaczania stabilności oksydacyjnej estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo w sposób określony w pkt 12 ppkt 1 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.
- 12.2. W przypadku oznaczania stabilności oksydacyjnej estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo w sposób określony w pkt 12 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 14112.
- 12.3. W przypadku oznaczania stabilności oksydacyjnej estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo w sposób określony w pkt 12 ppkt 2 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.
- 12.4. W przypadku oznaczania stabilności oksydacyjnej estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo w sposób określony w pkt 12 ppkt 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 15751.
13. Liczbę kwasową estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo 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 tiosiarczynu 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 obliczenia liczby jodowej oraz podawania wyniku określa załącznik B do normy PN-EN 14214.
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 ( $C_{24}$ ) 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 linolowego 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 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. 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.
23. Temperaturę zablokowania zimnego filtra (CFPP) estru metylowego stanowiącego samostne paliwo 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.
- 23.1. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, przygotowanie próbki, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 116.
- II. Metody badania jakości oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego, w zakresie poszczególnych parametrów tego biopaliwa ciekłego
1. Zawartość estru metylowego 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 pików około  $1745\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$  i porównaniu z absorbancją wzorcowych roztworów estrów metylowych kwasów tłuszczowych.
- 1.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14078.
2. Gęstość oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego, w temperaturze 15 °C, oznacza się:
- 1) metodą oscylacyjną, wprowadzając próbkę (o objętości około 1 ml) do celi pomiarowej gęstościomierza oscylacyjnego, termostатовanej w celu utrzymania temperatury odniesienia 15 °C, 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 metylowego, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 1 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.
- 2.2. W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2 należy odczytać wskazanie na podziałce areometru, zanotować temperaturę badanej próbki i przy użyciu odpowiednich tablic przeliczeniowych odczytać wynik pomiaru odniesiony do temperatury 15 °C.
- 2.3. W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego, w temperaturze 15 °C, w sposób określony w pkt 2 ppkt 2 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.
3. Zawartość wielopierścieniowych węglowodórów aromatycznych oznacza się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej z detekto-

- rem współczynnika załamania światła, polegającą na rozcieńczeniu badanej próbki o znanej masie heptanem i wstrzykiwaniu określonej objętości tego roztworu do wysokosprawnego chromatografu cieczowego wyposażonego w kolumnę polarną.
- 3.1. Kolumna polarna ma wykazywać słabe powinowactwo do węglowodorów niearomatycznych, umożliwiając wydzielenie i selektywny rozdział węglowodorów aromatycznych, w wyniku czego węglowodory aromatyczne są oddzielane od węglowodorów niearomatycznych i wymywane w odpowiednich zakresach, odpowiadających ich strukturze pierścieniowej.
  - 3.2. Kolumna jest połączona z detektorem zmian indeksu refrakcji, który wykrywa składniki wymywane z kolumny. Sygnał elektroniczny z detektora jest monitorowany w sposób ciągły za pomocą procesora danych. Amplitudy sygnałów związków aromatycznych w próbce są porównywane 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 wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych POLY-AH.
  - 3.4. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury oraz jej przygotowanie i kalibrację, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 12916.
  4. Lepkość oleju napędowego zawierającego 20 % 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.
    - 4.1. Lepkość oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego w temperaturze 40 °C oblicza się, mnożąc zmierzony czas przepływu stałej objętości cieczy, pomiędzy kreskami zbiornika pomiarowego, przez stałą lepkościomierza.
    - 4.2. 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.
    - 4.3. Precyzję metody oznaczania lepkości oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego w temperaturze 40 °C określa norma PN-EN 590.
  5. Temperaturę zapłonu oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego oznacza się 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.
    - 5.1. 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.
    - 5.2. Zmierzoną temperaturę zapłonu badanej próbki w warunkach otoczenia koryguje się do normalnego ciśnienia atmosferycznego.
    - 5.3. 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.
    - 5.4. Precyzję metody określania temperatury zapłonu określa norma PN-EN 590.
  6. 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.
  - 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  $S-K_{\alpha}$  oraz promieniowania tła, korzystając z krzywej wzorcowania.
  - 6.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 6 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, precyzję metody, sposób obliczenia i podawania wyników określa norma PN-EN ISO 20884.
  - 6.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 6 ppkt 2 miarą zawartości siarki w badanej próbce jest intensywność fluorescencyjnego promieniowania ultrafioletowego.
  - 6.4. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 6 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, precyzję metody, sposób obliczenia i podawania wyników określa norma PN-EN ISO 20846.

7. Pozostałość po koksowaniu oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego (z 10 % pozostałości destylacyjnej) 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 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.
- 7.2. W celu otrzymania 10 % pozostałości destylacyjnej należy stosować metodę określoną w normie ASTM D 1160.
- 7.3. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 10370.
- 7.4. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 590.
8. Pozostałość po spopieleniu oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego 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. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6245.
9. Liczbę cetanową oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego oznacza się metodą silnikową, polegającą na porównaniu własności samozapłonowych badanego paliwa z analogicznymi właściwościami mieszanek paliw wzorcowych o znanych liczbach cetanowych, przy zastosowaniu silnika badawczego w znormalizowanych warunkach.
- 9.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, kalibrację, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 5165.
10. Indeks cetanowy oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego określa się metodą równania czterech zmiennych, na podstawie uzyskanych wyników badania:
  - 1) gęstości 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 18— wykorzystując określone zależności matematyczne.
- 10.1. Sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 4264.
11. 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.
- 11.1. 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 Faradaya.
- 11.2. 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.
12. Zawartość zanieczyszczeń stałych 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 pokojowej, z zastosowaniem próżni, przez uprzednio zważony sączek oraz oznacza wagowo udział masy zanieczyszczeń pozostałych na sączku w odniesieniu do całkowitej masy próbki.
- 12.2. 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.
13. Działanie korodujące na 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. 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.
14. Odporność na utlenianie oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego określa się metodą:
  - 1) polegającą na poddaniu badanej próbki starzeniu w temperaturze 95 °C przez 16 godzin, przy przepływie przez tę próbkę tlenu, albo



- 2) przyspieszonego utleniania, polegającą na poddaniu badanej próbki starzeniu w temperaturze 110 °C w strumieniu oczyszczonego powietrza.
- 14.1. W przypadku oznaczania odporności na utlenianie w sposób określony w pkt 14 ppkt 1 po zakończeniu procesu starzenia badana próbka jest schładzana do temperatury pokojowej, a następnie sączona w celu oznaczenia zawartości osadów nierozpuszczalnych filtrowalnych.
- 14.2. W przypadku oznaczania odporności na utlenianie w sposób określony w pkt 14 ppkt 1 osady nierozpuszczalne, które przylegają do próbki i innych części szklanych, usuwa się za pomocą rozpuszczalnika trójskładnikowego. Trójskładnikowy rozpuszczalnik jest następnie odparowywany w celu uzyskania osadów nierozpuszczalnych przylegających.
- 14.3. W przypadku oznaczania odporności na utlenianie w sposób określony w pkt 14 ppkt 1 całkowita zawartość osadów nierozpuszczalnych przylegających, która jest miarą odporności na utlenianie, podawana jest jako suma osadów nierozpuszczalnych filtrowalnych i osadów nierozpuszczalnych przylegających do próbki i innych części szklanych.
- 14.4. W przypadku oznaczania odporności na utlenianie w sposób określony w pkt 14 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN ISO 12205.
- 14.5. W przypadku oznaczania odporności na utlenianie w sposób określony w pkt 14 ppkt 2 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.
- 14.6. W przypadku oznaczania odporności na utlenianie w sposób określony w pkt 14 ppkt 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 15751.
15. Wygląd zewnętrzny określa się metodą wizualną, polegającą na umieszczeniu próbki w przezroczystym cylindrze oraz ocenie wyglądu i przezroczystości.
16. Liczbę kwasową oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego 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.
- 16.1. Sposób wykonania oznaczenia, odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14104.
17. Smarność (skorygowana średnica śladu zużycia (WS 1,4)) oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego w temperaturze 60 °C oznacza się, stosując aparat o ruchu posuwisto-zwrotnym wysokiej częstotliwości (HFRR).
- 17.1. Zamocowana w pionowo montowanym uchwycie stalowa kulka testowa jest dociskana za pomocą zadanego obciążenia do nieruchomej, poziomo zamontowanej stalowej płytki. Kulka testowa oscyluje z ustaloną częstotliwością i długością skoku. Kulka i płytka w czasie trwania testu są całkowicie zanurzone w badanej próbce.
- 17.2. Skorygowana do warunków standardowych średnica śladu zużycia powstałego na kulce testowej jest miarą smarności badanej próbki.
- 17.3. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie oraz wzorcowanie, pomiar średnicy śladu zużycia powstałego na kulce testowej, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 12156-1.
18. Skład frakcyjny oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego oznacza się przy ciśnieniu atmosferycznym, stosując metodę polegającą na rozdziale frakcji za pomocą 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.
- 18.1. Badaną próbkę węglowodorów o objętości 100 ml poddaje się destylacji w ściśle określonych warunkach, stosownie do wymagań dla grupy wymienionej w pkt 18, do której dana próbka została zaliczona, oraz prowadzi się systematyczne obserwacje wskazań termometru i objętości uzyskiwanego kondensatu.
- 18.2. Po zakończeniu destylacji mierzy się objętość cieczy pozostałej w kolbie oraz zapisuje straty ilościowe w procesie destylacji.
- 18.3. 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.
- 18.4. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, kontrole aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3405.
19. Temperaturę zablokowania zimnego filtra (CFPP) oleju napędowego zawierającego 20 % estru metylowego oznacza się metodą, polegającą na zasysaniu badanej próbki przez znormalizowany filtr do pipety w warunkach kontrolo-

wanego 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.

- 19.1. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, przygotowanie próbki, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 116.
- III. Metody badania jakości benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu, w zakresie poszczególnych parametrów tego biopaliwa ciekłego
  1. Badawczą liczbę oktanową — RON benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu określa się, stosując znormalizowany silnik badawczy i znormalizowane warunki pracy tego silnika, porównując charakterystyki stukowego spalania benzyny silnikowej z charakterystykami mieszanek podstawowych paliw wzorcowych o znanych liczbach oktanowych.
    - 1.1. Stopień sprężania i stosunek benzyny silnikowej do powietrza należy tak wyregulować, aby dały, dla badanej próbki, znormalizowaną intensywność stukania, mierzoną określonym elektronicznym miernikiem detonacji.
    - 1.2. Stosunek benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu do powietrza dla badanej próbki i każdej z mieszanek podstawowych paliw wzorcowych należy tak regulować, aby uzyskać maksymalną intensywność stukania dla badanej próbki i każdej z mieszanek podstawowych paliw wzorcowych.
    - 1.3. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-EN ISO 5164.
  2. Motorową liczbę oktanową — MON benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu określa się, stosując znormalizowany silnik badawczy i znormalizowane warunki pracy tego silnika, porównując charakterystyki stukowego spalania benzyny silnikowej z charakterystykami mieszanek podstawowych paliw wzorcowych o znanych liczbach oktanowych.
    - 2.1. Stopień sprężania i stosunek benzyny silnikowej do powietrza należy tak wyregulować, aby dały, dla badanej próbki, znormalizowaną intensywność stukania, mierzoną określonym elektronicznym miernikiem detonacji.
    - 2.2. Stosunek benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu do powietrza dla badanej próbki i każdej z mieszanek podstawowych paliw wzorcowych należy tak wyregulować, aby uzyskać maksymalną intensywność stukania dla badanej próbki i każdej z mieszanek podstawowych paliw wzorcowych.
- 2.3. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-EN ISO 5163.
3. 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, pochodzącej 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.
- 3.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 3 ppkt 1 należy wyznaczyć zawartość siarki na podstawie krzywej kalibracji określonej dla odpowiedniego zakresu pomiarowego.
- 3.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 3 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie roztworów kalibracyjnych, procedurę kalibracji, sposób podawania wyników, precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15485.
- 3.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 3 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, kalibrację i weryfikację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15486.
4. Okres indukcyjny benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu oznacza się w warunkach przyśpieszonego utleniania przez pomiar czasu od rozpoczęcia utleniania do punktu załamania, stosując urządzenie wyposażone w bombę ciśnieniową.
  - 4.1. Badaną próbkę utlenia się w bombie ciśnieniowej napełnionej uprzednio w temperaturze od 15 °C do 25 °C tlenem pod ciśnieniem 690 kPa i ogrzewa do temperatury między 90 °C a 102 °C. W sposób ciągły lub w jednakowych odstępach czasu odczytuje się ciśnienie, do czasu osiągnięcia punktu załamania.
  - 4.2. Czas od rozpoczęcia utleniania do momentu osiągnięcia punktu załamania równy jest okresowi indukcyjnemu w temperaturze jego oznaczenia, na podstawie którego oblicza się okres indukcyjny w temperaturze 100 °C.
  - 4.3. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-ISO 7536.

5. Zawartość żywic obecnych oznacza się metodą odparowania w strumieniu powietrza odmierzonej objętości badanej próbki w kontrolowanych warunkach temperatury i przepływu powietrza.
- 5.1. Uzyskana pozostałość po odparowaniu jest przemywana rozpuszczalnikiem i ważona.
- 5.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6246.
6. Wygląd sprawdza się metodą wizualną, polegającą na ocenie koloru oraz przezroczystości, przez porównanie z próbką wody na tle białym oraz czarnym.
- 6.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowaną aparaturę, sposób interpretacji i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15769.
7. Zawartość:
  - 1) alkoholi wyższych (C3—C8),
  - 2) metanolu,
  - 3) eterów (z 5 lub więcej atomami węgla)— oznacza się metodą chromatografii gazowej:
  - a) polegającą na rozdzieleniu próbki na kolumnie kapilarnej, konwersji tlenowych związków organicznych do tlenku węgla, wodoru i węgla w termicznym reaktorze krakingowym, a następnie konwersji tlenku węgla do metanu, który wykrywa się detektorem płomieniowo-jonizacyjnym, albo
  - b) z zastosowaniem przełączania kolumn kapilarnych, polegającą na wyizolowaniu z próbki, na pierwszej kolumnie kapilarnej, związków organicznych zawierających tlen, rozdzieleniu tych związków w drugiej kolumnie kapilarnej i wykrywaniu ich indywidualnie przy użyciu detektora płomieniowo-jonizacyjnego.
- 7.1. W przypadku oznaczania zawartości związków organicznych zawierających tlen w sposób określony w pkt 7 lit. a sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawanie wyniku, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 1601.
- 7.2. W przypadku oznaczania zawartości związków organicznych zawierających tlen w sposób określony w pkt 7 lit. b sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 13132.
8. Zawartość fosforu oznacza się metodą spektrometryczną, polegającą na odparowaniu próbki, rozpuszczeniu suchej pozostałości w wodzie i dodaniu kwaśnego roztworu zawierającego jony molibdenu i antymonu w celu uzyskania kompleksu antymonowo-fosforowo-molibdenowego.
  - 8.1. Kompleks jest poddawany działaniu kwasu askorbinowego w celu uzyskania kompleksu molibdenowego o mocnej niebieskiej barwie. Zawartość fosforu uzyskuje się poprzez pomiar absorbancji kompleksu przy długości fali równej 880 nm.
  - 8.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, aparaturę, kalibrację, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 15487.
  9. 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.
    - 9.1. 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.
    - 9.2. 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.
  10. Zawartość nieorganicznych chlorków oznacza się metodą chromatografii jonowej, polegającą na odparowaniu próbki w łaźni wodnej, rozpuszczeniu suchej pozostałości w wodzie i określeniu zawartości chlorków przez porównanie na chromatografie powierzchni pików wodnego roztworu próbki ze standardową krzywą kalibracji.
    - 10.1. 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.
  11. pHe benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu oznacza się metodą:
    - 1) polegającą na badaniu próbki w temperaturze pokojowej przy użyciu określonego systemu elektrod i pH-metru o odpowiednio wysokim oporze albo
    - 2) polegającą na badaniu próbki w temperaturze  $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  za pomocą elektrody zawierającej chlorek litu i pH-metru.
  - 11.1. W przypadku oznaczania pHe benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu w sposób określony w pkt 11 ppkt 1 odczyt należy wykonać dokładnie co 30 sekund, ponieważ jego wartość zmienia się w czasie badania ze względu na oddziaływanie rozpuszczalnika na elektrodę.

- 11.2. W przypadku oznaczania pH benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu w sposób określony w pkt 11 ppkt 1 w okresie między pomiarami elektroda jest zanurzona w roztworze buforowym o pH równym 7, w celu zagwarantowania odpowiedniej charakterystyki reakcji.
- 11.3. W przypadku oznaczania pH benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu w sposób określony w pkt 11 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma ASTM D 6423.
- 11.4. W przypadku oznaczania pH benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu w sposób określony w pkt 11 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie oraz sprawdzanie, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15490.
12. Działanie korodujące na miedzi benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu określa się porównawczo w stosunku do znormalizowanych wzorców korozji.
  - 12.1. 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.
  - 12.2. 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.
13. 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 zmiareczkowaniu roztworem wodorotlenku potasu w obecności fenoloftaleiny do momentu zobojętnienia związków o charakterze kwaśnym.
  - 13.1. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, aparaturę, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 15491.
14. Zawartość etanolu i alkoholi wyższych oznacza się metodą chromatografii gazowej:
  - 1) polegającą na rozdzieleniu próbki na kolumnie kapilarnej, konwersji tlenowych związków organicznych do tlenku węgla, wodoru i węgla w termicznym reaktorze krakingowym, a następnie konwersji tlenku węgla do metanu, który wykrywa się detektorem płomieniowo-jonizacyjnym, albo
  - 2) z zastosowaniem przełączania kolumn kapilarnych, polegającą na wyizolowaniu z próbki, na pierwszej kolumnie kapilarnej, związków organicznych zawierających tlen, rozdzieleniu tych związków w drugiej kolumnie kapilarnej i wykrywaniu ich indywidualnie przy użyciu detektora płomieniowo-jonizacyjnego.
- 14.1. W przypadku oznaczania zawartości związków organicznych zawierających tlen w sposób określony w pkt 14 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 1601.
- 14.2. W przypadku oznaczania zawartości związków organicznych zawierających tlen w sposób określony w pkt 14 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 13132.
15. Prężność par benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu oznacza się metodą prężności par nasyconych powietrzem (ASVP), polegającą na wstrzykiwaniu ochłodzonej, nasyconej powietrzem próbki, o znanej objętości, do próżniowej komory, w której ciśnienie nie przekracza 0,1 kPa, lub do komory utworzonej przez ruchomy tłok umieszczony wewnątrz regulowanego termostatycznie bloku i przy zachowaniu wymaganego stosunku ilościowego par do cieczy.
  - 15.1. Otrzymana w wyniku czynności określonych w pkt 15 prężność całkowita w komorze jest równa co do wartości sumie prężności par badanej próbki oraz prężności nasycającego je powietrza. Prężność ta jest mierzona za pomocą czujnika ciśnienia i wskazań przyrządu. Równoważnik prężności par suchych (DVPE) oblicza się ze zmierzonej w ten sposób wartości ciśnienia ASVP.
  - 15.2. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury i jej przygotowanie, przygotowanie próbki, kalibrację i kontrolę aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody badawczej prężności par, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 13016-1.
16. Temperaturę końca destylacji oraz pozostałość po destylacji benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu oznacza się przy ciśnieniu atmosferycznym, stosując metodę polegającą na rozdziale frakcji za pomocą 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.
  - 16.1. Badaną próbkę benzyn silnikowych zawierających od 70 % do 85 % bioetanolu, o objętości 100 ml, poddaje się destylacji w ściśle określonych warunkach, stosownie do wymagań dla grupy wymienionej w pkt 16, do której dana próbka została zaliczona, oraz prowadzi się systematyczne obserwacje wskazań termometru i objętości uzyskiwanego kondensatu.

- 16.2. Po zakończeniu destylacji mierzy się objętość cieczy pozostałej w kolbie oraz zapisuje straty ilościowe w procesie destylacji.
- 16.3. 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.
- 16.4. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury i jej przygotowania, przygotowanie próbki, kontrolę aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3405.
- IV. Procedurę postępowania w sprawach dotyczących precyzji metody badania oraz interpretacji wyników badań określa norma PN-EN ISO 4259.