

Warszawa, dnia 4 listopada 2016 r.

Poz. 1802

**ROZPORZĄDZENIE  
MINISTRA ENERGII<sup>1)</sup>**

z dnia 14 października 2016 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. z 2014 r. poz. 1728, z 2015 r. poz. 1361 oraz z 2016 r. poz. 266, 542 i 1165) zarządza się, co następuje:

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

- 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. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia.<sup>3)</sup>**

Minister Energii: *K. Tchórzewski*

---

<sup>1)</sup> Minister Energii kieruje działem administracji rządowej – energia, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 1 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 9 grudnia 2015 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Energii (Dz. U. poz. 2087).

<sup>2)</sup> Niniejsze rozporządzenie zostało notyfikowane Komisji Europejskiej w dniu 30 września 2009 r. pod numerem 2009/532/PL oraz w dniu 29 października 2015 r. pod numerem 2015/600/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. poz. 2039 oraz z 2004 r. poz. 597), które wdraża dyrektywę (UE) 2015/1535 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 9 września 2015 r. ustanawiającą procedurę udzielania informacji w dziedzinie przepisów technicznych oraz zasad dotyczących usług społeczeństwa informacyjnego (ujednolicenie) (Dz. Urz. UE L 241 z 17.09.2015, str. 1).

<sup>3)</sup> Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Gospodarki z dnia 22 kwietnia 2010 r. w sprawie metod badania jakości biopaliw ciekłych (Dz. U. poz. 520), które traci moc z dniem wejścia w życie niniejszego rozporządzenia zgodnie z art. 32 ustawy z dnia 11 lutego 2016 r. o zmianie ustawy o działach administracji rządowej oraz niektórych innych ustaw (Dz. U. poz. 266 i 1592).

## METODY BADANIA JAKOŚCI BIOPALIW CIEKŁYCH

- I. Metody badania jakości estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo
  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 ( $C_{24}$ ) 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 ( $C_{24:1}$ ).
    - 1.2. Zawartość estru metylowego kwasów tłuszczowych 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.
    - 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 w temperaturze  $15^{\circ}\text{C}$  oznacza się:
    - 1) metodą oscylacyjną, wprowadzając próbkę (o objętości około 1 ml) do celi pomiarowej gęstościomierza oscylacyjnego, termostatowanej w celu utrzymania temperatury odniesienia  $15^{\circ}\text{C}$ , 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 w temperaturze  $15^{\circ}\text{C}$  w sposób określony w pkt 2 ppkt 1:
    - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, przygotowanie próbki, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 12185;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
  - 2.2. W przypadku oznaczania gęstości w temperaturze  $15^{\circ}\text{C}$  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  $15^{\circ}\text{C}$ .
  - 2.3. W przypadku oznaczania gęstości w temperaturze  $15^{\circ}\text{C}$  w sposób określony w pkt 2 ppkt 2:
    - 1) sposób wykonania oznaczenia, rodzaj aparatury oraz jej przygotowanie i kontrolę, przygotowanie próbki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3675;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
3. Lepkość w temperaturze  $40^{\circ}\text{C}$  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  $40^{\circ}\text{C}$  oblicza się, mnożąc zmierzony czas przepływu stałej objętości cieczy między 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 w temperaturze  $40^{\circ}\text{C}$  określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
4. Temperaturę zapłonu 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 należy używać aparatury do określania temperatury zapłonu wyposażonej w odpowiednie urządzenie wykrywające zapłon (termiczne lub jonizacyjne).
- 4.5. W przypadku oznaczania temperatury 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 procedura A normy PN-EN ISO 3679;
  - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
- 4.6. 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.
- 4.7. 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.
- 4.8. W przypadku oznaczania temperatury zapłonu 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).
- 4.9. 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 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 utlenienia związków siarki w badanej próbce w określonych warunkach, albo
  - 3) spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją energii, polegającą na umieszczeniu w strumieniu wzbudzającego promieniowania lampy rentgenowskiej badanej próbki znajdującej się w kuwecie dostosowanej do okna przepuszczającego promieniowanie rentgenowskie.
- 5.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 1 należy wyznaczyć zawartość siarki na podstawie mierzonych szybkości zliczeń rentgenowskiego promieniowania fluorescencyjnego linii S-K<sub>α</sub> oraz promieniowania tła, korzystając z krzywej wzorcowania.
- 5.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 1:
  - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, a także 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, a także sposób obliczenia i podawania wyników określa norma PN-EN ISO 20846;
  - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
- 5.5. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 3 mierzy się intensywność linii K-L<sub>2,3</sub> promieniowania rentgenowskiego charakterystycznego dla siarki i porównuje skumulowaną liczbę zliczeń z wartościami krzywej wzorcowej uzyskanej dla roztworów wzorcowych o zawartości siarki obejmujący badany zakres stężeń.
- 5.6. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 3:
- 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 13032;
  - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
6. 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.
- 6.1. 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.
- 6.2. Precyzję metody oznaczania liczby cetanowej określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
7. 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.
- 7.1. 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.
- 7.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-ISO 3987.
- 7.3. Precyzję metody oznaczania zawartości popiołu siarczanowego określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
8. 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.
- 8.1. 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.
- 8.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie oraz test kontrolny, przygotowanie próbki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 12937.
- 8.3. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
9. Całkowitą zawartość zanieczyszczeń określa się metodą polegającą na oznaczeniu udziału masy zanieczyszczeń odfiltrowanych na sączku w odniesieniu do całkowitej masy próbki.
- 9.1. 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.
- 9.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, przygotowanie próbki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 12662.
- 9.3. Precyzję metody oznaczania całkowitej zawartości zanieczyszczeń określa załącznik A do normy PN-EN 14214.

10. Działanie korodujące na miedzi określa się porównawczo w stosunku do znormalizowanych wzorców korozji.
- 10.1. 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.
- 10.2. 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.
11. Stabilność oksydacyjną w temperaturze 110°C 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.
- 11.1. W przypadku oznaczania stabilności oksydacyjnej estru metylowego stanowiącego samoistne paliwo w sposób określony w pkt 11 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 połączonej z jednostką pomiarową wskazującą koniec okresu indukcyjnego.
- 11.2. W przypadku oznaczania stabilności oksydacyjnej w temperaturze 110°C w sposób określony w pkt 11 ppkt 1:
  - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14112;
  - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
- 11.3. W przypadku oznaczania stabilności oksydacyjnej w temperaturze 110°C w sposób określony w pkt 11 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 połączonej z jednostką pomiarową wskazującą koniec okresu indukcyjnego.
- 11.4. W przypadku oznaczania stabilności oksydacyjnej w temperaturze 110°C w sposób określony w pkt 11 ppkt 2:
  - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15751;
  - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
12. 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.
- 12.1. Sposób wykonania oznaczenia, odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14104.
- 12.2. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
13. 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 na podstawie danych z chromatografii gazowej, w której jako dane wejściowe stosuje się wyniki oznaczania chromatografii gazowej dla poszczególnych estrów metylowych kwasów tłuszczowych.
- 13.1. W przypadku oznaczania liczby jodowej w sposób określony w pkt 13 ppkt 1:
  - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14111;
  - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
- 13.2. W przypadku oznaczania liczby jodowej w sposób określony w pkt 13 ppkt 2:
  - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 16300;
  - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.

14. Zawartość estru metylowego kwasu linolenowego oznacza się metodą chromatografii gazowej z użyciem wzorca wewnętrznego polegającą na rozdziale mieszaniny na poszczególne składniki w fazie gazowej.
  - 14.1. 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 ( $C_{24:1}$ ).
  - 14.2. 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.
  - 14.3. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, sposób podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14103.
  - 14.4. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
15. Zawartość alkoholu metylowego oznacza się metodą polegającą na ogrzewaniu próbki w temperaturze 80°C w hermetycznie zamkniętej fiołce, a następnie po osiągnięciu stanu równowagi nastrzykiwaniu określonej części fazy gazowej do chromatografu, gdzie metanol jest wykrywany z użyciem detektora płomieniowo-jonizacyjnego, a jego ilość jest określana w odniesieniu do wzorca zewnętrznego.
  - 15.1. Zawartość alkoholu metylowego może być także oznaczana przez dodanie wzorca wewnętrznego do próbki, a następnie określana z użyciem współczynnika kalibracji wewnętrznej.
  - 15.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14110.
  - 15.3. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
16. 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.
  - 16.1. Po przeprowadzeniu kalibracji analizę ilościową wykonuje się metodą wzorca wewnętrznego, a całkowitą (ogólną) zawartość glicerolu oblicza się na podstawie uzyskanych wyników.
  - 16.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14105.
  - 16.3. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
17. 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.
  - 17.1. W przypadku oznaczania zawartości wolnego glicerolu w sposób określony w pkt 17 ppkt 1, po przeprowadzeniu kalibracji, analizę ilościową wolnego glicerolu wykonuje się metodą wzorca wewnętrznego.
  - 17.2. W przypadku oznaczania zawartości wolnego glicerolu w sposób określony w pkt 17 ppkt 1:
    - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14105;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
  - 17.3. W przypadku oznaczania zawartości wolnego glicerolu w sposób określony w pkt 17 ppkt 2:
    - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14106;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.

18. 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.
- 18.1. W przypadku oznaczania zawartości sodu w sposób określony w pkt 18 ppkt 1 stosowane roztwory wzorcowe sporządza się z organicznego związku sodu w postaci soli, rozpuszczonego w mieszaninie ksylenu i oleju do rozcieńczeń.
- 18.2. W przypadku oznaczania zawartości sodu w sposób określony w pkt 18 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.
- 18.3. W przypadku oznaczania zawartości sodu w sposób określony w pkt 18 ppkt 2 zawartość sodu określa się przez porównanie intensywności emisji atomowej roztworu wzorcowego i próbki przy określonych długościach fal.
- 18.4. W przypadku oznaczania zawartości sodu w sposób określony w pkt 18 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.
19. 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.
- 19.1. W przypadku oznaczania zawartości potasu w sposób określony w pkt 19 ppkt 1 stosowane roztwory wzorcowe sporządza się z organicznego związku potasu w postaci soli, rozpuszczonego w mieszaninie ksylenu i stabilizatora.
- 19.2. W przypadku oznaczania zawartości potasu w sposób określony w pkt 19 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.
- 19.3. W przypadku oznaczania zawartości potasu w sposób określony w pkt 19 ppkt 2 zawartość potasu określa się przez porównanie intensywności emisji atomowej roztworu wzorcowego i próbki przy określonych długościach fal.
- 19.4. W przypadku oznaczania zawartości potasu 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.
- 19.5. Precyzję oznaczania łącznej zawartości sodu i potasu, w przypadku oznaczania zawartości sodu zgodnie z normą PN-EN 14108 lub normą PN-EN 14538 oraz potasu zgodnie z normą PN-EN 14109 lub normą PN-EN 14538, określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
20. Zawartość wapnia i magnezu oznacza się metodą optycznej emisyjnej analizy spektralnej z plazmą wzbudzoną indukcyjnie, rozcieńczając uprzednio badaną próbkę frakcją naftową.
- 20.1. Zawartość wapnia i magnezu określa się przez porównanie intensywności emisji atomowej roztworu wzorcowego i próbki przy określonych długościach fal.
- 20.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i roztwory wzorcowe, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, sposób obliczania i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14538.
- 20.3. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
21. Zawartość fosforu oznacza się metodą:
  - 1) polegającą na rozpuszczeniu badanej próbki w ksylenu i wprowadzeniu w formie aerozolu, wraz z roztworami wzorcowymi przygotowanymi z organicznego związku fosforu, do plazmy argonowej sprzężonej indukcyjnie, albo
  - 2) optycznej spektrometrii emisyjnej plazmy wzbudzonej indukcyjnie polegającą na przepuszczeniu przez spektrometr próbki rozpuszczonej w nafcie.

- 21.1. W przypadku oznaczania zawartości fosforu w sposób określony w pkt 21 ppkt 1 zawartość fosforu oznacza się przez porównanie emisji tego pierwiastka w roztworze badanej próbki z emisją wzorców przy tej samej długości fali.
  - 21.2. W przypadku oznaczania zawartości fosforu w sposób określony w pkt 21 ppkt 1:
    - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 14107;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
  - 21.3. W przypadku oznaczania zawartości fosforu w sposób określony w pkt 21 ppkt 2 zawartość fosforu oznacza się przez porównanie z roztworem wzorcowym.
  - 21.4. W przypadku oznaczania zawartości fosforu w sposób określony w pkt 21 ppkt 2:
    - 1) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 16294;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
  22. Temperaturę zablokowania zimnego filtra (CFPP) oznacza się metodą:
    - 1) polegającą na zasysaniu badanej próbki przez znormalizowany filtr siatkowy do pipety w warunkach kontrolowanego podciśnienia i w temperaturze obniżanej co 1°C, za pomocą łaźni chłodzącej, której temperatura jest obniżana skokowo, do chwili zatrzymania lub spowolnienia przepływu, tak że czas napełniania pipety przekroczy 60 sekund lub paliwo nie spływa całkowicie do naczynia pomiarowego, albo
    - 2) polegającą na zasysaniu badanej próbki przez znormalizowany filtr siatkowy do pipety w warunkach kontrolowanego podciśnienia 2 kPa i w temperaturze obniżanej co 1°C z liniowym przebiegiem chłodzenia łaźni do chwili zatrzymania lub spowolnienia przepływu, tak że czas napełniania pipety przekroczy 60 sekund lub paliwo nie spływa całkowicie do naczynia pomiarowego.
  - 22.1. W przypadku oznaczania temperatury zablokowania zimnego filtra w sposób określony w pkt 22 ppkt 1:
    - 1) sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, przygotowanie próbki, sposób podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 116;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
  - 22.2. W przypadku oznaczania temperatury zablokowania zimnego filtra w sposób określony w pkt 22 ppkt 2:
    - 1) sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, przygotowanie próbki, sposób podawania wyników, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 16329;
    - 2) precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
  23. Zawartość estrów metylowych wielonienasyconych kwasów tłuszczowych ( $\geq 4$  wiązania podwójne) oznacza się metodą chromatografii gazowej z wykorzystaniem wzorca wewnętrznego estru metylowego C23:0.
  - 23.1. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15779.
  - 23.2. Precyzję metody określa załącznik A do normy PN-EN 14214.
  24. W przypadkach spornych należy stosować metodę badania wskazaną do tego celu w normie PN-EN 14214.
- II. Metody badania jakości oleju napędowego zawierającego 20% estru metylowego
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 w temperaturze 15°C oznacza się:
    - 1) metodą oscylacyjną, wprowadzając próbkę (o objętości około 1 ml) do celi pomiarowej gęstościomierza oscylacyjnego, termostatowanej 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 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 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 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 węglowodorów aromatycznych oznacza się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej z detektorem 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 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 w temperaturze 40°C oblicza się, mnożąc zmierzony czas przepływu stałej objętości cieczy między 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 w temperaturze 40°C określa norma PN-EN 590.
5. Temperaturę zapłonu oznacza się metodą zamkniętego tygła 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<sub>α</sub> oraz promieniowania tła, korzystając z krzywej wzorcowania.
- 6.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 6 ppkt 1 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 (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 oznacza się metodą polegającą na spaleniu badanej próbki w specjalnym naczyniu, redukcji pozostałości węglowej do popiołu przez podgrzewanie w piecu mufowym 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 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 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 określa się metodą polegającą na poddaniu badanej próbki starzeniu w temperaturze 95°C przez 16 godzin przy przepływie przez tę próbkę tlenu.
  - 14.1. Po zakończeniu procesu starzenia badana próbka jest schładzana do temperatury pokojowej, a następnie sączona w celu oznaczenia zawartości osadów nierozpuszczalnych filtrowalnych.
  - 14.2. Osady nierozpuszczalne, które przylegają do probówki i innych części szklanych, usuwa się za pomocą rozpuszczalnika trójskładnikowego. Trójskładnikowy rozpuszczalnik jest następnie odparowywany w celu uzyskania osadów nierozpuszczalnych przylegających.
  - 14.3. Całkowita zawartość osadów nierozpuszczalnych przylegających, która jest miarą odporności na utlenianie, podawana jest jako suma osadów nierozpuszczalnych filtrowalnych i osadów nierozpuszczalnych przylegających do probówki i innych części szklanych.
  - 14.4. 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.
15. Wygląd zewnętrzny określa się metodą wizualną polegającą na umieszczeniu próbki w przezroczystym cylindrze oraz ocenie wyglądu i przezroczystości.
16. 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.
  - 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)) 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 oznacza się przy ciśnieniu atmosferycznym, stosując metodę polegającą na rozdzieleniu 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 pozostającej 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) 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 sływa 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.
  20. W przypadkach spornych należy stosować metodę badania wskazaną do tego celu w normie PN-EN 14214.
- III. Metody badania jakości benzyn silnikowych zawierających od 70% do 85% bioetanolu
1. Gęstość w 15°C oznacza się metodą oscylacyjną, wprowadzając próbkę (o objętości około 1 ml) do celi pomiarowej gęstościomierza oscylacyjnego, termostatowanej w celu utrzymania temperatury odniesienia 15°C.
  - 1.1. 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. Okres indukcyjny oznacza się w warunkach przyśpieszonego utleniania przez pomiar czasu od rozpoczęcia utleniania do punktu załamania, stosując urządzenie wyposażone w bombę ciśnieniową.
  - 2.1. 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.
  - 2.2. 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.
  - 2.3. 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.
  3. Zawartość żywic obecnych oznacza się metodą odparowania w strumieniu powietrza odmierzonej objętości badanej próbki w kontrolowanych warunkach temperatury i przepływu powietrza.
  - 3.1. Uzyskana pozostałość po odparowaniu jest przemywana rozpuszczalnikiem i ważona.
  - 3.2. 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.

4. Działanie korodujące na płycie miedzianej określa się porównawczo w stosunku do znormalizowanych wzorców korozji.
  - 4.1. 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.
  - 4.2. 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.
5. Całkowitą kwasowość (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.
  - 5.1. 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.
6. Przewodność elektryczną oznacza się na podstawie pomiaru przewodnictwa elektrycznego za pomocą konduktometru z zastosowaniem naczynka pomiarowego w temperaturze próbki ( $25 \pm 0,1$ )°C.
  - 6.1. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15938.
7. Zawartość:
  - 1) wyższych nasyconych alkoholi jednowodorotlenowych (C3–C5),
  - 2) metanolu,
  - 3) eterów (z 5 lub więcej atomami węgla)– oznacza się metodą chromatografii gazowej 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.
  - 7.1. 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.
8. Zawartość wody oznacza się metodą:
  - 1) 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, albo
  - 2) miareczkowania potencjometrycznego Karla Fischera polegającą na wprowadzeniu zważonej próbki do naczynia do miareczkowania aparatu potencjometrycznego Karla Fischera, w którym obecna woda jest miareczkowana z zastosowaniem odczynnika Karla Fishera.
  - 8.1. W przypadku oznaczania zawartości wody w sposób określony w pkt 8 ppkt 1, gdy cała woda 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.
  - 8.2. W przypadku oznaczania zawartości wody w sposób określony w pkt 8 ppkt 1 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.
  - 8.3. W przypadku oznaczania zawartości wody w sposób określony w pkt 8 ppkt 2 jod do reakcji jest wprowadzany w obecności ditlenku siarki, metanolu i odpowiedniej zasady azotowej. Na podstawie stechiometrii reakcji jeden mol jodu reaguje z jednym molem wody.
  - 8.4. W przypadku oznaczania zawartości wody w sposób określony w pkt 8 ppkt 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 15692.

9. Zawartość chlorków nieorganicznych 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.
- 9.1. 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.
10. Zawartość miedzi oznacza się metodą:
  - 1) atomowej spektrometrii absorpcyjnej z atomizacją elektrotermiczną w piecu grafitowym, polegającą na wprowadzaniu porcji próbki na powierzchnię wewnętrzną lub półeczkę kuwety oraz ogrzewaniu kuwety zgodnie z odpowiednim programem temperaturowym, albo
  - 2) optycznej spektrometrii emisyjnej indukcyjnie sprzężonej plazmy polegającą na wprowadzeniu próbki do komory mgielnej spektrometru emisyjnego indukcyjnie sprzężonej plazmy.
- 10.1. W przypadku oznaczania zawartości miedzi w sposób określony w pkt 10 ppkt 1 ilość światła zaabsorbowanego przez atomy miedzi w czasie ostatniego etapu programu jest mierzona w określonych jednostkach czasu, a zintegrowana absorbancja  $A_j$  wytworzona przez miedź zawartą w próbce jest porównywana z krzywą wzorcową wyznaczoną na podstawie sygnałów roztworów wzorcowych miedzi w etanolu.
- 10.2. W przypadku oznaczania zawartości miedzi w sposób określony w pkt 10 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie roztworu do próby ślepej i roztworów wzorcowych, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15488.
- 10.3. W przypadku oznaczania zawartości miedzi w sposób określony w pkt 10 ppkt 2 zawartość miedzi oznacza się przez porównanie emisji pierwiastka w próbce analitycznej z emisją w roztworach wzorcowych przy tej samej długości fali.
- 10.4. W przypadku oznaczania zawartości miedzi w sposób określony w pkt 10 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie roztworu do próby ślepej i roztworów wzorcowych, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15837.
11. Zawartość fosforu oznacza się metodą:
  - 1) 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 albo
  - 2) optycznej spektrometrii emisyjnej indukcyjnie sprzężonej plazmy polegającą na wprowadzeniu próbki do komory mgielnej spektrometru emisyjnego indukcyjnie sprzężonej plazmy.
- 11.1. W przypadku oznaczania zawartości fosforu w sposób określony w pkt 11 ppkt 1 kompleks jest poddawany działaniu kwasu askorbinowego w celu uzyskania kompleksu molibdenowego o mocnej niebieskiej barwie. Zawartość fosforu uzyskuje się przez pomiar absorbancji kompleksu przy długości fali równej 880 nm.
- 11.2. W przypadku oznaczania zawartości fosforu w sposób określony w pkt 11 ppkt 1 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.
- 11.3. W przypadku oznaczania zawartości fosforu w sposób określony w pkt 11 ppkt 2 zawartość fosforu oznacza się przez porównanie emisji pierwiastka w próbce analitycznej z emisją w roztworach wzorcowych przy tej samej długości fali.
- 11.4. W przypadku oznaczania zawartości fosforu w sposób określony w pkt 11 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie roztworu do próby ślepej i roztworów wzorcowych, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15837.
12. 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 spalenia badanej próbki w określonych warunkach.

- 12.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 12 ppkt 1 należy wyznaczyć zawartość siarki na podstawie krzywej kalibracji określonej dla odpowiedniego zakresu pomiarowego.
  - 12.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 12 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.
  - 12.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 12 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.
  13. Zawartość siarczanów określa się metodą chromatografii jonowej polegającą na odparowaniu próbki w łaźni wodnej, rozpuszczeniu suchej pozostałości w wodzie i określeniu zawartości jonów siarczanowych przez porównanie na chromatografie powierzchni pików badanej próbki z krzywą wzorcową.
    - 13.1. Sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 15492.
  14. Zawartość etanolu i alkoholi wyższych nasyconych oznacza się metodą chromatografii gazowej polegającą na rozdeleniu 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.
    - 14.1. 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.
  15. Prężność par 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. W przypadkach spornych należy stosować metodę badania wskazaną do tego celu w specyfikacji technicznej PKN-CEN/TS-15293.
- IV. Procedurę postępowania w sprawach dotyczących precyzji metody badania oraz interpretacji wyników badań określa norma PN-EN ISO 4259.