

648**ROZPORZĄDZENIE MINISTRA GOSPODARKI, PRACY I POLITYKI SPOŁECZNEJ¹⁾**

z dnia 19 marca 2004 r.

w sprawie wymagań jakościowych dla biokomponentów — bioetanolu oraz metod badań jakości biokomponentów — bioetanolu

Na podstawie art. 13 ust. 5 ustawy z dnia 2 października 2003 r. o biokomponentach stosowanych w paliwach ciekłych i biopaliwach ciekłych (Dz. U. Nr 199, poz. 1934 oraz z 2004 r. Nr 34, poz. 293) zarządza się, co następuje:

§ 1. 1. Wymagania jakościowe dla bioetanolu są określone w załączniku nr 1 do rozporządzenia.

2. Metody badań jakości bioetanolu są określone w załączniku nr 2 do rozporządzenia.

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

¹⁾ Minister Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej kieruje działem administracji rządowej — gospodarka, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 1 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 7 stycznia 2003 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej (Dz. U. Nr 1, poz. 5).

Minister Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej:
J. Hausner

Załączniki do rozporządzenia Ministra Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej z dnia 19 marca 2004 r. (poz. 648)

Załącznik nr 1

WYMAGANIA JAKOŚCIOWE DLA BIOETANOLU¹⁾

Lp.	Właściwości	Jednostki	Wartość
1	Moc ²⁾ w temperaturze 20 °C, nie mniej niż	% (V/V)	99,6
2	Zawartość wody, nie więcej niż	% (m/m) %/(V/V)	0,40 0,32
3	Zawartość jonów chlorkowych, nie więcej niż	g/kg g/l	0,040 0,032
4	Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy, nie więcej niż	g/l	0,03
5	Zawartość związków karbonylowych w przeliczeniu na aldehyd octowy, nie więcej niż	g/l	0,2
6	Zawartość alkoholu metylowego, nie więcej niż	% (V/V) g/100 ml	0,2 0,16
7	Zawartość miedzi, nie więcej niż	mg/kg mg/l	0,1 0,079
8	Sucha pozostałość po odparowaniu, nie więcej niż	g/l	0,02
9	Zawartość alkoholi wyższych ³⁾ , nie więcej niż	% (V/V)	2

¹⁾ Rodzaj i ilość skaźnika są ustalane pomiędzy dostawcą a odbiorcą.

²⁾ W przypadku obecności benzyny jako skaźnika oraz obecności alkoholi wyższych w bioetanolu wskazana moc jest pozorna.

³⁾ W przypadku przeznaczenia bioetanolu do syntezy eterów zawartość alkoholi wyższych jest uzgadniana pomiędzy dostawcą a odbiorcą.

Załącznik nr 2

METODY BADAŃ JAKOŚCI BIOETANOLU

1. Moc (zawartość etanolu — C₂H₅OH — w bioetanolu) w temperaturze 20 °C określa się przy wykorzystaniu jednej z trzech metod: metody opartej na zasadzie oscylacyjno-wibracyjnej, metody przy użyciu alkoholomierza lub metody przy użyciu piknometru (metoda odwoławcza).
 - 1.1. Metoda oscylacyjno-wibracyjna polega na elektronicznym pomiarze gęstości wykonywanym za pomocą przyrządu skalibrowanego w temperaturze 20 °C.
 - 1.2. Moc (zawartość etanolu — C₂H₅OH — w bioetanolu) w temperaturze 20 °C odczytuje się jako zawartość alkoholu etylowego wyrażoną w procentach objętościowych w badanej próbce bioetanolu.
 - 1.3. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania mocy w temperaturze 20 °C określa norma PN-A-79528-3 wraz ze zmianą PN-A-79528-3/A1.
 - 1.4. Metoda oznaczania mocy przy użyciu alkoholomierza polega na ustalaniu wskazań alkoholomierza i termometru, a następnie odczytaniu odpowiadającej im mocy z Wzorcowych tablic alkoholometrycznych.
 - 1.5. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania mocy przy użyciu alkoholomierza określa norma PN-A-79528-3 wraz ze zmianą PN-A-79528-3/A1.

- 1.6. Metoda przy użyciu piknomietru (metoda odwoławcza) polega na oznaczaniu gęstości badanej próbki w temperaturze 20 °C i odczytaniu odpowiadającej jej mocy z Użytkowych tablic spirytusowych.
- 1.7. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania mocy przy użyciu piknomietru określa norma PN-A-79528-3 wraz ze zmianą PN-A-79528-3/A1.
2. Zawartość wody w bioetanolu określa się przy wykorzystaniu metody tradycyjnej Karla Fischera lub metody Karla Fischera za pomocą automatycznego urządzenia do miareczkowania w środowisku bezwodnym.
 - 2.1. Metoda tradycyjna Karla Fischera polega na reakcji odczynnika Karla Fischera z wodą i wyznaczeniu punktu równoważnikowego za pomocą elektrometrycznego miareczkowania, którym mierzy się przepływający ładunek elektryczny.
 - 2.2. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję badania zawartości wody metodą tradycyjną Karla Fischera określa norma PN-81/C-04959.
 - 2.3. Metoda Karla Fischera za pomocą automatycznego urządzenia do miareczkowania w środowisku bezwodnym polega na reakcji odczynnika Karla Fischera z wodą i wyznaczeniu punktu równoważnikowego za pomocą elektrometrycznego miareczkowania.
 - 2.4. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję badania zawartości wody metodą Karla Fischera za pomocą automatycznego urządzenia do miareczkowania w środowisku bezwodnym określa norma PN-A-79521.
3. Zawartość jonów chlorkowych określa się przy wykorzystaniu metody Wickbolda lub metody strąceniowej.
 - 3.1. Metoda Wickbolda polega na spalaniu próbki badanego produktu w płomieniu wodorowo-tlenowym w aparacie Wickbolda i zaabsorbowaniu powstającego podczas spalania chlorowodoru w wodzie podwójnie destylowanej lub dejonizowanej.
 - 3.2. Zaabsorbowany chlorowódor, powstały podczas spalania, oznacza się metodą kolorymetryczną z rodankiem rtęciowym i jonami żelaza trójwartościowego, po czym następuje pomiar absorbancji światła o odpowiedniej długości fali, przechodzącego przez roztwór kompleksu.
 - 3.3. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania zawartości chloru metodą Wickbolda określa norma PN-88/C-04005.
 - 3.4. Metoda strąceniowa polega na wytrąceniu z badanej próbki trudno rozpuszczalnego chlorku srebra i porównaniu zmętnienia próbki ze zmętnieniem wzorca.
- 3.5. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania zawartości chloru metodą strąceniową określa norma PN-A-79521.
4. Zawartość kwasów określa się przy wykorzystaniu metody polegającej na zobojętnieniu związków o charakterze kwaśnym, obecnych w badanej próbce bioetanolu.
 - 4.1. Zobojętniania związków o charakterze kwaśnym dokonuje się przez miareczkowanie ich roztworem wodorotlenku sodu wobec fenolofaleiny jako wskaźnika.
 - 4.2. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania kwasowości określa norma PN-C-04352.
5. Zawartość związków karbonylowych określa się przy wykorzystaniu jednej z pięciu metod: metody kolorymetrycznej z odczytem fotometrycznym z zastosowaniem odczynnika Schiffa przygotowanego z kwasem chlorowodorowym (metoda odwoławcza), metody kolorymetrycznej z odczytem wizualnym przy zastosowaniu odczynnika Schiffa przygotowanego z kwasem chlorowodorowym, metody kolorymetrycznej z odczytem fotometrycznym z zastosowaniem odczynnika Schiffa przygotowanego z kwasem siarkowym (VI), metody kolorymetrycznej z odczytem wizualnym z zastosowaniem odczynnika Schiffa przygotowanego z kwasem siarkowym (VI) lub metody miareczkowej.
 - 5.1. Metoda kolorymetryczna z odczytem fotometrycznym z zastosowaniem odczynnika Schiffa przygotowanego z kwasem chlorowodorowym polega na reakcji aldehydów z odczynnikiem Schiffa i porównaniu intensywności zabarwienia związków kompleksowych powstałych w badanej próbce skorygowanej do mocy minimum 90 % objętości z zabarwieniem roztworów wzorcowych o znanej zawartości aldehydu octowego.
 - 5.2. Metoda kolorymetryczna z odczytem wizualnym przy zastosowaniu odczynnika Schiffa przygotowanego z kwasem chlorowodorowym polega na reakcji aldehydów z odczynnikiem Schiffa i wizualnym porównaniu intensywności zabarwienia związków kompleksowych powstałych w badanej próbce z zabarwieniem roztworów wzorcowych, w świetle białym rozproszonym lub w ciemni Kuczerowa.
 - 5.3. Metoda kolorymetryczna z odczytem fotometrycznym z zastosowaniem odczynnika Schiffa przygotowanego z kwasem siarkowym (VI) polega na reakcji aldehydów z odczynnikiem Schiffa i porównaniu intensywności zabarwienia związków kompleksowych powstałych w badanej próbce rozcieńczonej do mocy 48 % objętości z zabarwieniem roztworów wzorcowych.
 - 5.4. Metoda kolorymetryczna z odczytem wizualnym z zastosowaniem odczynnika Schiffa przygotowanego z kwasem siarkowym (VI) polega na reakcji aldehydów z odczynnikiem Schiffa i wizualnym porównaniu zabarwienia związków kompleksowych.

- wych powstałych w badanej próbce rozcieńczonej do mocy 48 % objętości z zabarwieniem roztworów wzorcowych.
- 5.5. Metoda miareczkowa polega na reakcji aldehydów i ketonów zawartych w badanej próbce z chlorowodorkiem hydroksyloaminy i zmiareczkowaniu powstałego kwasu chlorowodorowego roztworem wodorotlenku sodu wobec błękitu bromofenolowego.
 - 5.6. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metod badania zawartości aldehydów i ketonów określa norma PN-A-79528-4.
 6. Zawartość alkoholu metylowego określa się przy wykorzystaniu jednej z trzech metod: metody chromatografii gazowej (metoda odwoławcza), metody kolorymetrycznej z odczynnikiem Schiffa lub metody kolorymetrycznej z kwasem chromotropowym.
 - 6.1. Metoda chromatografii gazowej (metoda odwoławcza) polega na chromatograficznym rozdziale alkoholu metylowego od pozostałych składników i pomiarze ilościowym przez odpowiednio wyskalowany układ rejestracyjny chromatografu gazowego (przy zachowaniu warunków wzorcowania aparatu).
 - 6.2. Metoda kolorymetryczna z odczynnikiem Schiffa polega na utlenianiu alkoholu metylowego do aldehydu mrówkowego, reakcji z odczynnikiem Schiffa i porównaniu zabarwienia powstałego w badanej próbce z zabarwieniem roztworów wzorcowych.
 - 6.3. Metoda kolorymetryczna z kwasem chromotropowym polega na utlenianiu alkoholu metylowego do aldehydu mrówkowego, reakcji z kwasem chromotropowym i fotometrycznym pomiarze powstałego zabarwienia.
 - 6.4. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metod badania zawartości alkoholu metylowego określa norma PN-A-79528-6.
 7. Zawartość miedzi w bioetanolu określa się przy wykorzystaniu jednej z dwóch metod: metody polegającej na spopieleniu badanej próbki kwasem siarkowym i azotowym i związaniu miedzi przy $\text{pH} = 8,5$ z dwuetylodwutiokarbaminianem sodowym w obecności substancji chelatującej — soli dwusodowej kwasu wersenowego lub metody absorpcji atomowej.
 - 7.1. Przy zastosowaniu metody polegającej na spopieleniu badanej próbki kwasem siarkowym i azotowym i związaniu miedzi przy $\text{pH} = 8,5$ z dwuetylodwutiokarbaminianem sodowym w obecności substancji chelatującej — soli dwusodowej kwasu wersenowego dokonuje się ekstrakcji cztero-chlorkiem węgla utworzonego kompleksu karbaminowego, którego absorpcję mierzy się spektrofotometrycznie.
 - 7.2. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania zawartości miedzi polegającej na spopieleniu badanej próbki kwasem siarkowym i azotowym i związaniu miedzi przy $\text{pH} = 8,5$ z dwuetylodwutiokarbaminianem sodowym w obecności substancji chelatującej — soli dwusodowej kwasu wersenowego określa norma PN-80/A-04012.
 - 7.3. Metoda absorpcji atomowej polega na mineralizacji badanej próbki i oznaczeniu w niej zawartości miedzi za pomocą spektrometru absorpcji atomowej wyposażonego w odpowiednią lampę pomiarową.
 - 7.4. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody absorpcji atomowej stosowanej do badania zawartości miedzi określa norma PN-A-79521.
 8. Suchą pozostałość po odparowaniu określa się przy wykorzystaniu metody polegającej na odparowaniu badanej próbki na łaźni wodnej i wysuszeniu pozostałości w suszarce w temperaturze $103\text{ }^{\circ}\text{C}$ przez okres 30 minut.
 - 8.1. Ważenie parownicy następuje po ochłodzeniu jej w ekzykatorze przez 30 minut.
 - 8.2. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania suchej pozostałości po odparowaniu określa norma PN-A-79528-12.
 9. Zawartość alkoholi wyższych określa się przy wykorzystaniu metod kolorymetrycznych lub metodą chromatograficzną.
 - 9.1. Metody kolorymetryczne polegają na pomiarze wartości absorbancji substancji barwnych powstałych w wyniku reakcji z dodawanymi odczynnikami.
 - 9.2. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metod kolorymetrycznych stosowanych do badania zawartości alkoholi wyższych określa norma PN-A-79528-5.
 - 9.3. Metoda chromatograficzna polega na rozdziale alkoholi wyższych od pozostałych składników badanego bioetanolu za pomocą chromatografu gazowego z wykorzystaniem wzorca wewnętrznego.
 - 9.4. Metoda chromatograficzna jest stosowana dla oznaczania alkoholi wyższych o zawartości powyżej $0,1\text{ g/l}$.
 - 9.5. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody chromatograficznej stosowanej do badania zawartości alkoholi wyższych określa norma PN-A-79521.