

# Biodieselqualität in Deutschland

Ergebnisse der Beprobung der Hersteller  
und Lagerbetreiber der  
Arbeitsgemeinschaft Qualitätsmanagement  
Biodiesel e.V. (AGQM)

**2016**

## **Projektleitung und Bericht:**

Maren Dietrich (AGQM)

## **Durchführung der Analytik:**

ASG Analytik-Service GmbH

Trentiner Ring 30

86356 Neusäß



## **Inhaltsverzeichnis**

1	Einleitung.....	3
2	Durchführung der Beprobung .....	5
3	Ergebnisse der Beprobung und ihre Auswertung.....	7
	3.1 Fettsäuremethylestergehalt .....	9
	3.2 Dichte bei 15 °C.....	11
	3.3 Schwefelgehalt .....	12
	3.4 Wassergehalt.....	14
	3.5 Gesamtverschmutzung.....	15
	3.6 Oxidationsstabilität .....	18
	3.7 Säurezahl .....	20
	3.8 Iodzahl.....	22
	3.9 Glyceride / freies Glycerin.....	24
	3.9.1 Monoglyceride .....	25
	3.9.2 Diglyceride .....	26
	3.9.3 Triglyceride .....	27
	3.9.4 Freies Glycerin.....	28
	3.10 Alkalimetalle: Natrium + Kalium .....	29
	3.11 Erdalkalimetalle: Calcium + Magnesium .....	30
	3.12 Phosphor-Gehalt .....	32
	3.13 Gehalt an Linolensäuremethylester .....	33
	3.14 Cold Filter Plugging Point (CFPP).....	35
	3.15 Cloudpoint (CP) .....	38
4	Zusammenfassung .....	41
5	Anhang .....	44
	5.1 Grenzwerte und Bestimmungsmethoden.....	44
	5.2 Abkürzungsverzeichnis .....	47

## **1 Einleitung**

Die Arbeitsgemeinschaft Qualitätsmanagement Biodiesel e.V. (AGQM) wurde im Jahr 1999 als Initiative zur Qualitätssicherung von führenden Biodieselproduzenten und –händlern gegründet. Sie deckt alle relevanten Themenbereiche rund um den Biodiesel vom eingesetzten Rohstoff über die Produktion bis hin zur Anwendung ab.

Biodiesel oder auch FAME (**F**atty **A**cid **M**ethyl **E**ster) ist nach wie vor der wichtigste Kraftstoff auf Basis nachwachsender Rohstoffe in Deutschland. Er wird heute fast ausschließlich als B7 über eine Beimischung von bis zu 7 % Biodiesel zu Dieselkraftstoff in den Verkehr gebracht. Der Rohstoff, der hauptsächlich für die Biodieselproduktion in Deutschland eingesetzt wird, ist nach wie vor Rapsöl. Zusätzlich kommen Altspeiseöle und -fette, sog. UCO (**U**sed **C**ooking **O**il), sowie auch Soja- und Palmöl zum Einsatz.

Als Grundlage für die Qualitätssicherung der AGQM-Mitglieder wurde ein Qualitätsmanagementsystem (QM-System) entwickelt, das seit vielen Jahren erfolgreich umgesetzt wird. Es wird laufend durch den Ausschuss für Qualitätssicherung (QS-Ausschuss) überarbeitet, um den steigenden Anforderungen an die Qualität des Biodiesels gerecht zu bleiben. Der QS-Ausschuss besteht aus Experten auf dem Gebiet des Qualitätsmanagements, die von AGQM-Mitgliedsfirmen, aber auch von externen Firmen wie z. B. Auftragslaboratorien gestellt werden.

Ein zentrales Element der Qualitätssicherung ist die unangemeldete Beprobung des von den Mitgliedsfirmen erzeugten bzw. vertriebenen Biodiesels, deren Ergebnis wir in diesem Bericht vorstellen.

Während es in einigen anderen europäischen Ländern erhebliche Qualitätsprobleme im Bereich der Biodieselbeimischung gibt, sind aus Deutschland seit vielen Jahren keine Probleme durch die Beimischung von Biodiesel bekannt. Die Einführung des QM-Systems der AGQM mit der unangemeldeten Beprobung der Mitgliedsfirmen hat einen großen Beitrag dazu geleistet. Im Jahr 2010 wurden erstmals die Ergebnisse dieser unangemeldeten Beprobung der AGQM-Mitglieder in einem Qualitätsbericht<sup>1</sup> veröffentlicht. Die sehr positive Entwicklung der Qualität der Produkte der AGQM-Mitglieder kann so beobachtet und eindeutig nachverfolgt werden.

---

<sup>1</sup> <http://www.agqm-biodiesel.de/de/downloads/berichte/>

In der EU gibt es zwei maßgebliche Richtlinien zum Einsatz von Biokraftstoffen: Die Erneuerbare-Energien-Richtlinie (**R**enewable **E**nergy **D**irective, RED) und die Kraftstoffqualitätsrichtlinie (**F**uel **Q**uality **D**irective, FQD). In Deutschland werden diese beiden Richtlinien im Bundes-Immissionsschutzgesetz (BImSchG) umgesetzt.

Die aktuelle RED schreibt vor, dass der Anteil erneuerbarer Energien in 2020 über alle Sektoren mindestens 20 % betragen muss, im Verkehrssektor sollen sie in 2020 einen Anteil von mindestens 10% ausmachen. Am 30. November 2016 hat die Europäische Kommission einen Entwurf für eine überarbeitete erneuerbare-Energien-Richtlinie (RED II) vorgelegt. Diese soll die europäischen Ziele zu Erneuerbaren Energien und Treibhausgaseinsparung bis 2030 festlegen und sieht eine sinkende Kappungsgrenze für konventionelle Biokraftstoffe vor, die auf Rohstoffen basieren, die auch zur Nahrungsmittelproduktion verwendet werden können. Diese Kappungsgrenze soll von derzeit 7 % auf maximal 3,8 % im Jahr 2030 herabgesetzt werden. Für fortschrittliche erneuerbare Kraftstoffe („Advanced Renewable Fuels“) wird eine eigene Quote festgelegt, die von max. 1,5 % in 2021 auf max. 6,8 % in 2030 ansteigt. Für Biokraftstoffe auf Basis von Stroh, Bioabfällen, Holzabfällen etc. soll es eine Unterquote von min. 3,8 % geben. Biokraftstoffe auf Basis von Altspeiseölen und -fetten sowie Tierfetten dürfen einen Anteil von max. 1,7 % an den 6,8 % haben. Erneuerbare Kraftstoffe auf Basis von PtX/PtL und erneuerbarem Strom werden hier ebenfalls angerechnet, diese haben allerdings keinen festgeschriebenen Anteil.

Eine derartige Regelung könnte weitreichende Folgen für die Biodieselindustrie haben, da der Absatz an konventionellen Biokraftstoffen voraussichtlich deutlich zurückgehen würde.

Die FQD schreibt eine Treibhausgas- (THG-) Minderung für Emissionen aus Kraftstoffen durch den Einsatz von Biokraftstoffen vor. Bis zum 31. Dezember 2020 soll die THG-Minderung 6 % betragen. Anfang 2015 wurde die Biokraftstoffquote in Deutschland entsprechend umgestellt. Um die THG-Minderung zu erreichen wurde im BImSchG ein Mindestanteil an Biokraftstoffen verankert. Dieser betrug ab 2015 3,5 %, seit 2017 müssen 4 % eingespart werden und ab 2020 6 %. Die eingesetzten Biokraftstoffe können nur dann angerechnet werden, wenn diese die Biokraftstoff-Nachhaltigkeitsverordnung erfüllen. Mit dieser Umstellung ist Deutschland das erste Land, das die Vorgaben der FQD in nationales Recht umgesetzt hat.

Für jede Biodiesel-Sorte weist die FQD einen spezifischen Standardwert für die THG-Einsparungen von Biokraftstoffen aus, der verwendet werden kann, wenn die Bilanz nicht selbst berechnet wird. Dieser Standardwert ist allerdings wenig attraktiv, beim Biodiesel aus Raps beträgt er z. B. nur 38 %. Daher werden von den Biokraftstoffproduzenten die THG-

Emissionen entlang der Produktionskette Schritt für Schritt, beginnend beim landwirtschaftlichen Anbau, betrachtet und aufsummiert. Indem die Emissionen durch entsprechende Maßnahmen hier möglichst niedrig gehalten werden, ist es der Biokraftstoffindustrie gelungen, den THG-Einsparungswert auf die Größenordnung von ca. 70 % anzuheben. Abfall- und Reststoffe werden mit einer THG-Vorbelastung von 0 g CO<sub>2eq</sub>/MJ eingesetzt, so dass für UCOME THG-Einsparungen von 80 – 90 % erreicht werden können. Das große THG-Minderungspotential moderner Biokraftstoffe hat allerdings auf der anderen Seite den Effekt, dass sich die zur Erfüllung der Quote notwendige Treibstoffmenge entsprechend verringert. Als Konsequenz ist daher der Biodieselabsatz in Deutschland durch Einführung der THG-Quote erheblich zurückgegangen.

## **2 Durchführung der Beprobung**

Im Jahr 2016 wurden vier Beprobungskampagnen durchgeführt. Die Beprobung der Mitglieder ist eine der wichtigsten Qualitätssicherungsmaßnahmen der AGQM. Von entscheidender Bedeutung ist die Durchführung ohne vorherige Anmeldung, da nur diese sicherstellt, dass die Ergebnisse dem realen Betrieb der AGQM Mitglieder entsprechen. Die AGQM führt die Probenahmen nicht selbst durch, sondern schreibt sie jährlich aus und vergibt sie an ein unabhängiges, für die Biodieselanalytik akkreditiertes Prüflabor. Dieses muss außerdem erfolgreich am Ringversuch für Fettsäuremethylester (FAME) teilgenommen haben, der jährlich von der AGQM zusammen mit dem Fachausschuss für Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) im DIN durchgeführt wird.

Die bei der Beprobung zu untersuchenden Parameter werden durch den QS-Ausschuss im QM-System festgelegt. Es sind alle Parameter enthalten, die aufgrund der gesetzlichen Vorgabe der 36. BImSchV zum Nachweis der Einhaltung der Norm erfüllt werden müssen.

Von der AGQM wird jeweils die aktuelle Version der Norm zugrunde gelegt, d. h. die geforderten Normgrenzwerte sowie die zugehörigen Ablehnungsgrenzwerte entsprechen der DIN EN 14214:2014. Darüber hinaus wurden für einige Parameter strengere Anforderungen, sogenannte „AGQM-Grenzwerte“, festgelegt, die den besonderen Qualitätsanspruch der AGQM dokumentieren.

Im Anhang sind in Tabelle 2 die zu prüfenden Parameter mit ihren Grenzwerten gemäß der DIN EN 14214:2014 aufgeführt. Tabelle 3 zeigt anschließend die Parameter mit den Anforderungen der AGQM, die über die geltende Norm hinausgehen. Für die Parameter „Wassergehalt“, „Gesamtverschmutzung“ und „Cold Filter Plugging Point“ (CFPP) stellt die AGQM höhere Anforderungen an die Biodieselqualität ihrer Mitglieder als vom Gesetzgeber gefordert.

Die AGQM geht auch auf spezielle Bedürfnisse ihrer Mitglieder ein. Im Jahr 2013 wurde eine Sonderregelung für Biodiesel als Zwischenprodukt geschaffen, der aus Altspeiseölen oder -fetten hergestellt wird. Daraus produzierter Biodiesel ist von der Bewertung der Parameter „Schwefelgehalt“, „CFPP“ und „Cloudpoint“ befreit, sofern der Produzent ihn vorher bei der AGQM als Zwischenprodukt zur Mischung mit Biodiesel angezeigt hat. Er darf also nicht direkt, sondern nur als Beimischkomponente für Biodiesel in den Verkehr gebracht werden. Das heißt, er wird mit anderer Ware abgemischt, sodass ein insgesamt

normkonformer Biodiesel entsteht. Entsprechend werden Grenzwertüberschreitungen eines solchen Produktes bei den o. a. Parametern nicht sanktioniert.

Bei Zweifeln am Analysenergebnis der Beprobung dürfen Mitglieder bei der AGQM ein Schiedsverfahren beantragen. Dafür wird vom Mitglied ein für die Biodieselanalytik akkreditiertes unabhängiges Prüflabor benannt. Schiedsprobe ist dabei eines der beiden während der Probenahme entnommenen Rückstellmuster. Das Ergebnis der Schiedsanalyse ist für beide Seiten bindend.

Im Jahr 2016 nahmen 15 Biodieselproduzenten und -händler an den Qualitätssicherungsmaßnahmen teil. Über das gesamte Jahr verteilt wurden vier Kampagnen zu unterschiedlichen Jahreszeiten durchgeführt und insgesamt 64 Biodieselproben entnommen, analysiert und anschließend ausgewertet.

Die Zeitpunkte für die Probenahme wurden so gewählt, dass die AGQM-Mitglieder sowohl in der Sommer-, der Übergangs- als auch der Winterperiode beprobt wurden, da für Sommer-, Übergangs- und Winterware unterschiedliche Grenzwerte bzgl. „CFPP“ und „Cloudpoint“ gelten. Diese beiden Parameter werden im nationalen Anhang NB der Norm festgelegt und sind von Land zu Land unterschiedlich, da sich die jeweiligen klimatischen Bedingungen unterscheiden. Die einzelnen Kampagnen sind mit K1 bis K4 gekennzeichnet. Die Zeiträume der Beprobungen sind im Folgenden aufgelistet:

K 1:	25. Januar bis 05. Februar	Winterware
K 2:	18. April bis 29. April	Sommerware
K 3:	04. Juli bis 15. Juli	Sommerware
K 4:	10. Oktober bis 21. Oktober	Übergangware

### **3 Ergebnisse der Beprobung und ihre Auswertung**

Im nachfolgenden Abschnitt finden sich zu jedem Parameter eine Angabe der Prüfmethode, des Grenzwertes, des Ablehnungsgrenzwertes sowie eine Beschreibung des Parameters. Daran schließt sich eine graphische Darstellung der Messwerte sowie deren Auswertung an.

Die in diesem Bericht dargestellten Ergebnisse sind anonymisiert und geben keinen Hinweis auf die Herkunft der Probe. Bei der AGQM werden alle Proben nummeriert. Diese individuelle Nummer wird im Bericht aber nur genannt, um auf Auffälligkeiten einzelner Proben eingehen zu können, sollte ein Grenzwert überschritten worden sein.

Die Werte in den Diagrammen sind für jede Kampagne zur Verdeutlichung der Verteilung in aufsteigender Reihenfolge angegeben. Die Achse „Anzahl der Proben“ zeigt wie viele Proben in der jeweiligen Kampagne genommen wurden, die intern vergebenen Nummern werden nicht aufgeführt. Die Grenzwerte sind in den Diagrammen durch eine schwarze, die Ablehnungsgrenzwerte, die unter Berücksichtigung der Präzision der Methode berechnet werden, durch eine rote Linie gekennzeichnet. Zollrechtlich, aber auch bzgl. der Vergabe von Sanktionspunkten nach dem QM-System, sind diese Ablehnungsgrenzwerte entscheidend. In den Diagrammen der Parameter „Gesamtverschmutzung“, „Wassergehalt“ und „CFPP“ sind zusätzlich der AGQM-Grenzwert und der AGQM-Ablehnungsgrenzwert dargestellt.

Für die Parameter „Schwefelgehalt“, „CFPP“ und „Cloudpoint“ gibt es – wie bereits im vorherigen Kapitel besprochen – eine Ausnahmeregelung: Mitglieder, die Biodiesel aus Altspeseölen und -fetten herstellen, dürfen bei diesen Qualitätsparametern die Grenzwerte der Norm überschreiten, sofern sie im Voraus eine Ausnahmeregelung bei der AGQM-Geschäftsstelle beantragen. In den Grafiken sind die Werte, die sich auf diese Sonderregelung beziehen, entsprechend gekennzeichnet.



### **3.1 Fettsäuremethylestergehalt**

*Prüfmethode: DIN EN 14103:2015*

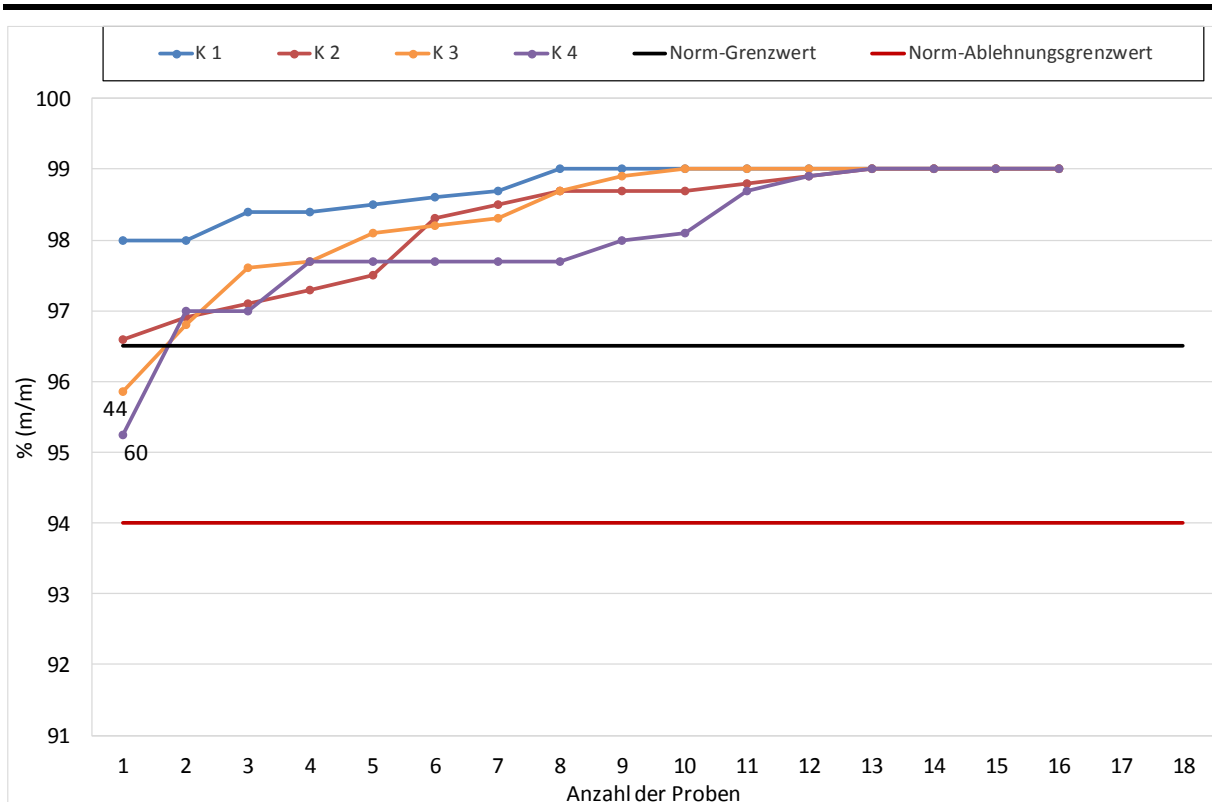
*Grenzwert DIN EN 14214:2014: min. 96,5 % (m/m),*

*Ablehnungsgrenzwert min.: 94,0 % (m/m)*

Über den Gehalt an Fettsäuremethylestern, kurz Estergehalt, wird eine Aussage über die Reinheit des Biodiesels erhalten. Je nach Rohstoffbeschaffenheit und Reaktionsführung entstehen Nebenprodukte oder gelangen Stoffe ins Endprodukt, die den Estergehalt des Biodiesels herabsetzen.

FAME kann zum einen über die Reaktion von Fetten und Ölen mit Methanol in Anwesenheit eines alkalischen Katalysators (z. B. Kaliumhydroxid, Natriumhydroxid, Kaliummethylat, Natriummethylat) hergestellt werden. Ein zweiter Weg ist die direkte Veresterung von Fettsäuren und Methanol in Gegenwart eines sauren Katalysators (z. B. Schwefelsäure). Je nach Rohstoff unterscheiden sich die Fettsäuremethylester in Bezug auf die Kettenlänge der Fettsäuren und die Anzahl der vorhandenen Doppelbindungen.

Der Estergehalt wird gaschromatographisch bestimmt und als Summe aller Fettsäuremethylester von C6:0 bis C24:1 in Massenprozent [% (m/m)] angegeben. Die DIN EN 14214 fordert einen minimalen Fettsäuremethylester-Gehalt von 96,5 % (m/m). Liegt der Estergehalt unter 96,5 % (m/m) kann dies ein Hinweis auf die Beimischung weiterer Substanzen oder die Gegenwart von Nebenprodukten aus der Biodieselherstellung sein. Möglich ist auch, dass andere Substanzen wie z. B. Oligomere mit dem Rohstoff in den Biodiesel gelangt sind. Grundsätzlich gilt, dass ein nach der Veresterung oder Umesterung destilliertes Endprodukt einen höheren Estergehalt aufweist, da unerwünschte Stoffe so abgetrennt werden können.



**Abbildung 1: Fettsäuremethylestergehalt nach DIN EN 14103.**

In Abbildung 1 sind die Werte für den Fettsäuremethylestergehalt der gemessenen Proben grafisch dargestellt. In Kampagne 3 weist Probe 44 einen zu niedrigen Estergehalt von 95,25 % (m/m) auf, in Kampagne 4 erreicht Probe 60 vom selben Hersteller nur einen Estergehalt von 95,85 % (m/m). Beide Werte unterschreiten den Normgrenzwert von 96,5 % (m/m), bleiben aber innerhalb des Ablehnungsgrenzwertes (94 % (m/m)).

### 3.2 Dichte bei 15 °C

Prüfmethode: DIN EN ISO 12185:1997

Grenzwert DIN EN 14214:2014: min. 860 und max. 900 kg/m<sup>3</sup>

Ablehnungsgrenzwert min.: 859,7 kg/m<sup>3</sup>; Ablehnungsgrenzwert max.: 900,3 kg/m<sup>3</sup>

Die Dichte eines Stoffes ist der Quotient aus seiner Masse und seinem Volumen bei einer festgelegten Temperatur. Sie ist eine stoffspezifische Eigenschaft und wird mittels U-Rohr-Schwingungs-Dichtemessgerät bestimmt. Laut DIN EN 14214 muss die Dichte von Biodiesel bei 15 °C zwischen 860-900 kg/m<sup>3</sup> liegen.

Sowohl die FAME-Zusammensetzung als auch die Reinheit des Biodiesels haben einen Einfluss auf die Dichte. Je kürzer die Kohlenstoffkette (C-Kette) der Fettsäuren ist und je mehr Doppelbindungen vorhanden sind, desto größer ist die Dichte. Somit lassen sich erste vorsichtige Rückschlüsse auf den verwendeten Rohstoff ziehen. Die Dichte kann weiterhin auch durch Verunreinigungen beeinflusst werden. Ein erhöhter Methanolgehalt würde z. B. die Dichte herabsetzen.

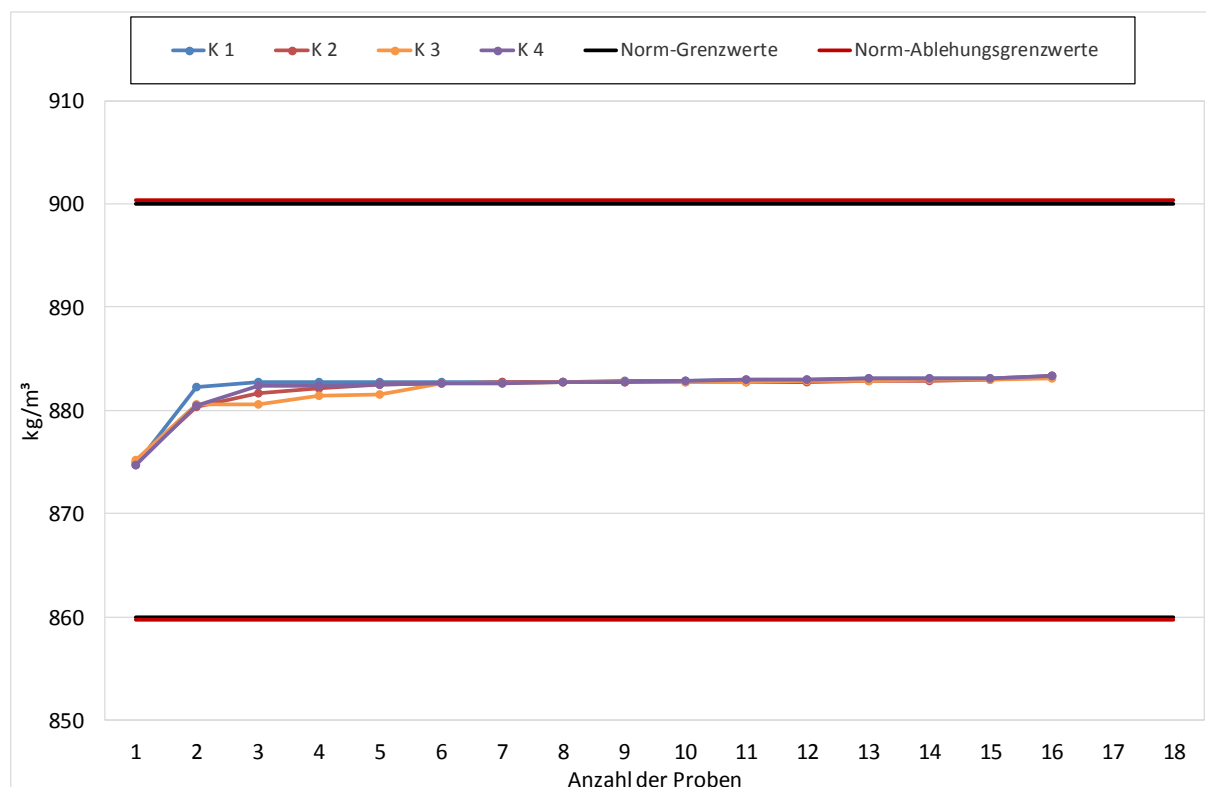


Abbildung 2: Dichte bei 15 °C nach DIN EN ISO 12185.

Abbildung 2 zeigt die gemessenen Werte für die Dichte. Es ist zu erkennen, dass alle analysierten Proben den von der Norm geforderten Dichtebereich einhalten. Fast alle Proben liegen in einem sehr engen Bereich zwischen 881 und 883 kg/m<sup>3</sup>. Die Mehrzahl trifft mit 883 kg/m<sup>3</sup> sogar exakt den Wert von Biodiesel aus reinem Rapsöl. Die Proben eines Herstellers liegen immer bei einer Dichte von ca. 875 kg/m<sup>3</sup>, hier wurde Rapsöl als Rohstoff zumindest teilweise durch andere Rohstoffe ersetzt.

In den Sommerkampagnen K 2 und K 3 weisen einige Proben eine etwas niedrigere Dichte auf, was vermutlich auf die Verwendung anderer Rohstoffe zurückzuführen ist. Die vermehrte Beimischung von z. B. Biodiesel aus Altspeisefetten und Palmöl ist im Sommer wegen geringerer Anforderungen an den CFPP möglich.

### **3.3 Schwefelgehalt**

*Prüfmethode: DIN EN ISO 20846:2011*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 10 mg/kg,*

*Ablehnungsgrenzwert max.: 11,3 mg/kg*

Schwefel kann schon in den zur Biodieselherstellung verwendeten Rohstoffen enthalten sein. Pflanzen können beispielsweise während des Wachstums Schwefelverbindungen aufnehmen, sodass der Schwefelgehalt hier üblicherweise zwischen 2 und 7 mg/kg liegt. Tierische Fette und Altspeisefette und -öle können Schwefel in Form von Eiweißverbindungen enthalten. Der Schwefelgehalt liegt hier bei bis zu 30 mg/kg. Durch Destillation des Biodiesels kann der Schwefelgehalt gesenkt werden. Durch Mischung von schwefelhaltigem Biodiesel (Beimischware für Biodiesel) und schwefelarmem Biodiesel kann außerdem normgerechter Biodiesel erzeugt werden.

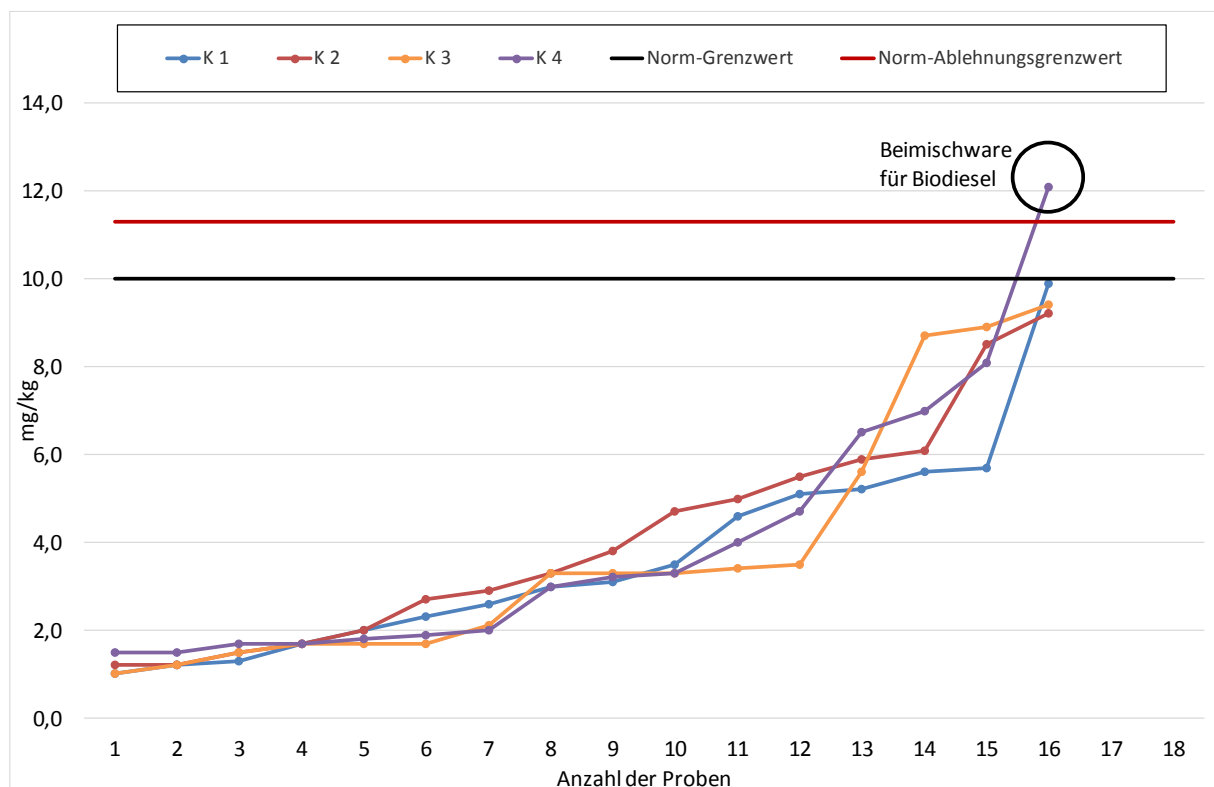


Abbildung 3: Schwefel-Gehalt nach DIN EN ISO 20846.

Wie in Abbildung 3 zu sehen ist, weist der Großteil der Proben einen Schwefelgehalt unter 7 mg/kg auf, was darauf schließen lässt, dass Pflanzenöle als Rohstoff für die Biodieselproduktion verwendet wurden. Die höheren Werte sind auf die Verwendung von UCO als Rohstoff zurückzuführen, da dabei häufig ein säurekatalysierter Prozess zur Erzeugung von UCOME (Used Cooking Oil Methyl Ester) angewendet wird. Die typischerweise verwendeten Katalysatoren sind schwefelbasiert. Zersetzungsprodukte daraus können in den Biodiesel gelangen. Außerdem kann Schwefel aus tierischen Eiweißen im UCOME enthalten sein.

Bei der in Abbildung 3 schwarz eingekreisten Probe handelt es sich um eine Beimischkomponente für Biodiesel. Das bedeutet, dieser Kraftstoff wird nicht direkt in den Verkehr gebracht, sondern anderem Biodiesel zugemischt, sodass der resultierende Kraftstoff die Spezifikation erfüllt.

### **3.4 Wassergehalt**

*Prüfmethode: DIN EN ISO 12937:2002*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 500 mg/kg,*

*Ablehnungsgrenzwert max.: 591 mg/kg*

*Grenzwert AGQM: max. 220 mg/kg für Hersteller,*

*Ablehnungsgrenzwert: max. 280 mg/kg*

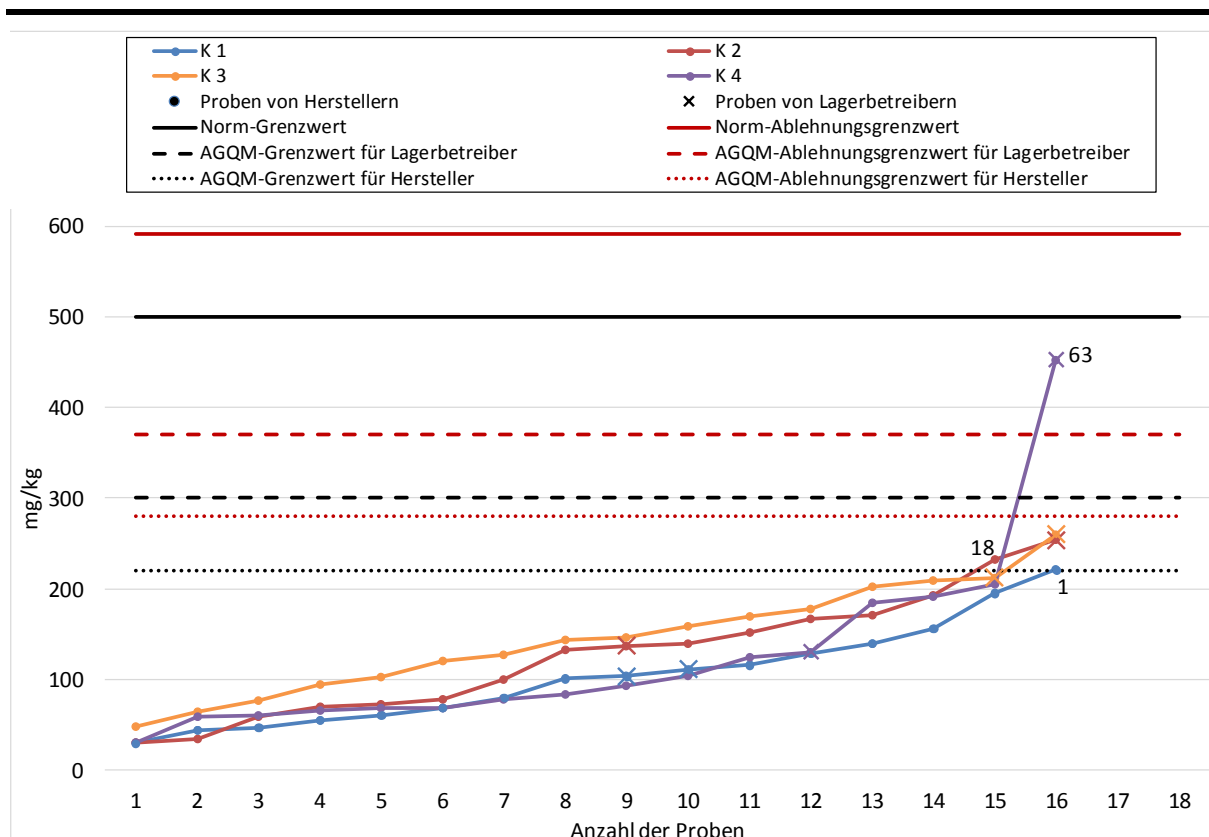
*Grenzwert AGQM: max. 300 mg/kg für Lagerbetreiber,*

*Ablehnungsgrenzwert: max. 370 mg/kg*

Fast alle Prozesse zur Herstellung von Biodiesel enthalten im letzten Raffinationsschritt eine Wasserwäsche zum Entfernen von freiem Glycerin, Seifen und anderen Verunreinigungen. Da Biodiesel im Gegensatz zu Kraftstoffen auf Kohlenwasserstoffbasis eine gewisse Polarität aufweist, kann er größere Wassermengen physikalisch lösen. Aus diesem Grund muss das Produkt abschließend getrocknet werden.

Durch die Luftfeuchtigkeit kann außerdem Wasser in den Biodiesel gelangen, sodass die Lagerbedingungen entsprechend gewählt werden müssen. Die Sättigungskonzentration von Biodiesel liegt unter Normalbedingungen bei ca. 1500 mg Wasser/kg Biodiesel. Fossile Dieselmotoren können nur sehr geringe Wassermengen aufnehmen, sodass beim Mischen dieser mit Biodiesel das darin gelöste Wasser ausfallen kann. Dieses kann gefrieren und so Leitungssysteme blockieren, Korrosionen verursachen und mikrobielles Wachstum begünstigen.

In der DIN EN 14214 wird ein maximaler Wassergehalt von 500 mg/kg gefordert. Die AGQM hat aufgrund der oben beschriebenen Problematik strengere Qualitätsrichtlinien und fordert von ihren Mitgliedern einen maximalen Wassergehalt von 220 mg/kg für Hersteller und 300 mg/kg für Lagerbetreiber.



**Abbildung 4: Wassergehalt nach DIN EN ISO 12937**

In Abbildung 4 ist zu sehen, dass alle untersuchten Proben unterhalb des Normgrenzwertes liegen. Allerdings zeigt die Auswertung, dass in der zweiten Kampagne die Proben 1 (221 mg/kg) und 18 (232 mg/kg) die von zwei Herstellern stammen, den AGQM-Grenzwert (220 mg/kg) geringfügig überschreiten, allerdings liegen beide Werte innerhalb des AGQM-Ablehnungsgrenzwertes (280 mg/kg).

Bei den in Abbildung 4 mit einem X gekennzeichneten Proben handelt es sich um Proben von Lagerbetreibern. Für diese gelten ein AGQM-Grenzwert von 300 mg/kg und ein AGQM-Ablehnungsgrenzwert von 370 mg/kg. In Kampagne 4 überschreitet die Probe 63 eines Lagerbetreibers den AGQM-Grenzwert mit 452,5 mg/kg. Dieser Wert ist das Ergebnis einer Schiedsprobe. Das Mitglied hatte aufgrund einer massiven Grenzwertüberschreitung (413,5 mg/kg) eine Schiedsanalyse gefordert.

Die Schiedsanalyse der Probe ergab, dass sie mit 452,5 mg/kg deutlich über dem AGQM-Ablehnungsgrenzwert für Lagerbetreiber liegt. Da der geforderte Normgrenzwert von 500 mg/kg eingehalten wird, darf diese Probe zwar als normkonforme Ware, allerdings nicht als AGQM-Ware in den Markt gebracht werden.

### **3.5 Gesamtverschmutzung**

*Prüfmethode: DIN EN 12662:1998*

*Aufgrund der Tatsache, dass die aktuelle Version der DIN EN 12662:2014 nicht für die Bestimmung der Gesamtverschmutzung von FAME geeignet ist, wird für die AGQM-Untersuchung die DIN EN 12662:1998 angewendet. Diese Vorgehensweise beruht auf einer Empfehlung des CEN (Arbeitsgruppe TC19) vom 13.07.2014.*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 24 mg/kg,*

*Ablehnungsgrenzwert max.: 32 mg/kg*

*Grenzwert AGQM: max. 20 mg/kg (Der AGQM-Grenzwert für die Gesamtverschmutzung versteht sich bereits als Ablehnungsgrenzwert.)*

Die Gesamtverschmutzung ist ein Maß für den Gehalt an nichtlöslichen Partikeln („rust and dust“). Die Bestimmung erfolgt nach Filtration einer erwärmten Probe gravimetrisch durch Auswiegen der Filter. Für mineralölstämmigen Dieselmotorkraftstoff hat die Gesamtverschmutzung weniger Relevanz, da durch Destillationsschritte während der Produktion kaum unlösliche Partikel vorhanden sind. Biodiesel wird normalerweise nicht destilliert, weshalb die Gesamtverschmutzung hier ein wichtiges Qualitätsmerkmal darstellt. Rost, Staub aber auch organische Feststoffe wie Sterylglycoside, polymere Partikel oder Seifen können in Biodiesel gefunden werden. Hohe Anteile an unlöslichen Partikeln können zu Filterverstopfungen und Verschleiß am Einspritzsystem führen. Die AGQM hat einen eigenen verschärften Grenzwert von 20 mg/kg als Ablehnungsgrenzwert festgelegt, um die Anwendungssicherheit des Biodiesels zu verbessern und der Ungenauigkeit der Methode Rechnung zu tragen.



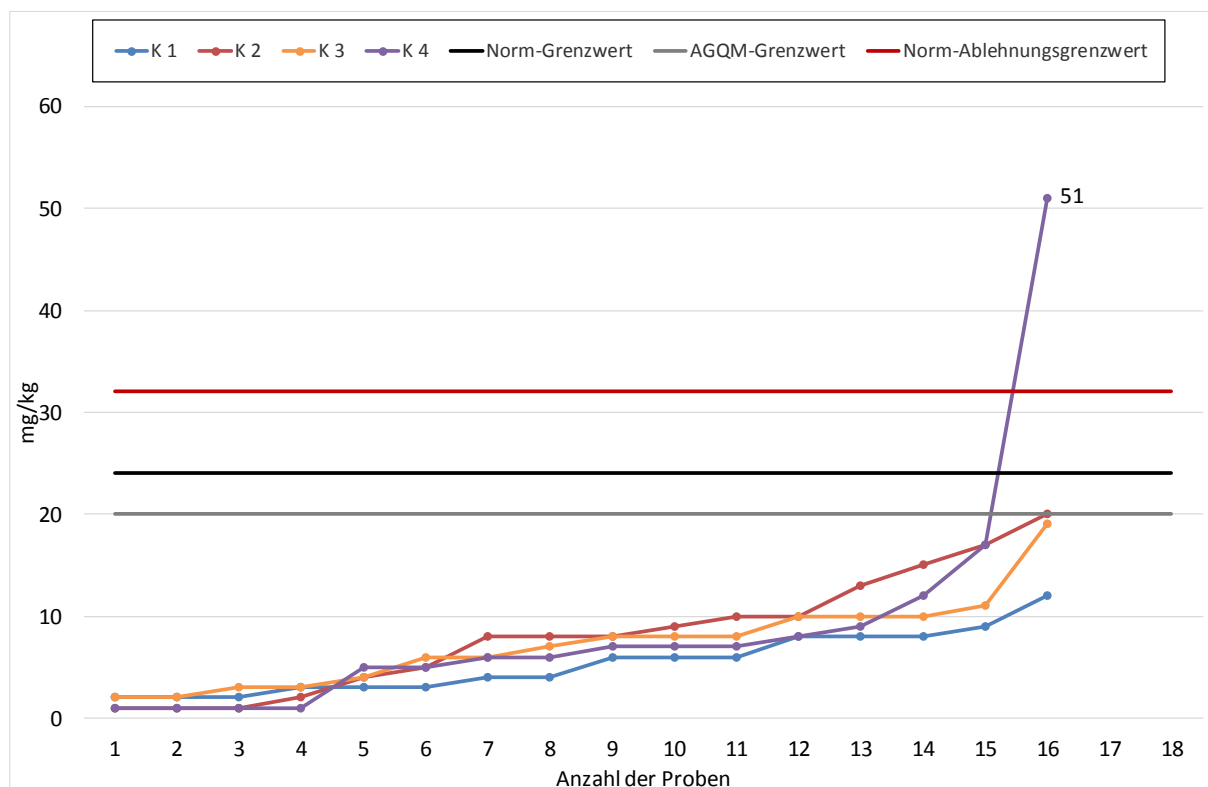


Abbildung 5: Gesamtverschmutzung nach DIN EN 12662.

Abbildung 5 zeigt, dass mit Ausnahme einer Probe alle Werte innerhalb des AGQM-Grenzwertes für die Gesamtverschmutzung liegen. Probe 51 überschreitet mit einer Gesamtverschmutzung von 51 mg/kg auch den Normgrenzwert (24 mg/kg) deutlich. Das Mitglied teilte mit, dass diese Grenzwertüberschreitung im eigenen Labor bereits festgestellt und die Ware erst nach Abmischen zu normkonformem Biodiesel in den Verkehr gebracht wurde.

### **3.6 Oxidationsstabilität**

*Prüfmethode: DIN EN 14112:2014*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: min. 8 h,*

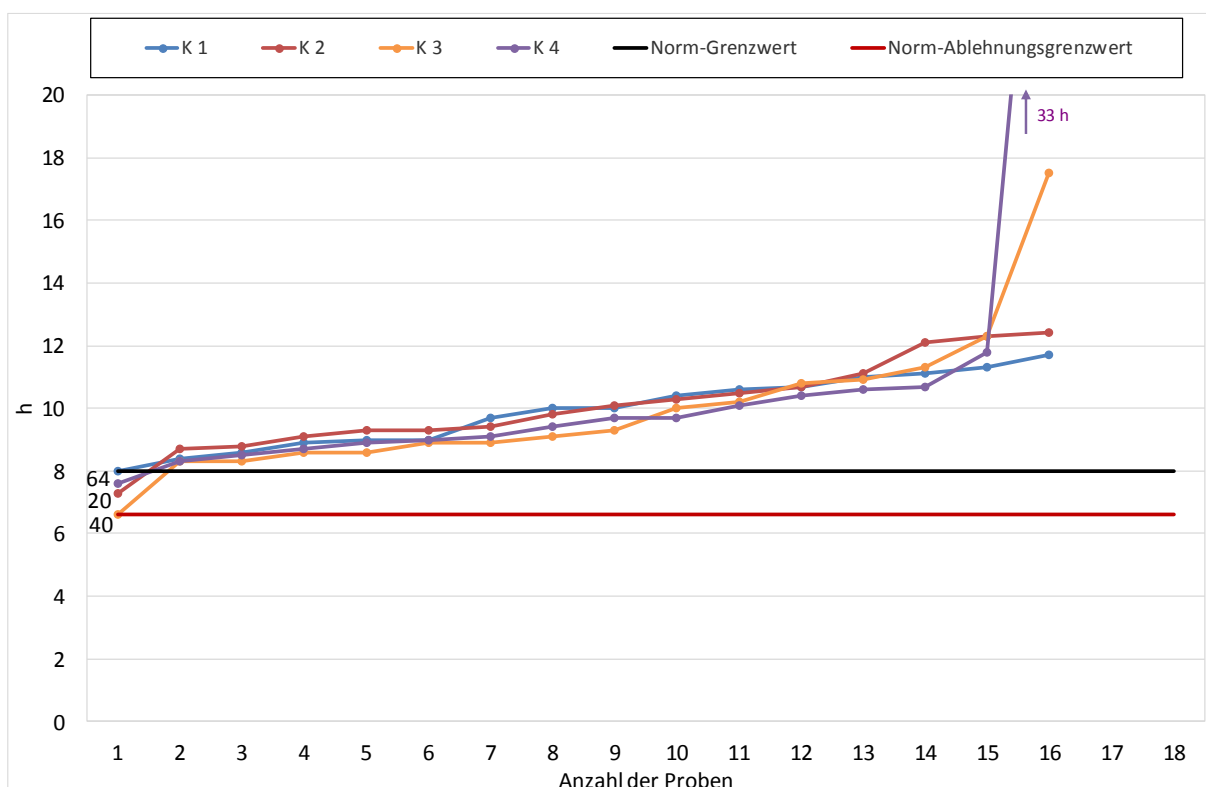
*Ablehnungsgrenzwert min.: 6,6 h*

Die Oxidationsstabilität ist ein Maß für die Widerstandsfähigkeit gegenüber oxidativen Prozessen. Als Prüfmethode für Biodiesel wird der sogenannte Rancimat-Test durchgeführt. Bei 110 °C wird ein konstanter Luftstrom durch die zu untersuchende Probe geleitet. Nachdem die Oxidationsreserve (natürliche Reserve und Additive) der Probe abgebaut ist, bilden sich in großem Maße flüchtige Oxidationsprodukte, die zusammen mit der Luft in die Prüfflüssigkeit der Messzelle geleitet werden und dort die Leitfähigkeit erhöhen. Die Zeit bis zur Detektion dieser Oxidationsprodukte wird als Induktionszeit bezeichnet. Die DIN EN 14214 fordert eine minimale Oxidationsstabilität von 8 Stunden.

Besonders Biodiesel mit einem hohen Anteil an mehrfach ungesättigten Fettsäuremethylestern ist, bedingt durch deren chemische Struktur, anfälliger für Oxidationsprozesse; Doppelbindungen reagieren mit Sauerstoff unter Bildung von Peroxiden. Durch Folgereaktionen kann es zum Kettenbruch kommen, außerdem können sich kurzkettige Carbonsäuren oder polymere Strukturen bilden. Korrosion und Ablagerungen an kraftstoffführenden Teilen sind mögliche Folgen.

Zusätzlich zu natürlichen Antioxidantien (z. B. Tocopherolen), die in pflanzlichen Ölen enthalten sind und den Alterungsprozess verlangsamen, werden synthetische Stabilisatoren eingesetzt.

Für das Erreichen der geforderten Oxidationsstabilität von 8 h ist die Verwendung von Additiven zur Stabilisierung des FAME obligatorisch. Die AGQM testet einmal jährlich auf Anfrage von interessierten Additivherstellern Produkte, die zur Erhöhung der Oxidationsstabilität des Biodiesels eingesetzt werden können. Additive, die den Test bestehen, werden in der sog. „No-Harm Liste“ auf der AGQM-Homepage veröffentlicht.



**Abbildung 6: Oxidationsstabilität nach DIN EN 14112.**

Wie in Abbildung 6 zu sehen ist, stellen die Anforderungen an die Oxidationsstabilität für den Großteil der AGQM-Mitglieder kein Problem dar. Eine Probe in Kampagne 4 erreichte sogar eine Oxidationsstabilität von 33 h. Allerdings unterschreiten drei Proben (20, 40 und 64) den Grenzwert mit Werten zwischen 7,6 h und 6,6 h. Diese Werte liegen aber noch innerhalb des Ablehnungsgrenzwertes (6,6 h).

### **3.7 Säurezahl**

*Prüfmethode: DIN EN 14104:2003*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 0,5 mg KOH/g,*

*Ablehnungsgrenzwert max.: 0,54 mg KOH/g*

Die Säurezahl ist ein Maß für die freien Säuren (insbesondere Fettsäuren) im Biodiesel und somit indirekt auch für dessen korrosive Eigenschaften. Fettsäuren sind schwache Säuren und deshalb auch nur wenig korrosiv. Bei der Umesterung von Fetten können in sehr geringem Maß auch Alkalimetallseifen durch die alkalische Verseifung von Fetten entstehen. Diese werden durch physikalische Abtrennung aus dem Produkt entfernt. Durch Waschen mit anorganischen Säuren werden die geringen Rückstände an Seife gespalten und die so entstehenden freien Fettsäuren verbleiben im Biodiesel. Die Säurezahl kann außerdem während der Lagerung von FAME ansteigen, wenn Alterungsprozesse (vor allem Oxidation) zur Esterspaltung oder zur Bildung kurzkettiger Carbonsäuren führen. Unter typischen Lagerungsbedingungen ist dieser Effekt allerdings kaum zu beobachten. Auch die zur Wäsche benutzten anorganischen Säuren, die stärker korrosiv wirken, können einen Beitrag zur Säurezahl leisten. In der DIN EN 14214 wird eine Säurezahl von maximal 0,5 mg KOH/g gefordert.

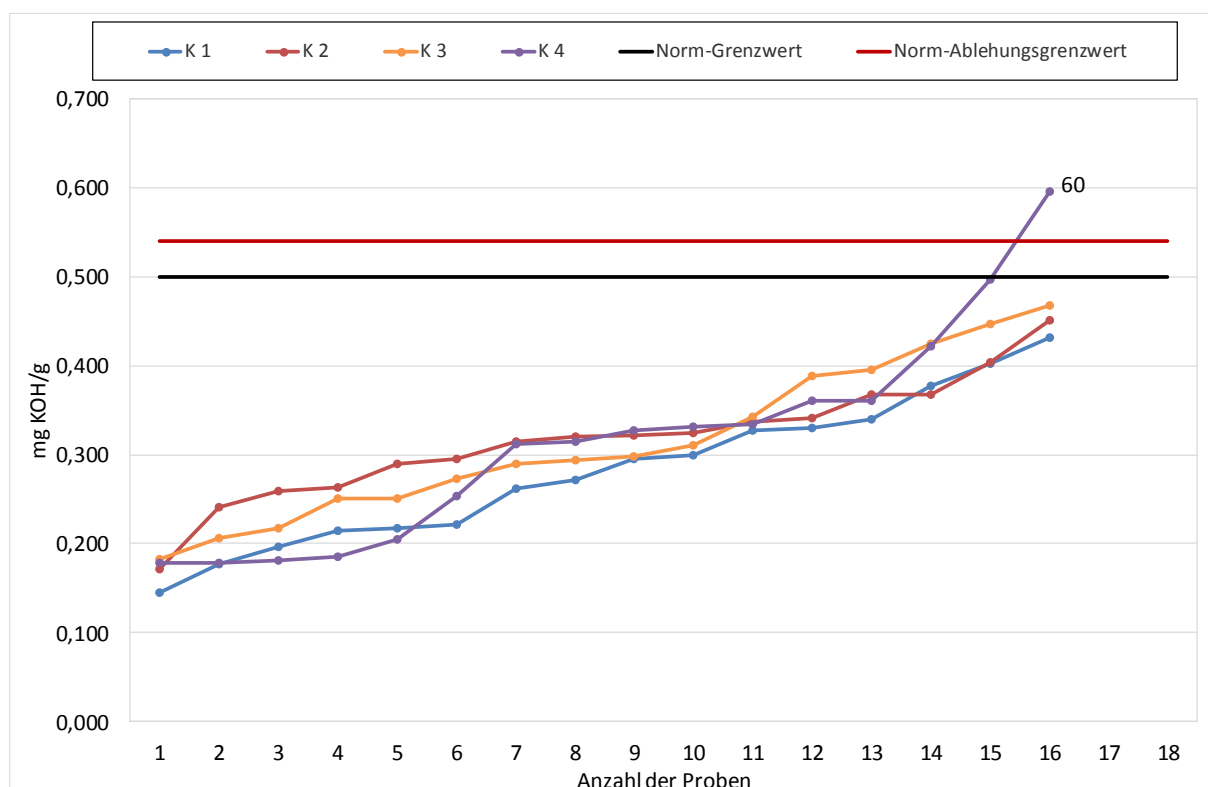


Abbildung 7: Säurezahl nach DIN EN 14104.

In Abbildung 7 sind die gemessenen Werte für die Säurezahl dargestellt. Bis auf eine Probe erfüllen alle Proben die Anforderungen der Norm. Probe 60 liegt mit 0,60 mg KOH/g deutlich über dem Normgrenzwert (0,50 mg KOH/g) und auch über dem Ablehnungsgrenzwert (0,54 mg KOH/g), darf also so nicht auf den Markt gebracht werden. Das betroffene Mitglied teilte mit, dass es die Überschreitung bereits selbst festgestellt und entsprechende Schritte eingeleitet hat, um die Ware normkonform zu blenden.

### **3.8 Iodzahl**

*Prüfmethode: DIN EN 16300:2012*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 120 g Iod/100g,*

*Ablehnungsgrenzwert max.: 124 g Iod/100g*

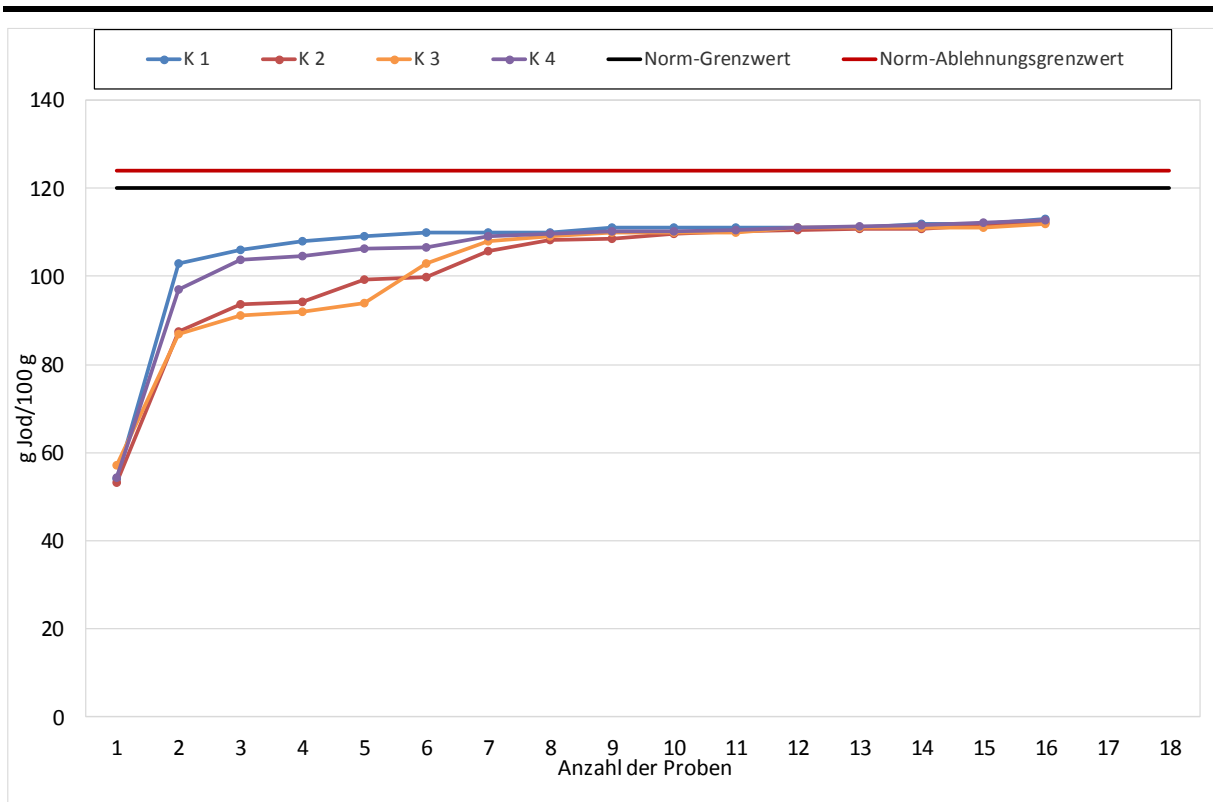
*Prüfmethode: DIN EN 14111:2003*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 120 g Iod/100g,*

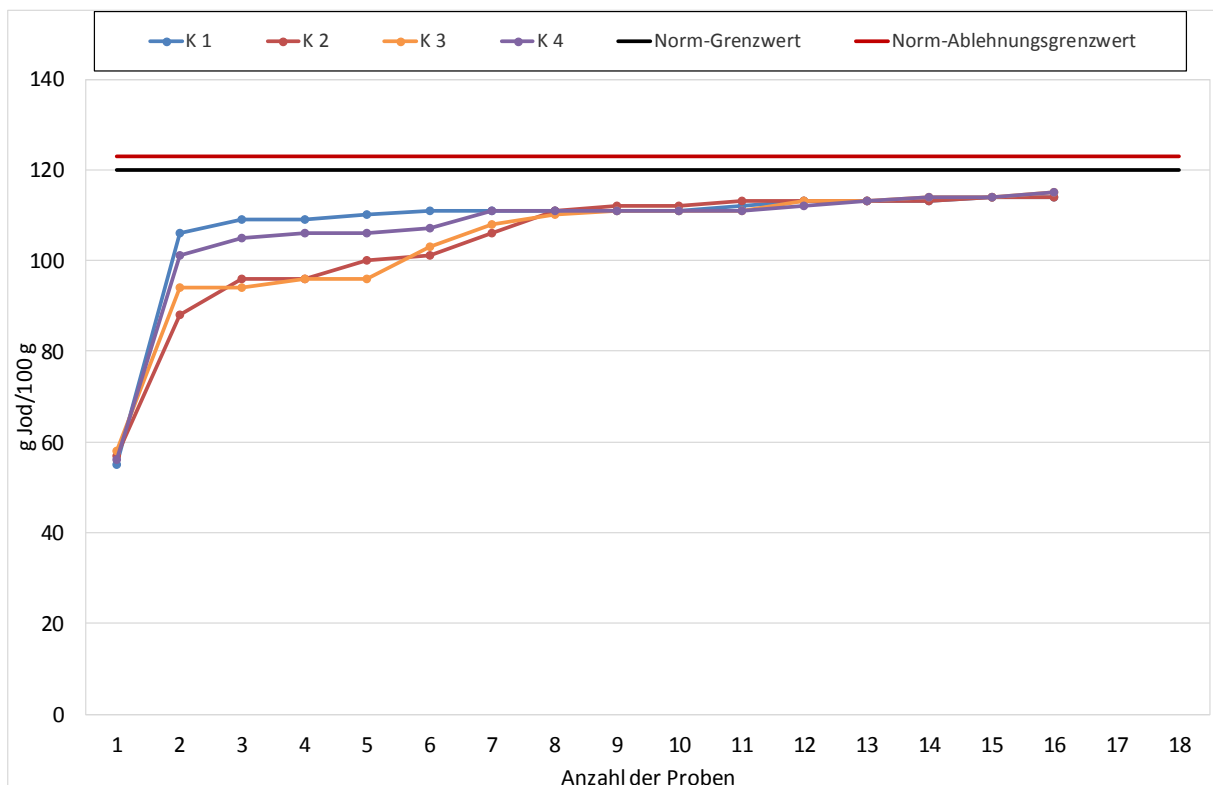
*Ablehnungsgrenzwert max.: 123 g Iod/100g*

Die Iodzahl ist ein Maß für den Anteil an Doppelbindungen, der in Fetten und Ölen und auch im Fettsäuremethylester vorhanden ist. Sie variiert mit der Art des eingesetzten Rohstoffs. Zur Bestimmung sind in der Norm zwei verschiedene Methoden angegeben: Zum einen die rechnerische Bestimmung aus dem gaschromatographisch gemessenen Fettsäureprofil nach DIN EN 16300, zum anderen die nasschemische Bestimmung nach DIN EN 14111. Das Ergebnis wird in g Iod/100 g Biodiesel angegeben.

Da ungesättigte Fettsäuren anfälliger für Oxidationsreaktionen sind, nimmt die Stabilität von Biodiesel mit steigender Anzahl an Doppelbindungen, also steigender Iodzahl, ab. Daher ist die Iodzahl neben der Oxidationsstabilität, ein Indikator für die Stabilität von Biodiesel.



**Abbildung 8: Iodzahl nach DIN EN 16300 (berechnet aus der Methylesterzusammensetzung).**



**Abbildung 9: Iodzahl nach DIN EN 14111 (nasschemisch).**

Die in Abbildung 8 und Abbildung 9 aufgetragenen Ergebnisse beider Messmethoden für die Iodzahl (berechnet aus der Methylester-Zusammensetzung und titriert) weisen keine nennenswerten Unterschiede auf. Alle untersuchten Proben liegen unterhalb des Normgrenzwertes. Auffällig ist, dass in der zweiten und dritten Kampagne teilweise niedrigere Iodzahlen gemessen werden. Das kann auf den Einsatz von Rohstoffen mit höherem Sättigungsgrad zurückgeführt werden. Ein hoher Sättigungsgrad bedingt schlechtere Kälteeigenschaften (bzgl. CFPP und Cloudpoint), was in den Sommermonaten von geringerer Bedeutung ist. Die Proben eines Herstellers zeigen ganzjährig Iodzahlen unter 60 g Iod/100g, was ebenfalls auf den eingesetzten Rohstoff – hier vermutlich Altspeiseöle und -fette– zurückzuführen ist.

### **3.9 Glyceride / freies Glycerin**

*Prüfmethode: DIN EN 14105:2011*

Bei der Umesterung von Pflanzenölen mit Methanol finden sich je nach Reaktionsführung neben dem Hauptprodukt (Fettsäuremethylester) auch unterschiedliche Gehalte an Nebenprodukten (Mono- und Diglyceride) und nicht umgesetztem Pflanzenöl (Triglyceride). Deshalb ist der Gehalt an Mono-, Di- und Triglyceriden ein Maß für die Vollständigkeit der Umesterungsreaktion. Gewöhnlich steigt die Konzentration in der Reihenfolge „Triglyceride < Diglyceride < Monoglyceride“ an, da die Abspaltung des letzten Fettsäurerestes den langsamsten Schritt der Reaktion darstellt. Der Glyceridgehalt kann bei angemessenem Aufwand nur bis zu einem bestimmten Grad reduziert werden, da sich in jedem Fall ein chemisches Gleichgewicht zwischen Produkten und Edukten einstellt. Die komplette Entfernung der Glyceride ist nur durch Destillation möglich.



### 3.9.1 Monoglyceride

Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 0,70 % (m/m),

Ablehnungsgrenzwert max.: 0,82 % (m/m)

Der Grenzwert für Monoglyceride ist mit 0,70 % (m/m) in der Norm deutlich höher festgelegt, als der für Di- und Triglyceride. Grund dafür ist, dass die Abspaltung des letzten Fettsäurerestes der langsamste Schritt der Umesterungsreaktion ist. Eine vollständige Umsetzung ist hier am schwersten zu erreichen.

Ein hoher Anteil an Monoglyceriden kann Ursache für Verkokungen und Ablagerungen im Injektorsystem sein. Außerdem besitzen insbesondere gesättigte Monoglyceride relativ hohe Schmelzpunkte, was zum Ausflocken führen kann und für eine der Hauptursachen von schlechten Kälteeigenschaften und Filterverstopfungen gehalten wird.

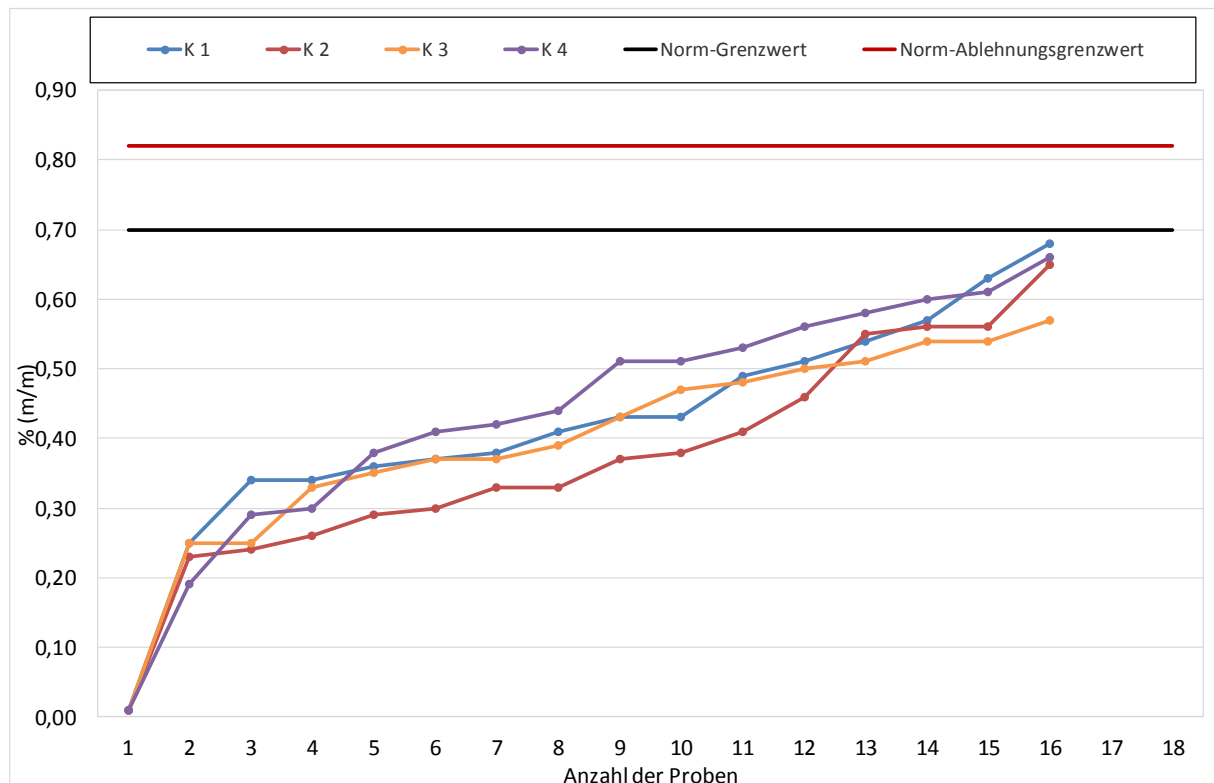


Abbildung 10: Monoglyceride nach DIN EN 14105.

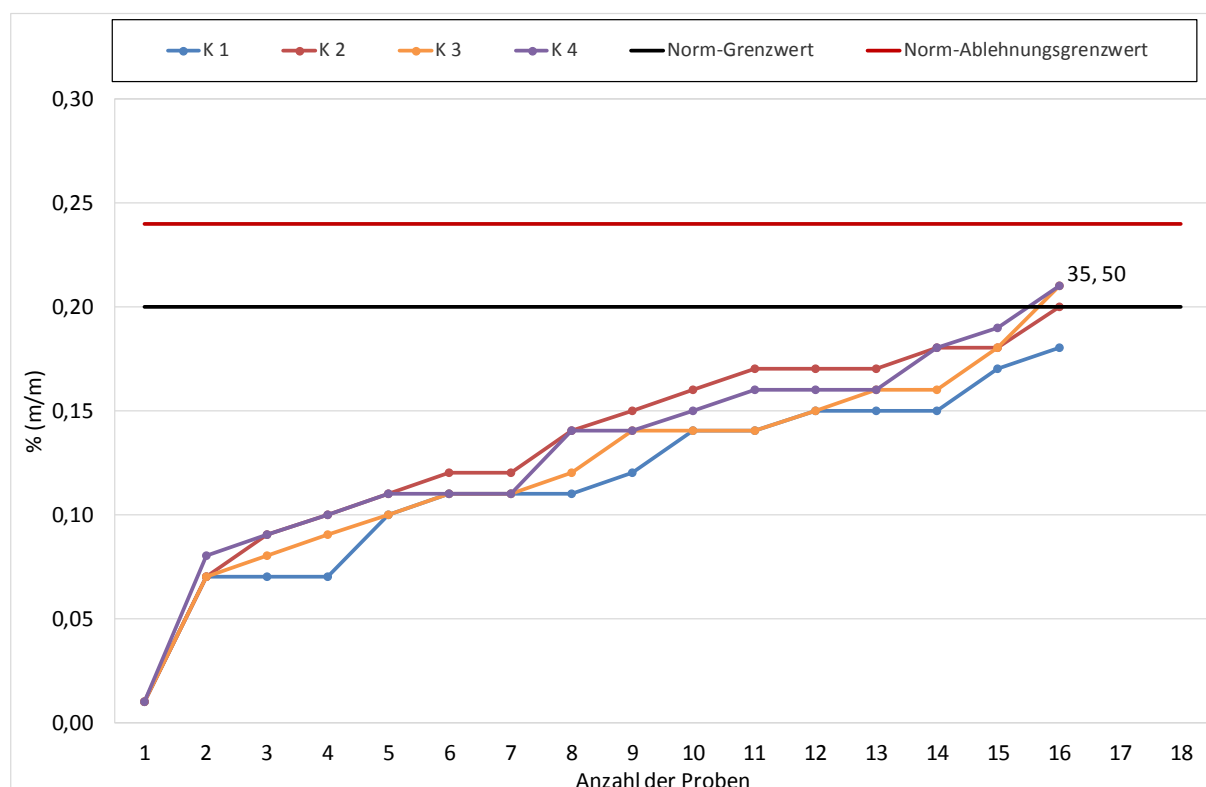
In Abbildung 10 sind die gemessenen Werte für die Monoglyceride gezeigt. Alle untersuchten Proben liegen unterhalb des Grenzwertes von 0,70 % (m/m). Die Proben eines Herstellers weisen Werte nahe 0 % (m/m) auf, was darauf schließen lässt, dass der Produktionsprozess einen Destillationsschritt beinhaltet.

### 3.9.2 Diglyceride

Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 0,20 % (m/m),

Ablehnungsgrenzwert max.: 0,24 % (m/m)

Die hohen Siedepunkte der Diglyceride führen dazu, dass diese unvollständig verbrennen. Dadurch können Verkokungen im Einspritzsystem und im Zylinder verursacht werden. Der Grenzwert für den Gehalt an Diglyceriden liegt bei 0,20 % (m/m).



**Abbildung 11: Diglyceride nach DIN EN 14105.**

Abbildung 11 zeigt die Messwerte für den Gehalt an Diglyceriden. Sowohl in Kampagne 3 als auch in Kampagne 4 überschreitet jeweils eine Probe (Probe 35 und Probe 50) den Normgrenzwert von 0,20 % (m/m). Diese Überschreitungen (jeweils 0,21 % (m/m)) liegen aber innerhalb des Ablehnungsgrenzwertes von 0,24 % (m/m).

### 3.9.3 Triglyceride

Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 0,20 % (m/m),

Ablehnungsgrenzwert max.: 0,27 % (m/m)

Hohe Triglycerid-Anteile bei niedrigen Mono- und Diglycerid-Werten deuten meist auf Vermischungen des Biodiesels mit Ölen oder Fetten (z. B. in der Logistikkette) hin. Der Grenzwert für den Gehalt an Triglyceriden liegt ebenfalls bei 0,20 % (m/m).

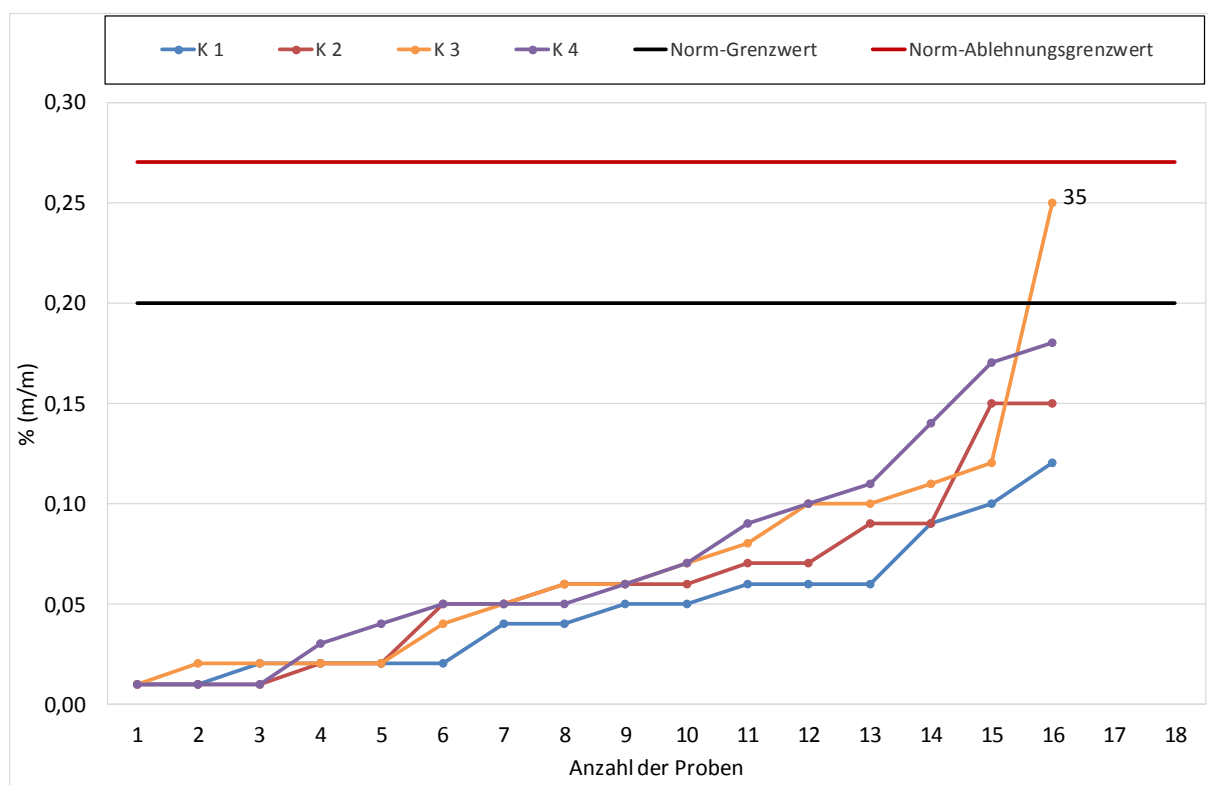


Abbildung 12: Triglyceride nach DIN EN 14105.

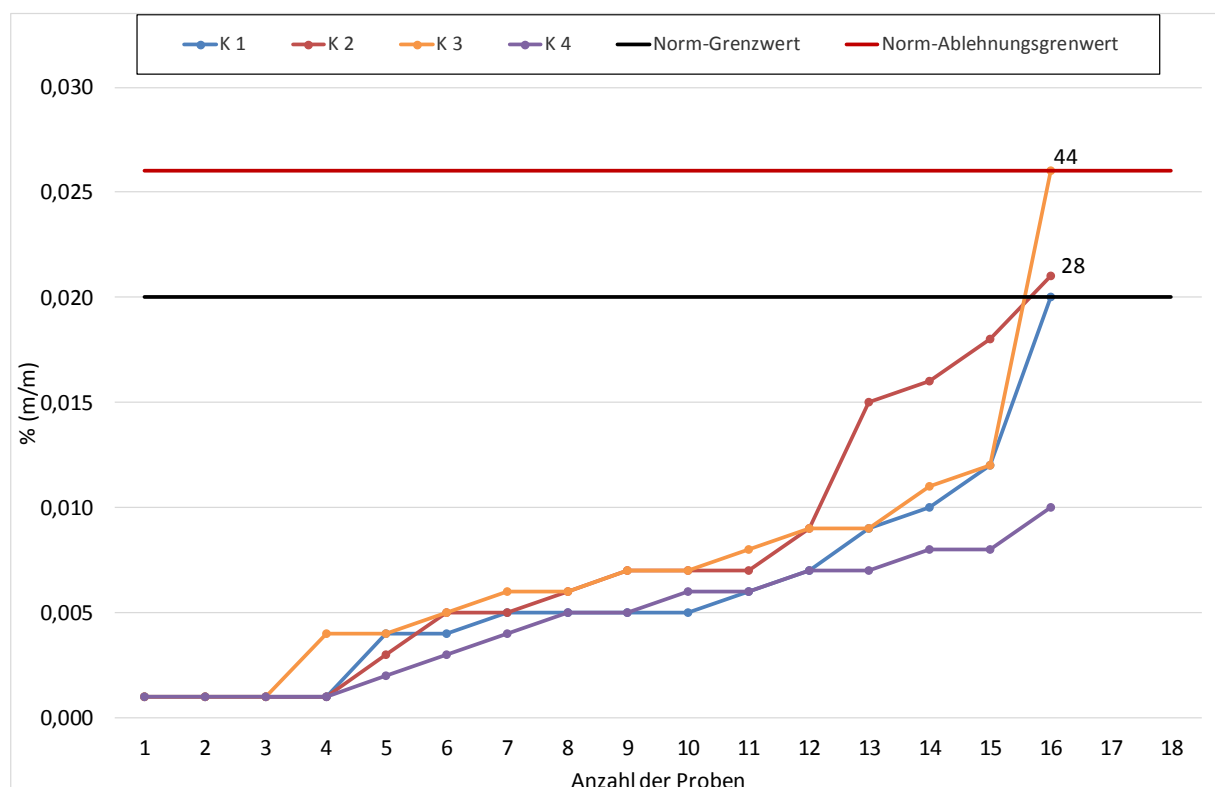
In Abbildung 12 sind die Ergebnisse der Messungen des Triglycerid-Gehalts aufgetragen. Bis auf eine Probe liegen alle untersuchten Proben unterhalb des Grenzwertes. Probe 35 überschreitet mit 0,25 % (m/m) den Grenzwert der DIN EN 14214 (0,20 % (m/m)), bleibt aber innerhalb des Ablehnungsgrenzwertes (0,27 % (m/m)).

### 3.9.4 Freies Glycerin

Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 0,02 % (m/m),

Ablehnungsgrenzwert max.: 0,026 % (m/m)

Bei der Umesterung von Fetten und Ölen mit Methanol zu Fettsäuremethylester wird Glycerin freigesetzt. Da Glycerin in Biodiesel praktisch unlöslich ist, kann es nahezu vollständig durch Dekantieren und anschließende Wasserwäsche abgetrennt werden.



**Abbildung 13: freies Glycerin nach DIN EN 14105.**

Bis auf zwei Ausnahmen liegt der Gehalt an freiem Glycerin bei allen Proben unterhalb des Normgrenzwertes (s. Abbildung 13). Die Proben 28 und 44 mit erhöhten Gehalten an freiem Glycerin stammen vom selben Mitglied. In Kampagne 2 wird der Grenzwert (0,020 % (m/m)) mit 0,021 % (m/m) innerhalb des Ablehnungsgrenzwertes (0,026 % (m/m)) überschritten. In Kampagne 3 trifft das Mitglied mit 0,026 % (m/m) genau den Wert des Ablehnungsgrenzwertes. Dieser Wert ist das Ergebnis einer Schiedsprobe. Ursprünglich hatte diese Probe mit 0,0265 % (m/m) den Ablehnungsgrenzwert überschritten. Mithilfe der Schiedsprobe konnte das Mitglied die Erteilung eines Sanktionspunktes vermeiden. In Kampagne 4 war das Mitglied unauffällig, der Fehler konnte wohl gefunden und behoben werden.

### **3.10 Alkalimetalle: Natrium + Kalium**

*Prüfmethode: DIN EN 14538:2006*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 5 mg/kg,*

*Ablehnungsgrenzwert max.: 6,1 mg/kg*

Für die Biodieselherstellung werden Natrium- und Kaliumhydroxide oder –methylate als Katalysatoren verwendet. Reste davon liegen im Biodiesel meist in Form von Seifen vor, die in der Wäsche nicht vollständig entfernt wurden. Seifen können zu Filterverstopfungen und Verkleben von Einspritzpumpen und Düsenadeln führen. Die Alkalimetalle werden außerdem auch mit der Aschebildung in Verbindung gebracht. Natrium und auch Kalium lagern sich auf der Oberfläche von Partikelfiltern und Oxidationskatalysatoren ab und verringern so die Wirksamkeit und Lebensdauer der Systeme.

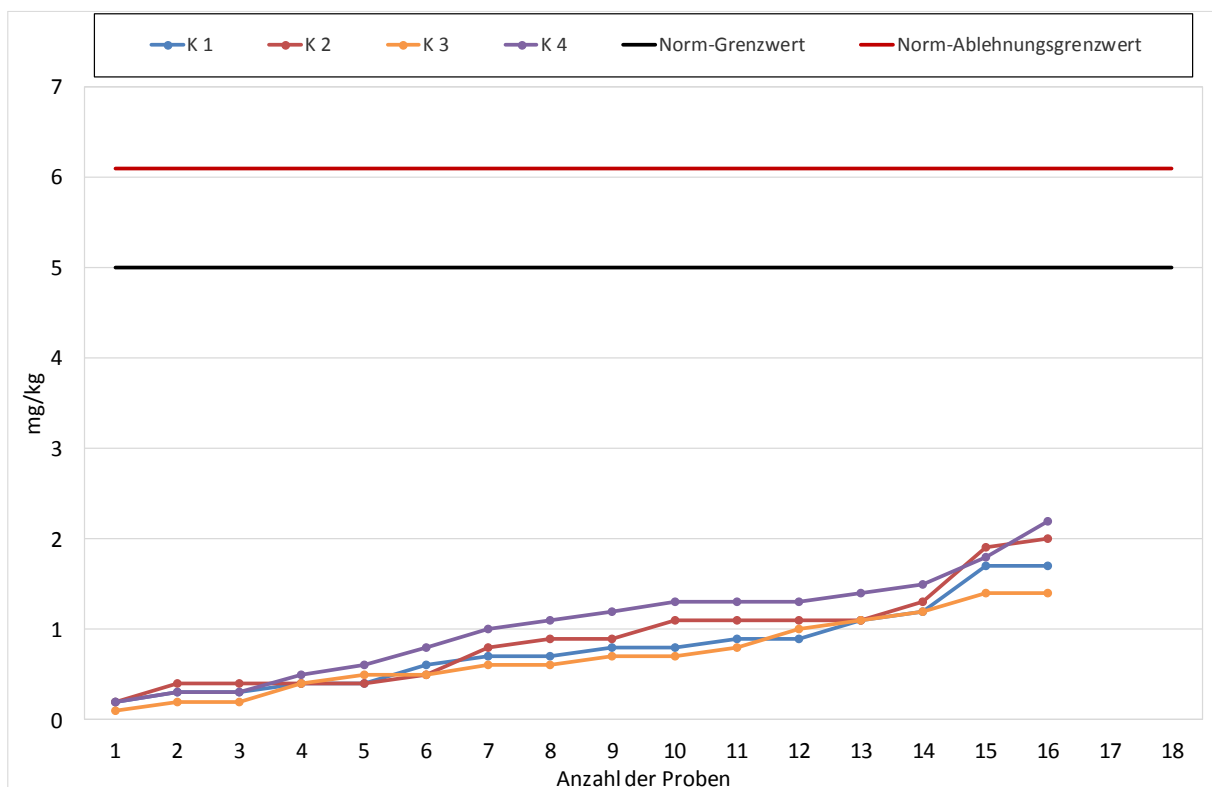


Abbildung 14: Summe der Alkalimetalle Natrium und Kalium nach DIN EN 14538.

In Abbildung 14 ist die Summe der Alkalimetalle Natrium und Kalium gezeigt. Alle Proben unterschreiten den Grenzwert deutlich. Der höchste gemessene Wert der 64 Proben lag knapp oberhalb von 2 mg/kg.

### 3.11 Erdalkalimetalle: Calcium + Magnesium

Prüfmethode: DIN EN 14538:2006

Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 5 mg/kg,

Ablehnungsgrenzwert max.: 6,1 mg/kg

Die Erdalkalimetalle Calcium und Magnesium werden entweder mit dem Rohstoff in den Prozess eingebracht oder können durch die Verwendung von Leitungswasser zur Wasserwäsche während des Herstellungsprozesses in das Endprodukt gelangen. Durch die Reaktion mit freien Fettsäuren entstehen Calcium- und Magnesiumseifen, die voluminöser als Alkalimetallseifen sind. Die Verwendung von enthärtetem Wasser verhindert den Eintrag von Erdalkalimetallen in den Biodiesel bei der Wasserwäsche.

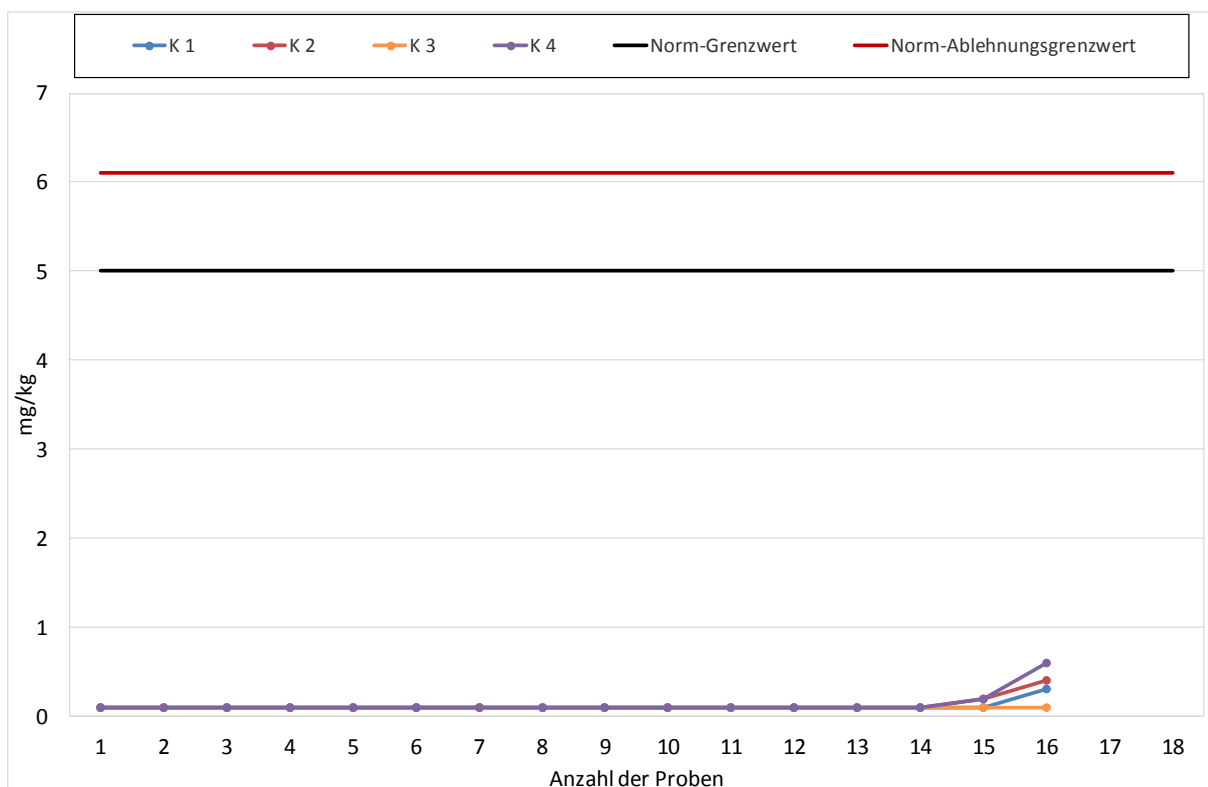


Abbildung 15: Summe der Erdkalielemente Calcium und Magnesium nach DIN EN 14538.

In Abbildung 15 ist die Summe des Erdalkaligehalts dargestellt. Alle Proben weisen Werte weit unterhalb des Grenzwertes und deutlich unterhalb der Bestimmungsgrenze (1 mg/kg) auf.

### **3.12 Phosphor-Gehalt**

*Prüfmethode: DIN EN 14107:2003*

*Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 4 mg/kg,*

*Ablehnungsgrenzwert max.: 4,5 mg/kg*

Phosphor ist ein Katalysatorgift, das die Wirkung von Abgasnachbehandlungssystemen irreversibel stören kann. Über Pflanzenöle in Form von Phospholipiden als auch über tierische Fette ist eine Kontamination mit Phosphor möglich. Zu hohe Gehalte an Phospholipiden verschlechtern außerdem den Umesterungsprozess, da diese als Emulgatoren wirken und so die Phasentrennung stören. Der Phosphorgehalt muss also bereits bei der Rohstoffauswahl berücksichtigt werden bzw. durch einen Raffinationsprozess schon vor der Umesterung auf geringe Restgehalte reduziert werden. Außerdem kann Phosphor auch während der Produktion in den Biodiesel gelangen, wenn Phosphorsäure zur Spaltung der Seifen eingesetzt wird. Die eingesetzte Phosphorsäure lässt sich aber in der Regel gut mit Wasser aus dem Biodiesel entfernen. Verbleibende Phosphorrückstände können durch Destillation vom Endprodukt abgetrennt werden.



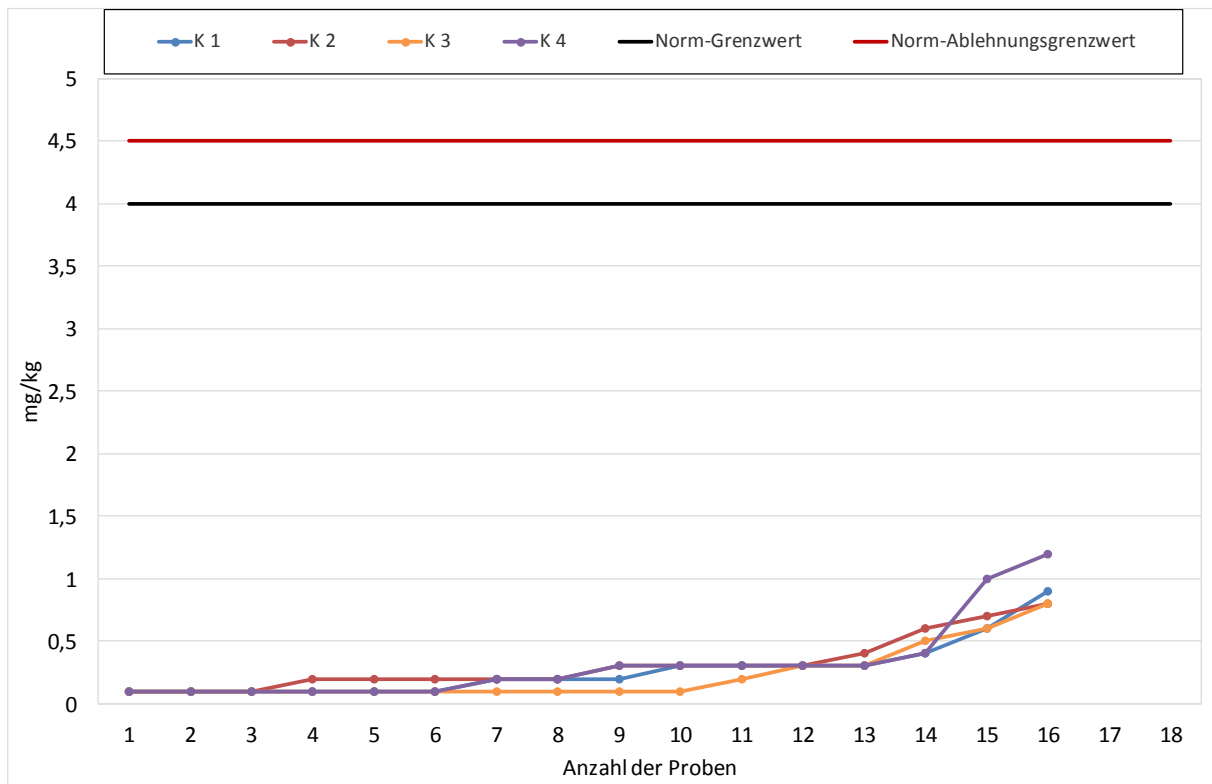


Abbildung 16: Phosphor-Gehalt nach DIN EN 14107 Kampagne 1-4.

In Abbildung 16 sind die Werte für den Phosphorgehalt dargestellt. Alle Werte liegen weit unterhalb des Grenzwertes, 62 der 64 Proben liegen sogar unterhalb von 1 mg/kg. Der Grenzwert liegt bei maximal 4 mg/kg, eine weitere Verschärfung des Grenzwertes lässt die Präzision der Methode aktuell nicht zu.

### 3.13 Gehalt an Linolensäuremethylester

Prüfmethode: DIN EN 14103:2015

Grenzwert DIN EN 14214:2014: max. 12,0 % (m/m),

Ablehnungsgrenzwert max.: 14,9 % (m/m)

Der Gehalt an Linolensäuremethylester wird aus dem Fettsäureprofil mittels Gaschromatographie bestimmt. Linolensäure ist eine dreifach ungesättigte Fettsäure mit 18 Kohlenstoffatomen (C 18:3). Aufgrund ihrer chemischen Struktur ist sie extrem anfällig gegenüber oxidativen Angriffen, weshalb der Gehalt an Linolensäuremethylester im Biodiesel auf 12 % (m/m) beschränkt ist.

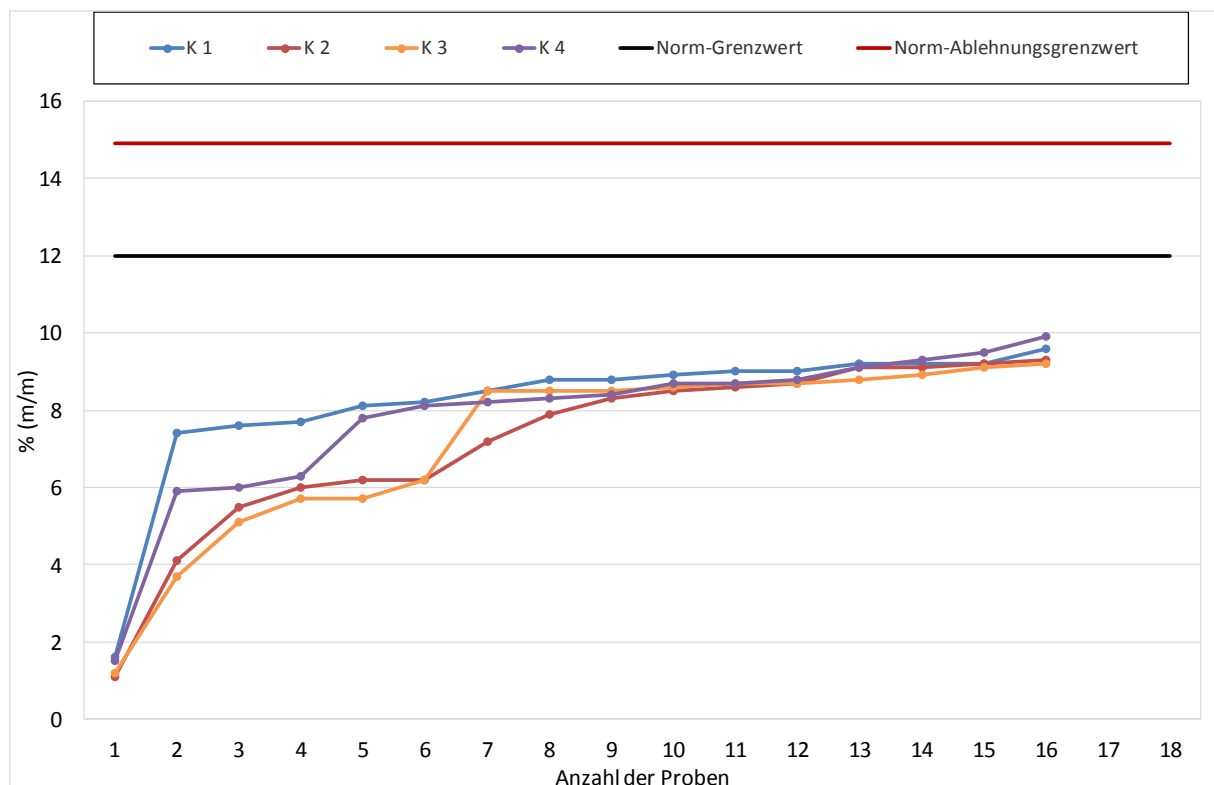


Abbildung 17: Gehalt an Linolensäuremethylester nach DIN EN 14103.

Wie in Abbildung 17 zu sehen, weisen alle analysierten Proben einen Linolensäuremethylestergehalt innerhalb der Anforderungen der Norm auf. Der

---

Linolensäuregehalt von reinem Rapsöl liegt in der Regel zwischen 8 und 10%.<sup>2</sup> Die niedrigeren Linolensäuremethylestergehalte bei einem großen Teil der Proben in den Sommerkampagnen K2 und K3, sowie in der Übergangszeit (K4) zeigt, dass der bei der Biodieselerstellung üblicherweise verwendete Rohstoff Rapsöl, zumindest teilweise, durch andere Öle ersetzt wurde.

### 3.14 Cold Filter Plugging Point (CFPP)

Prüfmethode: DIN EN 116:2015

Grenzwert nach DIN EN 14214:2014

<i>Für Biodiesel als Reinkraftstoff</i>	<i>Grenzwert</i>	<i>Ablehnungsgrenzwert</i>	
<i>vom 15.04. bis 30.09.</i>	<i>0 °C</i>	<i>-1,5 °C</i>	<i>Sommerperiode</i>
<i>vom 01.10. bis 15.11.</i>	<i>-10 °C</i>	<i>-7,9 °C</i>	<i>Übergangsperiode</i>
<i>vom 16.11. bis 28./29.02.</i>	<i>-20 °C</i>	<i>-17,3 °C</i>	<i>Winterperiode</i>
<i>vom 01.03. bis 14.04.</i>	<i>-10 °C</i>	<i>-7,9 °C</i>	<i>Übergangsperiode</i>

<i>Für Biodiesel als Blendkomponente</i>	<i>Grenzwert</i>	<i>Ablehnungsgrenzwert</i>	
<i>vom 15.04. bis 30.09.</i>	<i>0 °C</i>	<i>-1,5 °C</i>	<i>Sommerperiode</i>
<i>vom 01.10. bis 15.11.</i>	<i>-5 °C</i>	<i>-3,2 °C</i>	<i>Übergangsperiode</i>
<i>vom 16.11. bis 28./29.02.</i>	<i>-10 °C</i>	<i>-7,9 °C</i>	<i>Winterperiode</i>
<i>vom 01.03. bis 14.04.</i>	<i>-5 °C</i>	<i>-3,2 °C</i>	<i>Übergangsperiode</i>

Der CFPP ist ein Maß für die Kältebeständigkeit des Biodiesels. Die Anforderungen an die „Kältefestigkeit“ werden, wie schon am Ende des zweiten Kapitels beschrieben, national je nach den vorherrschenden klimatischen Bedingungen geregelt. Es gelten, analog zum Dieselkraftstoff, unterschiedliche Anforderungen an Sommer-, Übergangs- und Winterqualität.

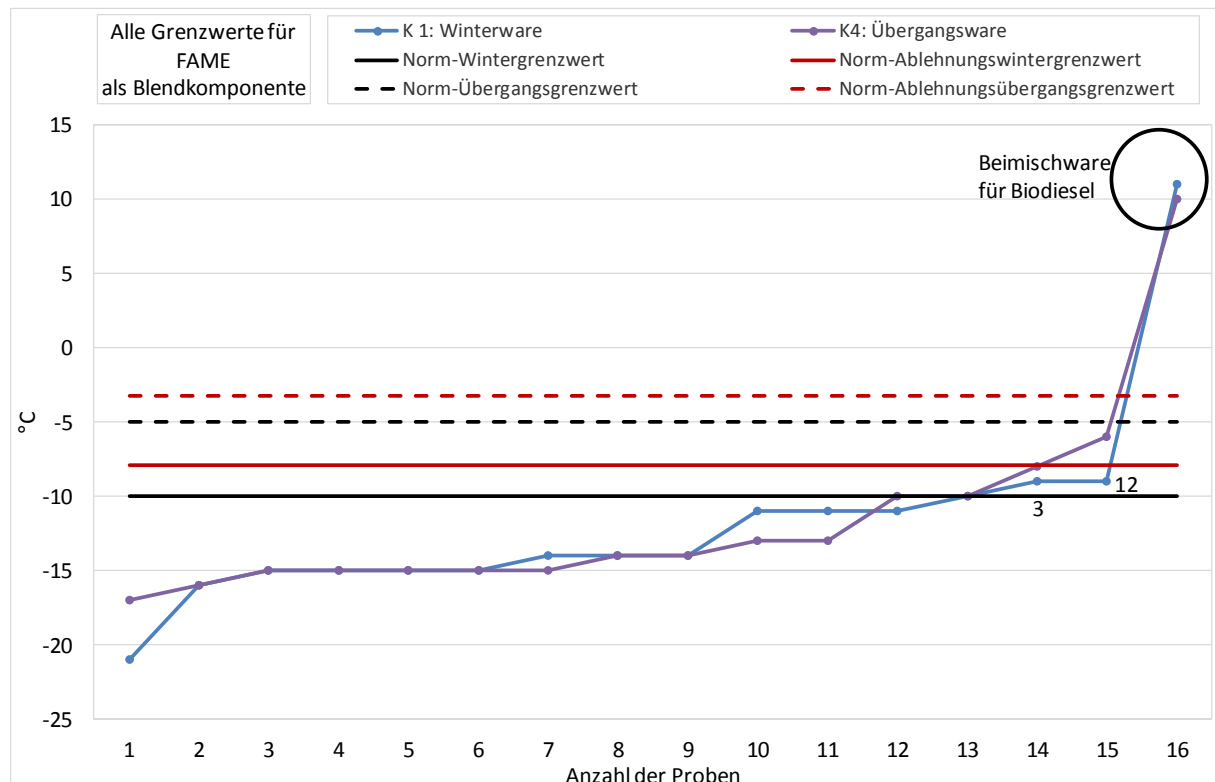
Da Biodiesel heute fast ausschließlich als Blendkomponente für Dieselkraftstoff verwendet wird, findet häufig keine Additivierung statt. In Deutschland gilt bezüglich der Kälteeigenschaften die gesetzliche Regelung, dass Biodiesel zur Beimischung zwischen dem

---

<sup>2</sup> M. Mittelbach, C. Renschmidt: Biodiesel The Comprehensive Handbook, 1. Edition, Graz 2004, ISBN 3-200-00249-2, S. 135.

16.11. und dem 28./29.02. nur einen CFPP-Wert von  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  einhalten muss, wenn die in der DIN EN 14214 geforderten  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  durch Additivierung erreicht werden können.

Um die ermittelten Daten übersichtlicher darstellen zu können, wurden die Ergebnisse der Sommer-, Übergangs- und Winterkampagnen in zwei getrennten Diagrammen erfasst.

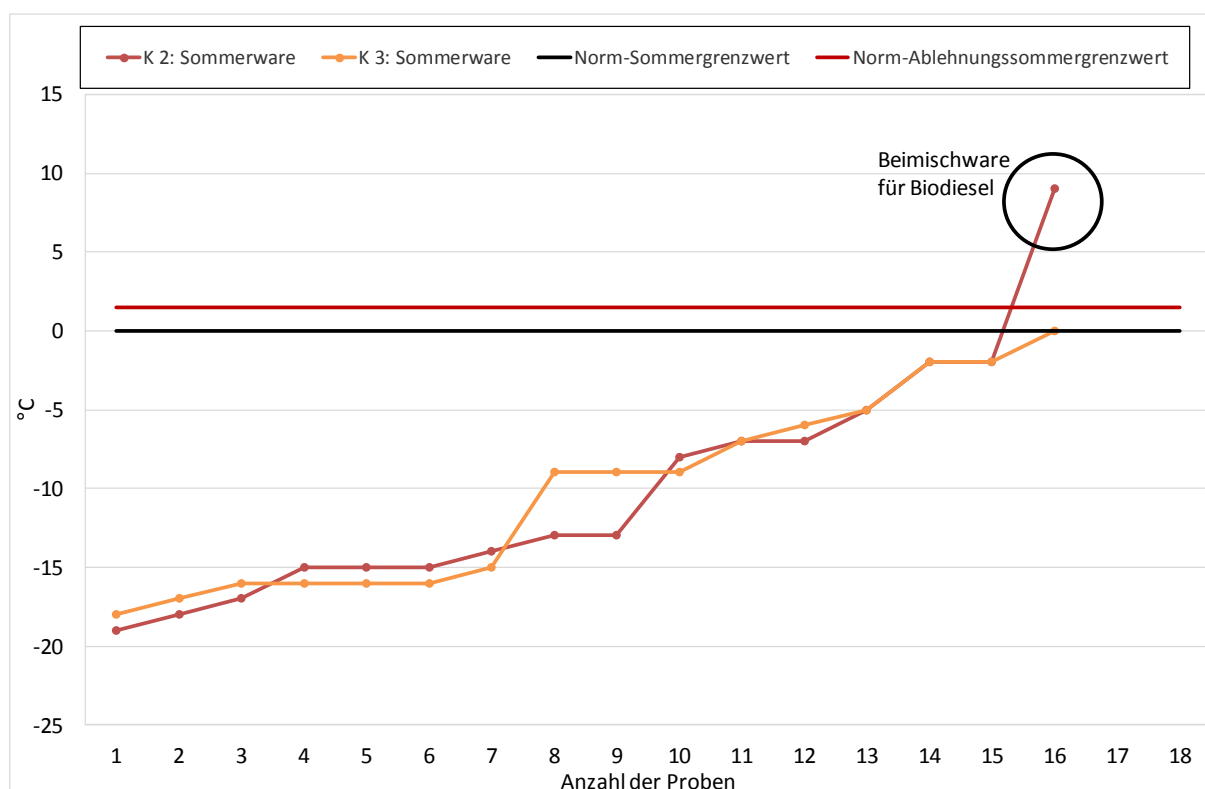


**Abbildung 18: CFPP (Übergangs- und Winterware) nach DIN EN 116.**

Die Probennahmen der Kampagne 1 wurden im Zeitraum vom 25. Januar bis 05. Februar durchgeführt, es handelt sich also um Winterware. Die Proben der Kampagne 4 wurden vom 10. bis 21. Oktober entnommen, was bedeutet, dass es sich um Übergangsware handelt. In Abbildung 18 sind die Grenzwerte für FAME als Blendkomponente aufgetragen, da kein Mitglied den Biodiesel mehr als Reinkraftstoff auf den Markt bringt. Der Grenzwert für die Winterperiode ist durch eine durchgezogene Linie, der Grenzwert für die Übergangszeit durch eine gestrichelte Linie dargestellt

Bis auf zwei Proben (3 und 12) halten alle den entsprechenden Grenzwert ein. Die Proben 3 und 12 überschreiten in Kampagne 1 mit jeweils  $-9\text{ }^{\circ}\text{C}$  den Normgrenzwert für die

Winterperiode (-10 °C), befinden sich jedoch noch innerhalb des Ablehnungsgrenzwertes (-7,9 °C). Bei den beiden schwarz eingekreisten Proben handelt es sich, wie bereits im Diagramm vermerkt, um Beimischware für Biodiesel, die nicht direkt in den Verkehr gebracht, sondern nur anderem Biodiesel beigemischt werden darf um ein normkonformes Produkt zu erhalten.



**Abbildung 19: CFPP (Sommerware) nach DIN EN 116.**

Die Probennahmen der 2. Kampagne wurden im Zeitraum vom 18. bis 29. April, die der 3. Kampagne vom 04. bis 15. Juli durchgeführt, was bedeutet, dass die Proben in der Sommerperiode entnommen wurden. Abbildung 19 zeigt, dass alle gemessenen Proben die Anforderungen der Norm erfüllen. Bei der schwarz eingekreisten Probe handelt es sich, wie bereits im Diagramm vermerkt, um Beimischware für Biodiesel, die erst nach Einstellung der Qualität, z.B. durch Mischen mit entsprechender Ware, in Verkehr gebracht wird.

### **3.15 Cloudpoint (CP)**

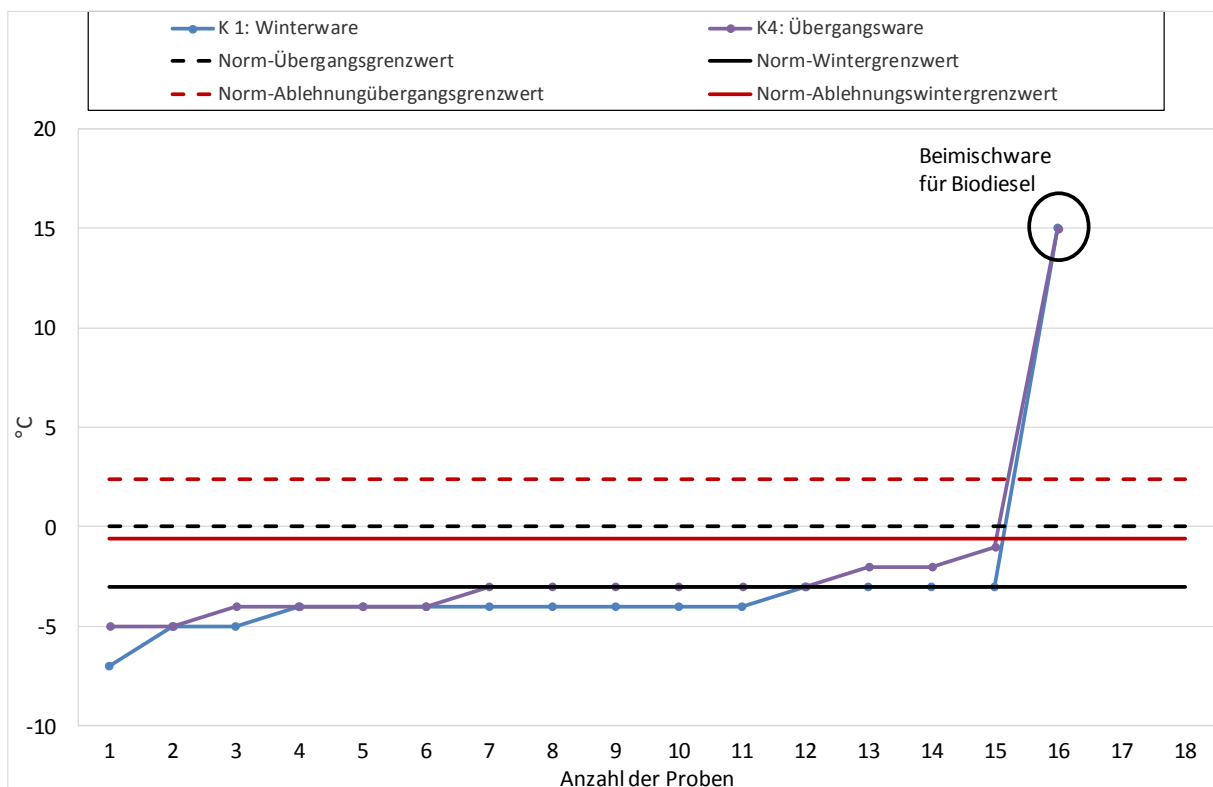
*Prüfmethode: DIN EN 23015:2013*

*Grenzwert nach DIN EN 14214:2014*

<i>Für Biodiesel als Blendkomponente</i>	<i>Grenzwert</i>	<i>Ablehnungsgrenzwert</i>	
<i>vom 15.04. bis 30.09.</i>	<i>5 °C</i>	<i>7,4 °C</i>	<i>Sommerperiode</i>
<i>vom 01.10. bis 15.11.</i>	<i>0 °C</i>	<i>2,4 °C</i>	<i>Übergangsperiode</i>
<i>vom 16.11. bis 28./29.02.</i>	<i>-3 °C</i>	<i>-0,6 °C</i>	<i>Winterperiode</i>
<i>vom 01.03. bis 14.04.</i>	<i>0 °C</i>	<i>2,4 °C</i>	<i>Übergangsperiode</i>

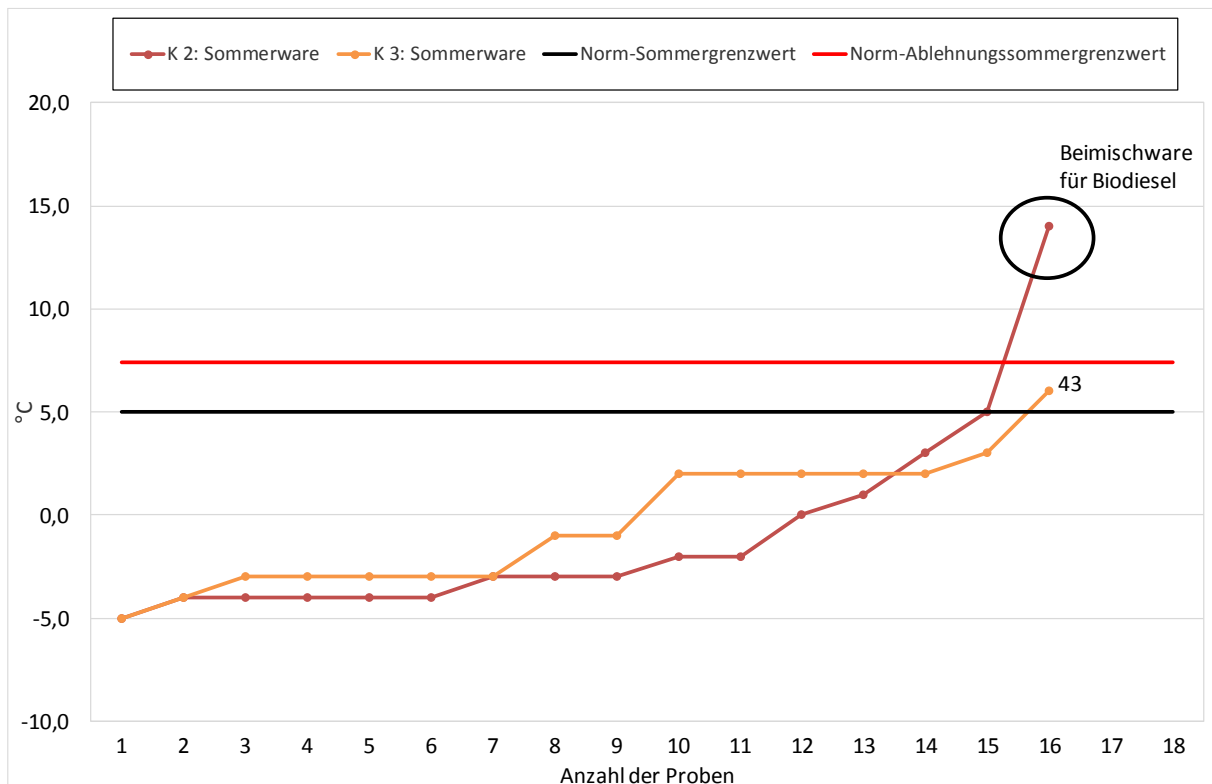
Der Cloudpoint ist die Temperatur, bei der sich in einem klaren, flüssigen Produkt beim Abkühlen unter festgelegten Prüfbedingungen die ersten temperaturbedingten Trübungen („Wolken“) bilden. Seit November 2012, also mit Veröffentlichung der DIN EN 14214:2012, ist der Cloudpoint in Deutschland Bestandteil der Anforderung für Biodiesel als Blendkomponente.

Um die ermittelten Daten übersichtlicher zu gestalten, werden, wie schon beim CFPP, die Ergebnisse der Sommer-, Übergangs- und Winterkampagnen in zwei getrennten Diagrammen dargestellt.



**Abbildung 20: Cloudpoint (Übergangs- und Winterware) nach DIN EN 23015.**

Wie in Abbildung 20 zu sehen, gab es in der Winter- bzw. Übergangszeit jeweils eine Grenzwertüberschreitung. Bei diesen schwarz eingekreisten Proben handelt es sich um Beimischware für Biodiesel.



**Abbildung 21: Cloudpoint (Sommerware) nach DIN EN 23015.**

Wie bereits beim Parameter CFPP beschrieben, wurden die Probenahmen der K2 und K3 in der Sommerzeit durchgeführt. In Abbildung 21 ist zu sehen, dass ebenfalls zwei Grenzwertüberschreitungen vorliegen. In Kampagne 3 überschreitet Probe 43 mit 6 °C den Normgrenzwert (5 °C) innerhalb des Ablehnungsgrenzwertes (7,4 °C). Bei der schwarz eingekreisten Probe handelt es sich wieder um Beimischware für Biodiesel, die nicht für das direkte Inverkehrbringen vorgesehen ist.



## **4 Zusammenfassung**

In diesem Bericht werden die Ergebnisse der unangemeldeten Beprobungen der produzierenden Mitglieder und Händler der AGQM dargestellt. Die Beprobungen dienen zum einen der Überprüfung der Einhaltung der in der 10. BImSchV festgelegten Grenzwerte der gemäß der 36. BImSchV vorgegebenen Prüfparameter. Zum anderen unterstützt die AGQM durch sie die Eigenkontrolle ihrer Mitglieder.

Die AGQM veröffentlicht seit 2010 jährlich einen Bericht<sup>3</sup> über die Qualität des von ihren Mitgliedern produzierten und gehandelten Biodiesels. Anhand der ermittelten Daten kann die Entwicklung der Qualitätssicherungsmaßnahmen bei den AGQM-Mitgliedern beobachtet und nachverfolgt werden.

Im Vergleich zum Vorjahr hat sich die Biodieselqualität in 2016 etwas verschlechtert. Allerdings hatte das Jahr 2015 überragende Ergebnisse gezeigt, da im Gesamtergebnis unter Berücksichtigung der jeweiligen Präzision der Prüfmethode kein Ablehnungsgrenzwert verletzt wurde und es nur fünf Grenzwertverletzungen gegeben hatte. Im Jahre 2016 wurden dagegen drei Ablehnungsgrenzwerte verletzt. Bei fünfzehn weiteren Proben wurden die Grenzwerte zwar über- bzw. unterschritten, jedoch liegen diese Über- bzw. Unterschreitungen unter Berücksichtigung der Präzision der jeweiligen Prüfmethode innerhalb der entsprechenden Ablehnungsgrenzwerte. In der folgenden Tabelle 1 ist eine Übersicht über alle Grenzwertverletzungen zu finden.

---

<sup>3</sup> <http://www.agqm-biodiesel.de/de/downloads/berichte/>

**Tabelle 1: Aufstellung der Proben, die Grenzwertverletzungen aufweisen.**

Parameter	Methode	Probennummer															
		1	3	12	18	20	28	35	40	43	44	50	51	60	63	64	
Estergehalt	DIN EN 14103																
Wassergehalt	DIN EN ISO 12937																
Gesamtverschmutzung	DIN EN 12662																
Oxidationsstabilität 110 °C	DIN EN 14112																
Säurezahl	DIN EN 14104																
Diglycerid-Gehalt	DIN EN 14105																
Triglycerid-Gehalt	DIN EN 14105																
Gehalt an freiem Glycerin	DIN EN 14105																
CFPP	DIN EN 116																
Cloudpoint	DIN EN 23015																

Grenzwertverletzungen innerhalb des Ablehnungsgrenzwertes

Ablehnungsgrenzwertverletzungen der DIN EN 14214:2014

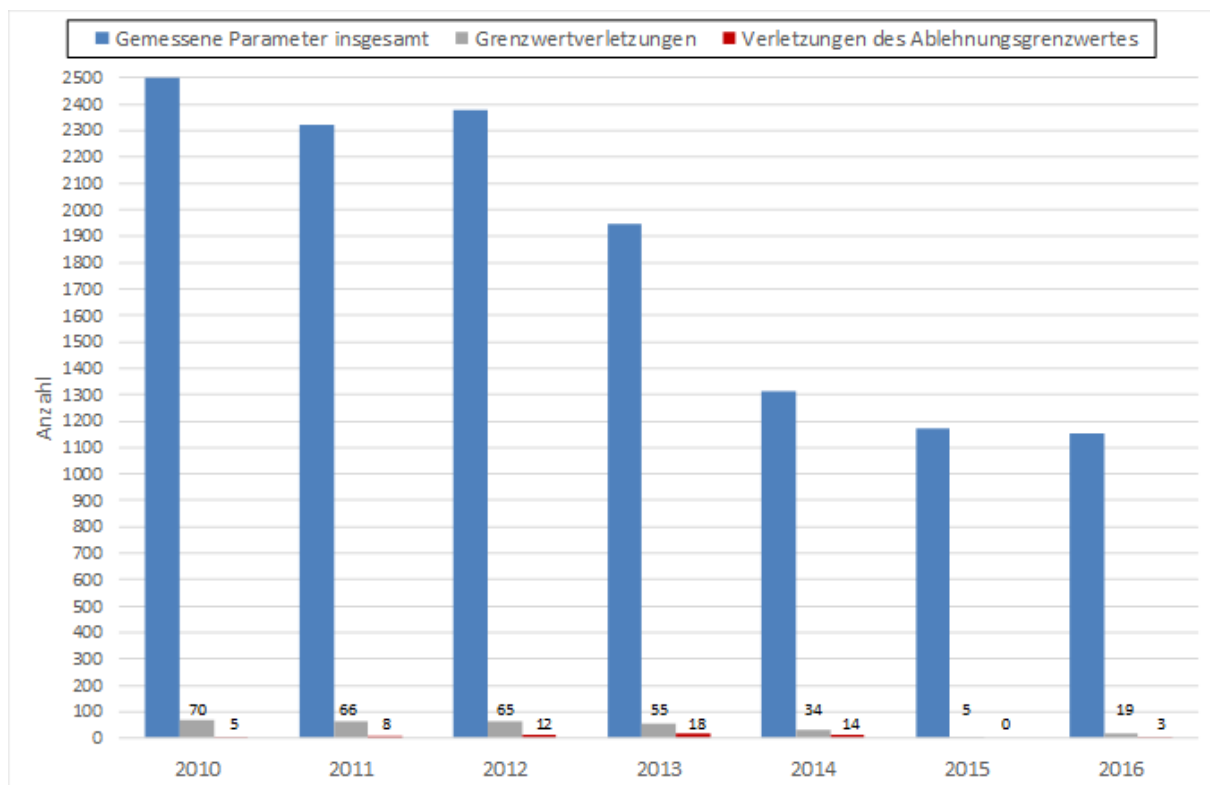
AGQM-Ablehnungsgrenzwertverletzungen

Auffälligkeiten gab es bei den Parametern Estergehalt, Wassergehalt, Gesamtverschmutzung, Oxidationsstabilität, Säurezahl, Gehalt an Di- und Triglyceriden, Gehalt an freiem Glycerin, CFPP und Cloudpoint.

Werden die vier Beprobungskampagnen in ihrer Gesamtheit betrachtet, so fällt auf, dass es von Kampagne zu Kampagne eine zunehmende Zahl von Grenzwertverletzungen gab: Sie stieg von zwei Verletzungen in der ersten über vier in der zweiten auf je sechs Verletzungen in der dritten und in der vierten Kampagne. In der vierten Kampagne lagen drei Proben sogar außerhalb des Ablehnungsgrenzwertes, sodass drei Sanktionspunkte vergeben werden mussten.

Möglicherweise veranlassen die wirtschaftliche Situation und die politische Unsicherheit die Unternehmen, aus Kostengründen zunehmend näher an den Spezifikationsgrenzen zu produzieren. Das erhöht die Gefahr einer Grenzwertüberschreitung. Produzenten und Lagerbetreiber sollten an dieser Stelle der Qualitätssicherung erhöhte Aufmerksamkeit widmen.

In Abbildung 22 ist die Zahl der Verletzungen von Grenzwerten und Ablehnungsgrenzwerten in den Jahren 2010 bis 2016 der Gesamtzahl der gemessenen Parameter gegenübergestellt.



**Abbildung 22: Übersicht der Grenzwertverletzungen im Vergleich zur Anzahl der insgesamt gemessenen Parameter**

Es ist zu erkennen, dass die Anzahl von Grenzwertverletzungen gegenüber der Gesamtzahl der Bestimmungen sehr gering ist. Außerdem ist eine über die Jahre stark abnehmende Anzahl an Grenzwertverletzungen zu sehen. Die leichte Zunahme der Grenzwertverletzungen in 2016 gegenüber 2015 zeigt, wie wichtig weiterhin die Überprüfung der AGQM Mitglieder bleibt.

**Im Jahr 2016 erfüllten 61 der 64 untersuchten Proben die Anforderungen der DIN EN 14214 und der strengeren AGQM-Grenzwerte. Das sehr hohe Qualitätsniveau des von den AGQM-Mitgliedern produzierten Biodiesels wurde somit erneut belegt.**



## 5 Anhang

### 5.1 Grenzwerte und Bestimmungsmethoden

Tabelle 2: Grenzwerte und Bestimmungsmethoden für die geprüften Parameter gemäß DIN EN 14214:2014.

Prüfparameter	Methode	Erscheinungs- jahr	Einheit	Normgrenzwerte		Ablehnungsgrenzwerte	
				min.	max.	min.	max.
Fettsäuremethylestergehalt	DIN EN 14103	2015	% (m/m)	96,5	-	94,0	-
Dichte 15 °C	DIN EN ISO 12185	1997	kg/m <sup>3</sup>	860	900	859,7	900,3
Schwefelgehalt (UV)	DIN EN ISO 20846	2011	mg/kg	-	10,0	-	11,3
Wassergehalt K.-F.	DIN EN ISO 12937	2000	mg/kg	-	500	-	591
Gesamtverschmutzung	DIN EN 12662	1998 <sup>4</sup>	mg/kg	-	24	-	32
Oxidationsstabilität (bei 110 °C)	DIN EN 14112	2014	h	8,0	-	6,6	-
Säurezahl	DIN EN 14104	2003	mg KOH/g	-	0,50	-	0,54
Iodzahl	DIN EN 16300	2012	g Iod/100g	-	120	-	124
Iodzahl	DIN EN 14111	2003	g Iod/100g	-	120	-	123
Gehalt an Linolensäuremethylester	DIN EN 14103	2015	% (m/m)	-	12,0	-	14,9
Gehalt an freiem Glycerin	DIN EN 14105	2011	% (m/m)	-	0,02	-	0,026

<sup>4</sup> Aufgrund der Tatsache, dass die aktuelle Version der DIN EN 12662 nicht für die Bestimmung der Gesamtverschmutzung von FAME geeignet ist, gilt bis auf Weiteres die DIN EN 12662:1998.



Monoglyceridgehalt		2011	% (m/m)	-	0,70	-	0,82
Diglyceridgehalt		2011	% (m/m)	-	0,20	-	0,24
Triglyceridgehalt		2011	% (m/m)	-	0,20	-	0,27
Gehalt an Gesamt-Glycerin		2011	% (m/m)	-	0,25	-	0,28
Gehalt an Alkalimetallen (Na+K)	DIN EN 14538	2006	mg/kg	-	5,0	-	6,1
Natrium-Gehalt		2006	mg/kg	-	5,0	-	6,1
Kalium-Gehalt		2006	mg/kg	-		-	
Gehalt an Erdalkalimetallen (Ca+Mg)		2006	mg/kg	-	5,0	-	6,1
Calcium-Gehalt		2006	mg/kg	-	5,0	-	6,1
Magnesium-Gehalt		2006	mg/kg	-		-	
Phosphor-Gehalt	DIN EN 14107	2003	mg/kg	-	4,0	-	4,5
CFPP	DIN EN 116	2015	°C	vom 15.04. bis 30.09.	0	-	1,5
				vom 01.10. bis 15.11.	-10	-	-7,9
				vom 16.11. bis 28/29.02	-20	-	-17,3
				vom 01.03. bis 14.04	-10	-	-7,9
Cloudpoint	DIN EN 23015	2013	°C	vom 15.04. bis 30.09.	5	-	7,4
				vom 01.10. bis 15.11	0	-	2,4
				vom 16.11. bis 28/29.02	-3	-	-0,6
				vom 01.03. bis 14.04	0	-	2,4



Tabelle 3: Grenzwerte und Bestimmungsmethoden für die geprüften Parameter gemäß QM-System der AGQM.

Prüfparameter	Methode	Erscheinungs- jahr	Einheit	AGQM-Grenzwerte		Ablehnungsgrenzwerte	
				min.	max.	min.	max.
Wassergehalt K.-F. (für Hersteller)	DIN EN ISO 12937	2000	mg/kg	-	220	-	280
Wassergehalt K.-F. (für Lagerbetreiber)	DIN EN ISO 12937	2000	mg/kg	-	300	-	370
Gesamtverschmutzung	DIN EN 12662	1998 <sup>5</sup>	mg/kg	-	20	-	20
CFPP	DIN EN 116	2015	°C	vom 19.10. bis 28/29.02	-20  (gilt für die Verwendung als Reinkraftstoff (B100))	-  -  -	-17,3

<sup>5</sup> Aufgrund der Tatsache, dass die aktuelle Version der DIN EN 12662 nicht für die Bestimmung der Gesamtverschmutzung von FAME geeignet ist, gilt bis auf Weiteres die DIN EN 12662:1998.

---

## 5.2 Abkürzungsverzeichnis

AGQM	Arbeitsgemeinschaft Qualitätsmanagement Biodiesel e.V.
Abb.	Abbildung
B7	Kurzbezeichnung für den nach DIN EN 590 zulässigen Blendkraftstoff mit einem Anteil von bis zu 7 % Biodiesel
BImSchG	Bundes-Immissionsschutzgesetz
BImSchV	Bundes-Immissionsschutzverordnung
bzgl.	bezüglich
bzw.	beziehungsweise
ca.	circa
CEN	Comité Européen de Normalisation (Europäisches Komitee für Normung)
CFPP	Cold Filter Plugging Point
DIN	Deutsches Institut für Normung
DIN EN 14214:2014	DIN EN 14214:2012+A1:2014
EN	Europäische Norm
e.V.	eingetragener Verein
FAM	Fachausschuss für Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) im DIN
FAME	Fettsäuremethylester
FQD	Fuel Quality Directive (Richtlinie 2009/30 EG)
JWG	Joint working group
K 1	Kampagne 1
K 2	Kampagne 2
K 3	Kampagne 3
K 4	Kampagne 4
PtX/PtL	Power to X / Power to Liquid
QM-System	Qualitätsmanagement-System
QS-Ausschuss	Ausschuss für Qualitätssicherung
RED	Renewable Energy Directive (Richtlinie 2009//28/EG)
RME	Rapsölmethylester
sog.	sogenannte
TC	Technical Committee
THG	Treibhausgas
UCO	Used Cooking Oil (Altspeiseöle und -fette)
UCOME	Used Cooking Oil Methyl Ester (Fettsäuremethylester aus Altspeiseölen und -fetten)
z.B.	zum Beispiel