

122

ROZPORZĄDZENIE MINISTRA GOSPODARKI, PRACY I POLITYKI SPOŁECZNEJ¹⁾

z dnia 22 stycznia 2004 r.

w sprawie metod badań jakości paliw ciekłych²⁾

Na podstawie art. 5 ustawy z dnia 10 stycznia 2003 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw ciekłych (Dz. U. Nr 17, poz. 154 i Nr 199, poz. 1934) zarządza się, co następuje:

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).

²⁾ Przepisy niniejszego rozporządzenia wdrażają postanowienia: dyrektywy 98/70/WE z dnia 13 października 1998 r. w sprawie jakości benzyny i paliw do silników Diesla zmieniającej dyrektywę 93/12/EWG (Dz. Urz. WE L 350 z 28/12/1998), dyrektywy Komisji 2000/71/WE z dnia 7 listopada 2000 r. w sprawie dostosowania metod pomiarowych, określonych w załącznikach I, II, III i IV do dyrektywy 98/70/WE, do postępu technicznego, jak przewidziano w art. 10 tej dyrektywy (Dz. Urz. WE L 287 z 14/11/2000) oraz dyrektywy 2003/17/WE z dnia 3 marca 2003 r. zmieniającej dyrektywę 98/70/WE w sprawie jakości benzyny i paliw do silników Diesla (Dz. Urz. WE L 076 z 22/03/2003).

§ 1. Metody badań jakości:

- 1) benzyn silnikowych stosowanych w pojazdach wyposażonych w silniki z zapłonem iskrowym, oznaczonych kodami PCN 2710 11 41 0, 2710 11 45 0, 2710 11 49 0, 2710 11 51 0 oraz 2710 11 59 0,
- 2) samochodowego oleju napędowego stosowanego w pojazdach wyposażonych w silniki z zapłonem samoczynnym, oznaczonego kodem PCN 2710 19 41 1

— w zakresie poszczególnych ich parametrów określa załącznik do rozporządzenia.

§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie z dniem ogłoszenia.

Minister Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej:

J. Hausner

Załącznik do rozporządzenia Ministra Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej z dnia 22 stycznia 2004 r. (poz. 122)

METODY BADAŃ JAKOŚCI PALIW CIEKŁYCH

I. Metody badań jakości benzyn silnikowych stosowanych w pojazdach wyposażonych w silniki z zapłonem iskrowym, oznaczonych kodami PCN 2710 11 41 0, 2710 11 45 0, 2710 11 49 0, 2710 11 51 0 oraz 2710 11 59 0, zwanych dalej „benzynami silnikowymi”, w zakresie poszczególnych parametrów tych benzyn

1. Badawczą liczbę oktanową — RON określa się, stosując znormalizowany silnik badawczy i znormalizowane warunki pracy tego silnika, porównując charakterystyki stukowego spalania benzyny silnikowej z charakterystykami mieszanek podstawowych paliw wzorcowych o znanych liczbach oktanowych.

1.1. Stopień sprężania i stosunek benzyny silnikowej do powietrza należy tak wyregulować, aby dały, dla badanej próbki, znormalizowaną intensywność stukania, mierzoną określonym elektronicznym miernikiem detonacji.

1.2. Stosunek benzyny silnikowej do powietrza dla badanej próbki i każdej z mieszanek podstawo-

wych paliw wzorcowych należy tak regulować, aby uzyskać maksymalną intensywność stukania dla badanej próbki i każdej z mieszanek podstawowych paliw wzorcowych.

1.3. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania badawczej liczby oktanowej benzyny silnikowej określa norma PN-EN 25164.

2. Motorową liczbę oktanową — MON określa się, stosując znormalizowany silnik badawczy i znormalizowane warunki pracy tego silnika, porównując charakterystyki stukowego spalania benzyny silnikowej z charakterystykami mieszanek podstawowych paliw wzorcowych o znanych liczbach oktanowych.

2.1. Stopień sprężania i stosunek benzyny silnikowej do powietrza należy tak wyregulować, aby dały, dla badanej próbki, znormalizowaną intensywność stukania, mierzoną określonym elektronicznym miernikiem detonacji.

- 2.2. Stosunek benzyny silnikowej do powietrza dla badanej próbki i każdej z mieszanek podstawowych paliw wzorcowych należy tak wyregulować, aby uzyskać maksymalną intensywność stukania dla badanej próbki i każdej z mieszanek podstawowych paliw wzorcowych.
- 2.3. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia oraz podawanie wyników, a także precyzję metody badania motorowej liczby oktanej benzyny silnikowej określa norma PN-EN 25163.
3. Prężność par (DVPE) oznacza się za pomocą metody prężności par nasyconych powietrzem (ASVP), polegającej 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.
 - 3.1. Otrzymana w wyniku czynności określonych w pkt 3 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.
 - 3.2. Rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek oraz przygotowanie próbki i aparatury, kalibracja, kontrola aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody badawczej prężności par, a także sporządzenie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 13016-1.
4. Skład frakcyjny oznacza się przy ciśnieniu atmosferycznym, stosując metodę polegającą na rozdzieleniu próbki do jednej z pięciu grup (0, 1, 2, 3, 4) w zależności od jej składu i przewidywanych właściwości lotnych (lotności). Każda z tych grup ma określony zestaw aparatury, temperaturę kondensacji i zakres zmiennych.
 - 4.1. Testowaną próbkę benzyny silnikowej, o objętości 100 ml, poddaje się destylacji w ściśle określonych warunkach, stosownie do wymagań dla grupy wymienionej w pkt 4, do której dana próbka została przydzielona, oraz prowadzi się systematyczne obserwacje wskazań termometru i objętości uzyskiwanego kondensatu.
 - 4.2. Po wykonaniu czynności wymienionych w pkt 4.1 mierzy się objętość cieczy pozostałej w kolbie oraz zapisuje straty ilościowe w procesie destylacji.
 - 4.3. 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.
- 4.4. Rodzaj aparatury, próbki oraz sposób ich pobierania, przygotowanie aparatury i jej kontrola, kalibracja, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3405.
5. Zawartość węglowodorów typu:
 - 1) olefinowego,
 - 2) aromatycznego— oznacza się metodą polegającą na rozdziale węglowodorów, zgodnie ze zdolnościami adsorpcyjnymi, na węglowodory aromatyczne, olefinowe i węglowodory nasycone, poprzez przeprowadzenie rozdziału w kolumnie adsorpcyjnej, wypełnionej aktywowanym żelazem krzemionkowym.
 - 5.1. Z grupami węglowodorowymi rozdzielają się selektywne wskaźniki, które tworzą barwne strefy oddzielone granicami widzialnymi w świetle nadfioletowym.
 - 5.2. Zawartość poszczególnych grup węglowodorów wyraża się jako ułamek objętościowy określony w procentach i obliczony na podstawie długości odpowiedniej strefy w kolumnie adsorpcyjnej.
 - 5.3. Wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-C-04100.
6. Zawartość benzenu oznacza się:
 - 1) metodą spektrometrii w podczerwieni, polegającą na rejestrowaniu widma w podczerwieni w zakresie od 730 cm^{-1} do 630 cm^{-1} próbki rozcieńczonej cykloheksanem, a następnie pomiarze absorbancji przy 673 cm^{-1} i porównaniu z absorbancją wzorcowych roztworów benzenu, albo
 - 2) metodą chromatografii gazowej, polegającą na wydzieleniu frakcji zawierającej benzen na pierwszej kolumnie kapilarnej, a następnie oddzieleniu benzenu od innych związków frakcji na drugiej kolumnie kapilarnej i wykryciu go przez detektor płomieniowo-jonizacyjny.
- 6.1. W wyniku czynności wymienionych w pkt 6 ppkt 1 otrzymuje się zawartość benzenu w g/100 ml, którą przelicza się na ułamek objętościowy lub masowy. Uzyskany wynik określa się w procentach.
- 6.2. W przypadku oznaczania zawartości benzenu w sposób określony w pkt 6 ppkt 1, odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, pobieranie próbek, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia wyników i ich podawanie, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 238.
- 6.3. W przypadku oznaczania zawartości benzenu w sposób określony w pkt 6 ppkt 2, odczynniki

i materiały, rodzaj aparatury, pobieranie próbek, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia wyników i ich podawanie, precyzję metody oraz sporządzanie protokołu badania określa norma PN-EN 12177.

6.4. W przypadkach spornych dotyczących wyników badania powinna być stosowana metoda określona w pkt 6 ppkt 2.

7. Zawartość tlenu oznacza się:

- 1) metodą chromatografii gazowej z zastosowaniem przełączania kolumn kapilarnych, polegającą na wyizolowaniu z próbki, na pierwszej kolumnie kapilarnej, związków organicznych zawierających tlen, rozdzieleniu tych związków w drugiej kolumnie kapilarnej i wykrywaniu ich indywidualnie przy użyciu detektora płomieniowo-jonizującego, albo
- 2) metodą chromatografii gazowej, polegającą na rozdzieleniu próbki na kolumnie kapilarnej, konwersji tlenowych związków organicznych do tlenku węgla, wodoru i węgla w termicznym reaktorze kringowym, a następnie konwersji tlenku węgla do metanu, który wykrywa się detektorem płomieniowo-jonizacyjnym.

7.1. W przypadku oznaczania zawartości tlenu w sposób określony w pkt 7 ppkt 1, odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, pobieranie próbek, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia wyników i ich podawanie, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 13132.

7.2. W przypadku oznaczania zawartości tlenu w sposób określony w pkt 7 ppkt 2, odczynniki, materiały, rodzaj aparatury, pobieranie próbek, wykonanie oznaczania, obliczanie wyniku i jego podawanie, precyzję metody i sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 1601.

7.3. W przypadkach spornych dotyczących wyników badania powinna być stosowana metoda określona w pkt 7 ppkt 2.

8. Zawartość związków organicznych zawierających tlen:

- 1) metanol (powinien być dodany stabilizator),
- 2) etanol (może wystąpić potrzeba dodania stabilizatora),
- 3) alkohol izopropylowy,
- 4) alkohol izobutyłowy,
- 5) alkohol *tert*-butylowy,
- 6) etery (z 5 lub więcej atomami węgla w cząsteczce),
- 7) monoalkohole i etery o temperaturze końca destylacji nie wyższej niż temperatura końca destylacji określona w normie PN-EN 228

— oznacza się:

- 1) metodą chromatografii gazowej z zastosowaniem przełączania kolumn kapilarnych, polegającą na wyizolowaniu z próbki, na pierwszej kolumnie kapilarnej, związków organicznych zawierających tlen, rozdzieleniu tych związków w drugiej kolumnie kapilarnej i wykrywaniu ich indywidualnie przy użyciu detektora płomieniowo-jonizującego, albo
- 2) metodą chromatografii gazowej, polegającą na rozdzieleniu próbki na kolumnie kapilarnej, konwersji tlenowych związków organicznych do tlenku węgla, wodoru i węgla w termicznym reaktorze kringowym, a następnie konwersji tlenku węgla do metanu, który wykrywa się detektorem płomieniowo-jonizacyjnym.

8.1. W przypadku oznaczania zawartości związków organicznych zawierających tlen w sposób określony w pkt 8 ppkt 1, odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, pobieranie próbek, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia wyników i ich podawanie, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 13132.

8.2. W przypadku oznaczania zawartości związków organicznych zawierających tlen w sposób określony w pkt 8 ppkt 2, odczynniki, materiały, rodzaj aparatury, pobieranie próbek, wykonanie oznaczania, obliczanie wyniku i jego podawanie, precyzję metody i sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 1601.

8.3. W przypadkach spornych dotyczących wyników badania powinna być stosowana metoda określona w pkt 8 ppkt 2.

9. Zawartość siarki oznacza się:

- 1) w drodze spalania, metodą Wickbolda, polegającą na wprowadzeniu próbki analitycznej gazowej lub ciekłej do płomienia tlenowo-wodowego w celu spalania przy zachowaniu znacznego nadmiaru tlenu. Próbki stałe lub o znacznej lepkości rozpuszcza się w mieszaninie typu eter naftowy/toluen i traktuje je jak badane próbki ciekłe. Dopuszcza się także spalanie próbek w płomieniu tlenu w łożysku do spalań. Powstałe tlenki siarki poddaje się przemianom w kwas siarkowy podczas absorpcji w roztworze nadtlenu wodoru, a jony siarczanowe oznacza się metodą miareczkową, albo
- 2) metodą polegającą na umieszczeniu badanej próbki na drodze wiązki promieni emitowanej z niskoenergetycznego radioaktywnego źródła, w szczególności ^{55}Fe , a następnie dokonaniu pomiaru promieniowania rentgenowskiego emitowanego w wyniku pobudzenia. Sumę emitowanych sygnałów porównuje się z sumą sygnałów otrzymanych dla uprzednio kalibrowanych mieszanin wzorcowych, wyrażając stężenie siarki w % masowych, albo

- 3) metodą rentgenowskiej spektroskopii fluorescencyjnej z dyspersją fali, polegającą na mieszanii próbki analitycznej w danym stosunku masowym z roztworem zawierającym cyrkon, jako wzorzec wewnętrzny, a następnie na umieszczeniu w kuwecie i poddaniu jej ekspozycji pierwotnego promieniowania rentgenowskiej lampy rentgenowskiej.
- 9.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 9 ppkt 1, odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek i ich wielkość, wykonanie oznaczania, oznaczanie zaabsorbowanej siarki, badanie sprawdzające, podawanie wyniku, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 24260.
- 9.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 9 ppkt 2, wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników oraz precyzję metody określa norma PN ISO 8754.
- 9.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 9 ppkt 3 należy:
- 1) na podstawie mierzonych szybkości zliczeń promieniowania fluorescencyjnego S-K_α — o długości fali 0,5373 nm i Zr-L_{α1} — o długości fali 0,6070 nm, oraz szybkości zliczeń promieniowania tła dla długości fali 0,545 nm, obliczyć stosunek wartości netto tych szybkości zliczeń;
 - 2) zawartość siarki wyznaczyć z krzywej kalibracji uzyskanej z wzorcowych roztworów siarki.
- 9.4. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 9 ppkt 3, odczynniki i materiały, aparat do badań, próbki oraz sposób ich pobierania, roztwory kalibracyjne, kalibrację, wykonanie oznaczania, podawanie wyników, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 14596.
- 9.5. W przypadkach spornych dotyczących wyników badania powinna być stosowana metoda określona w pkt 9 ppkt 3.
10. Zawartość ołowiu oznacza się metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej, polegającą na rozcieńczeniu próbki propan-2-olem, zadaniu jodem i zassaniu do płomienia acetylenowo-powietrznego spektrometru do absorpcji atomowej, a następnie zmierzeniu absorbancji przy długości fali 217,0 nm i porównaniu z roztworami wzorcowymi, dla których zawartość ołowiu jest znana.
- 10.1. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, wykonanie oznaczania, obliczanie, podawanie wyników, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 237.
- II. Metody badań jakości samochodowego oleju napędowego stosowanego w pojazdach wyposażonych w silniki z zapłonem samoczynnym, oznaczonego kodem PCN 2710 19 41 1, zwanego dalej „olejem napędowym”, w zakresie poszczególnych parametrów tego oleju
1. Liczbę cetanową oznacza się metodą silnikową, polegającą na porównaniu charakterystyk spalania próbki oleju napędowego poddanej testowi w silniku badawczym, w stosunku do wzorcowych charakterystyk mieszanek paliwowych o znanej liczbie cetanowej, w standardowych warunkach.
 - 1.1. Metoda silnikowa polega na zmianie stopnia sprężania próbki i dwóch wzorcowych mieszanek paliwowych w celu uzyskania opóźnienia zapłonu.
 - 1.2. Odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, próbki i przygotowanie próbek, przygotowanie aparatury, kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 5165.
 2. Gęstość oleju napędowego w temperaturze 15 °C oznacza się:
 - 1) metodą oscylacyjną z U-rurką, polegającą na wprowadzeniu niewielkiej objętości (zwykle mniejszej niż 1 ml) badanej próbki do U-rurki o regulowanej temperaturze, pomiarze częstotliwości drgań i obliczeniu gęstości badanej próbki tego oleju z zastosowaniem stałej pomiarowej wyznaczonej przez pomiar częstotliwości drgań U-rurki wypełnionej materiałem odniesienia o znanej gęstości, albo
 - 2) metodą z areometrem, polegającą na doprowadzeniu badanej próbki oleju napędowego do określonej temperatury i przeniesieniu do cylindra areometru, doprowadzonego również do tej samej, w przybliżeniu, temperatury.
 - 2.1. W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego w temperaturze 15 °C w sposób określony w pkt 2 ppkt 1, rodzaj aparatury, odczynniki, sposób pobierania próbek i ich przygotowanie oraz przygotowanie aparatury, kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyniku, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN ISO 12185.
 - 2.2 W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego w temperaturze 15 °C w sposób określony w pkt 2 ppkt 2 należy:
 - 1) odpowiedni do wymagań areometr, którego temperaturę uregulowano, zanurzyć w badanej próbce oleju napędowego i pozostawić do czasu ustabilizowania się. Po osiągnięciu stanu równowagi temperaturowej odczytać wskazanie ze skali areometru, zanotować temperaturę badanej próbki oleju napędowego i przy użyciu standardowych tablic odczytać wynik pomiaru zredukowany do temperatury 15 °C;

- 2) jeżeli jest to konieczne, cylinder areometru i jego zawartość umieścić w wannie utrzymywanej w stałej temperaturze, aby uniknąć nadmiernej zmiany temperatury w trakcie badania.
- 2.3. W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego w temperaturze 15 °C w sposób określony w pkt 2 ppkt 2, rodzaje aparatury, próbki i ich przygotowanie, kontrolę aparatury i jej przygotowanie, wykonanie oznaczania, obliczenia, podawanie wyników, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3675.
 2. 4. W przypadkach spornych dotyczących wyników badań powinna być stosowana metoda określona w pkt 2 ppkt 2.
 3. Temperaturę, do której destyluje 95 % (V/V) składu frakcyjnego, oznacza się przy ciśnieniu atmosferycznym metodą polegającą na przydzieleniu próbki oleju napędowego do jednej z pięciu grup (0, 1, 2, 3, 4) w zależności od jej składu i przewidywanych właściwości lotnych (lotności). Każda z tych grup ma określony zestaw aparatury, temperaturę kondensacji i zakres zmiennych.
 - 3.1. Testowaną próbkę oleju napędowego o objętości 100 ml poddaje się destylacji w ściśle określonych warunkach, stosownie do wymagań dla grupy określonej w pkt 3, do której dana próbka została przydzielona, oraz prowadzi się systematyczne obserwacje wskazań termometru i objętości uzyskiwanego kondensatu.
 - 3.2. Po wykonaniu czynności wymienionych w pkt 3.1 mierzy się objętość cieczy pozostałej w kolbie oraz zapisuje straty ilościowe w procesie destylacji.
 - 3.3. Odczytane wskazania termometru koryguje się w zależności od ciśnienia atmosferycznego, a następnie w oparciu o te dane dokonuje się obliczeń, stosownie do rodzaju próbki i określonych wymagań.
 - 3.4. Rodzaj aparatury, próbki i ich pobieranie, przygotowanie aparatury oraz jej kontrolę, kalibrację, wykonanie oznaczania, obliczenia, podawanie wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3405.
 4. Zawartość wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych oznacza się metodą chromatografii cieczowej z pomiarem współczynnika refrakcji, polegającą na rozpuszczeniu próbki oleju napędowego o znanej masie z fazą ruchomą (heptan) i wtryskiwaniu określonej objętości tego roztworu do chromatografu cieczowego, o wysokiej sprawności, wyposażonego w kolumnę biegunową.
 - 4.1. Kolumna biegunowa posiada małe powinowactwo z węglowodorami niearomatycznymi. W wyniku wyselekcjonowania węglowodory aromatyczne są odizolowane od węglowodorów niearomatycznych w zależności od struktury ich budowy. Kolumna biegunowa jest połączona z detektorem współczynnika załamania, wykrywającym składniki wymywane z tej kolumny.
 - 4.2. Sygnał elektroniczny z detektora jest stale monitorowany przez procesor danych. Amplitudę sygnałów pochodzących z węglowodorów aromatycznych, znajdujących się w próbce oleju napędowego, porównuje się ze zmierzonymi uprzednio amplitudami sygnałów dla wzorców kalibracji, w celu obliczenia procentowego udziału masowego węglowodorów monoaromatycznych, dwu- i trójaromatycznych w tej próbce.
 - 4.3. Sumę udziałów masowych węglowodorów dwu- i trój-, i więcej aromatycznych przyjmuje się jako udział wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych w próbce oleju napędowego, a sumę udziałów masowych węglowodorów mono-, dwu- i trójaromatycznych przyjmuje się jako udział masowy węglowodorów aromatycznych w tej próbce.
 - 4.4. Odczynniki, materiały, rodzaj aparatury, pobieranie próbek, przygotowanie aparatury, zasady kalibracji, wykonanie oznaczania, sposób obliczania wyników i ich podawanie, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 12916.
 5. Zawartość siarki oznacza się:
 - 1) w drodze spalania, metodą Wickbolda, polegającą na wprowadzeniu próbki analitycznej gazowej lub ciekłej do płomienia tlenowo-wodorowego w celu spalania przy zachowaniu znacznego nadmiaru tlenu. Próbki stałe lub o znacznej lepkości rozpuszcza się w mieszance typu eter naftowy/toluen i traktuje je jak badane próbki ciekłe. Dopuszcza się także spalanie próbek w płomieniu tlenu w łódce do spalań. Powstałe tlenki siarki poddaje się przemianom w kwas siarkowy podczas absorpcji w roztworze nadtlenu wodoru, a jony siarczanowe oznacza się metodą miareczkową, albo
 - 2) metodą polegającą na umieszczeniu badanej próbki na drodze wiązki promieni emitowanej z niskoenergetycznego radioaktywnego źródła, w szczególności ⁵⁵Fe, a następnie dokonaniu pomiaru promieniowania rentgenowskiego emitowanego w wyniku pobudzenia. Sumę emitowanych sygnałów porównuje się z sumą sygnałów otrzymanych dla uprzednio kalibrowanych mieszanin wzorcowych, wyrażając stężenie siarki w % masowych, albo
 - 3) metodą rentgenowskiej spektroskopii fluorescencyjnej z dyspersją fali, polegającą na mieszanii próbki analitycznej w danym stosunku masowym z roztworem zawierającym cyrkon, jako wzorec wewnętrzny, a następnie na umieszczeniu w kuwecie i poddaniu jej ekspozycji pierwotnego promieniowania rentgenowskiego lampy rentgenowskiej.

- 5.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 1, odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek i ich wielkość, wykonanie oznaczania, oznaczanie zaabsorbowanej siarki, badanie sprawdzające, podawanie wyniku, precyzję metody oraz sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 24260.
- 5.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 2, wykonanie oznaczania, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników oraz precyzję metody określa norma PN ISO 8754.
- 5.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 3 należy:
- 1) na podstawie mierzonych szybkości zliczeń promieniowania fluorescencyjnego $S\text{-}K_{\alpha}$ — o długości fali 0,5373 nm i $Zr\text{-}L_{\alpha 1}$ — o długości fali 0,6070 nm, oraz szybkości zliczeń promieniowania tła dla długości fali 0,545 nm, obliczyć stosunek wartości netto tych szybkości zliczeń;
 - 2) zawartość siarki wyznaczyć z krzywej kalibracji uzyskanej z wzorcowych roztworów siarki.
- 5.4. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 3 odczynniki i materiały, aparat do badań, próbki oraz sposób ich pobierania, roztwory kalibracyjne, kalibrację, wykonanie oznaczania, podawanie wyników, precyzję metody oraz sporządzenie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 14596.
- 5.5. W przypadkach spornych dotyczących wyników badania powinna być stosowana metoda określona w pkt 5 ppkt 3.
- III. Procedurę postępowania, w przypadkach spornych dotyczących precyzji metody badania oraz interpretacji wyników badań, określa norma PN-EN 4259.