

ROZPORZĄDZENIE MINISTRA GOSPODARKI I PRACY¹⁾

z dnia 16 sierpnia 2004 r.

w sprawie metod badania jakości paliw ciekłych²⁾

Na podstawie art. 18 ust. 1 ustawy z dnia 23 stycznia 2004 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw ciekłych i biopaliw ciekłych (Dz. U. Nr 34, poz. 293 i Nr 173, poz. 1808) zarządza się, co następuje:

§ 1. Metody badania jakości paliw ciekłych:

- 1) benzyn silnikowych stosowanych w pojazdach wyposażonych w silniki z zapłonem iskrowym, oznaczonych kodami CN 2710 11 41, 2710 11 45, 2710 11 49, 2710 11 51 oraz 2710 11 59,
- 2) oleju napędowego stosowanego w pojazdach, ciągnikach rolniczych, a także maszynach nieporu-

¹⁾ Minister Gospodarki i Pracy kieruje działem administracji rządowej — gospodarka, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 1 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 11 czerwca 2004 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Gospodarki i Pracy (Dz. U. Nr 134, poz. 1428).

²⁾ Przepisy niniejszego rozporządzenia wdrażają postanowienia:

- dyrektywy 98/70/WE z dnia 13 października 1998 r. odnoszącej się do jakości benzyny i olejów napędowych oraz zmieniającej dyrektywę Rady 93/12/EWG (Dz. Urz. WE L 350 z 28.12.1998, z późn. zm.),
- dyrektywy 2000/71/WE z dnia 7 listopada 2000 r. w sprawie dostosowania do postępu technicznego metod pomiarowych ustanowionych w załącznikach I, II, III i IV do dyrektywy 98/70/WE Parlamentu Europejskiego i Rady zgodnie z przepisami art. 10 tej dyrektywy (Dz. Urz. WE L 287 z 14.11.2000).

szających się po drogach, wyposażonych w silniki z zapłonem samoczynnym, oznaczonego odpowiednio kodami CN 2710 19 41 i 2710 19 45

— w zakresie poszczególnych ich parametrów określa załącznik do rozporządzenia.

§ 2. Traci moc rozporządzenie Ministra Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej z dnia 22 stycznia 2004 r.

w sprawie metod badań jakości paliw ciekłych (Dz. U. Nr 14, poz. 122).

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

Minister Gospodarki i Pracy: w z. *J. Piechota*

Załącznik do rozporządzenia Ministra Gospodarki i Pracy z dnia 16 sierpnia 2004 r. (poz. 1970)

METODY BADANIA JAKOŚCI PALIW CIEKŁYCH

- I. Metody badania jakości benzyn silnikowych stosowanych w pojazdach wyposażonych w silniki z zapłonem iskrowym, oznaczonych kodami CN 2710 11 41, 2710 11 45, 2710 11 49, 2710 11 51 oraz 2710 11 59, 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 podstawowych 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 oktanowej 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 termostaticznie 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, przygotowanie próbki i aparatury, kalibrację i kontrolę aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody badawczej prężności par, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 13016-1.
 4. Skład frakcyjny, oznacza się przy ciśnieniu atmosferycznym, stosując metodę polegającą na przydzieleniu próbki do jednej z pięciu grup (0, 1, 2, 3, 4) w zależności od jej składu i przewidywanych właściwości lotnych (lotno-

- ści). 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 pozostającej 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, przygotowanie próbki i aparatury, kontrolę aparatury, 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 rozdzielaniu węglowodorów, zgodnie ze zdolnościami adsorpcyjnymi, na węglowodory aromatyczne, olefinowe i węglowodory nasycone, poprzez przeprowadzenie rozdzielania 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, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzenie 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, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzenie protokołu z badania określa norma PN-EN 12177.
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, rozdzielaniu tych związków w drugiej kolumnie kapilarnej i wykrywaniu ich indywidualnie przy użyciu detektora płomieniowo-jonizacyjnego albo
 - 2) metodą chromatografii gazowej, polegającą na rozdzielaniu próbki na kolumnie kapilarnej, konwersji tlenowych związków organicznych do tlenku węgla, wodoru i węgla w termicznym reaktorze kalkingowym, 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, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzenie sprawozdania z badania określa norma PN-EN 13132.
 - 7.2. W przypadku oznaczania zawartości tlenu w sposób określony w pkt 7 ppkt 2 — odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyniku, precyzję metody, a także sporządza-

- nie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 1601.
8. Zawartość związków organicznych zawierających tlen:
- 1) metanol (powinien być dodany stabilizator),
 - 2) etanol (może wystąpić potrzeba dodania stabilizatora),
 - 3) alkohol izopropylowy,
 - 4) alkohol izobutylovowy,
 - 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 przetaczania kolumn kapilarnych, polegającą na wyizolowaniu z próbki, na pierwszej kolumnie kapilarnej, związków organicznych zawierających tlen, rozdzielaniu tych związków w drugiej kolumnie kapilarnej i wykrywaniu ich indywidualnie przy użyciu detektora płomieniowo-jonizacyjnego albo
 - 2) metodą chromatografii gazowej, polegającą na rozdzielaniu próbki na kolumnie kapilarnej, konwersji tlenowych związków organicznych do tlenku węgla, wodoru i węgla w termicznym reaktorze krakingowym, a następnie konwersji tlenku węgla do metanu, który wykrywa się detektorem płomieniowo-jonizacyjnym.
- 8.1. W przypadku oznaczania zawartości związków organicznych zawierających tlen w sposób określony w pkt 8 ppkt 1 — odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także 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 i materiały, rodzaj aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyniku, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 1601.
9. 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 spalenie próbek w płomieniu tlenu w łożdce 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 rentgenowskiego lampy rentgenowskiej.
- 9.1. Metodę oznaczania zawartości siarki, o której mowa w pkt 9 ppkt 2, można stosować do dnia 31 grudnia 2004 r.
- 9.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 9 ppkt 1 — odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wielkość próbki, wykonanie oznaczania, oznaczanie zaabsorbowanej siarki, badanie sprawdzające, podawanie wyniku, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 24260.
- 9.3. 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, a także precyzję metody określa norma PN ISO 8754.
- 9.4. 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 $\text{Zr-L}_{\alpha,1}$ — 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.
- 9.5. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 9 ppkt 3 — odczynniki i materiały, aparat do badań, roztwory ka-

- libracyjne, kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 14596.
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, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 237.
- II. Metody badania jakości oleju napędowego stosowanego w pojazdach, ciągnikach rolniczych, a także maszynach nieporuszających się po drogach, wyposażonych w silniki z zapłonem samoczynnym, oznaczonego odpowiednio kodami CN 2710 19 41 i 2710 19 45, 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:
- 1) typu WAUKESH albo
- 2) typu BASF
- w stosunku do charakterystyk wzorcowych mieszanek paliwowych o znanych liczbach cetanowych, w standardowych warunkach.
- 1.1. Metodę oznaczania liczby cetanowej z wykorzystaniem silnika badawczego typu BASF można stosować do dnia 31 grudnia 2005 r.
- 1.2. W przypadku oznaczania liczby cetanowej z wykorzystaniem silnika badawczego typu WAUKESH — odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie próbki i aparatury, kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 5165.
- 1.3. W przypadku oznaczania liczby cetanowej z wykorzystaniem silnika badawczego typu BASF — przyrządy, paliwa wzorcowe, przygotowanie przyrządów, wykonanie oznaczania, obliczanie wyniku oznaczania, precyzję metody, wynik końcowy oznaczania określa norma PN-93/C-04030.
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, przygotowanie próbki i 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 nadmiernych zmian temperatury w trakcie badania.
- 2.3. W przypadku oznaczania gęstości oleju napędowego w temperaturze 15 °C w sposób określony w pkt 2 ppkt 2 — rodzaj aparatury, przygotowanie próbki, kontrolę i przygotowanie aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 3675.
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 zmienny.
- 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, przygotowanie próbki i aparatury, kontrolę aparatury, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania 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 i materiały, rodzaj aparatury, przygotowanie aparatury, kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania 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 tleno-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 nadtlenku 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 wzorec wewnętrzny, a następnie na umieszczeniu w kuwecie i poddaniu jej ekspozycji pierwotnego promieniowania rentgenowskiego lampy rentgenowskiej.
- 5.1. Metodę oznaczania zawartości siarki, o której mowa w pkt 5 ppkt 2, można stosować do dnia 31 grudnia 2004 r.
- 5.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 1 — odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wielkość próbki, wykonanie oznaczania, oznaczanie zaabsorbowanej siarki, badanie sprawdzające, podawanie wyniku, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badań określa norma PN-EN 24260.
- 5.3. 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, a także precyzję metody określa norma PN ISO 8754.

- 5.4. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 3 należy:
- 1) na podstawie mierzonych szybkości zliczeń promieniowania fluorescencyjnego S- K_{α} — o długości fali 0,5373 nm i Zr-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.
- 5.5. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 5 ppkt 3 — odczyniki i materiały, aparat do badań, roztwory kalibracyjne, kalibrację, wykonanie oznaczania, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody, a także sporządzanie sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 14596.
- III. Procedurę postępowania w sprawach dotyczących precyzji metody badania oraz interpretacji wyników badań określa norma PN-EN ISO 4259.