

261**ROZPORZĄDZENIE MINISTRA GOSPODARKI¹⁾**

z dnia 21 lutego 2007 r.

w sprawie sposobu pobierania próbek lekkiego oleju opałowego, ciężkiego oleju opałowego oraz oleju do silników statków żeglugi śródlądowej²⁾

Na podstawie art. 19 pkt 5 ustawy z dnia 25 sierpnia 2006 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw (Dz. U. Nr 169, poz. 1200) zarządza się, co następuje:

§ 1. 1. Próbki lekkiego oleju opałowego, ciężkiego oleju opałowego oraz oleju do silników statków żeglugi

śląskiej, zwane dalej „próbkami”, pobiera się w sposób ręczny ze zbiornika lub opakowania jednostkowego, gdy ich zawartość znajduje się w spoczynku.

2. Próbki ze zbiornika należy pobierać w kolejności od lustra cieczy do jego dna, aby uniknąć zaburzeń w niższych poziomach cieczy.

3. Próbki z opakowania jednostkowego należy pobierać z wybranego poziomu cieczy lub jako próbkę reprezentatywną przekrojową.

4. Maksymalna objętość jednej pobieranej próbki wynosi 1 l.

5. Sposób postępowania przy pobieraniu próbek, rodzaje przyrządów do pobierania próbek, postępowanie z próbkami oraz wymagania dotyczące bezpieczeństwa w tym zakresie określa norma PN-EN ISO 3170.

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

Minister Gospodarki: *P. G. Woźniak*

¹⁾ Minister Gospodarki kieruje działem administracji rządowej — gospodarka, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 1 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 18 lipca 2006 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Gospodarki (Dz. U. Nr 131, poz. 909).

²⁾ Przepisy niniejszego rozporządzenia wdrażają postanowienia dyrektywy Rady 1999/32/WE z dnia 26 kwietnia 1999 r. odnoszącej się do redukcji zawartości siarki w niektórych paliwach ciekłych oraz zmieniającej dyrektywę 93/12/EWG (Dz. Urz. WE L 121 z 11.05.1999, str. 13; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 24, str. 17) oraz dyrektywy 2005/33/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 6 lipca 2005 r. zmieniającej dyrektywę 1999/32/WE w zakresie zawartości siarki w paliwach żeglugowych (Dz. Urz. UE L 191 z 22.07.2005, str. 59).

262**ROZPORZĄDZENIE MINISTRA GOSPODARKI¹⁾**

z dnia 21 lutego 2007 r.

w sprawie metod badania jakości lekkiego oleju opałowego, ciężkiego oleju opałowego oraz oleju do silników statków żeglugi śródlądowej²⁾

Na podstawie art. 26 pkt 5 ustawy z dnia 25 sierpnia 2006 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw (Dz. U. Nr 169, poz. 1200) zarządza się, co następuje:

§ 1. Metody badania jakości:

1) lekkiego oleju opałowego, oznaczonego kodami CN 2710 19 45 oraz 2710 19 49,

2) ciężkiego oleju opałowego, oznaczonego kodami CN 2710 19 51, 2710 19 55, 2710 19 61, 2710 19 63, 2710 19 65 oraz 2710 19 69,

3) oleju do silników statków żeglugi śródlądowej — dotyczące zawartości siarki określa załącznik do rozporządzenia.

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

Minister Gospodarki: *P. G. Woźniak*

¹⁾ Minister Gospodarki kieruje działem administracji rządowej — gospodarka, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 1 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 18 lipca 2006 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Gospodarki (Dz. U. Nr 131, poz. 909).

²⁾ Przepisy niniejszego rozporządzenia wdrażają postanowienia dyrektywy Rady 1999/32/WE z dnia 26 kwietnia 1999 r. odnoszącej się do redukcji zawartości siarki w niektórych paliwach ciekłych oraz zmieniającej dyrektywę 93/12/EWG (Dz. Urz. WE L 121 z 11.05.1999, str. 13; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 24, str. 17) oraz dyrektywy 2005/33/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 6 lipca 2005 r. zmieniającej dyrektywę 1999/32/WE w zakresie zawartości siarki w paliwach żeglugowych (Dz. Urz. UE L 191 z 22.07.2005, str. 59).

Załącznik do rozporządzenia Ministra Gospodarki
z dnia 21 lutego 2007 r. (poz. 262)

**METODY BADANIA JAKOŚCI LEKKIEGO OLEJU OPAŁOWEGO,
CIĘŻKIEGO OLEJU OPAŁOWEGO ORAZ OLEJU DO SILNIKÓW STATKÓW ŻEGLUGI ŚRÓDLĄDOWEJ
DOTYCZĄCE ZAWARTOŚCI SIARKI**

1. Metodami badania zawartości siarki w lekkim oleju opałowym są:

- 1) metoda Wickbolda, polegająca na wprowadzeniu próbki analitycznej gazowej lub ciekłej do płomienia tlenowo-wodorowego w celu jej spalania przy zachowaniu znacznego nadmiaru tlenu, albo
- 2) metoda spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją energii, polegająca na umieszczeniu badanej próbki na drodze wiązki promieniowania rentgenowskiego o określonej energii, emitowanego z niskoenergetycznego źródła radioaktywnego, np. ^{55}Fe , lub generowanego w lampie rentgenowskiej; powstałe w wyniku wzbudzenia promieniowanie charakterystyczne dla siarki ($K\alpha$) mierzone jest w postaci liczby zliczeń na sekundę (cps); suma sygnałów analitycznych pochodzących od siarki jest porównywana z liczbą zliczeń uzyskaną dla mieszanin kalibracyjnych, albo
- 3) metoda rentgenowskiej spektroskopii fluoroscencyjnej z dyspersją fali, polegająca na mieszaniu próbki analitycznej w danym stosunku masowym z roztworem zawierającym cyrkon, jako wzorzec wewnętrzny, a następnie na umieszczeniu jej w kuwecie i poddaniu ekspozycji pierwotnego promieniowania rentgenowskiego lampy rentgenowskiej.

1.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 1 ppkt 1 stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury, wielkość próbki, sposób wykonania oznaczenia zaabsorbowanej siarki i jej oznaczanie, badanie sprawdzające, sposób podawania wyniku, precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badań określa norma PN-EN 24260.

1.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 1 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane roztwory kalibracyjne, kalibrację, precyzję metody, a także sposób obliczenia i podawania wyników określa norma PN-EN ISO 8754.

1.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 1 ppkt 3 należy:

- 1) na podstawie mierzonych szybkości zliczeń promieniowania fluoroscencyjnego $S\text{-}K_{\alpha}$ — 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.

1.4. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 1 ppkt 3 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury do badań, stosowane roztwory kalibracyjne, kalibrację, precyzję metody, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sposób sporządzania sprawozdania z badań określa norma PN-EN ISO 14596.

2. Metodami badania zawartości siarki w ciężkim oleju opałowym oraz w oleju do silników statków żeglugi śródlądowej są:

- 1) metoda spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją energii, polegająca na umieszczeniu badanej próbki na drodze wiązki promieniowania rentgenowskiego o określonej energii, emitowanego z niskoenergetycznego źródła radioaktywnego, np. ^{55}Fe , lub generowanego w lampie rentgenowskiej; powstałe w wyniku wzbudzenia promieniowanie charakterystyczne dla siarki ($K\alpha$) mierzone jest w postaci liczby zliczeń na sekundę (cps); suma sygnałów analitycznych pochodzących od siarki jest porównywana z liczbą zliczeń uzyskaną dla mieszanin kalibracyjnych, albo
- 2) metoda rentgenowskiej spektroskopii fluoroscencyjnej z dyspersją fali, polegająca na mieszaniu próbki analitycznej w danym stosunku masowym z roztworem zawierającym cyrkon, jako wzorzec wewnętrzny, a następnie na umieszczeniu jej w kuwecie i poddaniu ekspozycji pierwotnego promieniowania rentgenowskiego lampy rentgenowskiej.

2.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 2 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, stosowane roztwory kalibracyjne, kalibrację, precyzję metody, a także sposób obliczenia i podawania wyników określa norma PN-EN ISO 8754.

2.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 2 ppkt 2 należy:

- 1) na podstawie mierzonych szybkości zliczeń promieniowania fluoroscencyjnego $S\text{-}K_{\alpha}$ — 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.

2.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 2 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki i materiały, rodzaj aparatury do badań, stosowane roztwory kalibracyjne, kalibrację, precyzję metody, sposób obliczenia i podawania wyników, a także sposób sporządzania sprawozdania z badań określa norma PN-EN ISO 14596.

3. Procedurę postępowania w sprawach dotyczących precyzji metody badania oraz interpretacji wyników badań określa norma PN-EN ISO 4259.