

Warszawa, dnia 26 października 2016 r.

Poz. 1763

**ROZPORZĄDZENIE
MINISTRA ENERGII¹⁾**

z dnia 14 października 2016 r.

w sprawie metod badania jakości sprężonego gazu ziemnego (CNG)²⁾

Na podstawie art. 26 pkt 4 ustawy z dnia 25 sierpnia 2006 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw (Dz. U. z 2014 r. poz. 1728, z 2015 r. poz. 1361 oraz z 2016 r. poz. 266, 542 i 1165) zarządza się, co następuje:

§ 1. Metody badania jakości sprężonego gazu ziemnego (CNG) określa załącznik do rozporządzenia.

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

Minister Energii: *K. Tchórzewski*

¹⁾ Minister Energii kieruje działem administracji rządowej – energia, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 1 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 9 grudnia 2015 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Energii (Dz. U. poz. 2087).

²⁾ Niniejsze rozporządzenie zostało notyfikowane Komisji Europejskiej w dniu 3 lutego 2009 r. pod numerem 2009/72/PL oraz w dniu 1 marca 2016 r. pod numerem 2016/105/PL, zgodnie z § 4 rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. poz. 2039 oraz z 2004 r. poz. 597), które wdraża dyrektywę (UE) 2015/1535 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 9 września 2015 r. ustanawiającą procedurę udzielania informacji w dziedzinie przepisów technicznych oraz zasad dotyczących usług społeczeństwa informacyjnego (ujednolicenie) (Dz. Urz. UE L 241 z 17.09.2015, str. 1).

³⁾ Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Gospodarki z dnia 19 maja 2009 r. w sprawie metod badania jakości sprężonego gazu ziemnego (CNG) (Dz. U. poz. 706), które traci moc z dniem wejścia w życie niniejszego rozporządzenia zgodnie z art. 32 ustawy z dnia 11 lutego 2016 r. o zmianie ustawy o działach administracji rządowej oraz niektórych innych ustaw (Dz. U. poz. 266 i 1592).

Załącznik do rozporządzenia Ministra Energii
z dnia 14 października 2016 r. (poz. 1763)

METODY BADANIA JAKOŚCI SPREŻONEGO GAZU ZIEMNEGO (CNG)

1. Zawartość siarkowodoru oznacza się:

- 1) metodą potencjometryczną polegającą na absorbowaniu siarkowodoru w roztworze wodnym wodorotlenku potasu, a następnie miareczkowaniu roztworem azotanu (V) srebra do uzyskania punktu końcowego określonego za pomocą elektrody srebro/siarczek srebra albo
- 2) metodą chromatografii gazowej polegającą na rozdziale mieszaniny na poszczególne składniki w fazie gazowej oraz pomiarze zawartości siarkowodoru przez porównanie z gazowymi mieszaninami wzorcowymi lub gazami referencyjnymi.

1.1. W przypadku oznaczania zawartości siarkowodoru w sposób określony w pkt 1 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, sposób obliczania oraz precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6326-3.

1.2. W przypadku oznaczania zawartości siarkowodoru w sposób określony w pkt 1 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 19739.

2. Zawartość siarki merkaptanowej oznacza się:

- 1) metodą potencjometryczną polegającą na absorbowaniu siarki merkaptanowej w roztworze wodnym wodorotlenku potasu, a następnie miareczkowaniu roztworem azotanu (V) srebra do uzyskania punktu końcowego określonego za pomocą elektrody srebro/siarczek srebra albo
- 2) metodą chromatografii gazowej polegającą na rozdziale mieszaniny na poszczególne składniki w fazie gazowej oraz pomiarze zawartości siarki merkaptanowej przez porównanie z gazowymi mieszaninami wzorcowymi lub gazami referencyjnymi.

2.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki merkaptanowej w sposób określony w pkt 2 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, sposób obliczania oraz precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6326-3.

2.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki merkaptanowej w sposób określony w pkt 2 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 19739.

3. Zawartość siarki całkowitej oznacza się:

- 1) metodą spalania Lingenera polegającą na spalaniu zmierzonej objętości gazu w powietrzu pod ciśnieniem atmosferycznym w aparaturze szklanej i przechodzenia w kwas siarkowy ditlenku siarki powstałego w rezultacie spalania w wyniku absorpcji i utleniania w roztworze wodnym nadtlenu wodoru albo
- 2) metodą chromatografii gazowej polegającą na rozdziale mieszaniny na poszczególne składniki w fazie gazowej oraz pomiarze zawartości związków siarki przez porównanie z gazowymi mieszaninami wzorcowymi oraz obliczeniu zawartości siarki całkowitej na podstawie zmierzonej zawartości poszczególnych związków siarki.

3.1. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 3 ppkt 1, w zależności od zawartości siarki w badanym gazie, zawartość jonów siarczanowych (VI) w roztworze absorpcyjnym jest oznaczana metodą miareczkowania klasycznego lub turbidymetrycznego.

3.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 3 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6326-5.

3.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki w sposób określony w pkt 3 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 19739.

4. Zawartość par rtęci oznacza się:

- 1) przez pobieranie próbek rtęci metodą chemisorpcji na jodzie polegającą na przepuszczaniu gazu przez rurkę szklaną zawierającą żel krzemionkowy z naniesionym jodem albo

2) przez pobieranie próbek rtęci przez amalgamację włókna ze stopu złoto-platyna polegającą na przepuszczeniu gazu przez dwie szeregowo połączone rurki do pobierania próbek wykonane ze szkła kwarcowego zawierające cienkie włókno ze stopu złoto-platyna.

4.1. W przypadku oznaczania zawartości par rtęci w sposób określony w pkt 4 ppkt 1 rtęć znajdująca się w postaci rozpuszczonego w wodzie kompleksu oznaczana jest w wyniku redukcji odmierzonej porcji roztworu wodorotlenkiem cyny (II), co prowadzi do utworzenia rtęci pierwiastkowej, usuwanej następnie z roztworu przez przedmuch gazem obojętnym, a jej pary są przenoszone do spektrometru absorpcji atomowej (AAS) z przystawką do pomiaru metodą zimnych par lub do spektrometru fluorescencji atomowej (AFS).

4.2. W przypadku oznaczania zawartości par rtęci w sposób określony w pkt 4 ppkt 2 zawarta w gazie rtęć ulega podwójnej amalgamacji na cienkich włóknach wykonanych ze stopu złoto-platyna, a następnie termicznie zdesorbowana rtęć przenoszona jest do spektrometru absorpcji atomowej (AAS) lub do spektrometru fluorescencji atomowej (AFS), gdzie następuje pomiar jej zawartości przy długości fali 253,7 nm.

4.3. W przypadku oznaczania zawartości par rtęci w sposób określony w pkt 4 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia oraz sposób przeprowadzania wzorcowania, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, w tym środki bezpieczeństwa, sposób obliczenia, precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6978-1.

4.4. W przypadku oznaczania zawartości par rtęci w sposób określony w pkt 4 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia oraz sposób przeprowadzania wzorcowania, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, w tym środki bezpieczeństwa, sposób obliczenia, precyzję metody, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6978-2.

5. Intensywność zapachu mierzy się:

- 1) metodą bezpośrednią polegającą na określeniu intensywności zapachu I mieszaniny gazu z powietrzem, gdy stężenie gazu w mieszaninie jest równe stężeniu alarmowemu X_{ga} , % (V/V), albo
- 2) metodą profilu wrażliwości powonienia polegającą na wykonaniu pomiarów najniższego stężenia gazu ziemnego w mieszaninie z powietrzem (X_g)_{min}, % (V/V), przy którym mieszanina gazu z powietrzem ma zapach ostrzegawczy I=2, i określeniu intensywności zapachu tej mieszaniny w oparciu o wcześniej sporządzony indywidualny profil wrażliwości powonienia osoby wykonującej pomiary.

5.1. Zasady i sposób wykonania pomiarów metodami określonymi w pkt 5 ppkt 1 i 2, dobór i kwalifikacje personelu przeprowadzającego pomiary, stosowaną aparaturę i materiały, sposób ustalenia wyniku końcowego pomiarów, a także zasady końcowej oceny wyniku pomiarów stopnia intensywności zapachu określa norma ZN-G-5004.

6. Ciepło spalania i liczbę Wobbego oblicza się na podstawie składu gazu przy użyciu równań, w których dla poszczególnych składników cząsteczkowych mieszaniny gazów podane termofizyczne wartości parametrów gazu idealnego są przyjmowane zgodnie z odpowiednim ułamkiem molowym i które następnie są dodawane w celu uzyskania średniego udziału molowego charakteryzującego gaz idealny. Wartości te są następnie przeliczane przy użyciu współczynnika korygującego na wartości odpowiadające gazowi rzeczywistemu.

6.1. Dokładność, precyzję metody oraz sposób podawania wyników określa norma PN-EN ISO 6976.

7. Zawartość wody oznacza się:

- 1) metodą pod wysokim ciśnieniem polegającą na przepuszczaniu zmierzonej objętości gazu przez rurkę absorpcyjną wypełnioną tlenkiem fosforu (V) absorbującym wodę zawartą w gazie i tworzeniu się kwasu fosforowego (V), a przyrost masy rurki odpowiada masie wody, albo
- 2) metodą miareczkową Karla Fischera polegającą na przepuszczaniu próbki o znanej objętości przez naczynko pomiarowe zawierające niewielką ilość roztworu absorbującego, który pochłania wodę zawartą w gazie, a która jest następnie oznaczana metodą miareczkowania odczynnikiem Karla Fischera, albo
- 3) metodą kulometryczną Karla Fischera polegającą na przepuszczaniu próbki gazu o znanej objętości przez naczynko pomiarowe, w którym woda jest absorbowana przez roztwór anodowy; jod niezbędny do oznaczania wody w reakcji Karla Fischera jest wytwarzany kulometrycznie z jodku, a wielkość ładunku elektrycznego jest wprost proporcjonalna do masy wytworzonego jodu, a tym samym do masy oznaczanej wody.

7.1. W przypadku oznaczania zawartości wody w sposób określony w pkt 7 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane materiały i odczynniki, rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, sposób obliczania, niepewność, zakres oznaczania, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 11541.

7.2. W przypadku oznaczania zawartości wody w sposób określony w pkt 7 ppkt 2:

- 1) zasadę metody określa norma PN-ISO 10101-1;
- 2) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki oraz rodzaj aparatury, oznaczanie miana Karla Fischera, sposób pobierania próbek, sposób podawania wyników, w tym sposób wykonania obliczeń i precyzję wyników, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-ISO 10101-2.

7.3. W przypadku oznaczania zawartości wody w sposób określony w pkt 7 ppkt 3:

- 1) zasadę metody określa norma PN-ISO 10101-1;
- 2) sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki oraz rodzaj aparatury, sposób pobierania próbek, sposób podawania wyników, precyzję wyników, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-ISO 10101-3.

8. Zawartość wyższych węglowodorów – propanu i butanu – oznacza się:

- 1) metodą chromatografii gazowej z zastosowaniem dwóch kolumn chromatograficznych, w której do rozdzielania i wykrywania wyższych węglowodorów stosuje się kolumnę z Porapakiem R połączoną z detektorem cieplno-przewodnościowym (TCD) oraz z następującym po nim detektorem płomieniowo-jonizacyjnym (FID), albo
- 2) metodą chromatografii gazowej z zastosowaniem dwóch kolumn chromatograficznych wypełnionych DC-200 na chromosorbie PAW z układem wymywania wstecznego polegającą na rozdzielaniu wyższych węglowodorów przy użyciu opisanego układu kolumn, a następnie na ich oznaczeniu za pomocą detektora cieplno-przewodnościowego (TCD), albo
- 3) metodą chromatografii gazowej z zastosowaniem układu pomiarowego z trzema kolumnami oraz układem przełączania kolumn pozwalającym na realizację techniki wymywania wstecznego oraz izolacji kolumn, wyposażonego w detektor cieplno-przewodnościowy (TCD), albo
- 4) metodą chromatografii gazowej z zastosowaniem trzech kolumn kapilarnych polegającą na rozdzielaniu wyższych węglowodorów przy zastosowaniu kolumny WCOT i oznaczeniu wyższych węglowodorów za pomocą detektora płomieniowo-jonizacyjnego (FID).

8.1. W przypadku oznaczania zawartości wyższych węglowodorów – propanu i butanu – w sposób określony w pkt 8 ppkt 1–4 do określania dopuszczalnego maksymalnego ułamka molowego propanu i butanu, wyrażonego w procentach, zaleca się stosowanie załącznika A normy PN-EN ISO 15403-1.

8.2. W przypadku oznaczania zawartości wyższych węglowodorów – propanu i butanu – w sposób określony w pkt 8 ppkt 1:

- 1) sposób wykonania oznaczenia, procedurę oznaczania, w tym warunki pracy i wymagania dotyczące działania układu chromatograficznego, stosowane materiały, rodzaj aparatury, a także precyzję i dokładność określa norma PN-EN ISO 6974-3;
- 2) sposób obliczenia oraz sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6974-1.

8.3. W przypadku oznaczania zawartości wyższych węglowodorów – propanu i butanu – w sposób określony w pkt 8 ppkt 2:

- 1) sposób wykonania oznaczenia, procedurę oznaczania, w tym warunki pracy i wymagania dotyczące działania układu chromatograficznego, stosowane materiały, rodzaj aparatury, a także precyzję i dokładność określa norma PN-EN ISO 6974-4;
- 2) sposób obliczenia oraz sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6974-1.

8.4. W przypadku oznaczania zawartości wyższych węglowodorów – propanu i butanu – w sposób określony w pkt 8 ppkt 3:

- 1) sposób wykonania oznaczenia, procedurę oznaczania, w tym warunki pracy i wymagania dotyczące działania układu chromatograficznego, stosowane materiały, rodzaj aparatury, a także precyzję i dokładność określa norma PN-EN ISO 6974-5;
- 2) sposób obliczenia oraz sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6974-1.

8.5. W przypadku oznaczania zawartości wyższych węglowodorów – propanu i butanu – w sposób określony w pkt 8 ppkt 4:

- 1) sposób wykonania oznaczenia, procedurę oznaczania, w tym warunki pracy i wymagania dotyczące działania układu chromatograficznego, stosowane materiały, rodzaj aparatury, a także precyzję i dokładność określa norma PN-EN ISO 6974-6;
- 2) sposób obliczenia oraz sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6974-1.

9. Zawartość pyłu o średnicy cząstek większej niż 5 µm należy określić metodą wagową, stosując filtry umożliwiające wychwycenie pyłu o określonej średnicy. Prowadząc oznaczanie, należy pobierać próbkę gazu w sposób izokinetyczny.

10. Zawartość tlenu oznacza się:

- 1) metodą chromatografii gazowej z zastosowaniem dwóch kolumn chromatograficznych albo
- 2) metodą chromatografii gazowej z zastosowaniem trzech kolumn kapilarnych.

10.1. W przypadku oznaczania zawartości tlenu w sposób określony w pkt 10 ppkt 1 do rozdzielania i wykrywania tlenu stosuje się kolumnę z sitami molekularnymi 13X, połączoną z detektorem ciepłno-przewodnościowym (TDC).

10.2. W przypadku oznaczania zawartości tlenu w sposób określony w pkt 10 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, procedurę oznaczania, w tym warunki pracy i wymagania dotyczące działania układu chromatograficznego, stosowane materiały, rodzaj aparatury, sposób obliczenia, precyzję i dokładność, a także sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6974-3.

10.3. W przypadku oznaczania zawartości tlenu w sposób określony w pkt 10 ppkt 2 do rozdzielania tlenu stosuje się kolumnę PLOT wypełnioną sitami molekularnymi.

10.4. W przypadku oznaczania zawartości tlenu w sposób określony w pkt 10 ppkt 2:

- 1) sposób wykonania oznaczenia, procedura oznaczania, w tym warunki pracy i wymagania dotyczące działania układu chromatograficznego, stosowane materiały, rodzaj aparatury, sposób obliczenia oraz precyzję określa norma PN-EN ISO 6974-6;
- 2) sposób sporządzania sprawozdania z badania określa norma PN-EN ISO 6974-1.