

Projekt z dnia 27.01.2017 r. wersja 1.2.

**ROZPORZĄDZENIE**  
**MINISTRA ENERGII**<sup>1)</sup>

z dnia .....2017 r.

**w sprawie metod badania jakości paliw stałych**<sup>2)</sup>

Na podstawie art. 26b ustawy z dnia 25 sierpnia 2006 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw (Dz. U. z 2016 r. poz. 1928 i 1948) zarządza się, co następuje:

§ 1. Metody badania jakości paliw stałych określa załącznik do rozporządzenia.

§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 30 dni od dnia ogłoszenia.

**MINISTER ENERGII**

**ZA ZGODNOŚĆ POD WZGLĘDEM  
PRAWNYM I REDAKCYJNYM**

**DYREKTOR  
BIURA PRAWNEGO**

  
**Krzysztof Kłopotowski  
RADCA PRAWNY**

31/01/2017

- 
- <sup>1)</sup> 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).
- <sup>2)</sup> Niniejsze rozporządzenie zostało notyfikowane Komisji Europejskiej w dniu ... pod numerem ..., 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. Nr 239, poz. 2039 oraz z 2004 r. Nr 65, poz. 597).

## METODY BADANIA JAKOŚCI PALIW STAŁYCH

### 1. Objaśnienia:

- 1) próbka laboratoryjna – próbka, którą uzyskuje się w wyniku rozdrabniania, mieszania i pomniejszania próbki do badań lub próbki kontrolnej;
- 2) próbka analityczna – część badanego materiału pobranego z próbki laboratoryjnej, wykorzystywana w całości do jednego oznaczenia lub badania.

### 2. Przygotowanie próbki laboratoryjnej.

- 2.1. Próbka laboratoryjna przygotowywana jest z próbki do badań lub próbki kontrolnej, poprzez jej rozkruszenie, mieszanie i pomniejszenie.
- 2.2. Po rozkruszeniu próbki do badań lub próbki kontrolnej pomniejsza się ją do masy nie mniejszej niż podanej w tabelicy 3 pkt 7.1 normy PN-G-04502:2014-11.
- 2.3. W przypadku próbek o wielkości ziarna różnej od przedstawionych w tabelicy 3 w pkt 7.1 normy PN-G-04502:2014-11 minimalną masę próbki do badań lub próbki kontrolnej po pomniejszeniu ustala się według wzoru:

$$y = 0,05 + 0,5x + 0,05x^2$$

gdzie poszczególne symbole oznaczają:

$y$  - masę próbki do badań lub próbki kontrolnej po pomniejszeniu [w kg],

$x$  - wielkość największego ziarna po rozkruszeniu [w mm].

- 2.4. Urządzenia do przygotowania próbki laboratoryjnej określa pkt 8.3.3 normy PN-ISO 18283:2008.
- 2.5. Rozdrabnianie, mieszanie i pomniejszanie próbki do badań lub próbki kontrolnej odbywa się w sposób określony w pkt 7 normy PN-G-04502:2014-11.
- 2.6. Z otrzymanej próbki laboratoryjnej przygotowuje się próbkę analityczną, która poddawana jest badaniom zgodnie z metodami określonymi w niniejszym rozporządzeniu, z zastrzeżeniem pkt 9.

### 3. Zawartość popiołu.

- 3.1. Zawartość popiołu określa się metodą polegającą na ogrzewaniu w atmosferze powietrza próbki analitycznej z określoną szybkością, do temperatury  $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$  i utrzymaniu jej w tej temperaturze do osiągnięcia stałej masy. Masa pozostałości po spopieleniu jest podstawą do obliczenia zawartości popiołu.

- 3.2. Sposób wykonania oznaczenia, przygotowanie próbki analitycznej, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody określa norma PN-G-04560:1998, PN-G-04512:1980 albo PN-ISO 1171:2002.
4. Zawartość części lotnych.
  - 4.1. Zawartość części lotnych określa się metodą polegającą na ogrzewaniu próbki analitycznej w zamkniętym tyglu, bez dostępu powietrza, w temperaturze  $(850 \pm 15)^\circ\text{C}$ . Zawartość części lotnych należy obliczyć z różnicy między całkowitym ubytkiem masy próbki analitycznej paliwa stałego a ubytkiem masy spowodowanym utratą wilgoci.
  - 4.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj stosowanej aparatury, sposób przygotowania próbki analitycznej, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-G-04516:1998 albo PN-G-04560:1998.
5. Zawartość siarki całkowitej.
  - 5.1. Zawartość siarki całkowitej oznacza się metodą:
    - 1) detekcji polegającą na ilościowym spalaniu próbki w strumieniu tlenu w temperaturze  $1250 - 1350^\circ\text{C}$  w rurze spalań analizatora, powstające tlenki siarki analizowane są metodą adsorpcji promieniowania podczerwonego, albo
    - 2) chemiczną z zastosowaniem mieszaniny Eschki, polegającą na całkowitym spalaniu odważki węgla z dodatkiem mieszaniny Eschki w atmosferze utleniającej oraz na strąceniu jonów siarczanowych w postaci siarczanu barowego, po oznaczeniu masy siarczanu barowego oblicza się na tej podstawie zawartość siarki całkowitej w węglu.
  - 5.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki całkowitej w sposób określony w pkt 5.1 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj stosowanej aparatury, sposób przygotowania próbki analitycznej, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-G-04584:2001.
  - 5.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki całkowitej w sposób określony w pkt 5.1 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, sposób przygotowania próbki analitycznej, stosowane odczynniki, rodzaj stosowanej aparatury, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-ISO 334:1997.
6. Wartość opałowa.

- 6.1. Wartość opałową określa się metodą kalorymetryczną polegającą na oznaczaniu ciepła spalania próbki analitycznej w stałej objętości w bombie kalorymetrycznej skalibrowanej w oparciu o testy spalania wzorcowego kwasu benzoesowego.
- 6.2. Wartość opałową wylicza się w oparciu o oznaczone ciepło spalania pomniejszone o ciepło parowania wody, wydzielonej podczas spalania paliwa i powstałej z wodoru zawartego w paliwie.
- 6.3. Sposób wykonania oznaczenia, sposób przygotowania próbki analitycznej, stosowane odczynniki, rodzaj stosowanej aparatury, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-ISO 1928:2002 albo PN-G-04513:1981.
7. Zdolność spiekania.
  - 7.1. Zdolność spiekania oznacza się metodą:
    - 1) Rogi polegającą na szybkim odgazowaniu pod stałym ciśnieniem mieszanki węgla z antracytem wzorcowym, jako dodatkiem schudzającym i na oznaczeniu wytrzymałości mechanicznej otrzymanej nielotnej pozostałości (koksiku) przez poddanie jej bębnowaniu w ściśle znormalizowanych warunkach laboratoryjnych, albo
    - 2) polegającą na ogrzewaniu badanej próbki analitycznej bez użycia materiału rozcieńczającego w znormalizowanych warunkach, a następnie dokonaniu pomiaru wielkości i kształtu otrzymanego koksiku.
  - 7.2. W przypadku oznaczania zdolności spiekania w sposób określony w pkt 7.1 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-G-04518:1981.
  - 7.3. W przypadku oznaczania zdolności spiekania w sposób określony w pkt 7.1 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-ISO 15585:2009.
8. Wskaźnik wolnego wydymania.
  - 8.1. Wskaźnik wolnego wydymania wyznacza się metodą wskaźnika wolnego wydymania (*ang. SI - Swelling Index*) polegającą na szybkim ogrzewaniu próbki analitycznej w zamkniętym tyglu przez określony czas i w określonej temperaturze,

w znormalizowanych warunkach, a następnie dokonania pomiaru wielkości i kształtu otrzymanego koksiku.

- 8.2. Sposób wykonania oznaczenia, przygotowanie próbki analitycznej, rodzaj stosowanej aparatury, sposób obliczenia i przedstawienia wyników, a także precyzję metody określa norma PN-ISO-501:2007.
9. Wymiar ziarna oraz zawartość nadziarna i podziarna oznacza się metodą sitową.
- 9.1. Oznaczenie metodą sitową wykonuje się w pierwszej kolejności, zanim próbka do badań lub próbka kontrolna zostanie pokruszona oraz pomniejszona w celu oznaczenia pozostałych parametrów partii paliwa stałego. W pierwszej kolejności oznacza się metodą sitową zawartość podziarna, a następnie zawartość nadziarna.
- 9.2. Oznaczenie wymiaru ziarna oraz zawartości nadziarna i podziarna wykonuje się z użyciem:
- 1) sit kontrolnych, zgodnych z normą PN-M-94060-05:1976, do oznaczania zawartości podziarna, o wymiarach 1000x1500 mm z oczkami kwadratowymi o boku równym dolnemu wymiarowi ziarna według tabeli w pkt 9.3;
  - 2) sit kontrolnych, zgodnych z normą PN-M-94060-05:1976, do oznaczania zawartości nadziarna, o wymiarach 1000x1500 mm z oczkami kwadratowymi o boku równym górnemu wymiarowi ziarna według tabeli w pkt 9.3;
  - 3) kosza lub skrzyni mogących pomieścić od 20 do 50 kg paliwa stałego;
  - 4) wagi technicznej.

9.3. Tabela z wymiarami oczek sit kontrolnych.

Rodzaj paliwa stałego	Wymiar oczek kwadratowych [mm]	
	Sita kontrolne *	
	górnny wymiar	dolny wymiar
I	2	3
Kęsy, kostka, kostka I, kostka II	200,00	63,00
Orzech, orzech I, orzech II	80,00	25,00
Groszek, groszek I, groszek II	31,50	5,00
Kwalifikowane paliwa stałe: ekogroszek	31,50	5,00
Kwalifikowane paliwa stałe: ekomiał	31,50	-
Miał I, Miał II, Miał III - klasa E1	31,50	-
Miał I, Miał II, Miał III - klasa E2	31,50	-

Muły oraz flotokoncentraty - klasa E1	1,00	-
Muły oraz flotokoncentraty - klasa E2	1,00	
Antracyt	nie dotyczy	
Węgiel koksowy	31,50	-
Paliwa stałe otrzymywane w procesie przeróbki termicznej węgla kamiennego w temp. powyżej 450°C	nie dotyczy	
* Wymiary oczek kwadratowych sit kontrolnych mają zastosowanie do odpowiedniego rodzaju paliwa stałego zgodnie z rozporządzeniem Ministra Energii z dnia ... w sprawie wymagań jakościowych dla paliw stałych (Dz. U...), gdzie górny wymiar oczek sita kontrolnego jest równy maksymalnej wartości wymiaru ziarna, a dolny wymiar oczek sita kontrolnego równy minimalnej wartości wymiaru ziarna.		

#### 9.4. Oznaczenie zawartości podziarna.

9.4.1. Próbkę do wykonania oznaczenia stanowi próbka do badań lub próbka kontrolna.

9.4.2. Próbkę do badań lub próbkę kontrolną waży się z dokładnością do 0,1 kg.

9.4.3. Zawartość z kosza lub skrzyni wysypuje się ostrożnie na górną część nieruchomego i nachylnego pod kątem 35° sita kontrolnego, o którym mowa w pkt 9.2 ppkt 1, dobranego pod względem wymiaru oczek kwadratowych do rodzaju paliwa stałego zgodnie z tabelą z pkt 9.3.

9.4.4. Przesiew należy zważyć z dokładnością do 0,01 kg.

9.4.5. Procentową zawartość podziarna oblicza się według wzoru:

$$X_p = \frac{m_p}{m} \times 100$$

gdzie poszczególne symbole oznaczają:

$X_p$  - zawartość podziarna [w %],

$m_p$  - masę przesiewu [w kg],

$m$  - masę całej próbki do badań lub próbki kontrolnej pobranej do oznaczenia [w kg].

9.4.6. Po dokonaniu obliczeń zgodnie z pkt 9.4.5 otrzymany wynik należy zaokrąglić do 0,1.

#### 9.5. Oznaczenie zawartości nadziarna.

9.5.1. Odsiew otrzymany podczas oznaczania zawartości podziarna, o którym mowa w pkt 9.4, wysypuje się na górną część nieruchomego sita kontrolnego znajdującego się w pozycji poziomej, o którym mowa w pkt 9.2 ppkt 2, dobranego pod względem wymiaru oczek kwadratowych do rodzaju paliwa stałego zgodnie z tabelą w pkt 9.3.

9.5.2. Ziarna, które nie przejdą przez sito, należy przetykać ręcznie.

9.5.3. Ziarna, które nie przeszły przez sito, należy zważyć z dokładnością do 0,01 kg.

9.5.4. Procentową zawartość nadziarna oblicza się według wzoru:

$$X_n = \frac{m_n}{m} \times 100$$

gdzie poszczególne symbole oznaczają:

$X_n$  - zawartość nadziarna [w %],

$m_n$  - masę ziarn, które nie przeszły przez oczka sita kontrolnego do oznaczania nadziarna [w kg],

$m$  - masę całej próbki do badań lub próbki kontrolnej pobranej do oznaczenia [w kg].

9.5.5. Po dokonaniu obliczeń zgodnie z pkt 9.5.4 otrzymany wynik zaokrągla się do 0,1.

9.6. Oznaczanie wymiaru ziarna.

9.6.1. Oznaczenie wymiaru ziarna polega na ustaleniu minimalnej i maksymalnej wielkości ziarna, zwanego dalej „ziarnem właściwym”, które nie przeszło przez sito kontrolne podczas oznaczania nadziarna, o którym mowa w pkt 9.5.

9.6.2. Minimalną wartość wymiaru ziarna właściwego wyznacza dolny wymiar oczka kwadratowego sita kontrolnego, o którym mowa w tabeli w pkt 9.3, użytego do oznaczenia zawartości podziarna.

9.6.3. Maksymalną wartość wymiaru ziarna właściwego wyznacza górny wymiar oczka kwadratowego sita kontrolnego, o którym mowa w tabeli w pkt 9.3, użytego do oznaczenia zawartości nadziarna.

10. Zawartość wilgoci całkowitej oznacza się metodą wagową, której zasady i procedurę wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, przygotowanie próbki analitycznej, sposób obliczenia i przedstawienia wyników określa norma PN-G-04511:1980 albo PN-ISO 589:2006.

## UZASADNIENIE

Projekt rozporządzenia w sprawie metod badania jakości paliw stałych stanowi wykonanie upoważnienia ustawowego zawartego w art. 26b ustawy z dnia 25 sierpnia 2006 r. o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw (Dz. U. z 2016 r. poz. 1928 i 1948), zgodnie z którym minister właściwy do spraw energii określi, w drodze rozporządzenia, metody badań jakości paliw stałych, biorąc pod uwagę stan wiedzy technicznej lub metody określone w odpowiednich normach.

Metody badania jakości paliw stałych nie były dotychczas uregulowane w obowiązującym systemie prawnym. Ich określenie jest niezbędne dla właściwego funkcjonowania systemu monitorowania i kontrolowania jakości paliw stałych, których definicję wprowadza ustawa z dnia 10 października 2014 r. o zmianie ustawy o systemie monitorowania i kontrolowania jakości paliw oraz niektórych innych ustaw (Dz. U. poz. 1395).

Wyboru metod badania jakości paliw stałych ujętych w przedmiotowym rozporządzeniu dokonano na podstawie stosowanych norm technicznych w połączeniu z dotychczasową praktyką oraz stanem wiedzy technicznej przedstawionej przez jednostki naukowo-badawcze, jak i przedsiębiorstwa górnicze w drodze konsultacji publicznych.

Przyjęte w projekcie rozporządzenia metody badań paliw stałych są zgodne z metodami określonymi w normach:

- PN-G-04560:1998 Paliwa stałe - Oznaczanie zawartości wilgoci, części lotnych oraz popiołu analizatorem automatycznym,
- PN-G-04512:1980 Paliwa stałe - Oznaczanie zawartości popiołu metodą wagową,
- PN-ISO 1171:2002 Paliwa stałe - Oznaczanie popiołu,
- PN-G-04516:1998 Paliwa stałe - Oznaczanie zawartości części lotnych metodą wagową,
- PN-G-04584:2001 Paliwa stałe - Oznaczanie zawartości siarki całkowitej i popiołowej automatycznymi analizatorami,
- PN-ISO 334:1997 Paliwa stałe - Oznaczanie siarki całkowitej - Metoda Eschki,
- PN-ISO 1928:2002 Paliwa stałe - Oznaczanie ciepła spalania metodą spalania w bombie kalorymetrycznej i obliczanie wartości opalowej,
- PN-G-04513:1981 Paliwa stałe - Oznaczanie ciepła spalania i obliczanie wartości opalowej,



- PN-G-04518:1981 Węgiel kamienny - Oznaczenie zdolności spiekania metodą Rogi,
- PN-ISO 15585:2009 Węgiel kamienny - Oznaczenie wskaźnika spiekalności,
- PN-ISO-501:2007 Węgiel kamienny - Oznaczenie wskaźnika wolnego wydymania,
- PN-G-04511:1980 Paliwa stałe - Oznaczenie zawartości wilgoci,
- PN-ISO 589:2006 Węgiel kamienny - Oznaczenie wilgoci całkowitej.

Dla wyznaczenia wielkości ziarna, zawartości podziarna i nadziarna przyjęta została metoda w oparciu o normę PN-G-97001:1982 Węgiel kamienny – Sortymenty w połączeniu z powszechnie stosowaną praktyką i doświadczeniem. Przytoczony opis jest praktycznym opisem umożliwiającym określenie minimalnej i maksymalnej wartości wymiaru ziarna kontrolowanej partii paliwa stałego. Określenie tych parametrów nie wymaga przeprowadzenia wnikliwej analizy ziarnowej paliwa stałego. Z praktycznego punktu widzenia wystarczające jest podstawowe badanie, które zostało opisane w pkt 9, co w konsekwencji wpłynie na obniżenie kosztu wykonywanego badania.

Rozwiązania przyjęte w projekcie rozporządzenia określają:

- precyzję metody badawczej w odniesieniu do poszczególnych parametrów jakościowych paliw stałych,
- wymagania w zakresie procedury przeprowadzenia poszczególnych badań dla określenia wartości parametrów paliw stałych (zawartość popiołu, zawartość części lotnych, zawartość siarki całkowitej, wartość opałowa, zdolność spiekania, wskaźnik wolnego wydymania, wymiar ziarna, zawartość podziarna i nadziarna, a także zawartość wilgoci całkowitej),
- rodzaj stosowanej aparatury,
- wymagane odczynniki,
- sposób przygotowania próbek do badań,
- sposób obliczania i przedstawiania wyników.

Przyjęte w rozporządzeniu metody będą stosowane przez akredytowane laboratoria przy badaniu powierzonych im próbek, co będzie wymagało dostosowania aparatury badawczej oraz procedur, zgodnie z wymaganiami określonymi w przedmiotowym rozporządzeniu.

Określone w projekcie rozporządzenia metody badań jakości paliw stałych mają zastosowanie do paliw stałych wyszczególnionych w projekcie rozporządzenia Ministra Energii w sprawie wymagań jakościowych paliw stałych.

Przedmiotowe rozporządzenie będzie miało wpływ na budżet finansów publicznych, wynikający z konieczności utworzenia przez organy kontroli przystosowanych laboratoriów

badawczych i uzyskaniem akredytacji lub przeznaczeniem odpowiedniej kwoty w celu zlecenia tego zadania akredytowanym laboratoriom działającym na rynku.

Projekt rozporządzenia podlega notyfikacji zgodnie z trybem przewidzianym w przepisach rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. Nr 239, poz. 2039 oraz z 2004 r. Nr 65, poz. 597).

Projekt jest zgodny z prawem Unii Europejskiej.

Rozporządzenie wejdzie w życie po upływie 30 dni od dnia ogłoszenia. Zaproponowany okres *vacatio legis* uzasadniono koniecznością dostosowania akredytowanych laboratoriów badawczych w zakresie badań paliw stałych. Należy również dodać, iż wydłużony okres *vacatio legis* jest analogiczny do tego, który jest procedowany w dwóch towarzyszących regulacjach:

- rozporządzenie Ministra Energii w sprawie wymagań jakościowych dla paliw stałych,
- rozporządzenie Ministra Energii w sprawie sposobu pobierania próbek paliw stałych.

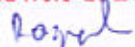
Wszystkie trzy rozporządzenia mają na celu właściwe funkcjonowanie systemu monitorowania i kontrolowania jakości paliw stałych. Wejście w życie jednego rozporządzenia bez dwóch pozostałych lub na odwrót nie pozwoli na realizację zakresu ustawowego dotyczącego paliw stałych.

Wyznaczony okres pozwoli na dostosowanie się wszystkich zainteresowanych podmiotów do wprowadzanych przepisów. Zastosowanie 30 dniowego *vacatio legis* nie będzie negatywnie wpływało na koszty prowadzenia działalności w zakresie obrotu i przywozu paliw stałych, a zatem nie ograniczy konstytucyjnie chronionej wolności działalności gospodarczej.

Projektowane rozporządzenie nie wymaga przedstawienia właściwym organom i instytucjom Unii Europejskiej, w tym Europejskiemu Bankowi Centralnemu, w celu uzyskania opinii, dokonania powiadomienia, konsultacji albo uzgodnienia.

Projekt rozporządzenia, zgodnie z art. 5 ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingskiej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. Nr 169, poz. 1414, z późn. zm.), zostanie udostępniony w Biuletynie Informacji Publicznej na stronie podmiotowej Ministerstwa Energii oraz w Biuletynie Informacji Publicznej na stronie podmiotowej Rządowego Centrum Legislacji, w serwisie Rządowy Proces Legislacyjny.

GLÓWNY SPECJALISTA

  
Michał Rospedek  
31.01.2017

NACZELNIK WYDZIAŁU

  
Jonasz Drabek  
31.01.2017

DYREKTOR

  
Anna Margis  
31.01.2017

## METODY BADANIA JAKOŚCI PALIW STAŁYCH

### 1. Objasnienia:

- 1) próbka laboratoryjna – próbka, którą uzyskuje się w wyniku rozdrabniania, mieszania i pomniejszania próbki do badań lub próbki kontrolnej;
- 2) próbka analityczna – część badanego materiału pobranego z próbki laboratoryjnej, wykorzystywana w całości do jednego oznaczenia lub badania.

### 2. Przygotowanie próbki laboratoryjnej.

- 2.1. Próbka laboratoryjna przygotowywana jest z próbki do badań lub próbki kontrolnej, poprzez jej rozkruszenie, mieszanie i pomniejszenie.
- 2.2. Po rozkruszeniu próbki do badań lub próbki kontrolnej pomniejsza się ją do masy nie mniejszej niż podanej w normie PN-ISO 18283:2008 dla paliw stałych otrzymywanych w procesie przeróbki termicznej węgla kamiennego i węgla brunatnego lub tablicy 3 pkt 7.1 normy PN-G-04502:2014-11 dla pozostałych rodzajów paliw stałych.
- 2.3. W przypadku próbek paliw stałych innych niż paliw stałych otrzymywanych w procesie przeróbki termicznej węgla kamiennego i węgla brunatnego, o wielkości ziarna różnej od przedstawionych w tablicy 3 w pkt 7.1 normy PN-G-04502:2014-11 minimalną masę próbki do badań lub próbki kontrolnej po pomniejszeniu ustala się według wzoru:

$$y = 0,05 + 0,5x + 0,05x^2$$

gdzie poszczególne symbole oznaczają:

$y$  - masa próbki do badań lub próbki kontrolnej po pomniejszeniu [w kg],

$x$  - wielkość największego ziarna po rozkruszeniu [w mm].

- 2.4. Urządzenia do przygotowania próbki laboratoryjnej określa pkt 8.3.3 normy PN-ISO 18283:2008 dla paliw stałych otrzymywanych w procesie przeróbki termicznej węgla kamiennego i brunatnego lub pkt 7 normy PN-G-04502:2014-11 dla pozostałych rodzajów paliw stałych.
- 2.5. Rozdrabnianie, mieszanie i pomniejszanie próbki do badań lub próbki kontrolnej odbywa się w sposób określony w normie PN-ISO 18283:2008 dla paliw stałych otrzymywanych w procesie przeróbki termicznej węgla kamiennego lub w pkt 7 normy PN-G-04502:2014-11 dla pozostałych rodzajów paliw stałych.

- 2.6. Z otrzymanej próbki laboratoryjnej przygotowuje się próbkę analityczną, która poddawana jest badaniom zgodnie z metodami określonymi w niniejszym rozporządzeniu, z zastrzeżeniem pkt 8.
3. Zawartość popiołu.
  - 3.1. Zawartość popiołu określa się metodą polegającą na ogrzewaniu w atmosferze powietrza próbki analitycznej z określoną szybkością, do temperatury  $(815\pm 10)^{\circ}\text{C}$  i utrzymaniu jej w tej temperaturze do osiągnięcia stałej masy. Masa pozostałości po spopieleniu jest podstawą do obliczenia zawartości popiołu.
  - 3.2. Sposób wykonania oznaczenia, przygotowanie próbki analitycznej, stosowane odczynniki, rodzaj aparatury i jej przygotowanie, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, precyzję metody określa norma PN-G-04560:1998, PN-G-04512:1980 albo PN-ISO 1171:2002.
4. Zawartość części lotnych.
  - 4.1. Zawartość części lotnych określa się metodą polegającą na ogrzewaniu próbki analitycznej w zamkniętym tyglu, bez dostępu powietrza, w temperaturze  $(850\pm 15)^{\circ}\text{C}$ . Zawartość części lotnych należy obliczyć z różnicy między całkowitym ubytkiem masy próbki analitycznej paliwa stałego a ubytkiem masy spowodowanym utratą wilgoci.
  - 4.2. Sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj stosowanej aparatury, sposób przygotowania próbki analitycznej, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-G-04516:1998 albo PN-G-04560:1998.
5. Wartość opałowa.
  - 5.1. Wartość opałową określa się metodą kalorymetryczną polegającą na oznaczaniu ciepła spalania próbki analitycznej w stałej objętości w bombie kalorymetrycznej skalibrowanej w oparciu o testy spalania wzorcowego kwasu benzoowego.
  - 5.2. Wartość opałową wylicza się w oparciu o oznaczone ciepło spalania pomniejszone o ciepło parowania wody, wydzielonej podczas spalania paliwa i powstałej z wodoru zawartego w paliwie.
  - 5.3. Sposób wykonania oznaczenia, sposób przygotowania próbki analitycznej, stosowane odczynniki, rodzaj stosowanej aparatury, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-ISO 1928:2002 albo PN-G-04513:1981.
6. Zdolność spiekania.
  - 6.1. Zdolność spiekania oznacza się metodą:

- 1) Rogi polegającą na szybkim odgazowaniu pod stałym ciśnieniem mieszanki węgla z antracytem wzorcowym, jako dodatkiem schudzającym i na oznaczeniu wytrzymałości mechanicznej otrzymanej nielotnej pozostałości (koksiku) przez poddanie jej bębnowaniu w ściśle znormalizowanych warunkach laboratoryjnych, albo
  - 2) polegającą na ogrzewaniu badanej próbki analitycznej bez użycia materiału rozcieńczającego w znormalizowanych warunkach, a następnie dokonaniu pomiaru wielkości i kształtu otrzymanego koksiku.
- 6.2. W przypadku oznaczania zdolności spiekania w sposób określony w pkt 6.1 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-G-04518:1981.
- 6.3. W przypadku oznaczania zdolności spiekania w sposób określony w pkt 6.1 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury i jej przygotowanie, stosowane odczynniki, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-ISO 15585:2009.
7. Wymiar ziarna oraz zawartość nadziarna i podziarna oznacza się metodą sitową.
- 7.1. Oznaczenie metodą sitową wykonuje się w pierwszej kolejności, zanim próbka do badań lub próbka kontrolna zostanie pokruszona oraz pomniejszona w celu oznaczenia pozostałych parametrów partii paliwa stałego. W pierwszej kolejności oznacza się metodą sitową zawartość podziarna, a następnie zawartość nadziarna.
- 7.2. Oznaczenie wymiaru ziarna oraz zawartości nadziarna i podziarna wykonuje się z użyciem:
- 1) sit kontrolnych, zgodnych z normą PN-M-94060-05:1976, do oznaczania zawartości podziarna, o wymiarach 1000x1500 mm z oczkami kwadratowymi o boku równym dolnemu wymiarowi ziarna według tabeli w pkt 7.3;
  - 2) sit kontrolnych, zgodnych z normą PN-M-94060-05:1976, do oznaczania zawartości nadziarna, o wymiarach 1000x1500 mm z oczkami kwadratowymi o boku równym górnemu wymiarowi ziarna według tabeli w pkt 7.3;
  - 3) kosza lub skrzyni mogących pomieścić od 20 do 50 kg paliwa stałego;
  - 4) wagi technicznej.
- 7.3. Tabela z wymiarami oczek sit kontrolnych.

Rodzaj paliwa stałego	Wymiar oczek kwadratowych [mm]
	Sita kontrolne *

	<b>górnny wymiar</b>	<b>dolny wymiar</b>
1	2	3
Kęsy, kostka, kostka I, kostka II	200,00	63,00
Orzech, orzech I, orzech II	80,00	25,00
Groszek, groszek I, groszek II	40,00	5,00
Ekogroszek	31,50	5,00
Ekomiął	31,50	-
Miał I, Miał II, Miał III	31,50	-
Antracyt	nie dotyczy	
Paliwa stałe otrzymywane w procesie przeróbki termicznej węgla kamiennego	nie dotyczy	
* Wymiary oczek kwadratowych sit kontrolnych mają zastosowanie do odpowiedniego rodzaju paliwa stałego zgodnie z rozporządzeniem Ministra Energii z dnia ... w sprawie wymagań jakościowych dla paliw stałych (Dz. U...), gdzie górny wymiar oczek sita kontrolnego jest równy maksymalnej wartości wymiaru ziarna, a dolny wymiar oczek sita kontrolnego równy minimalnej wartości wymiaru ziarna.		

#### 7.4. Oznaczenie zawartości podziarna.

7.4.1. Próbkę do wykonania oznaczenia stanowi próbka do badań lub próbka kontrolna.

7.4.2. Próbkę do badań lub próbkę kontrolną waży się z dokładnością do 0,1 kg.

7.4.3. Zawartość z kosza lub skrzyni wysypuje się na górną część nieruchomego i nachylonego pod kątem 35° sita kontrolnego, o którym mowa w pkt 7.2 ppkt 1, dobranego pod względem wymiaru oczek kwadratowych do rodzaju paliwa stałego zgodnie z tabelą z pkt 7.3.

7.4.4. Przesiew należy zważyć z dokładnością do 0,01 kg.

7.4.5. Procentową zawartość podziarna oblicza się według wzoru:

$$X_p = \frac{m_p}{m} \times 100$$

gdzie poszczególne symbole oznaczają:

$X_p$  - zawartość podziarna [w %],

$m_p$  - masę przesiewu [w kg],

$m$  - masę całej próbki do badań lub próbki kontrolnej pobranej do oznaczenia [w kg].

7.4.6. Po dokonaniu obliczeń zgodnie z pkt 7.4.5 otrzymany wynik należy zaokrąglić w dół do 0,1.

#### 7.5. Oznaczenie zawartości nadziarna.

7.5.1. Odsiew otrzymany podczas oznaczania zawartości podziarna, o którym mowa w pkt 7.4, wysypuje się na górną część nieruchomego sita kontrolnego znajdującego się

w pozycji poziomej, o którym mowa w pkt 7.2 ppkt 2, dobranego pod względem wymiaru oczek kwadratowych do rodzaju paliwa stałego zgodnie z tabelą w pkt 7.3.

7.5.2. Ziarna, które nie przejdą przez sito, należy przetykać ręcznie.

7.5.3. Ziarna, które nie przeszły przez sito, należy zważyć z dokładnością do 0,01 kg.

7.5.4. Procentową zawartość nadziarna oblicza się według wzoru:

$$X_n = \frac{m_n}{m} \times 100$$

gdzie poszczególne symbole oznaczają:

$X_n$  - zawartość nadziarna [w %],

$m_n$  - masę ziarn, które nie przeszły przez oczka sita kontrolnego do oznaczania nadziarna [w kg],

$m$  - masę całej próbki do badań lub próbki kontrolnej pobranej do oznaczenia [w kg].

7.5.5. Po dokonaniu obliczeń zgodnie z pkt 7.5.4 otrzymany wynik zaokrągla się w dół do 0,1.

7.6. Oznaczanie wymiaru ziarna.

7.6.1. Oznaczenie wymiaru ziarna polega na ustaleniu minimalnej i maksymalnej wielkości ziarna, zwanego dalej „ziarnem właściwym”, które nie przeszło przez sito kontrolne podczas oznaczania nadziarna, o którym mowa w pkt 7.5.

7.6.2. Minimalną wartość wymiaru ziarna właściwego wyznacza dolny wymiar oczka kwadratowego sita kontrolnego, o którym mowa w tabeli w pkt 7.3, użytego do oznaczenia zawartości podziarna.

7.6.3. Maksymalną wartość wymiaru ziarna właściwego wyznacza górny wymiar oczka kwadratowego sita kontrolnego, o którym mowa w tabeli w pkt 7.3, użytego do oznaczenia zawartości nadziarna.

8. Zawartość wilgoci całkowitej oznacza się metodą wagową, której zasady i procedurę wykonania oznaczenia, rodzaj stosowanej aparatury, przygotowanie próbki analitycznej, sposób obliczenia i przedstawienia wyników określa norma PN-G-04511:1980 albo PN-ISO 589:2006.

9. Zawartość siarki całkowitej.

9.1. Zawartość siarki całkowitej oznacza się metodą:

- 1) detekcji polegającą na ilościowym spalaniu próbki w strumieniu tlenu w temperaturze 1250 – 1350°C w rurze spalań analizatora, powstające tlenki siarki analizowane są metodą adsorpcji promieniowania podczerwonego, albo

- 2) chemiczną z zastosowaniem mieszaniny Eschki, polegającą na całkowitym spalaniu odważki węgla z dodatkiem mieszaniny Eschki w atmosferze utleniającej oraz na strąceniu jonów siarczanowych w postaci siarczanu barowego, po oznaczeniu masy siarczanu barowego oblicza się na tej podstawie zawartość siarki całkowitej w węglu.
- 9.2. W przypadku oznaczania zawartości siarki całkowitej w sposób określony w pkt 9.1 ppkt 1 sposób wykonania oznaczenia, stosowane odczynniki, rodzaj stosowanej aparatury, sposób przygotowania próbki analitycznej, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-G-04584:2001.
  - 9.3. W przypadku oznaczania zawartości siarki całkowitej w sposób określony w pkt 9.1 ppkt 2 sposób wykonania oznaczenia, sposób przygotowania próbki analitycznej, stosowane odczynniki, rodzaj stosowanej aparatury, kalibrację aparatury, sposób obliczenia i podawania wyników, a także precyzję metody określa norma PN-ISO 334:1997.