



CERTYFIKAT Nr 01-24 (poprawiony certyfikat nr 09-17)
ZESTAW MATERIAŁÓW REFERENCYJNYCH PALIW STAŁYCH I POPIOŁU
do oznaczania właściwości termodynamicznych, chemicznych i technologicznych

Status

Materiały Referencyjne SF i SFA są zgodne z definicją Materiałów Referencyjnych ISO Guide 35.

Przeznaczone są do kontroli jakości i walidacji metod pomiaru zawartości kalorycznej brutto, analizy elementarnej zawartości C, H, N, S i określania konwencjonalnego zawartości części lotnych i popiołu. Do tego celu wartości w zestawie są rozłożone równomiernie dla całego zakresu stosowania.

Nie mogą one zastąpić CRM w ustalaniu spójności pomiarowej wartości.

Poszczególne RM paliw naturalnych i przetworzonych od węgla brunatnego przez koks do antracytu umożliwiają sprawdzenie dopasowania matrycy w badaniu konkretnego rodzaju paliwa. Do zestawu został dodany jeden wzorzec popiołu SFA-01-2014.

Instrukcja dla użytkownika: wszystkie podane wartości są przypisane do suchej masy, dlatego zawartość wody (mierzona po jednej godzinie suszenia w temperaturze 105°C) powinna być określona równocześnie (w ciągu 24 godzin), a inne wyniki pomiarów odpowiednio korygowane. Bezpośrednia wilgotność RM wynosi 0,2-4% wag. Pomiary są ważne pod warunkiem, że stosowane są odpowiednie standardowe metody (załącznik) i przestrzegany jest **termin ważności (3 lata od pierwszego otwarcia fiolki)** oraz minimalne użycie próbek. Jest to 0,5g dla wartości kalorycznej, 0,07g dla analizy elementarnej i 1g dla wartości konwencjonalnych. Pokrywka fiolki powinna być zamykana ponownie natychmiast po każdym pobraniu próbki.

Zalecane jest przechowywanie w suchym środowisku w temperaturze otoczenia poniżej 25°C. Nie ma zagrożenia bezpieczeństwa w warunkach prawidłowego magazynowania i wykorzystania CRM.

Materiały kandydujące, dobrane do dopasowania do właściwości docelowych, zmielono i przesiano, aby oddzielić frakcję ponad 90% wag. o wielkości ziarna pomiędzy 0,05 a 0,2 mm i poddano dojrzewaniu przez co najmniej dwa lata, przechowując w standardowych warunkach. Zostały one ostatecznie ponownie zhomogenizowane i rozdzielone do fiolek roboczych.

Dostarczane są w zestawie lub jako poszczególne RM'y zawierające po 50g próbki.

Etykieta fiolki umożliwia oznakowanie datą pierwszego otwarcia, aby ułatwić kontrolę terminu ważności.

Wyprodukowane i scharakteryzowane w ścisłej zgodności z ISO Guides 34, 35 przez:
producent SPL Bohumin.

Wyprodukowane przez: SPL, autoryzowanego producenta CRM dla Czeskiego Instytutu Metrologii i dostawcę międzylaboratoryjnych badań biegłości akredytowanych przez Czeski Instytut Akredytacji dla analizy chemicznej metali, w ścisłej zgodności z normą ISO/IEC 17025, 17043, a w szczególności z ISO Guide 34.

Certyfikowane wartości na drugiej stronie są oparte na międzynarodowych badaniach porównawczych. Są to średnie z co najmniej ośmiu zestawów wyników laboratoryjnych, przyjętych po ocenie technicznej.

Każde laboratorium otrzymało po dwie losowo wybrane fiolki i dla każdej podało pięć równoległych niezależnych wyników. Wyniki zostały przetworzone przez dwuczynnikową analizę wariancji ANOVA (ISO Guide 35 (2006), załącznik A2), która zapewnia, oprócz oszacowania wartości średniej i jej niepewności, ewentualne wykrycie jednorodności w ramach fiolek.

Certyfikowane wartości są zaokrąglane do tej samej cyfry, jak ich niepewności.

Laboratoria wymienione poniżej brały udział w badaniach porównawczych. Zostały akredytowane i/lub wykazały zgodność z ISO/IEC 17025 w trakcie odpowiednich pomiarów.

Participating laboratories:

AmpluServis, Ostrava, Czechia

ArcelorMittal, Ostrava, Czechia

Czech Coal Services, Most, Czechia

Deza, Valašské Meziříčí, Czechia

Elektrárna Dětmarovice, Dětmarovice, Czechia

Energopomiar, Gliwice, Poland

Enviform, Třinec, Czechia

Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla, Zabrze, Poland

Leco, Praha, Czechia

OKD, Karviná, Czechia

OKK koksovny, Ostrava, Czechia

Orgrez, Most, Czechia

SES Inspekt, Tlmače, Slovakia

Štátny geologický ústav Dionýza Štúra, Spišská Nová

Ves, Slovakia

Vítkovice Testing Center, Ostrava, Czechia

VŠB, Ostrava, Czechia

VVUÚ, Ostrava, Czechia

Data wydania styczeń 2024

Osoba odpowiedzialna

Martin Bogumský 

Wyłączny dystrybutor w Polsce: METIMEX® Laboratory Equipment

ul. Wojska Polskiego 9/2, 44-120 Pyskowitz, tel./fax.: (32) 233 24 72; e-mail: biuro@metimex.com.pl

Tłumaczenie: METIMEX® Laboratory Equipment

Oszacowana niepewność jest wyrażona jako \pm połowa szerokości przedziału w połączeniu z oszacowaną niepewnością wartości średniej oraz innymi składnikami, jeśli są znaczące (jednorodność, stabilność, korekta wilgoci). Jest ona rozszerzona przez współczynnik rozszerzenia $k=2$ i zaokrąglona do maksymalnie dwóch ważnych miejsc.

Spójność pomiarowa została ustanowiona do substancji podstawowych klasy wzorcowej (kwasu benzoowego dla zawartości kalorycznej brutto, EDTA, fenyloalanina do C, N, H w analizie pierwiastkowej – oraz zgodnych z matrycą CRM dla S. Wartości typowych właściwości technologicznych są spójne tylko do standardowej procedury pomiarowej.

Wartości w jednostkach brytyjskich są spójne do wartości metrycznych przez współczynnik $\text{BTU.Lb}^{-1}=0,429923 \text{ kJ.kg}^{-1}$.

Jednorodność – powtarzalność równoległych oznaczeń z minimalnym poborem próbki, jako konserwatywne oszacowanie jednorodności **wewnątrz fiolek**. Stwierdzono zadowalającą jednorodność w stosunku zarówno do niepewności wartości certyfikowanych jak i do ostatecznej powtarzalności przyrządu.

Jednorodność między fiolkami została obliczona przez dwuczynnikową analizę wariancji ANOVA (patrz wyżej) i uznano ją jako nieistotną.

Stabilność była testowana na dwóch składnikach z najlepszą względną powtarzalnością pomiaru – całkowity C i popiół. Jakikolwiek pogorszenie matrycy zmieniłyby je w przeciwnym kierunku, co pozwoliłyby zwiększyć rozdzielczość testu. Równoległy układ badań (ISO Guide 35 2006, 8.2) zastosowano w okresie ostatnich dwóch lat dojrzewania, przed rozdzieleniem do fiolek. W tym okresie nie wystąpiły istotne zmiany, a tym samym można oczekiwać wystarczającej stabilności zarówno przez 3 lata terminu ważności, jak i przez cały okres ważności (czas magazynowania) 10 lat.

Właściwe normy

Kwas benzoowy, fenyloalanina, EDTA, AR2771-LOT771311, NCS FC (28101, 28111, 28017a, 2800, 28133, 28006g) SABS-CRM 058, SABS SARM 19, AR-744 LOT 744809, AR-2778 LOT 702107, AR-2776 LOT 776711, LECO 502-803, 502-671, 502-683, Teko 4-11, 4-13, 5-13, NCS FC 2800, IKA-C723, Alpha resources USA, SABS-CRM 046, RM TEK0 Praha - IRM 1/2010, IRM 5/2010, IRM 6/2010, IRM ISE/2009 1.1.

Wartości certyfikowane w suchej masie (czcionka pogrubiona)								
\pm niepewność umieszczona poniżej (czcionka normalna)								
Własność	Wartość kaloryczna		Skład chemiczny				Części lotne	Popiół
			C	H	N	S		
Nazwa	kJ/kg	BTU/Lb	%				%	
SF-01-14	14617	6284	36.40	3.31	0.60	1.33	31.72	44.90
U_c	± 49	± 21	± 0.30	± 0.07	± 0.04	± 0.03	± 0.17	± 0.14
SF-02-14	33090	14226,2	91.84	2.09	0.65	0.16	13.10	2.80
U_c	± 58	± 25	± 0.46	± 0.10	± 0.04	± 0.01	± 0.18	± 0.06
SF-03-14	32060	13783,3	96.30	0.21	0.32	0.14	1.15	2.98
U_c	± 115	± 49	± 0.50	± 0.06	± 0.04	± 0.01	± 0.15	± 0.03
SF-04-14	34618	14883,10	85.53	4.59	1.35	0.48	22.95	4.43
U_c	± 80	± 34	± 0.45	± 0.10	± 0.04	± 0.01	± 0.22	± 0.06
SF-05-14	30410	13074	90.40	0.20	0.98	0.45	1.28	7.84
U_c	± 110	± 47	± 0.44	± 0.06	± 0.03	± 0.01	± 0.12	± 0.04
SF-06-14	23990	10313,9	58.28	3.51	3.80	3.13	26.84	27.21
U_c	± 93	± 40	± 0.36	± 0.05	± 0.05	± 0.05	± 0.23	± 0.11
SF-07-14	21023	9038	50.97	4.26	1.05	2.52	38.80	28.73
U_c	± 86	± 37	± 0.28	± 0.08	± 0.04	± 0.04	± 0.20	± 0.05
SFA-01-14	-	-	3.10	-	-	0.029	-	96.60
U_c			± 0.19			± 0.008		± 0.17