



# CERTIFIKÁT

## ČESKÝ REFERENČNÍ MATERIÁL CZ 2002

### SADA NÍZKOLEGOVANÝCH LITIN PRO SPEKTROMETRII Z PEVNÉHO VZORKU kód výrobce: CRM 241 - 249 A-D

**Sada je určena** pro kalibraci a validaci metod spektrometrické analýzy z plochy pevného vzorku s průměrem analyzované oblasti alespoň 4 mm: atomovou emisní spektrometrií s buzením jiskrou, doutnavým výbojem nebo laserem a rentgenfluorescenční spektrometrií. CRM je možno použít jako devíti člennou sadu nebo jako jednotlivé vzorky.

**Příprava a technické parametry.** Vzorky byly odlity na masivní měděnou desku řízenou rychlostí při řízené teplotě a mají strukturu bílé litiny.

Vzorky jsou komolé jehly se základnou 38 x 38 mm jako analytickou plochou, celkovou výškou alespoň 20 mm a s postranním výstupkem výšky 11-13 mm. Vzorky lze používat, pokud zbývá alespoň 1 mm výšky výstupku. Výška certifikované části je tedy 10-12 mm od původní analytické plochy.

Vzorky jsou označeny elektrojiskrově na straně protilehlé k analytické ploše.

Staženiny nebo porozita se mohou vyskytnout v necertifikované části vzorku. Tyto vady jsou důsledkem technologie lití a vlastností materiálu a neovlivní analytickou funkci zaručené části vzorku.

**Homogenita** byla testována atomovou emisní spektrometrií s průměrem analyzované oblasti přibližně 4 mm.

Testovala se homogenita náhodná, trendová homogenita po výšce zaručené části a trendová homogenita postupu lití, u níž byl test podpořen metodou spalovací s IČ molekulární absorpční spektrometrií a metodou termoevoluční.

**Stabilita a skladování.** Materiál a certifikované složky CRM jsou stabilní po celou dobu platnosti. Vzorky musí být uchovávány v nekorozivním prostředí.

**Správné používání** CRM vyžaduje, aby před analýzou byl jejich analytický povrch upraven shodně s analyzovanými vzorky podle instrukcí pro použití přístroj.

**Číslo certifikátu:** 017/CR/045

**Datum vystavení:** 21.3. 2000

**Platnost do:** 21.3.2015

Ing. František Jelínek, CSc.  
náměstek ředitele ČMI





N°	% m/m	Sn	Sb	As	Pb	Bi	Zn	Se	Te	Co	W	Nb	Zr	La	N	Fe	N°
241B	hodnota U <sub>c</sub>	0,003	0,139 0,006	0,002 0,001	0,001 0,001	0,000 0,001	0,000 0,0005	0,00	0,000	0,004 0,001	0,001 0,001	0,003 0,001	0,000 0,0005	0,000 0,0005	0,0053 0,0004	93,2	241B
242B	hodnota U <sub>c</sub>	0,010 0,002	0,005 0,001	0,009 0,001	0,027 0,002	0,020 0,002	0,00	0,002	0,031	0,004 0,001	0,002	0,009 0,001	0,000	0,000 0,0005	0,0092 0,0005	92,6	242B
242A	hodnota U <sub>c</sub>	0,010 0,002	0,007 0,001	0,015 0,001	0,012	0,015	0,00	0,000	0,08	0,002 0,001	0,007	0,013 0,001	0,000	0,00		92,9	242A
243A	hodnota U <sub>c</sub>	0,114 0,003	0,086 0,002	0,087 0,004	0,055	0,001	0,018 0,001	0,055	0,000	0,026 0,001	0,029 0,002	0,019 0,001	0,000 0,0005	0,000 0,0005	0,0037 0,0003	93,0	243A
244B	hodnota U <sub>c</sub>	0,179 0,003	0,004 0,001	0,040 0,001	0,002 0,001	0,000 0,0005	0,026 0,002	0,000	0,000	0,049 0,002	0,052 0,002	0,006 0,001	0,025 0,001	0,009 0,001		93,0	244B
245B	hodnota U <sub>c</sub>	0,076 0,002	0,052 0,002	0,006 0,001	0,020 0,002	0,009 0,001	0,00	0,029	0,017	0,007 0,001	0,020 0,002	0,029 0,001	0,004 0,001	0,00		92,5	245B
245A	hodnota U <sub>c</sub>	0,076 0,003	0,050 0,002	0,002 0,001	0,015 0,001	0,008 0,001	0,000 0,0005	0,036	0,018	0,003 0,001	0,021 0,003	0,001 0,001	0,003 0,001	0,00		92,7	245A
246B	hodnota U <sub>c</sub>	0,002 0,001	0,004 0,001	0,003 0,001	0,002	0,001	0,00	0,00	0,00	0,012 0,001	0,011	0,001	0,000 0,0005	0,003 0,001		92,6	246B
247B	hodnota U <sub>c</sub>	0,038 0,001	0,005 0,001	0,010 0,001	0,002	0,007 0,001	0,012 0,001	0,000	0,008	0,095 0,003	0,002	0,052 0,001	0,009 0,001	0,019 0,002		92,7	247B
248B	hodnota U <sub>c</sub>	0,017 0,001	0,017 0,001	0,018 0,001	0,013 0,001	0,002 0,001	0,009 0,001	0,005	0,002	0,014 0,001	0,001	0,005 0,001	0,013 0,001	0,009 0,001		93,1	248B
248C	hodnota U <sub>c</sub>	0,016 0,001	0,017 0,001	0,019 0,001	0,013 0,001	0,002 0,001	0,008 0,001	0,007	0,003	0,013 0,001	0,001	0,003 0,001	0,012 0,001	0,011 0,001		93,0	248C
249B	hodnota U <sub>c</sub>	0,007 0,001	0,005 0,001	0,017 0,001	0,013 0,001	0,006 0,001	0,006 0,001	0,005	0,00	0,013 0,001	0,011	0,013 0,001	0,048 0,001	0,006 0,002		92,9	249B
249C	hodnota U <sub>c</sub>	0,002 0,001	0,005 0,001	0,016 0,001	0,009 0,001	0,004 0,001	0,006 0,001	0,002	0,00	0,014 0,001	0,009 0,001	0,011 0,001	0,027 0,001	0,004 0,001		92,9	249C
249D	hodnota U <sub>c</sub>	0,004 0,001	0,004 0,001	0,018 0,001	0,025 0,002	0,006 0,001	0,004 0,001	0,003	0,002	0,011 0,001	0,01	0,035 0,001	0,039 0,001	0,023		93,0	249D
249A	hodnota U <sub>c</sub>	0,003 0,001	0,002 0,001	0,014 0,002	0,015 0,002	0,007 0,001	0,004 0,001	0,005	0,00	0,020 0,002	0,01	0,021 0,002	0,028 0,002	0,007 0,002		92,3	249A

Certifikované hodnoty: silnými typy s údajem nejistoty

Necertifikované hodnoty: slabými typy bez udání nejistoty. Pouze informativní, hodnoty nesmí být použity pro validaci nebo kalibraci.

Nejistoty: U<sub>c</sub>: rozšířená kombinovaná nejistota jako  $\pm$  polointerval, s výjimkou nulových certifikovaných hodnot, kde platí + polointerval.



## CERTIFIKACE

**Princip a návaznost.** Certifikace mezilaboratorním experimentem s využitím několika nezávislých analytických metod byla provedena v souladu s ISO-REMCO Guide 35 ( 1989 ). Výsledky byly navázány na původní sadu CRM 241 - 249 a na definované primární látky. Metody byly validovány CRM odpovídají matrice.

**Metody.** Byla využita atomová emisní spektrometrie z plochy pevného vzorku s buzením jiskrou a doutnavým výbojem a spektrometrie rentgenfluorescenční. Rozdrcené certifikované části vzorků byly analyzovány metodou spalovací s IČ molekulární absorpční spektrometrií, metodou termoevoluční, instrumentální neutronovou aktivační analýzou a metodami analýzy z roztoku: atomová emisní spektrometrie s induktivně vázanou plazmou přímo a s generací hydridů, atomová absorpční spektrometrie plamenová a s elektrotermickou atomizací, molekulární absorpční spektrometrie ( spektrofotometrie ), gravimetrie.

### Účastnické laboratoře:

Analytické laboratoře Plzeň, Plzeň  
ARL, Ecublens, Švýcarsko  
ČKD Technické laboratoře, Praha  
LECO Instrumente Plzeň, Plzeň  
Nová huť, Ostrava  
Pramet Tools, Šumperk  
Škoda, Plzeň

Škoda Auto, Mladá Boleslav  
Třinecké železářny, Třinec  
Ústav jaderné fyziky AV ČR, Řež u Prahy  
Vítkovice, Ostrava  
ŽĎAS, Žďár nad Sázavou  
Železářny a drátovny Bohumín, Bohumín  
Železářny Hrádek, Hrádek u Rokycan

**Vyhodnocení.** Soubory laboratorních průměrů byly podrobeny technickému posouzení oprávněnosti vyloučení případných odlehlých výsledků. Po ověření normálnosti rozdělení laboratorních průměrů v každém souboru byly vypočteny nezaokrouhlené aritmetické průměry a jejich směrodatné odchylky.

**Certifikované hodnoty** jsou průměry nejméně šesti přijatých laboratorních průměrů, jejichž normální rozdělení nebylo vyloučeno, zaokrouhlené shodně s údaji jejich nejistot.

**Nejistota** byla odhadnuta podle ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, 1993 a Document EURACHEM, 1995 - Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement jako rozšířená kombinovaná nejistota. Je vyjádřena jako  $\pm$  polointerval s výjimkou nulových certifikovaných hodnot, kde platí pouze + polointerval. Zdrojem pro odhad nejistoty byla směrodatná odchylka průměru laboratorních průměrů a příspěvek celkové nehomogenity, pokud byl zjištěn jako statisticky významný. Byl použit koeficient rozšíření 2,3. Nejistota je uváděna nejvýše dvěma platnými číslicemi a platí pro metody použití s analytickou oblastí o průměru alespoň 4 mm.

**Necertifikované hodnoty** jsou uvedeny v případech méně než šesti přijatých laboratorních průměrů jako doplňující charakteristika matrice. Nesmí být použity pro kalibraci a validaci.

### Výrobce:

**ČKD Technické laboratoře**, Na Harfě 9, 190 02 Praha, Česká Republika

Fax: + 420 2 66036578, E-mail: techlab@anet.cz

**Zodpovědný pracovník:** Ing. Miroslav Gorný

Výrobce má systém řízení jakosti podle ISO 9001. Příprava, zkoušení a certifikace sady byla v souladu s ISO-REMCO Guide 34 ( 2000 ).



## CERTIFIKÁT č. 017-CM-2002-03

**CZ 2002: SADA CERTIFIKOVANÝCH REFERENČNÍCH MATERIÁLŮ**

**Nízkolegované litiny pro spektrometrii z pevného vzorku**

**CRM 243B, 244C, 247C, 248D**

Sada je určena pro kalibraci a validaci metod spektrometrické analýzy z plochy pevného vzorku s průměrem analyzované oblasti alespoň 4 mm: atomovou emisní spektrometrii s buzením jiskrou, doutnavým výbojem nebo laserem a rentgenfluorescenční spektrometrii. CRM doplňují ostatní členy sady z certifikátu 017/CR/045 ze dne 21.3.2000 a mohou být použity v rámci této devítičlenné sady 241-249A-D nebo jako jednotlivé vzorky.

**Příprava a technické parametry.** Vzorky byly odlity na masivní měděnou desku řízenou rychlostí při řízené teplotě a mají strukturu bílé litiny.

Vzorky jsou komolé jehlany se základnou 38 x 38 mm jako analytickou plochou, celkovou výškou alespoň 20 mm a s postranním výstupkem výšky 11-13 mm. Vzorky lze používat, pokud zbývá alespoň 1 mm výšky výstupku. Výška certifikované části je tedy 10-12 mm od původní analytické plochy.

Vzorky jsou označeny elektrojiskrově na straně protilehlé k analytické ploše.

Staženiny nebo porozita se mohou vyskytnout v necertifikované části vzorku. Tyto vady jsou důsledkem technologie lití a vlastností materiálu a neovlivní analytickou funkci zaručené části vzorku.

**Homogenita** byla testována atomovou emisní spektrometrií s průměrem analyzované oblasti přibližně 4 mm.

Testovala se homogenita náhodná, trendová homogenita po výšce zaručené části a trendová homogenita postupu lití, u níž byl test podpořen metodou spalovací s IČ molekulární absorpční spektrometrií a metodou termoevoluční.

### **Výrobce:**

**ČKD Technické laboratoře**, Na Harfě 9, 190 02 Praha, Česká Republika


Fax: + 420 266 036 583, E-mail: [info@techlab.cz](mailto:info@techlab.cz)

**Zodpovědný pracovník:** Ing. Miroslav Gorný

Výrobce má systém řízení jakosti podle ISO 9001. Příprava, zkoušení a certifikace sady byla v souladu s dokumentem ISO/REMCO: ISO Guide 34 ( 2000 ).

**Datum vystavení:** 17.10.2003

**Platnost do:** 17.10.2018

  
Ing. František Jelínek, CSc.  
Odb. ředitel pro FM



SADA CERTIFIKOVANÝCH REFERENČNÍCH MATERIÁLŮ NÍZKOLEGOVANÝCH LITIN PRO SPEKTROMETRII CZ 2002

DODATEK - TYPY 243, 244, 247, 248

N°	% m/m	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo	V	Ti	Al	Mg	Ce	B	N°
243B	hodnota	2,29	0,466	2,44	0,173	0,081	0,098	0,394	0,191	0,252	0,227	0,003	0,013	0,000	0,000	0,010	243B
	U <sub>c</sub>	0,02	0,008	0,03	0,004	0,003	0,002	0,003	0,002	0,003	0,003	0,001	0,002	0,0005	0,001	0,001	
244C	hodnota	2,57	0,715	2,15	0,027	0,012	0,344	0,248	0,301	0,059	0,002	0,034	0,071	0,031	0,017	0,086	244C
	U <sub>c</sub>	0,03	0,007	0,02	0,001	0,001	0,003	0,003	0,003	0,001	0,001	0,002	0,004	0,001	0,002	0,003	
247C	hodnota	3,13	0,99	1,29	0,099	0,0033	0,503	0,029	0,84	0,024	0,010	0,067	0,041	0,053	0,058	0,000	247C
	U <sub>c</sub>	0,03	0,01	0,02	0,003	0,0007	0,007	0,001	0,01	0,001	0,001	0,002	0,002	0,003	0,002	0,0005	
248D	hodnota	3,46	0,250	1,79	0,058	0,0042	0,714	0,057	0,122	0,001	0,193	0,111	0,015	0,039	0,030	0,038	248D
	U <sub>c</sub>	0,02	0,002	0,02	0,002	0,0005	0,005	0,001	0,002	0,001	0,003	0,003	0,002	0,002	0,002	0,002	
N°	% m/m	Sn	Sb	As	Pb	Bi	Zn	Se	Te	Co	W	Nb	Zr	La	N	Fe	N°
243B	hodnota	0,110	0,079	0,078	0,013	0,000	0,025	0,016	0,000	0,027	0,026	0,024	0,000	0,000	0,0050	93,0	243B
	U <sub>c</sub>	0,002	0,002	0,003	0,001		0,002			0,001	0,002	0,001	0,0005	0,0005	0,0004		
244C	hodnota	0,175	0,004	0,043	0,003	0,000	0,027	0,000	0,000	0,050	0,052	0,006	0,037	0,008		92,9	244C
	U <sub>c</sub>	0,003	0,001	0,002	0,001	0,0005	0,002			0,001	0,002	0,001	0,002	0,001			
247C	hodnota	0,040	0,005	0,012	0,002	0,007	0,018	0,000	0,007	0,097	0,002	0,048	0,009	0,023		92,6	247C
	U <sub>c</sub>	0,001	0,001	0,001		0,002	0,002			0,002		0,001	0,001	0,002			
248D	hodnota	0,018	0,015	0,021	0,011	0,003	0,010	0,009	0,005	0,009	0,001	0,005	0,014	0,010		93,0	248D
	U <sub>c</sub>	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002			0,001	0,001	0,001	0,001	0,001			

Certifikované hodnoty: silnými typy s údajem nejistoty

Necertifikované hodnoty: slabými typy bez udání nejistoty. Pouze informativní, hodnoty nesmí být použity pro validaci nebo kalibraci.

Nejistoty: U<sub>c</sub>, rozšířená kombinovaná nejistota jako ± polointerval, s výjimkou nulových certifikovaných hodnot, kde platí + polointerval.

Tato strana platí pouze s příslušným certifikátem, jehož je nedílnou součástí.

CRM byly certifikovány dne: 17.10.2003

Platnost certifikace : 17.10.2018



## CERTIFIKACE

**Princip a návaznost.** Certifikace mezilaboratorním experimentem s využitím několika nezávislých analytických metod byla provedena v souladu s dokumentem ISO/REMCO: ISO Guide 35 ( 1989 ). Výsledky byly navázány na uvedenou sadu CRM 241 - 249 A-D a na definované primární látky. Metody byly validovány CRM odpovídající matrice.

**Metody.** Byla využita atomová emisní spektrometrie z plochy pevného vzorku s buzením jiskrou a doutnavým výbojem a spektrometrie rentgenfluorescenční. Rozdrcené certifikované části vzorků byly analyzovány metodou spalovací s IČ molekulární absorpční spektrometrií, metodou termoevoluční, instrumentální neutronovou aktivační analýzou a metodami analýzy z roztoku: atomová emisní spektrometrie s induktivně vázanou plazmou přímo a s generací hydridů, atomová absorpční spektrometrie plamenová a s elektrotermickou atomizací, molekulární absorpční spektrometrie ( spektrofotometrie ), gravimetrie.

### Účastnické laboratoře:

Analytické laboratoře Plzeň, Plzeň  
ARL, Ecublens, Švýcarsko  
ČKD Technické laboratoře, Praha  
LECO Instrumente Plzeň, Plzeň  
Nová huť, Ostrava  
Škoda, Plzeň  
Škoda Auto, Mladá Boleslav  
Třinecké železářny, Třinec

U.S.Steel, Košice, Slovensko  
Ústav jaderné fyziky AV ČR, Řež u Prahy  
Vítkovice, Ostrava  
VŠCHT, Praha  
ŽDAS, Žďár nad Sázavou  
Železářny a drátovny Bohumín, Bohumín  
Železářny Hrádek, Hrádek u Rokycan

**Vyhodnocení.** Soubory laboratorních průměrů byly podrobeny technickému posouzení oprávněnosti vyloučení případných odlehlých výsledků. Po ověření normalnosti rozdělení laboratorních průměrů v každém souboru byly vypočteny nezaokrouhlené aritmetické průměry a jejich směrodatné odchylky.

**Certifikované hodnoty** jsou průměry nejméně šesti přijatých laboratorních průměrů, jejichž normální rozdělení nebylo vyloučeno, zaokrouhlené shodně s údaji jejich nejistot.

**Nejistota** byla odhadnuta podle dokumentu Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (1993) a Document EURACHEM, 1995 - Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement jako rozšířená kombinovaná nejistota.

Je vyjádřena jako  $\pm$  polointerval s výjimkou nulových certifikovaných hodnot, kde platí pouze + polointerval. Zdrojem pro odhad nejistoty byla směrodatná odchylka průměru laboratorních průměrů a příspěvek celkové nehomogenity, pokud byl zjištěn jako statisticky významný. Byl použit koeficient rozšíření 2 – 2,5 s přihlédnutím k počtu přijatých laboratorních průměrů.

Nejistota je uváděna nejvýše dvěma platnými číslicemi a platí pro metody použití s analytickou oblastí o průměru alespoň 4 mm.

**Necertifikované hodnoty** jsou uvedeny v případech méně než šesti přijatých laboratorních průměrů jako doplňující charakteristika matrice. Nesmí být použity pro kalibraci a validaci.

**Stabilita a skladování.** Materiál a certifikované složky CRM jsou stabilní po celou dobu platnosti. Vzorky musí být uchovávány v nekorozivním prostředí.

**Správné používání CRM** vyžaduje, aby před analýzou byl jejich analytický povrch upraven shodně s analyzovanými vzorky podle instrukcí pro použitý přístroj.