

Příjemce:
MV-GŘ HZS ČR -Technický ústav požární ochrany
VŠCHT Praha, Fakulta chemicko-inženýrská
ČVUT v Praze, Fakulta strojní

Poskytovatel: Česká republika - Ministerstvo vnitra

Projekt s názvem:

Zvýšení bezpečnosti zásahových žebříků pro hasiče
s identifikačním kódem VI20162020021

Název předkládaného výsledku:

Metodika TÚPO č. 24-18
Postup B: Kvantitativní chemická analýza hliníkových slitin
používaných pro zásahové žebříky pro hasiče pomocí RTG
fluorescenční spektroskopie

Typ výsledku dle UV č. 837/2017	Evidenční číslo (příjemce)	Rok vzniku
N_{metA}	100203001293	2018
ISBN-ISSN	Webový odkaz na výsledek	Kde a kdy publikováno
MV GŘ-HZS ČR - TÚPO	https://www.hzscr.cz/clanek/menu-vyzkum-a-vyvoj-vyzkumne-projekty.aspx	

Anotace výsledku:

Tato metodika vznikla na základě finanční podpory Ministerstva vnitra ČR v rámci řešení projektu č. VI20162020021 s názvem „Zvýšení bezpečnosti zásahových žebříků pro hasiče“. Cílem metodiky je stanovení chemického složení hliníkových slitin používaných pro zásahové žebříky pro hasiče pomocí RTG fluorescenční spektroskopie. Nejčastěji se pro výrobu přenosných žebříků používá hliníková slitina s označením EN AW-6063. Tyto žebříky jsou často využívaným technickým prostředkem požární ochrany. Při zásahu jsou používány jak pro účely zasahujících hasičů, tak i pro účely zachraňovaných osob. Určení chemického složení je jednou z možností kontroly materiálu při selhání žebříku. V rámci projektu byly žebříky podrobovány destruktivním zkouškám a údaje o chemickém složení žebříků byly shromažďovány v katalogových listech jednotlivých žebříků.

Řešitelský tým:

Ing. Jan Karl, Ing. Václav Vystrčil, Ing. Romana Friedrichová, Ph.D.,
Ing. Ondřej Suchý, Ph.D., Lukáš Kotrc,
prof. Dr. Ing. Dalibor Vojtěch, Ing. Jiří Kubásek, Ph.D.,
Ing. Filip Průša, Ph.D., Ing. Klára Hosová,
Doc. Ing. Miroslav Španiel, CSc., Ing. Karel Doubrava, Ph.D.



NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN

Signatář EA MLA
Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

vydává

v souladu s § 16 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky, ve znění pozdějších předpisů

OSVĚDČENÍ O AKREDITACI

č. 559/2020

**Ministerstvo vnitra zastoupené generálním ředitelstvím Hasičského záchranného sboru ČR -
Technickým ústavem požární ochrany
se sídlem Nad Štolou 936/3, 170 34 Praha 7 - Holešovice, IČ 00007064**

pro zkušební laboratoř č. 1011.2
Zkušební laboratoř TÚPO

Rozsah udělené akreditace:

Zkoušky parametrů požární techniky, věcných prostředků požární ochrana, hasicích zařízení a hasiv.
Zkoušení požární bezpečnosti látek, materiálů, výrobků, vzorků z požářiště a analýzy zplodin hoření
vymezené přílohou tohoto osvědčení.

Toto osvědčení je dokladem o udělení akreditace na základě posouzení splnění akreditačních požadavků podle

ČSN EN ISO/IEC 17025:2018

Subjekt posuzování shody je při své činnosti oprávněn odkazovat se na toto osvědčení v rozsahu udělené akreditace po dobu její platnosti, pokud nebude akreditace pozastavena, a je povinen plnit stanovené akreditační požadavky v souladu s příslušnými předpisy vztahujícími se k činnosti akreditovaného subjektu posuzování shody.

Toto osvědčení o akreditaci nahrazuje v plném rozsahu osvědčení č.: 204/2019 ze dne 3. 5. 2019, popřípadě správní akty na ně navazující.

Udělení akreditace je platné do **3. 5. 2024**

V Praze dne 11. 9. 2020



v. r. Ing. J. Růžička

Ing. Jirí Růžička, MBA, Ph.D.
ředitel
Českého institutu pro akreditaci, o.p.s.

Příloha je nedílnou součástí


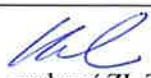
osvědčení o akreditaci č.: 559/2020 ze dne: 11. 9. 2020

Akreditovaný subjekt podle ČSN EN ISO/IEC 17025:2018:

**Ministerstvo vnitra zastoupené generálním ředitelstvím
Hasičského záchranného sboru ČR – Technickým ústavem požární ochrany
Zkušební laboratoř TÚPO
Písková 42, 143 01 Praha 4 – Modřany**

Pořadové číslo ¹	Přesný název zkušebního postupu/metody	Identifikace zkušebního postupu/metody ²	Předmět zkoušky
54	Stanovení chování nahromaděného prachu z hlediska samovolného vznícení	ČSN EN 15188	Prach a zrnitý materiál
55	Chemická analýza tuhých látek a kapalin Ramanovou spektroskopií	Metodika TÚPO č. 12-10	Tuhé látky/materiály/kapaliny
56	Stanovení teploty vzplanutí a vznícení pevných materiálů za technologických podmínek	Metodika TÚPO č. 41-15	Pevné látky
57	Neobsazeno		
58	Stanovení chování pevných látek a materiálů při zahřívání vysokotlakou diferenční snímací kalorimetrií	Metodika TÚPO č. 35-14	Pevné látky
59	Neobsazeno		
60	Stanovení bodů výbušnosti hořlavých kapalin	ČSN EN 15794	Hořlavé kapaliny
61	Kvalitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Metodika TÚPO č. 24-18, postup A	Tuhé látky a kapaliny
62	Kvantitativní chemická analýza hliníkových slitin používaných pro zásahové žebříky pro hasiče pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Metodika TÚPO č. 24-18, postup B	Hliníkové slitiny
63	Neobsazeno		
64	Stanovení kyselosti plynného hasiva alkalimetricky	Metodika TÚPO č. 38-15	Plyny
65	Stanovení sedimentu v plynném hasivu gravimetricky	Metodika TÚPO č. 39-15	Plyny
66-67	Neobsazeno		
68	Stanovení hořlavosti metodou kyslíkového čísla - zkouška při teplotě okolí	ČSN EN ISO 4589-2	Pevné látky



MV-GŘ HZS ČR - TÚPO	Zkušební laboratoř TÚPO	Metodika č.: Metodika TÚPO č. 24-18
Název metodiky:	Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Zpracovali: Ing. Romana Friedrichová, Ph.D., Ing. Milan Růžička Datum zpracování: 4. 5. 2020
Vydání č.: 2	Celkový počet stran: 16	Schválil: Dne: 5. 5. 2020  vedoucí OVV
Změna č.:	Celkový počet příloh: 8	Schválil: Dne: 5. 5. 2020  vedoucí ZL TÚPO
Nahrazuje stranu č.:	Výtisk č.: 1	

Metodika TÚPO č. 24-18

Postup A:

Kvalitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie

Postup B:

Kvantitativní chemická analýza hliníkových slitin používaných pro zásahové žebříky pro hasiče pomocí RTG fluorescenční spektroskopie

Zabezpečení dokumentu:

Dokument je majetkem TÚPO. Bez písemného souhlasu organizace nesmí být metodika TÚPO reprodukována.

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 2/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

OBSAH

Předmluva	3
Úvod	3
1 Předmět metodiky TÚPO	3
2 Normativní odkazy	3
3 Termíny, definice a seznam zkratk	3
4 Podstata metody	3
5 Přístroje, zařízení, materiály a programy	4
6 Pracovní postup	4
6.1 Příprava přístroje (zařízení)	4
6.2 Odběr a zacházení se zkušebními vzorky	5
6.3 Postup zkoušky	5
6.3.1 Postup A	5
6.3.2 Postup B.....	7
7 Vyjádření a výsledků	8
8 Protokol o výsledcích zkoušek	8
Příloha A Specifikace přístroje se schématy přístroje a jeho částí	9
Příloha B Technická specifikace měřidel	9
Příloha C Zajišťování kvality zkoušek	10
Příloha D Validační protokol	11
Příloha E Nejistota výsledku stanovení	14
Příloha F Rozdělovník	15
Příloha G Změnový list	15
Příloha H Prohlášení o seznámení	15
Bibliografie	16

Přílohy A-H jsou pouze součástí originálu dokumentu

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 3/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

Předmluva

Tento dokument vypracovalo OVV - TÚPO pro potřebu výzkumu a vývoje a PTE. TÚPO se podílí na zabezpečování úkolů náležejících do působnosti Ministerstva vnitra podle § 24, odst. 1 písm. j), k) a r) a podle § 24 odst. 2 zák. č. 133/1985 Sb., o požární ochraně ve znění pozdějších předpisů.

Úvod

Rentgenová fluorescenční spektrometrická analýza se zakládá na charakteristickém rentgenovém záření emitovaném atomy vzorku. Vlnová délka charakteristického rtg záření je pro atomy daného prvku konstantní a jejím rozlišením lze tak určit přítomnost daného prvku ve vzorku – tedy určit kvalitu. Intenzita charakteristického záření je úměrná koncentraci daného prvku ve vzorku a jejím měřením lze tedy určit kvantitu. V rentgenové fluorescenční spektrometrii se využívá emisních spekter.

Rentgenovou fluorescenční spektrometrii používáme v kvalitativní (využívá toho, že mají prvky konstantní vlnovou délku charakteristického rtg záření), ale také kvantitativní (využívá toho, že intenzita charakteristického záření je úměrná koncentraci) elementární analýze prvků od protonového čísla 11 (sodík) až po protonové číslo 92 (uran). Jedná se o multiprvkovou formu testování. Použití metody je univerzální, od metalurgie a strojírenství, přes medicínu až po kontrolu životního prostředí.

1 Předmět metodiky TÚPO

Tato metodika popisuje:

- A) Kvalitativní chemickou analýzu tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie.
- B) Kvantitativní analýzu hliníkových slitin používaných pro zásahové žebříky pro hasiče pomocí RTG fluorescenční spektroskopie.

2 Normativní odkazy

ASTM E1621-13 Standard Guide for Elemental Analysis by Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry [1]

ČSN EN 15309 Charakterizace odpadů a půd – Stanovení elementárního složení metodou rentgenové fluorescence [2]

3 Termíny, definice a seznam zkratk

FLX-SP1 – SWS - skleněný materiál

NCS DC 73376 – geochemický vzorek horniny

HYDRO 2013-2/1-01 – referenční materiál

RTG záření - elektromagnetické záření uvolňované při přechodu elektronů mezi vnitřními elektronovými hladinami atomů

4 Podstata metody

Ke vzniku rtg záření je nutné, aby se atom nacházel v excitovaném stavu – někde ve vnitřní slupce atomu chybí elektron. Z důvodu nestability stavu dochází téměř okamžitě k zaplnění díry na nižší hladině elektronem z vyšší hladiny. Rozdíl energií E se přitom vyzáří

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 4/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

jako elektromagnetické rentgenové záření (foton o příslušné energii). Energie elektronů v určité sféře jsou specifické pro každý atom (prvek). Proto i rozdíly energií při přeskoku jsou pro každý atom specifické. Existují tedy známé a pevné vztahy mezi atomovými čísly prvků a jim odpovídajícími energiemi záření.

Při vlastním měření je připravený vzorek umístěn do vzorkovacího prostoru, uzavřen a ozářen rtg světlem z Pd rentgenky. Jako nosný plyn se používá helium o čistotě 4.8. Pro stanovení celého spektra prvků s protonovým číslem od 11 do 92 je využito 8 terčůků:

Číslo terčůku	Označení terčůku
1	HOPG krystal
2	Mo
3	Korund (Al ₂ O ₃)
4	Pd
5	Zn
6	Csl sekundární
7	Co
8	Zr sekundární

5 Přístroje, zařízení, materiály a programy

- rentgenový fluorescenční spektroskop XEPOS firmy Spectro
- PC Dell Optiplex GX 520
- zdroj záložní pro RTG spektroskop APC SMART UPS 1500 VA USB
- tiskárna HP Deskjet 5940
- softwarový balíček Xlab Pro 5.1, který se skládá ze čtyř hlavních modulů a to Method administration, Job manager, Routine dialog a Spectra viewer
- talíř 12 pozicemi pro vzorek
- talíř s 8 pozicemi pro vzorek – umožňuje rotaci vzorku, pro nehomogenní materiály
- váhy analytické
- tlaková láhev s heliem
- měřicí kyveta s polypropylenovou fólií o vnitřním průměru 24 mm
- SWS: FLX – SP1, NCS DC 73376, HYDRO 2013-2/1-01

6 Pracovní postup

6.1 Příprava přístroje (zařízení)

1. Měření všech vzorků by mělo probíhat za stejných podmínek, teplota v místnosti by měla být víceméně konstantní.
2. Příklad se zapne do „standby modu“.
3. Otevře se přívod helia na tlakové láhvi. Během měření by neměl dojít plyn v tlakové láhvi.
4. Nastavíme tlak He na tlakové láhvi na 0,8 baru.
5. Před měřením je nutné zapnout RTG lampu minimálně 30 min před měřením - při pravidelném měření (denně, min. 1x týdně) a 1 h - při odstávce minimálně jeden měsíc.
6. V případě, že přístroj není používán pravidelně, je nutné RTG lampu zapnout alespoň na 1h měsíčně. [3]

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 5/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

6.2 Odběr a zacházení se zkušebními vzorky

a) Pevné látky – prášky

3 g prášku se rozdrtí do měřicí kyvety s vnitřním průměrem 24 mm. Dno kyvety je přikryto 4 µm polypropylenovou folií. Po naplnění by měl být prášek jemně sklepnut ke dnu, abychom se vyhnuli vzduchovým bublinám na dně.

b) Pevné látky – kovy

Kovové vzorky jsou ideálně ve tvaru disku o průměru 35-40 mm, větší vzorky lze měřit bez použití talíře položením na kovový držák filmu, který se položí na měřicí okénko. Kovový držák drží na místě pomocí magnetu. Měřicí povrch kovu by měl být vyleštěný brusným papírem neobsahující korund a karbid křemíku. [5]

c) Pevné látky – plasty

Pro měření lze použít jak granule, tak pevné vzorky ve formě disku o průměru 35-40 mm. 4g granulí se umístí do měřicí kyvety s vnitřním průměrem 24 mm. Dno kyvety je přikryto 4 µm polypropylenovou folií. Pro snížení tzv. objemového efektu u disků ve srovnání s granulemi by hmotnost vzorku neměla přesáhnout 4g. [6]

d) Kapalné látky

3 g kapaliny se nalije do měřicí kyvety s vnitřním průměrem 24 mm. Dno kyvety je přikryto 4 µm polypropylenovou folií. Pro analýzu vícefázových kapalin nebo vysoce prochavých kapalin se doporučuje použití 3 g dobře homogenizované směsi připravené užitím 6 g vzorku a 2 g uhlí.

6.3 Postup zkoušky

6.3.1 Postup A

Kvalitativní analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie [4]

1. Pro nehomogenní materiály vybereme talíř s 8 pozicemi, jinak necháme talíř s 12 pozicemi.
2. V Job Manageru se naedituje název zkoušeného vzorku a zvolí se metoda měření. Pro pevné látky se použije metoda „TurboQuant-Pellets_1“, „TurboQuant-Powders“ nebo „TurboQuant-Alloys_1“ pro kovové materiály, „FP-Plast ROHS“ metoda pro plasty a pro kapalné látky „TurboQuant-Liquids“.
3. Do Routine Dialogu se vloží z Job Manageru naeditovaný vzorek a vybere se pozice, na které bude umístěn vzorek.
4. Do vzorkovacího prostoru se vloží připravená kyveta se vzorkem nebo vzorek ve tvaru disku a uzavře se kryt.
5. V Routine Dialogu se ikonkou START spustí vlastní měření.
6. Při měření se udržuje průtok plynu (gas flow) mezi hodnotami 75 až 80 l/hod.
7. Po skončení všech měření se přístroj vypne ze „standby modu“.

Přehled limitů detekce (LOD) prvků pro jednotlivé metody měření je uveden v následujících tabulkách.

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 6/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

**Limity detekce (LOD) jednotlivých prvků pro metody měření TurboQuant-Pellets_1“
a „TurboQuant-Powders”**

Prvek	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca
LOD [µg/g]	100,0	20,0	20,0	5,0	3,0	2,0	2,0	10,0	10,0
Prvek	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn
LOD [µg/g]	2,0	1,0	1,0	1,0	1,0	3,0	0,5	0,5	0,5
Prvek	Ga	Gr	As	Se	Br	Rb	Y	Zr	Nb
LOD [µg/g]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0
Prvek	Mo	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te
LOD [µg/g]	1,0	5,0	5,0	2,0	2,0	10,0	3,0	3,0	3,0
Prvek	I	Cs	Ba	La	Ce	Pr	Nd	Er	Yb
LOD [µg/g]	3,0	4,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	5,0	2,0
Prvek	Lu	Hf	Ta	W	Pt	Au	Hg	Tl	Pb
LOD [µg/g]	2,0	1,0	1,0	1,0	0,0	0,0	1,0	1,0	1,0
Prvek	Bi	Th	U						
LOD [µg/g]	1,0	1,0	1,0						

Limity detekce (LOD) jednotlivých prvků pro metodu měření „TurboQuant-Alloys_1

Prvek	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Ti	V	Cr
LOD [µg/g]	100,0	20,0	5,0	3,0	2,0	10,0	10,0	2,0	1,0	1,0
Prvek	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se
LOD [µg/g]	1,0	1,0	3,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Prvek	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Rh	Pd	Ag	Cd
LOD [µg/g]	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	1,0	5,0	5,0	2,0	2,0
Prvek	In	Sn	Sb	Te	Cs	Ba	La	Ce	Pr	Nd
LOD [µg/g]	10,0	3,0	3,0	3,0	4,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Prvek	Hf	Ta	W	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Th
LOD [µg/g]	1,0	1,0	1,0	0,0	0,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Prvek	U									
LOD [µg/g]	1,0									

Limity detekce (LOD) jednotlivých prvků pro metodu měření „FP-Plast ROHS“

Prvek	S	Cl	Cr	Zn	As	Br	Cd	Sb	Hg
LOD [µg/g]	2,0	2,0	1,0	0,5	0,5	0,5	2,0	3,0	1,0
Prvek	Pb								
LOD [µg/g]	1,0								

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 7/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

Limity detekce (LOD) jednotlivých prvků pro metodu měření „TurboQuant-Liquids“

Prvek	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca
LOD [µg/g]	1000,0	100,0	20,0	5,0	3,0	2,0	2,0	10,0	10,0
Prvek	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn
LOD [µg/g]	2,0	1,0	1,0	1,0	1,0	3,0	0,5	0,5	0,5
Prvek	Ga	Gr	As	Se	Br	Rb	Y	Zr	Nb
LOD [µg/g]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0
Prvek	Mo	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te
LOD [µg/g]	1,0	5,0	5,0	2,0	2,0	10,0	3,0	3,0	3,0
Prvek	I	Cs	Ba	La	Ce	Pr	Nd	Er	Yb
LOD [µg/g]	3,0	4,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	5,0	2,0
Prvek	Lu	Hf	Ta	W	Pt	Au	Hg	Tl	Pb
LOD [µg/g]	2,0	1,0	1,0	1,0	0,0	0,0	1,0	1,0	1,0
Prvek	Bi	Th	U						
LOD [µg/g]	1,0	1,0	1,0						

6.3.2 Postup B

Kvantitativní chemická analýza Al slitin pro výrobu přenosných žebříků pro hasiče pomocí RTG fluorescenční spektroskopie

1. Pro měření lze použít talíř s 8 nebo 12 pozicemi nebo měření provádíme bez talíře.
2. Před měřením se provede MCA kalibrace pro zajištění kontroly polohy píku ve spektru pro daný prvek, pomocí FLX – SP1.
3. Před samotnou analýzou se pro kontrolu proměří referenční materiál HYDRO 2013-2/1-01.
4. V Job Manageru se naedituje název zkoušeného vzorku a zvolí se metoda měření „Alloy-Al ladder“.
5. Do Routine Dialogu se vloží z Job Manageru naeditovaný vzorek a vybere se pozice, na které bude umístěn vzorek.
6. Do vzorkovacího prostoru se vloží připravená kyveta se vzorkem, vzorek ve tvaru disku nebo se vzorek umístí bez talíře a následně se uzavře kryt.
7. V Routine Dialogu se ikonkou START spustí vlastní měření. Měření se 3x opakuje.
8. Při měření se udržuje průtok plynu (gas flow) mezi hodnotami 75 až 80 l/hod.
9. Vyhodnocuje se obsah následujících prvků: Al, Cu, Mg, Si, Fe, Mn, Zn, Ti a Cr.
10. Po skončení všech měření se přístroj vypne ze „standby modu“.

Přehled limitů detekce (LOD) jednotlivých prvků pro metodu měření „Alloy-Al ladder“ je uveden v následující tabulce.

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 8/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

Limity detekce (LOD) jednotlivých prvků pro metodu měření „Alloy-Al ladder“

Prvek	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Ti	V	Cr
LOD [μg/g]	100,0	20,0	5,0	3,0	2,0	10,0	10,0	2,0	1,0	1,0
Prvek	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se
LOD [μg/g]	1,0	1,0	3,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Prvek	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Rh	Pd	Ag	Cd
LOD [μg/g]	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	1,0	5,0	5,0	2,0	2,0
Prvek	In	Sn	Sb	Te	Cs	Ba	La	Ce	Pr	Nd
LOD [μg/g]	10,0	3,0	3,0	3,0	4,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Prvek	Hf	Ta	W	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Th
LOD [μg/g]	1,0	1,0	1,0	0,0	0,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Prvek	U									
LOD [μg/g]	1,0									

7 Vyjádření a výsledků

Postup A: V případě, že určíme pouze výskyt jednotlivých prvků ve vzorku, je výsledkem spektrum nebo tabulka s procentuálním zastoupením jednotlivých prvků.

Postup B: V případě, že stanovujeme přesný obsah prvků v hliníkových slitinách, je výsledkem spektrum nebo tabulka s přesným procentuálním zastoupením jednotlivých prvků.

8 Protokol o výsledcích zkoušek

Protokol o výsledcích zkoušek musí obsahovat minimálně následující údaje:

- název a adresu zkušební laboratoře,
- jednoznačnou identifikaci protokolu, každé jeho strany a počtu jeho stran,
- jméno a adresu zákazníka,
- popis a identifikaci předmětu zkoušení,
- datum přijetí předmětu zkoušky, datum provedení zkoušky a datum vystavení protokolu,
- identifikaci zkušební metody, informaci o všech případných odchylkách od ní a veškeré další informace, které souvisejí se zkouškou nebo s podmínkami jejího provedení,
- informaci o podmínkách, které mohou mít vliv na výsledek zkoušky,
- výsledek zkoušky,
- jméno a podpis odpovědné osoby,
- prohlášení o tom, že se výsledky zkoušek týkají jen zkoušeného předmětu (příp. uvedeného místa, předmětu a času měření), a že bez písemného souhlasu zkušební laboratoře se nesmí protokol reprodukovat jinak, než celý,
- počet výtisků protokolu, označení neakreditovaných metod, metod zajištěných subdodavateli a metod, u kterých byl využit flexibilní rozsah akreditace.

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 9/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

Příloha A Specifikace přístroje se schémata přístroje a jeho částí

Technická specifikace rentgenového fluorescenčního spektroskopu



Obr. č. 1 Rentgenový fluorescenční spektroskop Xepos

Veličina	Hodnota
Elektrické připojení	120 V/230 V, střídavý proud $\pm 10 \%$, 50/60 Hz
Provozní rozsah napětí	93 V – 132 V/187 V – 264 V
Příkon	150 W
Pojistka	16 A
Teplotní rozsah	+ 10 °C - + 30 °C
Optimální teplotní rozsah	+ 20 °C - + 25 °C
Vlhkost vzduchu	10 – 80 %
Tlak	0,8 \pm 0,3 bar
Kvalita	$\geq 99,996 \%$
Spotřeba plynu	< 100 l/hod

Příloha B Technická specifikace měřidel

Název měřidla	Ev. č.	Rozsah	Rozlišení
Digitální teploměr s vlhkoměrem Boneco	M 17	(0 – 50) °C (15 – 85) %	0,1 °C 1 %
Digitální barometr GPB 2300	M 19	(0 – 1300) mbar	1 mbar
Fluorescenční rentgen SPECTRO XEPOS	131		
Referenční materiál HYDRO 2013-2/1-01	M 74		
Referenční materiál FLX-SP1	M 82		
Referenční materiál NCS DC 73376	M 210		

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 10/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

HYDRO 2013-2/1-01 – referenční materiál

Prvek	Obsah prvku [hm. %]	Nejistota [hm. %]
Al	98,5	-
Cu	0,0713	± 0,0015
Mg	0,498	± 0,013
Si	0,495	± 0,011
Fe	0,1937	± 0,0028
Mn	0,0615	± 0,0012
Zn	0,0225	± 0,0010
Ti	0,0235	± 0,0004
Cr	0,0171	± 0,0004

NCS DC 73376 - geochemický vzorek horniny (M 210)

Prvek	Jednotka	Certifikovaný obsah	Minimální hodnota	Maximální hodnota
SiO ₂	[hm. %]	66,27	59,64	72,90
Al ₂ O ₃	[hm. %]	16,33	14,70	17,96
Na ₂ O	hm. %]	5,30	4,24	6,36
Fe ₂ O ₃	[hm. %]	3,12	2,50	3,74
CaO	[hm. %]	2,66	2,13	3,19
K ₂ O	[hm. %]	2,60	2,08	3,12
MgO	[hm. %]	1,63	1,30	1,96

FLX-SP1 – SWS - skleněný materiál (M 82)

Příloha C Zajišťování kvality zkoušek

C.1 Všeobecně

Kvalita zkoušek se zajišťuje:

- dodržení předepsaných odběrů vzorků a přípravy měření,
- dodržení předepsaného postupu zkoušek, viz část 6.2,
- dodržení předepsaného vyjádření výsledků, viz část 7,
- verifikací přístrojů/zařízení a kontrolním měřením správnosti provádění zkoušky, viz C.2,
- mezilaboratorními porovnávacími zkouškami (PT),
- pravidelným prováděním globální recalibrace 1-2 ročně nebo při potížích, kontrola složení,
- pravidelným prováděním MCA kalibrace 1x měsíčně, kontrola polohy píku ve spektru pro daný prvek. V případě kvantitativního měření se MCA kalibrace provádí pravidelně před měřením (např. ráno před měřením sady vzorků).

C.2 Kontrolní měření správnosti provádění zkoušky

Kontrolní měření správnosti provádění zkoušky pro kvalitativní i kvantitativní stanovení se provádí 1x ročně nebo po opravě přístroje pomocí referenčního materiálu NCS DC 73376 postupem specifikovaným v kapitole 6. Výsledkem je tabulka s procentuálním zastoupením prvků. Koncentrace jednotlivých prvků musí být v rozmezí minimálních a maximálních hodnot uvedených v tabulce v příloze B.

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 11/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

Příloha D Validační protokol



MINISTERSTVO VNITRA
ČGŘ - Hasičského záchranného sboru České republiky
Technický ústav požární ochrany
Zkušební laboratoř TÚPO
Písková 42, 143 01 Praha 412

PROTOKOL O ZKOUŠCE

č. 532-2018

Zadavatel: vedoucí OVV TÚPO

Č.j.: -

Předmět zkoušky: Vzorek. č. 1 HYDRO 2013-2/1-01 – referenční materiál

Datum převzetí vzorku: březen 2018

Datum provedení zkoušky: 14. 12. 2018

Obsah:

1. Předmět zkoušky
2. Účel zkoušky
3. Technický popis
4. Zkušební předpis
5. Místo, datum a podmínky zkoušky
6. Způsob provedení
7. Měřicí zařízení a přístroje
8. Výsledky zkoušek

Vypracoval: Ing. Romana Friedrichová, Ph.D.

Schválil: Bc. Jan Karl
vedoucí OVV

Datum: 17. 12. 2018 Razítko :

Zkušební laboratoř TÚPO prohlašuje, že výsledky zkoušky platí pouze pro předmět zkoušek specifikovaný v tomto protokolu. Bez písemného souhlasu Zkušební laboratoře TÚPO nelze protokol reprodukovat jinak než celý.

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 12/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

1. Předmět zkoušky

Vzorek. č. 1 HYDRO 2013-2/1-01 – referenční materiál

2. Účel zkoušky

Posouzení způsobilosti zařízení a vhodnosti postupu podle Metodiky TÚPO č. 24-18 pro účel ZL TÚPO. Vhodnost je posouzena porovnáním naměřených hodnot se známým složením referenčního materiálu.

3. Technický popis

Vzorek č. 1 je kovový materiál - slitina hliníku ve tvaru nízkého válečku o rozměrech 1,5 x 5 cm (výška x průměr), používaný jako referenční materiál.

Vzorek č. 1 k určení chemického složení připravila k měření vybroušením povrchu Ing. Friedrichová, Ph.D.

4. Zkušební předpis

Metodika TÚPO č. 24-18, postup B: „Kvantitativní chemická analýza Al slitin pro výrobu přenosných žebříků pro hasiče pomocí RTG fluorescenční spektroskopie“

5. Místo, datum a podmínky zkoušky

Zkouška byla provedena v laboratoři č. 302 TÚPO v Praze Modřanech dne 14. 12. 2018

Podmínky zkoušky:

- atmosférický tlak p_0 98,6 kPa
- teplota vzduchu t_0 (20,4 – 20,5) °C
- relativní vlhkost vzduchu 25,0 % rel.

6. Způsob provedení

Zkouška byla provedena podle metodiky TÚPO uvedené v kapitole 4 tohoto protokolu.

7. Měřicí zařízení a přístroje

Název měřidla/přístroje	Evidenční č.	Kalibrace do
Fluorescenční rentgen Spectro Xepos	131	
Digitální teploměr s vlhkoměrem BONECO	M 17	10. 3. 2022
Digitální barometr GPB 2300	M 19	14. 4. 2020

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 13/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

8. Výsledky zkoušky

Tab. č. 1 Výsledky měření

Prvky	Al	Cu	Mg	Si	Fe	Mn	Zn	Ti	Cr
1. měření [hm. %]	98,54	0,0643	0,4719	0,5291	0,1785	0,0566	0,0203	0,0276	0,0165
2. měření [hm. %]	97,52	0,0696	0,4523	0,5284	0,1918	0,0612	0,0220	0,0303	0,0173
3. měření [hm. %]	97,54	0,0668	0,4604	0,5242	0,1847	0,0592	0,0211	0,0264	0,0167
Průměr [hm. %]	97,87	0,067	0,462	0,527	0,185	0,059	0,021	0,028	0,017
Nejistota [hm. %]	0,696	0,005	0,033	0,031	0,012	0,004	0,002	0,004	0,002

Tab. č. 2 Porovnání výsledků měření se složením referenčního materiálu

Výsledky měření									
Prvky	Al	Cu	Mg	Si	Fe	Mn	Zn	Ti	Cr
Průměr [hm. %]	97,87	0,067	0,462	0,527	0,185	0,059	0,021	0,028	0,017
Nejistota [hm. %]	0,696	0,005	0,033	0,031	0,012	0,004	0,002	0,004	0,002
Složení referenčního materiálu									
Prvky	Al	Cu	Mg	Si	Fe	Mn	Zn	Ti	Cr
Složení [hm. %]	98,5	0,071	0,498	0,495	0,194	0,062	0,023	0,024	0,017
Nejistota [hm. %]	-	0,002	0,013	0,011	0,003	0,0012	0,001	0,0004	0,0004

Hodnoty koncentrací jednotlivých prvků spolu se stanovenými nejistotami měření odpovídají koncentracím prvků referenčního materiálu.

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 14/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

Příloha E Nejistota výsledku stanovení

Výpočet stanovení nejistoty se provádí pouze pro kvantitativní analýzu ze třech opakovaných stanovení. Způsob odhadu rozšířené nejistoty (U) je popsán v tab. č. E1. Pro každý prvek se nejistota stanovuje zvlášť.

Tab. č. E1 Odhad nejistoty výsledku stanovení hmotnostních koncentrací prvků



Poř.č.	Veličina	Hodnota/výpočet
1	Hodnoty jednotlivých výsledků	c_1
		c_2
		c_3
2	Výsledek stanovení	$c = (c_1 + c_2 + c_3)/3$
3	Výběrové rozpětí $h_1 - h_3$	$R = c_{\max} - c_{\min} $
4	Standardní nejistota typu A (u_A)	$u_A = (k_3 \cdot R)/3^{1/2} = 0,5908 \cdot R/3^{1/2}$
5	Standardní nejistota typu B (u_B)	$u_B = (u_{1B}^2 + u_{2B}^2 + u_{3B}^2)^{1/2}$
6	Kombinovaná nejistota (u_C)	$u_C = (u_A^2 + u_B^2)^{1/2}$
7	Rozšířená nejistota (U)	$U = k_{95\%} \cdot u_C = 2 \cdot u_C$
8	Vyjádření výsledků s nejistotou	$c = c \pm U$

Vysvětlivky:

- c_1, c_2 a c_3 výsledky prvního, druhého a třetího měření
 k_3 součinitel pro odhad směrodatné odchylky z výběrového rozpětí třech měření
 R výběrové rozpětí
 k_{95} koeficient rozšíření s 95 % spolehlivostí
 u_{1B} nejistota typu B dle prvkového složení referenčního materiálu s uvedenou nejistotou
 u_{2B} odhad nejistoty typu B pro chybu měření přístroje dle opakovaného měření vzorku v jednom bodě vzorku
 u_{3B} odhad nejistoty typu B pro nehomogenitu materiálu dle opakovaného měření vzorku na různých místech vzorku

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 15/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

Příloha F Rozdělovník




Evid. č. výtisku	Přidělení			Vrácení	
	Jméno příjemce	Podpis příjemce	Datum přidělení	Přijal	Datum
1	Ing. Jan Karl.		6.5.2020		
2	Laboratoř č. 302		6.5.2020		

Příloha G Změnový list

Č. změny	Č. kapitoly / strana	Důvod změny	Datum změny	Změnu provedl	Schválil

Příloha H Prohlášení o seznámení

Byl (a) jsem seznámen (a) s obsahem metodiky TÚPO a zavazuji se, že budu ustanovení tohoto dokumentu dodržovat a naplňovat je.

Jméno pracovníka	Datum seznámení	Podpis účastníka	Změna č. 1	Změna č. 2	Změna č. 3
Ing. Jan Karl	6.5.2020				
Ing. Romana Friedrichová, Ph.D.	6.5.2020				
Ing. Milan Růžička	6.5.2020				

MV-GŘ HZS ČR-TÚPO Zkušební laboratoř TÚPO č. 1011.2	Metodika TÚPO č. 24-18 Kvalitativní a kvantitativní chemická analýza tuhých látek a kapalin pomocí RTG fluorescenční spektroskopie	Strana č. / počet stran: 16/16 Nahrazuje stranu č.:	
		Změna č.:	Datum vydání: 5. 5. 2020

Bibliografie

- [1] ASTM E1621 Standard Guide for Elemental Analysis by Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry
- [2] ČSN EN 15309 Charakterizace odpadů a půd – Stanovení elementárního složení metodou rentgenové fluorescence
- [3] Manuál pro přístrojové vybavení spektrometru Xepos – Benchtop XEF Spectrometer, Version 1.0, SPECTRO 2004
- [4] Příručka pro programové vybavení spektrometru SPECTRO IQ, Verze 3.0, SAI GmbH & Co. 2006.
- [5] Spectro XRF Report Nr. XRF-36, Rev. 0 – Analysis of Metal Alloys Using TurboQuant
- [6] Spectro XRF Report Nr. XRF-21, Rev. 0 – Analysis of Polymer Granulate According to the RoHS Directive