

ISPITIVANJA FIZIKALNO KEMIJSKIH SVOJSTAVA UGLJENA U CENTRALNOM KEMIJSKO-TEHNOLOŠKOM LABORATORIJU HEP d.d.

Marija Lučić, dipl. ing, Ana-Marija Bašnec, dipl. ing, Ljubica Janeš, dipl. ing.

HRVATSKA ELEKTROPRIVREDA, Sektor za termoelektrane,

Zagreb, Hrvatska

e-mail: Marija.Lucic@hep.hr, Anamarija.Basnec@hep.hr, Ljubica.Janes@hep.hr

SAŽETAK

U referatu su prikazane metode i postupci laboratorijskog ispitivanja fizikalno kemijskih svojstava ugljena u Centralno-kemijsko tehnološkom laboratoriju. Parametri koji se određuju potrebni su za vodenje tehnološkog procesa termoelektrana Plomin 1 i 2, za određivanje veličine štetnih emisija u okoliš, te za potrebu nabave tog energenta na svjetskom tržištu.

Prikazan je slijed postupaka i dokumentacije od preuzimanja, čuvanja i pripreme uzoraka, fizikalno-kemijskih ispitivanja do izrade završnog izvještaja o ispitivanju, kao i pregled odgovarajuće opreme i usklađenost metoda ispitivanja s međunarodno priznatim standardima. Posebno je istaknuto uspješno sudjelovanje CKTL-a u međunarodnom programu ispitivanja ospozobljenosti laboratorija za analizu ugljena APLAC TO24 Coal, pregled dobivenih rezultata i njihova statistička obrada.

Obzirom da je CKTL za sada jedini laboratorij u RH s ovako cijelovitim programom ispitivanja ugljena, na kraju su prikazane i mogućnosti pružanja usluga izvan HEP-a.

Ključne riječi: ugljen, termoelektrane, laboratorijska ispitivanja, međulaboratorijska ispitivanja, fizikalno-kemijski parametri, oprema, norme.

ABSTRACT

This paper states the methods and procedures in physical and chemical laboratory testing of coal in CKTL. Determined parameters are necessary for technological process in power plants Plomin 1 and 2, for determining the harmful emission rate in environment and for purchasing coal on the world market. A sequence of activities and documentation, starting with taking over the samples, continuing with storing and preparing samples, physical and chemical testing and finishing with written reports, are described. A review of appropriate equipment and compliance with international standards are also given.

Particularly noted were the successful participation of the laboratory in APLAC TO24 International Coal Proficiency testing program, summary of results and corresponding statistical analysis of data. Due to the fact that in present, CKTL is the only laboratory in Croatia with this complete program of coal testing, in the conclusion, a review of possibilities to offer laboratory coal testing outside HEP, is mentioned.

Key words: coal, power plants, laboratory testing, between-laboratories testing, APLAC.

1. UVOD

Procjena buduće uporabe energetika i budućeg utjecaja elektroenergetskih postrojenja na okoliš ovisi o njihovim karakteristikama, među kojima su:

- ◆ raspoloživost,
- ◆ cijena i
- ◆ ekološki utjecaj.

Vezano za raspoloživost, ugljen je najrašireniji energet među fosilnim gorivima. Karakteriziraju ga veoma velike zalihe kao što je vidljivo iz Tablice1:

Tablica 1. Zalihe fosilnih goriva u EJ (10^{18} J)[1]

FOSILNA GORIVA	UTVRĐENE ZALIHE	POTENCIJALNE ZALIHE
Kruta goriva	41 994	142 120
Tekuća goriva	6 113	8 360
Plinovita goriva	5 903	11 681

Za razliku od zaliha tekućih goriva, a posebno zaliha prirodnog plina, nalazišta ugljena su ravnomjernije raspoređena u svijetu. Najveće zalihe ugljena se nalaze u Rusiji, SAD-u, Kini, Australiji, Južnoj Africi, a u Europi: u Njemačkoj, Poljskoj, Slovačkoj i Velikoj Britaniji.

Cijena ugljena ovisi radi li se o površinskom ili dubinskom nalazištu, plaćama rudara, produktivnosti rada, kvaliteti ugljena i opremi rudnika. Cijena proizvodnje ugljena u zapadnoeuropskim zemljama je relativno visoka, čak je nekoliko puta viša od cijene uvoznog ugljena iz prekomorskih ili istočnoeuropskih zemalja (Australije, Južne Afrike, SAD, Poljske), unatoč troškovima transporta.

U energetskim analizama za buduće elektrane redovito se računa s cijenom ugljena suglasno današnjoj uvoznoj cijeni tog energenta ($50\text{-}60 \text{ USD/tce}=1,7\text{-}2,0 \text{ USD/GJ}$)[1].

Za budućnost se predviđaju vrlo stabilne cijene ugljena za jedno duže razdoblje.

Uzme li se u obzir navedena cijena ugljena i tehnologija modernih termoelektrana, cijena goriva po jedinici proizvedene električne energije u termoelektrani na ugljen je u granicama $1,5\text{-}1,8 \text{ UScenti/kWh}$ [1].

Poznato je da Hrvatska nema toliko fosilnih goriva da bi mogla na njima temeljiti značajniju izgradnju elektrana. Iz toga slijedi da izgradnja elektrana na fosilna goriva nužno je vezana na uvoz tih energenata. Što se tiče tekućih goriva, za sada u HEP-u vlada mišljenje da se ne namjerava u budućnosti graditi niti jedna nova elektrana takvog tipa.

Od obnovljivih izvora postoji određen broj lokacija za izgradnju hidroelektrana, međutim taj potencijal nije značajniji, a ni ekonomski učinci se u ovom trenutku ne čine jako povoljni.

Iz svega nevedenog može se zaključiti da energenti budućnosti su plin i ugljen.

Strateška važnost opskrbe ugljena u odnosu na opskrbu plinom je ta što je opskrba ugljenom uvijek moguća transportom brodovima (90% ugljena na svjetskom tržištu se transportira morskim putem, a osim toga količine ugljena su dovoljne za pokriće potrebe energetike u narednom stoljeću, dok se za raspoložive količine plina to ne bi moglo reći. Kao nedostaci ugljena smatraju se poteškoće skladištenja, manja ogrijevna vrijednost u usporedbi s tekućim gorivima i plinom, te veći utjecaj na okoliš: preostali pepeo, CO_2 , NO_x i SO_2 .

Danas jedine naše termoelektrane koje koriste ugljen kao energet su Plomin 1 i 2.

Plomin 1 je u pogonu od 1970 godine, s maksimalnom trajnom snagom od 105 MW. Prosječna godišnja proizvodnja električne energije je $E_{sr}= 380 \text{ GWh}$ (za razdoblje od 74 do 97 godine).

Plomin 2 je počeo s radom 2000. godine, s maksimalnom trajnom snagom od 210 MW.

Planirana godišnja proizvodnja termoelektrane Plomina 2 je 1200 GWh.[2]. S obzirom na lokaciju, osim blokova 1 i 2, postoji mogućnost proširenja, odnosno izgradnje novoga bloka.

2. OPREMLJENOST CENTRALNO-KEMIJSKO TEHNOLOŠKOG LABORATORIJA ZA ANALIZU UGLJENA

Centralno-kemijsko tehnološki laboratorij (CKTL) nalazi se u sklopu Sektora za termoelektrane, Direkcije za proizvodnju, Hrvatske elektroprivrede.

Povjest analize ugljena u CKTL-u seže još od 1938. godine kada je u sklopu EL-TO Zagreb osnovan Pogonski laboratorij čija je funkcija bila analiza ugljena za potrebe rada termoelektrana na ugljen.

Oprema laboratorija nalazila se u današnjim prostorijama, a 1968 godine, do tada Pogonski laboratorij, oformljen je kao Centralno-kemijsko tehnološki laboratorij (CKTL).

Postupan prestanak analiza ugljena u laboratoriju, počeo je s promjenom energenta elektrana u Zagrebu, s ugljena na loživo ulje. Od tada se laboratorij isključivo bavio ispitivanjem kvalitete loživog ulja za potrebe rada termoelektrana.

S ponovnim razvojem i uvođenjem novih metoda za analizu ugljena u CKTL-u se započelo 2001. god. u svrhu ispitivanja kvalitete ugljena potrebnog za rad termoelektrana Plomin 1 i 2.

2.1. Oprema

S obzirom da se neki od instrumenata koji se koriste za ispitivanja kvalitete loživog ulja, mogu koristiti i za određivanje istih parametra u ugljenu, zaključeno je da nabavom opreme za pripremu uzorka ugljena za analizu, CKTL će biti potpuno opremljen laboratorij za kompletan ispitivanja kvalitete ugljena.

Tijekom 2001. godine nabavljeni su i potrebni uređaji za kompletan pripremu uzorka ugljena: Komora za sušenje, mlin, tresilica i sita, te hidraulička preša.

U Tablici 2. navedeni su svi instrumenti zajedno s godinom prispjeća u CKTL, koji se koriste za analizu ugljena.

Tablica 2. Popis instrumenata za ispitivanje ugljena, prema godini prispjeća u CKTL

BR.	INSTRUMENTI	SVRHA	GOD. PRISPJEĆA U CKTL
1.	AUTOMATSKI KALORIMETAR: LECO AC-300	određivanje kalorične vrijednosti	1991.
2.	CHN ANALIZATOR: LECO	određivanje sadržaja C, H, N	1992.
3.	ODREDIVANJE SADRŽAJA SUMPORA: S-MAT 5500	određivanje sadržaja sumpora	1995
4.	XRF SPEKTROFOTOMETAR: OXFORD ED 2000	određivanje mineralnog sastava	2000
5.	KOMORA WTW TS 606/2	određivanje sadržaja grube vlage	2001
6.	MLIN: RETSCH SK100	usitnjavanje uzorka ugljena	2001
7.	TRESILICA I SITA: RETSCH AS 200	prosijavanje uzorka ugljena	2001
8.	HIDRAULIČKA PREŠA: SPECAC 25011	tabletitanje uzorka	2001
9.	MUFOLNA PEĆ: LENTON FURNACES	određivanje sadržaja hlapljivih tvari	2001

Osim navedene opreme tijekom prošle godine su nabavljeni i standardni uzorci ugljena koji služe kao Potvrđeni referencijski materijal (Certified reference material)

za izradu novih metoda i provjeru postojećih. Potvrđeni referencijski materijal (CRM) je referencijski materijal koji ima potvrđnicu (certifikat) kojemu je jedna ili više svojstvenih vrijednosti potvrđena postupkom koji dokazuje sljedivost s točnim ostvarenjem jedinice u kojoj su svojstvene vrijednosti iskazane i za koji je svaka potvrđena vrijednost popraćena nesigurnošću tako da je iskazana razina pouzdanosti [6].

2.2. Metode ispitivanja

Osim ispravne i kalibrirane opreme u laboratoriju, za kvalitetne i pouzdane analize neophodno je pronaći odgovarajuću metodu ispitivanja, koja se zatim mora slijediti u svim svojim dijelovima. Poželjno je da takva metoda ispitivanja bude Međunarodno priznata (ISO, EN, ASTM, DIN..) i Hrvatski usvojena norma (HRN).

Gotovo sve metode ispitivanja kvalitete ugljena su normirane, što znači da postoji Međunarodno priznata norma koja točno propisuje određenu metodu. No, unatoč tome, Hrvatska za sada nije preuzela niti jednu međunarodno priznatu normu za ispitivanje ugljena. Tablica 3. prikazuje popis parametara koji se određuju u CKTL-u, tijekom analize ugljena, zajedno s popisom odgovarajućih metoda ispitivanja.

Tablica 3. Popis parametara i metoda ispitivanja

Red. br	ANALIZA	Jedinična vrijednost	METODA
1.	priprema uzorka	-----	ASTM D 2013
2.	gornja kal. vrijednost	MJ/kg	ASTM D 5865
3.	donja kal. vrijednost	MJ/kg	ASTM D 5865
4.	pepeo	%	ASTM D 3174 ISO 1171
5.	ukupna vлага	%	ASTM D 2013 ASTM D 3302 ISO 331
6.	higrovlaga	%	ISO 331
7.	gruba vлага	%	ASTM D 2013 ASTM D 3302
8.	sagorive tvari	%	računski
9.	C – fix	%	računski
10.	hlapive tvari	%	ASTM D 3175 ISO 562
11.	% C	%	ASTM D 5373
12.	% H	%	ASTM D 5373
13.	% N	%	ASTM D 5373
14.	uk. sumpor	%	ASTM D 4326
15.	% Cl	%	ASTM D 4326
MINERALNA ANALIZA			
16.	sadržaj P ₂ O ₅	%	ASTM D 4326
17.	" Na ₂ O	%	ASTM D 4326
18.	" K ₂ O	%	ASTM D 4326
19.	" CaO	%	ASTM D 4326
20.	" TiO ₂	%	ASTM D 4326
21.	" Fe ₂ O ₃	%	ASTM D 4326

22.	"	MgO	%	ASTM D 4326
23.	"	SrO	%	ASTM D 4326
24.	"	Al₂O₃	%	ASTM D 4326
25.	"	SiO₂	%	ASTM D 4326
26.	"	MnO₂	%	ASTM D 4326

Kao što je vidljivo iz gornje tablice u metodama ispitivanja prevladavaju ASTM standardi (American Society for Testing Materials). Razlog većoj zastupljenosti ASTM standarda u odnosu na ostale Međunarodne priznate standarde je uglavnom zbog: preporuke proizvođača opreme, lakšoj dostupnosti standarda, većoj prisutnosti u literaturi, slijedivosti pojmova itd.

2.3. Rezultati ispitivanja

Ispitivanje svakog parametra radi se prvo sa standardnim uzorkom ugljena poznatih vrijednosti, odnosno s Potvrđenim referencijskim materijalom, što je potvrda ispravnosti metode. Ako se dobivene vrijednosti poklapaju s poznatim (certificiranim) vrijednostima ili odstupaju unutar dozvoljenih granica, tada je moguće pristupiti i određivanju parametra na nepoznatom uzorku ugljena. Svako ispitivanje parametra uzorka radi se najmanje u triplikatu. Krajnji rezultat se iskazuje kao srednja vrijednost tri rezultata

Svaka normirana metoda ispitivanja točno propisuje ponovljivost mjernih rezultata (repeatibilnost), koja se definira kao: "Bliskost međusobnog slaganja rezultata uzastopnih mjerena iste veličine obavljenih pod istim mjernim uvjetima".[7]

Uvjeti ponovljivosti uključuju:

- isti mjerni postupak,
- isti mjeritelj,
- isto mjerilo koje se rabi u istim uvjetima,
- isto mjesto,
- ponavljanje u kratkom vremenskom razmaku.

Ponovljivost (repeatibilnost) rezultata točno određuje dopuštene granice unutar kojih mogu odstupati dva ili više rezultata. Rezultati, čija se odstupanja nalaze unutar dopuštenih odstupanja su prihvatljivi i mogu se uzeti u izračun za krajnji rezultat.

U slučaju da su odstupanja veća od dopuštenih, rezultati se odbacuju i potrebno je ponoviti analizu, a uzroke odstupanja potražiti u radu ispitivača, kvaru na instrumentu, pogrešci u metodi i sl.

Tablica 4. prikazuje neke od ponovljivosti mjernih rezultata kod ispitivanja ugljena.

Tablica 4. Ponovljivost (repeatibilnost) za metode ispitivanja ugljena.

ODREĐIVANJE	PRECIZNOST I JEDINICE	METODA ODREĐIVANJA	PONOVLJIVOST (REPEATIBILNOST)
SADRŽAJ HIGROVLAGE	0,01%	ISO 331	0,2% absolutno
PEPEO	0,01%	ISO 1171:1997	za < od 10 % pepela: 0,2% absolutno za ≥ 10% pepela: 2,0% od srednje vrijednosti
HLAPLJIVE TVARI	0,01%	ASTM D 3175-89a ISO 562	antracit 0,3% bitumen 0,5% <10%: 0,3% absolutno ≥10%: 3% od srednjeg

GORNJA KAL. VRIJ.	0,001 MJ/kg	ASTM D 5865	max. 28 cal/g= 0,117 MJ/kg
UKUPNI SUMPOR	0,001%	ASTM D 4326	0,20+0,09 srednje vrijednosti dva rezultata
SADRŽAJ UGLJIKA: VODIKA: DUŠIKA:	0,001%	ASTM D 5373	0,64% apsolutno 0,16% apsolutno 0,11% apsolutno

Kada je ponovljivost rezultata ispitivanja zadovoljavajuća, iskazuje se krajnji rezultat kao srednja vrijednost rezultata dobivenih uzajamnom analizom istog parametra na istom uzorku, a ako odstupanja premašuju propisanu vrijednost, ponavlja se čitavi postupak.

Rezultati ispitivanja se iskazuju na suhoj osnovi, odnosno u laboratorijskom uzorku suh na zraku (eng: as-determined basis), a prema potrebi se mogu iskazati i preračunavanjem prema normi ASTM D 3180-97 na ostale osnove: dostavni uzorak (as-received basis) i suh uzorak (dry basis) [8].

2.4. Prateća dokumentacija i odgovornosti

Svaki postupak u CKTL-u, od ulaska uzorka ugljena u laboratorij, pa do izrade Izvještaja o ispitivanju i njegovog arhiviranja, prati odgovarajuća dokumentacija s listom odgovornosti za svaki pojedini korak.

DOKUMENT	POSTUPAK	ODGOVORNOST
Nalog za preuzimanje uzorka Evidencijska knjiga	Preuzimanje uzorka	Osoba odgovorna za preuzimanje uzorka
Nalog za ispitivanje	Analiza uzorka ugljena Kontrola rezultata	Ispitivači: A, B, C, D, E. Voditelj kontrole kvalitete
Izvješće o ispitivanju	Upisivanje rezultata i izrada Izvješća o ispitivanju	Ispitivač
Izvješće o ispitivanju	Kontrola Izvješća i potpisivanje	Voditelj kontrole kvalitete Rukovoditelj kem.-tehn. odsjeka.
Evidencijska knjiga	Arhiviranje Izvješća	Osoba odgovorna za arhiviranje

Ovako definiran svaki korak analize, s pratećom dokumentacijom i odgovornostima omogućuje potrebnu slijedivost tijekom čitavog postupka, a i zadovoljava osnovne kriterije za uspostavljanje osiguranja kakvoće u laboratoriju.

3. MEĐULABORATORIJSKA USPOREDdba

Međulaboratorijska usporedba je jedan od osnovnih uvjeta akreditacije laboratorija i priznanja kvalitete njegovog rada. Ona označava organizaciju, provedbu i ocjenu ispitivanja na sličnom ili istom ispitnom uzorku koje provode dva ili više laboratorija pod unaprijed utvrđenim uvjetima.

One se mogu provoditi za potrebe:

- validacije metoda,

- karakterizaciju referencijskih materijala,
- provjeru osiguranja kakvoće u laboratoriju (prvenstveno za otkrivanje sustavnih pogrešaka)[7].

Iz međulaboratorijskih ili kružnih usporedbi dobivaju se slijedeće važne informacije:

- značajke metode,
- raspršenje rezultata pojedinih učesnika ili cijele skupine,
- odstupanje pojedinih učesnika od dobijenog prosjeka.

Ispitni rezultati moraju biti ispravni, točni i usporedivi.

U razdoblju od 10 mjeseca 2000 godine pa do 02 mjeseca 2001. godine CKTL je sudjelovao u Međunarodnom programu ispitivanja sposobljenosti za analizu ugljena: Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation (APLAC).

Važnost sudjelovanja CKTL-a u tom programu bila je višestruka:

- Potvrda od strane organizatora Programa, o točnosti rezultata ispitivanja i sposobljenosti CKTL-a za analize ugljena,
- CKTL je bio jedini hrvatski laboratorij koji je sudjelovao u tom programu,
- Prvi Međunarodni program međulaboratorijskih ispitivanja ikad proveden u CKTL-u.

3.1. Međunarodni program ispitivanja sposobljenosti za analizu ugljena (APLAC TO24)

Državni zavod za normizaciju i mjeriteljstvo, Nacionalna služba za ovlašćivanje (DZNM-NSO) ponudila je mogućnost da se dva hrvatska laboratorija uključe u Međunarodni program ispitivanja sposobljenosti laboratorija za analize ugljena. Program međulaboratorijskih ispitivanja ostvario se u sklopu suradnje EA (European Co-operation for Accreditation) i APLAC-a (Asian Pacific Laboratory Accreditation Co-operation). Organizator programa ispitivanja sposobljenosti laboratorija, koji je odgovoran za dostavu uzoraka, uputa za provedbu ispitivanja, završnu obradu rezultata i izradu konačnog izvještaja je bila NATA (National Association of Testing Authorities, Australia), članica APLAC-a.

Iako je mogućnost predviđala uključivanje dva hrvatska laboratorija u spomenuti Program, jedini je CKTL bio prijavljen za sudjelovanje iz Hrvatske. Razlog tomu je:

- U Hrvatskoj ne postoji niti jedan akreditirani laboratorij za analizu ugljena,
- Laboratoriji koji se i bave analizom ugljena u Hrvatskoj, nedovoljno su poznati i teško dostupni,
- Nedovoljno informacija; slaba suradnja s DZNM-om.

3.2. Opis programa.

- Dana 26.10.2000. godine u CKTL su dostavljena dva uzorka ugljena APLAC 1 i APLAC 2. Osim uzorka National Association of Testing Authorities, Australia (NATA) i Državni zavod za normizaciju i mjeriteljstvo (DZNM), poslali su uputstva za sudjelovanje u Programu, te popis parametara koje je potrebno odrediti u ta dva uzorka: vlaga, pepeo, hlapljive tvari, gornja kalorična vrijednost i ukupni sumpor. Krajnji rok za slanje rezultata bio je 24.11.2000. godine.
- Dana 16.11.2000. na obje adrese (NATA i DZNM) poslani su iz CKTL-a krajnji rezultati analize zadanih parametara na uzorcima APLAC 1 i APLAC 2.

- Dana 19.01.2001. iz DZNM-a su poslane "prave" vrijednosti za ta dva uzorka ugljena, zajedno s uputstvima za statističku obradu podataka.
- U veljači 2001. godine od organizatora Programa: NATA dostavljeno je kompletno izvješće o sudjelovanju u programu APLAC TO 24, te statistička obrada podataka.

3.2. Pregled rezultata mjerjenja i njihova statistička obrada u CKTL-u

Na uzorcima ugljena APLAC 1 i APLAC 2, analizirani su slijedeći parametri: vlaga, pepeo, hlapljive tvari, gornja kalorična vrijednost i ukupni sumpor.

U donjoj tablici dana je metoda prema kojoj se radilo i preciznost u iskazivanju rezultata za pojedini parametar.

Tablica 5. Preciznost, jedinice i metode određivanja

ODREĐIVANJE	PRECIZNOST I JEDINICE	METODA
VLAGA (zrak- sušena osnova)	0,01%	ISO 331:1983 ASTM D 3302
PEPEO	0,01%	ISO 1171:1997 ASTM D 3174
HLAPLJIVE TVARI	0,01%	ASTM D 3175
GORNJA KALORIČNA VRIJEDNOST	0,001 MJ/kg	ASTM D 3286
UKUPNI SUMPOR	0,001%	ASTM D 4239

Uzorci APLAC 1 i APLAC 2, svaki mase 100 g, bili su dostavljeni kao analitički uzorci, s veličinom čestica < 250 µm. Sve rezultate je bilo potrebno iskazati prema suhoj osnovi (uzorak osušen na 105°C), osim određivanja vlage u uzorku sušenom na zraku. Organizatoru programa (NATA) i DZNM-u bilo je potrebno poslati dva rezultata za svako određivanje na uzorku, zajedno s metodama ispitivanja.

U Tablici 6. prikazani su krajnji rezultati dobiveni analizom uzoraka APLAC 1 i APLAC 2, zajedno sa podacima dobivenih statističkom obradom svih rezultata, prema organizatoru programa: NATA.

Tablica 6. Statistička obrada rezultata APLAC 1 i APLAC 2

PARAMETAR	STATISTIKA	APLAC 1	APLAC 2
VLAGA %	BR. MJERENJA (CKTL)	8	3
	REZULTAT (CKTL)	1,29	1,46
	UKUPNI BROJ REZULTATA (NATA)	72	72
	MEDIAN	1,540	1,553
	Norm. IQR	0,186	0,279
	Z- vrijednost	--	
PEPEO %	BR. MJERENJA (CKTL)	4	4
	REZULTAT (CKTL)	5,04	8,31
	UKUPNI BROJ REZULTATA (NATA)	73	73
	MEDIAN	5,025	8,362
	Norm. IQR	0,059	0,074

	Z- vrijednost	-0,62	
HLAPLJIVE TVARI %	BR. MJERENJA (CKTL)	5	8
	REZULTAT (CKTL)	4,69	4,99
	UKUPNI BROJ REZULTATA (NATA)	72	72
	MEDIAN	5,918	6,373
	Norm. IQR	0,611	0,536
	Z- vrijednost	-2,64	
GORNJA KALORIČNA VRIJEDNOST MJ/kg	BR. MJERENJA (CKTL)	10	8
	REZULTAT (CKTL)	34,344	33,098
	UKUPNI BROJ REZULTATA (NATA)	68	68
	MEDIAN	34,0215	32,6968
	Norm. IQR	0,1395	0,1471
	Z- vrijednost	2,57	
UKUPNI SUMPOR %	BR. MJERENJA (CKTL)	28	34
	REZULTAT (CKTL)	0,532	0,616
	UKUPNI BROJ REZULTATA (NATA)	73	73
	MEDIAN	0,554	0,638
	Norm. IQR	0,0285	0,0322
	Z- vrijednost	-0,78	

Objašnjenje pojmova iz Tablice 6:

BR. MJERENJA (CKTL)- Ukupni broj ponavljanja analiza na istom uzorku,

REZULTAT (CKTL)- Srednja vrijednost dva krajnja rezultata,

UKUPNI BROJ REZULTATA (NATA)- Ukupan broj rezultata za određeni parametar i uzorak, dobivenih od svih laboratorija prijavljenih u Programu.

MEDIAN- Srednja vrijednost svih mjerena za određeni parametar i uzorak, dobivenih od svih laboratorija prijavljenih u Programu. Ova vrijednost se uzima kao "prava" vrijednost za svaki parametar.

NORM IQR: Statistička veličina koja prikazuje razliku između gornjih i donjih četvrtina svih vrijednosti. NORM IQR= IQR * 0,7413, gdje je 0,7413 faktor dobiven iz normalne standarde distribucije.

IQR označava INTERQUARTILE RANGE, a računa se kao: IQR= $Q_3 - Q_1$, gdje su Q_3 gornja četvrtina svih vrijednosti, a Q_1 donja četvrtina svih vrijednosti.

Z-VRIJEDNOST: Označava odstupanje dobivenih od "pravih" vrijednosti. Računa se kao: Z-vrijednost = $(S_{1,2} - \text{MEDIAN}) / \text{NORM. IQR}$, gdje je $S_{1,2}$ srednja vrijednost dva rezultata.

Da bi dobiveni rezultat analize bio u dozvoljenim granicama mora vrijediti:

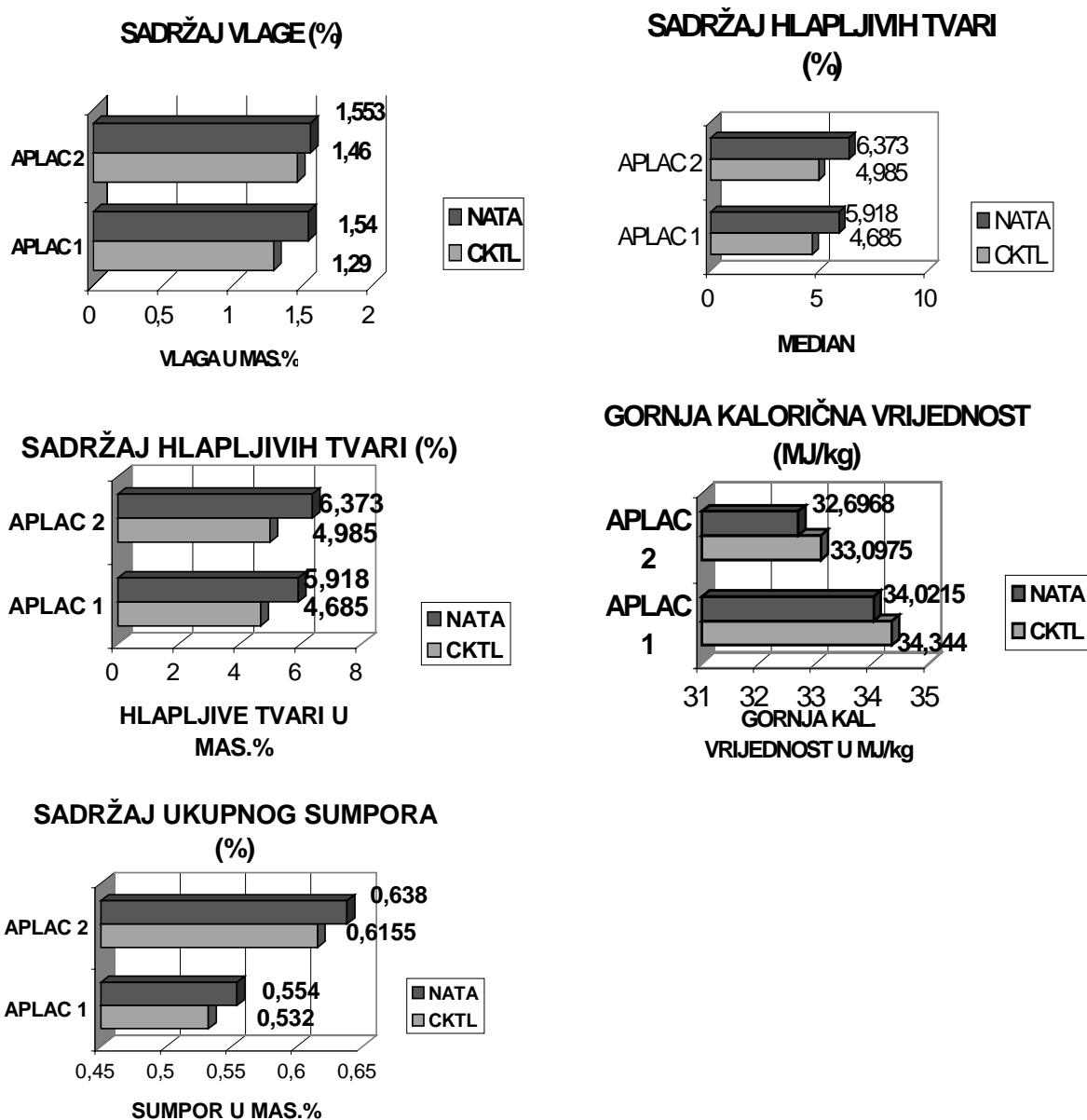
$$-3 < Z\text{-vrijednost} < 3.$$

Najbolji rezultati (rezultati najbliže točnima) su oni kada je Z- vrijednost, što bliže 0.

Iz Tablice 6 je vidljivo da Z-vrijednost, koja je pokazatelj odstupanja međulaboratorijskih rezultata, niti u jednom slučaju, nije manja od -3, niti veća od 3, što bi značilo da su svi rezultati dobiveni u CKTL-u unutar dozvoljenih granica. Najveće odstupanje je kod određivanja sadržaja hlapljivih tvari i gornje kalorične vrijednosti.

Najmanje odstupanje je kod određivanje sadržaja pepela.

Ilustracija 1. daje grafički prikaz usporedbe vrijednosti Mediana (srednja vrijednost svih rezultata- točan rezultat, dobiven od NATA) i vrijednosti dobivenih analizama u CKTL-u, za sve parametre u oba uzorka APLAC 1 i APLAC 2.



Ilustracija 1. Grafički prikaz usporedbe vrijednosti mediana (srednje veličine) NATE i CKTL-a po parametrima i uzorcima.

3.3. Završni izvještaj- NATA

Tijekom veljače 2001. godine u CKTL je dostavljen od strane DZNM-a i NATA završni izvještaj o sudjelovanju u Međunarodnom programu ispitivanja sposobljenosti laboratorijskih za analizu ugljena (APLAC TO24).

U Završnom izvještaju, organizator programa je dao pregled svih rezultata ispitivanja svakog od laboratorijskih koji su sudjelovali u programu, zajedno s odstupanjima (Z-vrijednost) od "pravih" rezultata. Svi podaci su bili prikazani tabelarno i grafički. Osim rezultata ispitivanja dan je i popis svih metoda korištenih u laboratorijskim prilikom određivanja nekog parametra.

Sastavni dio Završnog izvještaja bile su i statističke procedure, proračuni i formule za računanje statističkih veličina navedenih u Izvještaju (Medain, IQR, norm. IQR; Z-vrijednost).

U Tablici 7, navedene su sve zemlje, te broj laboratorijskih izmjeri iz pojedine zemlje koji su sudjelovali u programu APLAC TO24.

Tablica 7. Države koje su sudjelovale u programu APLAC TO 24

Država	Broj lab.	Država	Broj lab.	Država	Broj lab.
Australija	4	Novi Zeland	3	Češka	2
Brazil	2	Portugal	1	Estonija	1
Hrvatska	1	Slovenija	2	Njemačka	4
Danska	1	Tajvan	4	Indija	10
Francuska	2	Nizozemska	2	Italija	2
Hong Kong	2	Vijetnam	1	Malezija	3
Indonezija	4	Belgija	2	Filipini	2
Latvia	1	Kina	8	Slovačka	2
Švedska	1	Tajland	4	Velika Britanija	2
UKUPNO: 73 LABORATORIJA					

Od ukupno 73 laboratorijskih izmjeri, njih 30 je imalo bar jedan neprihvatljivi rezultat, s većim odstupanjima od dozvoljenih. Od ukupno 716 rezultata, 54 rezultata su bila neprihvatljiva (7,5%).

Najviše laboratorijskih izmjeri s neprihvatljivim rezultatima bilo je kod određivanja sadržaja ukupnog sumpora, 14 laboratorijskih izmjeri, a najmanje kod određivanja sadržaja pepela: 5 laboratorijskih izmjeri.

Svi rezultati CKTL-a su bili u dozvoljenim granicama, tako da je CKTL svrstan u onih 43 laboratorijskih izmjeri koji su imali sve rezultate u granicama prihvatljivih odstupanja.

4. ZAKLJUČAK

Centralno-kemijsko tehnološki laboratorijski je u potpunosti opremljen za ispitivanje kvalitete ugljena. Zahvaljujući kontinuiranoj nabavi opreme, uvođenju novih metoda ispitivanja, stalnim stručnim usavršavanjem djelatnika i organizaciji rada s uvedenim elementima sustava kakvoće, CKTL se može svrstati u vrhunski opremljene laboratorijske čije se mogućnosti ispitivanja svakim danom sve više proširuju. Priznanje za ispitivanje kvalitete ugljena CKTL je dobio i sudjelovanjem u Međunarodnom programu osposobljenosti ispitivanja ugljena u kojem je uspješno sudjelovao kao jedini laboratorijski iz Hrvatske.

Cilj i budući planovi usmjereni su izgradnji jednog akreditiranog i svjetski priznatog laboratorijskog izmjera koji bi mogao davati rezultate, za sve pogone koji koriste ugljen kao energetski resurs.

LITERATURA:

1. D. Feretić, Ž. Tomšić, D. Škanata, N. Čavlina, D. Subašić: *Elektrane i okoliš*, Zagreb, 2000
2. Službene internet stranice HEP-a
3. Energetski institut Hrvoje Požar: *Potrebna izgradnja novih elektroenergetskih objekata i postrojenja u razdoblju od 2001. do 2020. godine*, Zagreb, srpanj. 2001.
4. Energetski institut Hrvoje Požar: *Razvitak elektroenergetskog sustava Hrvatske do 2030. godine*, Zagreb 1998. godine

5. Ured za strategiju razvijanja Republike Hrvatske: Hrvatska u 21. stoljeću, *Zaštita okoliša*, Zagreb, 2001. godine
6. Povjerenstvo za izobrazbu: *Stručna sposobljenost laboratorija*, 2. izdanje, Zagreb, 1998. godine,
7. V.Gašljević: *Opća načela i koncepti validacije metoda*, Zagreb, 2001. godine,
8. ASTM D 3180-89 (reapproved 1997): *Standard practice for calculating coal and coke analyses from as-determinated to different basis.*
9. APLAC: *Summary of results, Coal proficiency testing program*, Australia, 2001.