



Krav til etablering av metrologisk sporbarhet, kalibrering og kontroll av måleutstyr

Grete Erikstad, Senioringeniør og ledende bedømmer

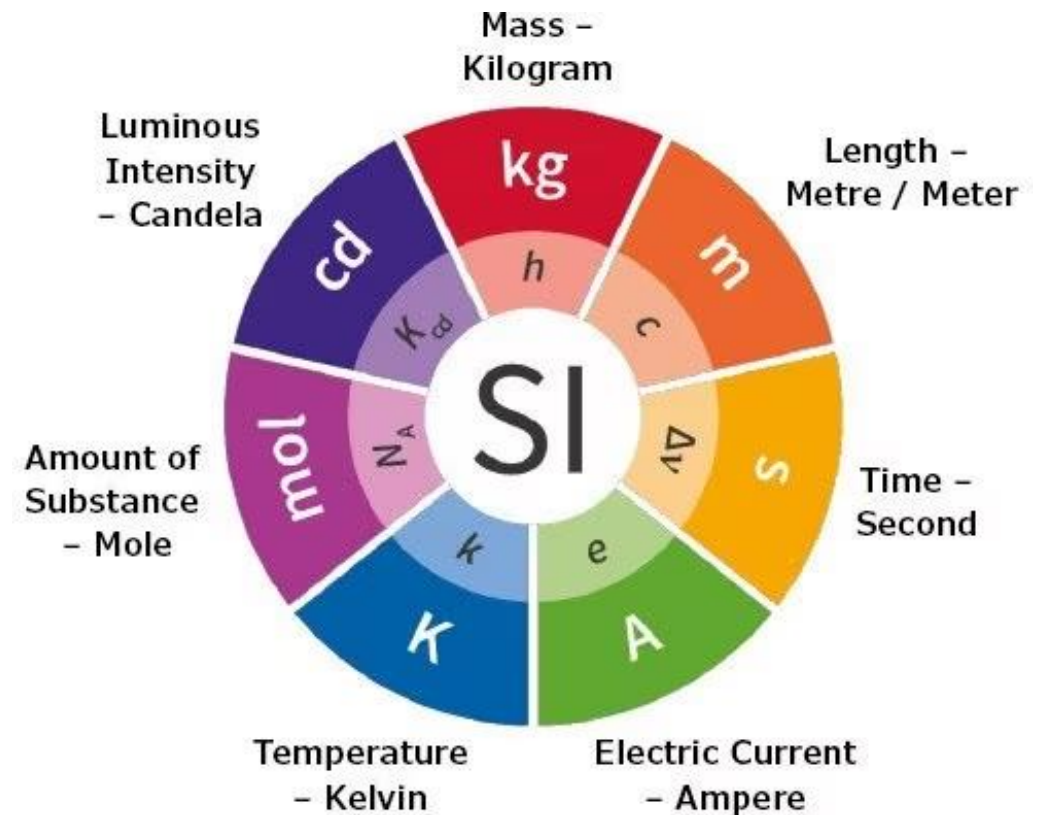
Agenda

- Hvorfor er metrologisk sporbarhet nødvendig?
- Krav i akkrediteringsstandard og ILAC dokumenter
- Kilder til metrologisk sporbarhet
- Krav til kalibrering
- Krav til CRM (sertifisert referansemateriale og RM (referansemateriale)
- Informasjon om revidert NA D00859
- Eksempler på avvik gitt ved bedømming
- Spørsmål og diskusjon

ILAC: International accreditation cooperation

Definisjon – metrologisk sporbarhet

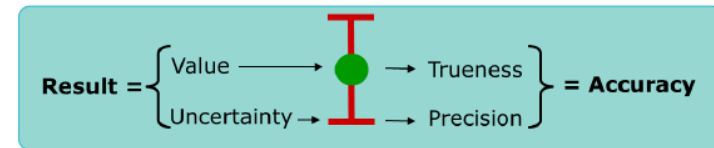
Egenskapen til et måleresultat der resultatet kan knyttes til en referanse gjennom en dokumentert ubrutt kjede av kalibreringer, som er sporbare til de internasjonale SI-enhetene



SI = International System of units

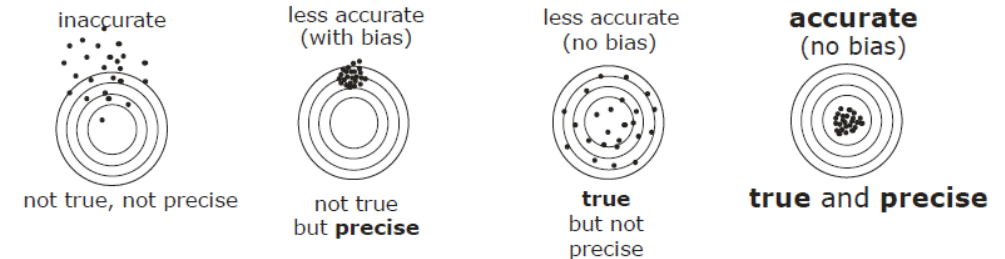
Hvorfor er metrologisk sporbarhet nødvendig?

- Nødvendig fordi vi trenger en «universell sannhet» for å kunne sammenlikne resultater
- Ofte nødvendig for å etablere bias, som vi trenger for å estimere måleusikkerhet.



- **Measurement procedure**

Intended, developed and documented to provide estimates for the values of measurands



- **Result**

Estimated values for measurands following measurement using an appropriate procedure, including properties such as uncertainty and traceability

Hentet fra:

Presentasjon: The importance of traceability – Eurachem Scientific Workshop 2023, May 22-23, 2023

Ved å sikre metrologisk sporbarhet kan måleresultater sammenlignes

- Mellom ulike laboratorier
- Utført på ulik tidspunkt og steder
- Ulike instrumenter



- Dette muliggjør konsistente og nøyaktige målinger og forbedrer tilliten til analyseresultater.
- Metrologisk sporbarhet er spesielt viktig innen felt der presise og nøyaktige målinger er avgjørende for beslutningstaking, produktkvalitet og sikkerhet.



Krav i NS-EN ISO/IEC 17025

6.5 Metrologisk sporbarhet for måleresultater

6.5.2: Sporbarhet til SI kan etableres gjennom

- Kalibrering levert av et kompetent laboratorium (akkreditert i.h.t. ISO/IEC 17025)
- Sertifiserte verdier til referansematerialer levert av kompetent produsent med sporbarhet til SI
- Direkte realisering av SI-enheter med sammenligning mot referanse

Se Annex A (veiledning)

Laboratoriet er ansvarlig for å etablere metrologisk sporbarhet i samsvar med akkrediteringsstandarden

Kap 5.5.c – prosedyrer skal dokumentere hvordan laboratoriet imøtekommer krav til metrologisk sporbarhet

ILAC – Policy og veiledende dokumenter

- ILAC P10:2020
 - Krav til metrologisk sporbarhet og ekstern kalibrering
 - Kravene gjelder uavhengig av om målingene utføres under f.eks. ISO/IEC 17020 eller ISO/IEC 17025
- ILAC P14:09/2020
 - Policy for måleusikkerhet i kalibreringer
- ILAC G24:2022
 - Veiledning for bestemmelse av kalibreringsintervall for måleinstrument
- ILAC krav er implementert i NA D00859 og Vilkår for å være akkreditert NA D00072

ILAC = International Laboratory Accreditation Cooperation

Kilder til metrologisk sporbarhet

Kalibrering

Hva er kalibrering

- **Kalibrering er en sammenligning** mellom en kjent målestandard sin måleverdi og ukjent (objekt/instrument).
 - For å fremskaffe et måleresultat av det ukjente
 - Ved spesifiserte betingelser.
 - Inkluderer måleusikkerhet
- **Kalibrering må ikke forveksles med justering eller regulering.**
- **NB! Begrepet «selvkalibrering» brukes ofte feil**



Kalibrering

Førstevalg

- NMI med kalibreringstjeneste under CIPM MRA
- Akkreditert kalibreringslaboratorium under ILAC-ordning

Dersom disse alternativene ikke finnes eller ikke er teknisk mulig:

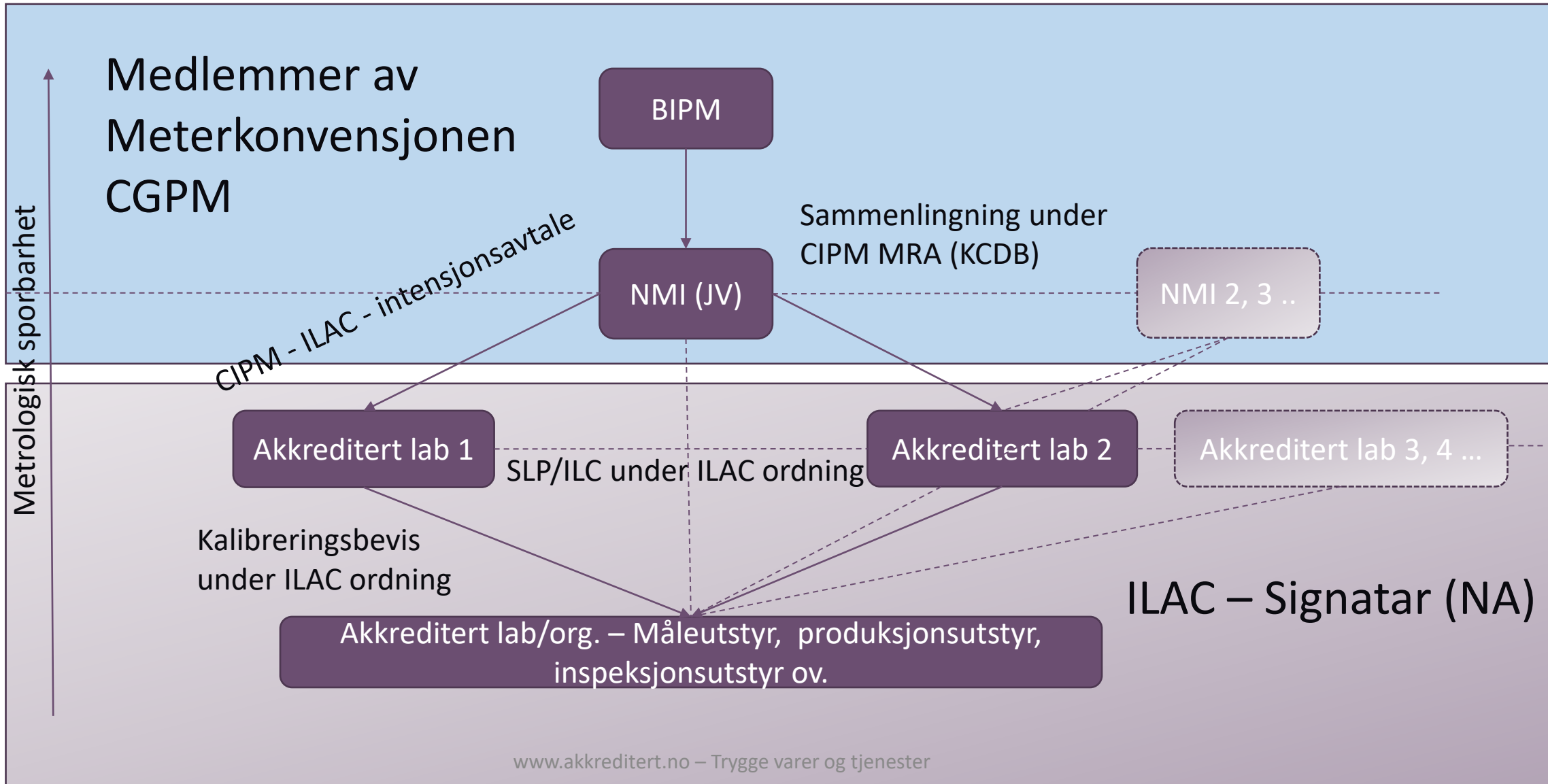
- Tjeneste fra NMI som er anerkjent av akkrediteringsorganet (ikke under CIMP MRA)
- Kalibreringslaboratorium som anerkjennes i tråd med relevante krav i NS-EN ISO/IEC 17025

NMI: National metrology institutes

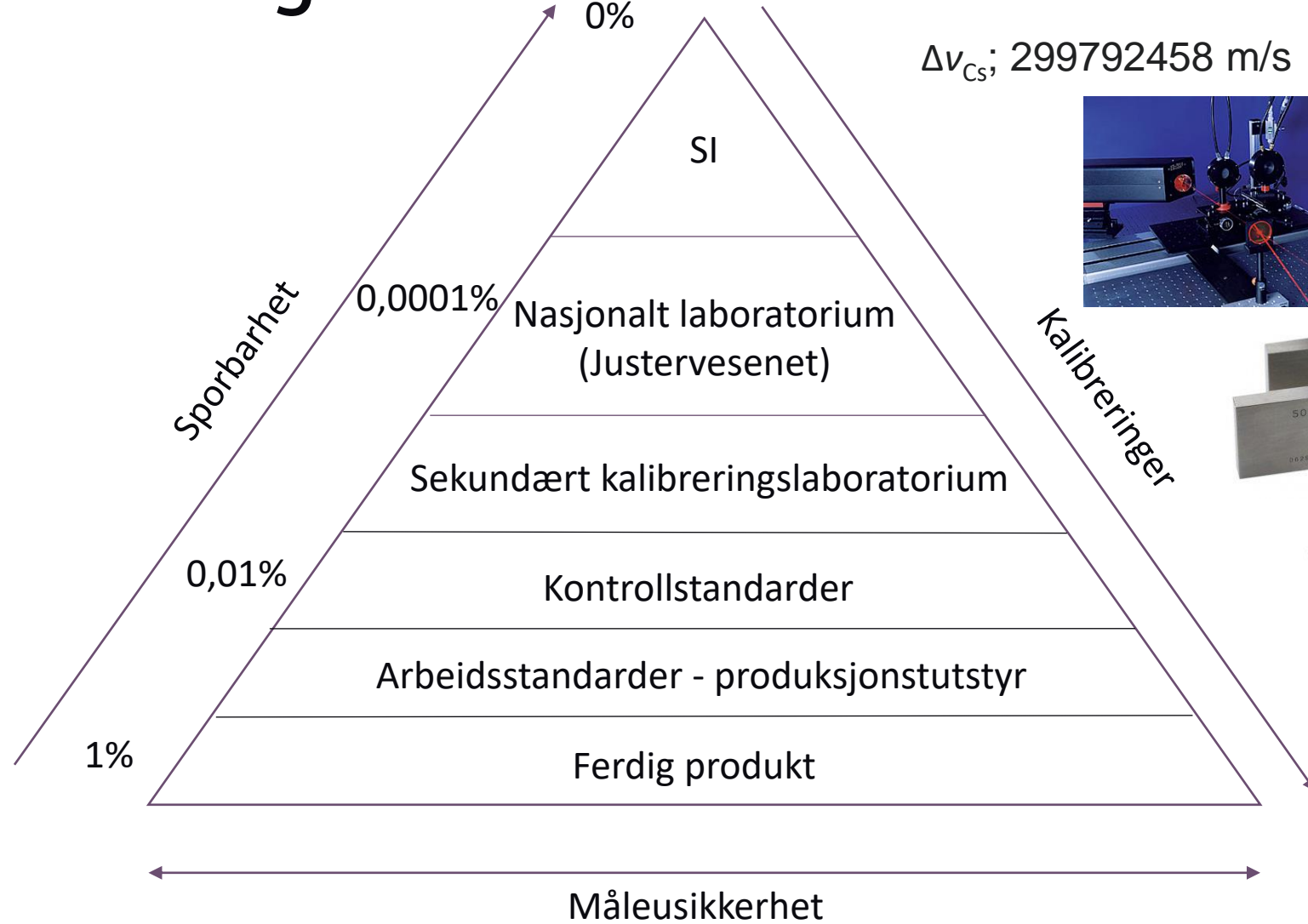
CIPM: International committee on weights and measures

MRA: Mutual recognition arrangement

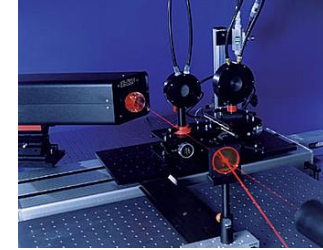
BIPM/CIPM- ILAC



Kalibreringshierarki



Δv_{CS} : 299792458 m/s



ISO/IEC 17025 – Krav til kalibrering av utstyr

- 6.4.6 Utstyr skal kalibreres når:
 - Nøyaktighet eller usikkerhet påvirker resultatet
 - Nødvendig for å etablere metrologisk sporbarhet
- 6.4.7 og 6.4.8 kalibreringsprogram og merking av utstyr
- 6.4.13 Krav til registreringer – f.eks. dato for neste kalibrering

Kalibrering≠Kontroll

- Ser ofte at begrepene forveksles

Kalibrering

Kalibrering er en systematisk sammenligning mellom to målinger, hvor den ene har kjent mengdeverdi og måleusikkerhet (gitt av en anerkjent målestandard) og den andre kommer fra instrumentet som blir kalibrert

Verifisering og kontroll av måleutstyr

Verifisering og kontroll av måleutstyr refererer til prosessen med å bekrefte at et produkt, system, eller prosess møter spesifikke krav. Innen metrologi betyr dette å bekrefte at et måleinstrument fungerer som forventet og gir nøyaktige resultater. Det er viktig å understreke at verifisering og kontroll av måleutstyr ikke etablerer metrologisk sporbarhet, og dette må ikke forveksles med kalibrering.

- Krav til utstyrskalibrering forveksles ofte med krav i 6.5 – krav til etablering av metrologisk sporbarhet for måleresultater.
- En kalibrering forblir bare gyldig så lenge måleinstrument forblir stabilt. Har ikke instrumentet forventet ytelse så er kalibrering ugyldig, uavhengig av tidspunkt for kalibrering

Eksempel:

Utførende kalibreringslaboratorium

Registrering av instrumenteier og detaljer om instrument

Oppsummering av målemetode

Avlesning på referanse

Avlesning på instrument

Erklæring av måleusikkerhet og metrologisk sporbarhet

KALIBRERINGSBEVIS

Utgitt av: Måleteknisk sporbarhet AS

Utgivelsesdato: 07.12.2022 Sertifikatnummer: 1234

Måleteknisk sporbarhet AS

Nordahl Bruns gate 20A

0165 Oslo

MTS AS

Instrumenteier: Laboratorium AS, Forskningsparken 2, Oslo

Instrument: Termometer Produsent A, Type B

Serienummer: 123456



Tid og sted for kalibrering:

Oslo, 06.12.2022

Kalibreringen er utført av: **Petter Presis / Overingeniør**

Målemetode:

Kalibreringen er gjennomført ved å sammenligne kunden sitt instrument med vårt referanseinstrument. Kalibreringen er utført ved nedsenking i oppvarmet oljebad.

| Referanse [°C] | Avlesning [°C] | Korreksjon [°C] | Usikkerhet [°C] |
|----------------|----------------|-----------------|-----------------|
| 50,0 | 50,9 | 0,9 | 0,5 |
| 100,0 | 101,0 | 1,0 | 0,5 |
| 200,0 | 200,9 | 0,9 | 0,5 |

Måleusikkerhet:

Måleusikkerheten er oppgitt som utvidet usikkerhet gitt av et intervall av en normalfordeling som gir en deknings sannsynlighet på ca. 95 %. Det er benyttet en dekningsfaktor $k=2$. Måleusikkerheten er beregnet i samsvar med EA-4/02 M:2022.

Sporbarhet:

Referanseinstrumentet er kalibrert hos NMI. Kalibreringen er sporbar til det internasjonale målesystemet (SI) gjennom anerkjent kalibrering hos måleinstitutt i samsvar med ISO/IEC 17025:2017

Forhold under kalibreringen:

Temperatur i laboratoriet var $20,0\text{ °C} \pm 2,0\text{ °C}$

Benyttede instrumenter og normaler:

Intern referanse, skråsikkert termometer nr.1

Oljebad nr. 1

NA-logo og akkrediteringsnummer

Registrering av tidspunkt

Utførende personell hos laboratoriet

Måleusikkerhet

Kalibreringskorreksjon

Kilder til metrologisk sporbarhet

Referansematerialer:

CRM

RM

Definisjoner

- Referansemateriale (RM) er homogent og stabilt materiale hvor en eller flere egenskaper er bestemt, slik at det kan brukes til å kalibrere måleutstyr, vurdere en målemetode eller gi verdier til andre materialer.
- Sertifisert referansemateriale (SRM) er referansemateriale med sertifikat som bekrefter at en eller flere av egenskapene er bestemt på en måte som gir metrologisk sporbarhet og der verdien er angitt med usikkerhet.

Valg

Førstevalg er sertifisert referansemateriale

- Produsert av NMI
- Akkreditert referansematerialeprodusent under ILAC-ordning

Dersom disse alternativene ikke finnes eller ikke er teknisk mulig:

- Referansamaterialeprodusent som annerkjennes i tråd med relevante krav i NS-EN ISO/IEC 17025 og 17034

NMI:Nasjonalt metrologisk institutt

Different quality levels and their most important attributes



Level of Certification & Traceability

National Metrology (eg. NIST, PTB, BIPM, METAS)

- Issued by an authorized body
- Considered as highest level of accuracy and traceability

Certified Reference Material (CRM) (ISO 17034, ISO/IEC 17025)

- Considered to provide the highest level of accuracy, uncertainty, and traceability to an SI unit of measurement
- Manufactured by an accredited Reference Material Producer

Reference Material (RM) (ISO 17034)

- Characterized to requirements that are less demanding than for a certified reference material
- Manufactured by an accredited Reference Material Producer

Analytical Standard (ISO 9001)

- Certificate of Analysis available
- Level of certification varies

Reagent Grade / Research Chemical

- May come with a Certificate of Analysis
- Are not characterised for use as reference materials

Riktig valg av referanse påvirker nøyaktigheten av måleresultatet, gir sporbarhet til SI-enheten og muliggjør sammenligning av resultater

NS-EN ISO 17034:2016 Krav til kompetanse hos RMP (referansematerialeprodusenter)

17034 dekker produksjonen av referansematerialer, både sertifiserte og ikke-sertifiserte.

Den lister først opp kravene for RM, og deretter spesifikke tilleggskrav for CRM

En produsent av CRM må derfor følge de generelle kravene for et RM, samt oppfylle de spesifikke CRM-kravene.

Krav til kompetanse hos RMP

- En referansemateriale produsent (RMP) må sikre at kravene i ISO 17025 oppfylles, fordi ISO 17034 refererer til denne flere ganger.
- Tilleggskrav i ISO 17034 går blant annet på vurdering av homogenitet og stabilitet, krav til planlegging av produksjonen, og dokumentasjon.

Hva inneholder et CRM sertifikat

- Utløpsdato
- Lagringsforhold (temperatur)
- Sertifisert verdi
- Utvidet usikkerhet
- Erklæring om metrologisk sporbarhet
- Målemetode
- Tiltenkt bruk og stabilitetsgaranti
- Signaturer og **akkrediteringsstempel**

Hva brukes det til

Etablering av
metrologisk
sporbarhet for
måleresultater

Validering og
verifisering av
testmetoder

Kvalitetskontroll

Krav i NS-EN ISO/IEC 17025

Kap 6.4 Utstyr

6.4.1, 6.4.11 og 6.4.13

Kap 7.2.2 Validering av metoder

Kap 7.7 Sikring av gyldighet av resultatene

Referansemateriale

- Samme funksjon som SRM
- Mangler anerkjennelse av tredjepart
- Kan benyttes om
 - tilsvarende materiale ikke er tilgjengelig som SRM
 - laboratoriet utfører evaluering i tråd med krav i NS-ISO/IEC 17025

Den akkrediterte organisasjoner skal demonstrere at SRM-er/RM-er er levert av en kompetent produsent og at de er egnet for den tiltenkte bruken.

Når sporbarhet til SI ikke er teknisk mulig

Laboratoriet skal kunne vise metrologisk sporbarhet til en passende referanse

- Resultater fra referanseprosedyrer, spesifiserte metoder
- Standarder basert på konsensus (faglig forankret, dokumentert og akseptert) som er egnet og sikret gjennom sammenligning.

Bruk av CRM og RM utgått på dato

- Diskutert internasjonalt
- Kvantitative målinger: kan ha en signifikant påvirkning på nøyaktighet grunnet konsentrasjonsforandringer og degradering
- Kvalitative målinger: Muligens mindre kritisk da disse brukes til identifikasjon eller klassifisering

Konklusjon: godtas **ikke** dersom det finnes tilgjengelig på markedet

NA D00092 veiledning til mikrobiologiske laboratorier

- Bruk av referansestammer fra internasjonale eller nasjonale kultursamlinger
- Rutiner for bruk av referansestammer i laboratoriet skal være beskrevet.
- Laboratoriene skal følge leverandørens anbefaling for oppbevaring og holdbarhet.
- Ved leveringsproblemer fra produsent, kan det i en kortere periode benyttes referansestammer der holdbarheten er overskredet dersom laboratoriet kan dokumentere at:
 - bestilling av nye referansestammer er sendt inn før holdbarhetstiden utløp,
 - kontroll av vekst og karakteristika er utført, inkludert kvantitative kontroller der dette er relevant, og bruksegenskapene for det aktuelle anvendelsesområde ikke er endret.

Revisjon av NA D00859

- NAD00859 ble publisert første gang høsten 2021.
- NA har over tid mottatt kommentarer og innspill fra akkrediterte virksomheter og interessenter
- NA startet med å revidere dokumentet høsten 2023
- Sendt ut på høring til et utvalg tekniske bedømmere og brukerforum november 2023
- Publisert 4. desember 2023

Hensikten med revisjonen

- Forbedre språk – tydeligere beskrivelse av krav
- Fjerne tekst ment som veiledning. Hele kapittel 7 er tatt ut.
- Innholdet i dokumentet er ikke endret.

Beskriver fortsatt krav til etablering av metrologisk sporbarhet for de rapporterte resultatene og inkluderer kravene til sporbar kalibrering, bruk av sertifisert referansemateriale og kontroll av måleutstyr



**ILAC Policy on Metrological
Traceability
of Measurement Results**

| | | | |
|---|--|------------------|---------------------------|
|  | Krav til etablering av metrologisk sporbarhet, kalibrering og verifisering/kontroll av måleutstyr | | Dok.id.:D00859 |
| | | | Krav |
| | Godkjent av: Cecilie Laake | Versjon: 2.00 | Gyldig fra: 04.12.2023 |

Innhold

| | | |
|-------|---|---|
| 1 | Formål..... | 1 |
| 2 | Begreper og definisjoner | 2 |
| 3 | Metrologisk sporbarhet..... | 2 |
| 3.1 | Kilder til metrologisk sporbarhet ved kalibrering | 2 |
| 3.1.1 | Kalibreringsprogram | 3 |
| 3.1.2 | Dokumentasjonskrav | 3 |
| 3.2 | Interne kalibreringer..... | 3 |
| 3.3 | Metrologisk sporbarhet ved bruk av sertifiserte referansematerialer | 3 |
| 3.4 | Når metrologisk sporbarhet til SI ikke er teknisk mulig..... | 4 |
| 4 | Verifisering/kontroll av måleutstyr | 4 |
| 4.1 | Krav til verifisering/kontroll av måleutstyr | 4 |
| 4.2 | Ekstern verifisering/kontroll av måleutstyr | 4 |
| 4.3 | Registreringskrav | 5 |

Endringer

Lagt til følgende i innledningen:

Kalibrering er ikke alltid nødvendig, hvis en faglig risikovurdering viser at måleutstyret ikke påvirker resultatets gyldighet. I alle tilfeller må kravet til metrologisk sporbarhet for måleresultat og parametere som påvirker resultatet oppfylles. Metrologisk sporbarhet kan også etableres ved bruk av sertifiserte referansematerialer.

Eksempler på avvik gitt ved bedømming

Prosedyre for kalibrering og kontroll av måleutstyr oppfyller ikke kravene til intern kalibrering og metrologisk sporbarhet gitt i NA D00859.

- Eksempelvis utføres ikke beregning av måleusikkerhet i forbindelse med rapportering av kalibreringsresultatet og det kan heller ikke dokumenteres deltakelse i ekstern kvalitetskontroll.

Laboratoriet har ikke vurdert behov for kalibrering av temperaturloggere. Det utføres kontroll på kun et punkt med kalibrert referansetermometer

Laboratoriet bruker kalibrert vekt utenfor måleområde

- F.eks. vekta er kalibrert til måleområde mellom 5-15 g.
Laboratoriet bruker vekta til målinger av mengder under 5 g.

Spørsmål?

