

Mi van a mérések mögött? Az akkreditáció fontossága

Bocsi Ildikó
Metrológus szakmérnök
MSZ EN ISO 17043 auditor

TPV Diagnosztikai és Kutató Kft.

AZ AKKREDITÁLT STÁTUSZ NEMZETKÖZILEG ELISMERT ÉS ELFOGADOTT MINŐSÉGI GARANCIA

VIZSGÁLATOK – MÓDSZER SZABVÁNYOK

SZIGETELŐ DIELEKTRIKUMOK SZABVÁNYAI – TERMÉK - ÉS ÜZEMI SZABVÁNYOK

MINŐSÉGIRÁNYÍTÁSI RENDSZER SZABVÁNYA: **MSZ EN ISO/IEC 17025** –a vizsgáló- és kalibrálólaboratóriumok kompetenciájának nemzetközileg elismert szabványa. A szabvány célja annak igazolása, hogy a laboratórium:

- szakmailag felkészült,
- megfelelő műszaki háttérrel rendelkezik,
- szabályozott, dokumentált és nyomon követhető módon működik,
- megbízható és reprodukálható mérési eredményeket szolgáltat.

NEMZETI AKKREDITÁLÓ HATÓSÁG (NAH) EA MLA-aláíró

EA MLA = *European co-operation for Accreditation – Multilateral Agreement* az **European co-operation for Accreditation (EA)** teljes jogú tagja

BIZONYÍTÉKOK

I. AZ EREDMÉNYEK ÉRVÉNYESSÉGÉNEK BIZTOSÍTÁSA AZ MSZ EN ISO/IEC 17025 SZERINT

II. MÉRŐESZKÖZÖK/MÉRŐBERENDEZÉSEK METROLÓGIAI VISSZAVEZETHETŐSÉGE

I. AZ EREDMÉNYEK ÉRVÉNYESSÉGÉNEK BIZTOSÍTÁSA AZ MSZ EN ISO/IEC 17025 SZERINT

- a referenciaanyagok vagy minőség-ellenőrző anyagok használatát; CRM
- az alternatív módszerek használatát, amelyeket kalibráltak a visszavezethető eredmények biztosítása érdekében;
- a mérő- és vizsgálóberendezések funkcionális ellenőrzését (ellenőrzéseit);
- az ellenőrző- vagy használati etalonok alkalmazását szabályozó- (kontroll-) kártyákkal, ahol alkalmazható;
- a mérőberendezések közbenső ellenőrzéseit;
- a megismételt vizsgálatokat vagy kalibrálásokat, ugyanazt vagy különböző módszereket alkalmazva;
- a megőrzött tételek újbóli vizsgálatát vagy újrakalibrálását;
- egy tétel különböző jellemzőire kapott eredmények korrelációját;
- a közölt eredmények átvizsgálását;
- a laboratóriumon belüli összehasonlításokat;
- a vakminta (vakminták) vizsgálatát.

ISMÉTELHETŐSÉG ÉS REPRODUKÁLHATÓSÁG

Ismételhetőség (repeatability, r):

Két független mérési eredmény közötti megengedett különbség azonos laborban, azonos operátorral és eszközzel, rövid időn belül.

Reprodukálhatóság (reproducibility, R):

Két független mérési eredmény közötti megengedett különbség különböző laborok között (eltérő operátor, eszköz, helyszín).

Statisztikai jelentés:

- Az r és R értékek $\approx 95\%$ lefedettségű határértékek
- $\approx 5\%$ valószínűséggel a különbség meghaladhatja ezeket (\approx „20-ból 1 esetben”)
- Alkalmazási szabály:
- $|x_1 - x_2| \leq r$ (azonos labor)
- $|x_{LabA} - x_{LabB}| \leq R$ (különböző laborok)

IEC TC 10: Project in progress

Revising standards

IEC 60666:2010 ED2 - ED3

Detection and determination of specified additives in mineral insulating oils

Project Leader

2021-Mr Patrik Ågren

2024-

Griffin Burk

TARGET

Revision of IEC 60666 main goals

- Revise the main body and annex.

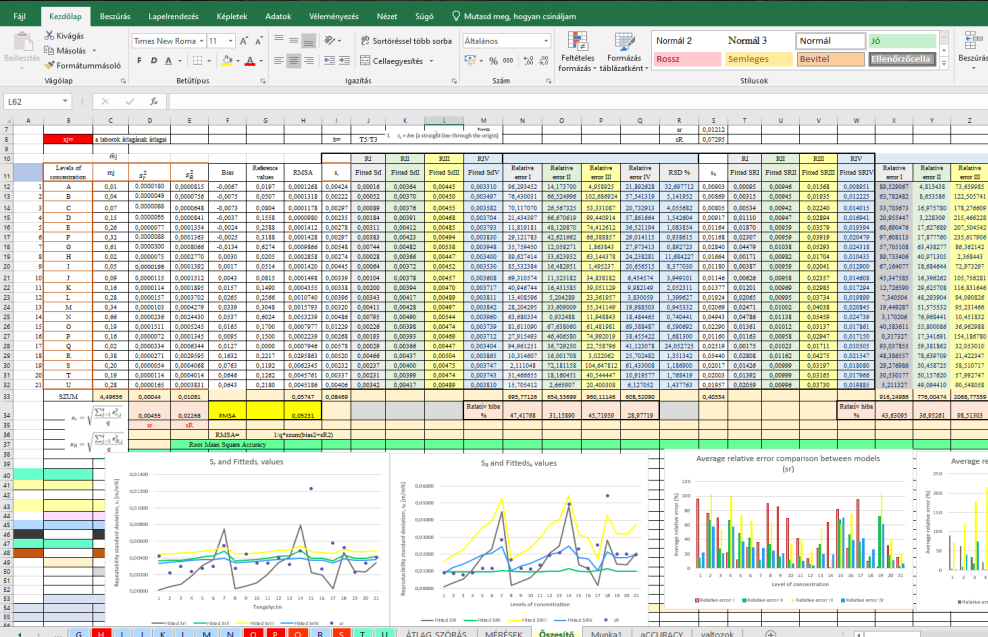
- Revise the precision, repeatability, and reproducibility of the IR method to show

differences in used and unused oils.

Development of a new test method of the determination of additives in Esters

Publication Date

2027-05-31



TPV Diagnostics and Research Ltd.
1155 Budapest,
Wysoczi u. 1. E-5 ép. II. em. 165.

Determination of DBPC in mineral oils by GC-MS method – Evaluation of method repeatability, reproducibility and accuracy according to ISO 5725-2:2019, within the GC-MS RRT organized by the MT 43 working group

Edition: First Edition

Report Unique Identifier:

Prepared by

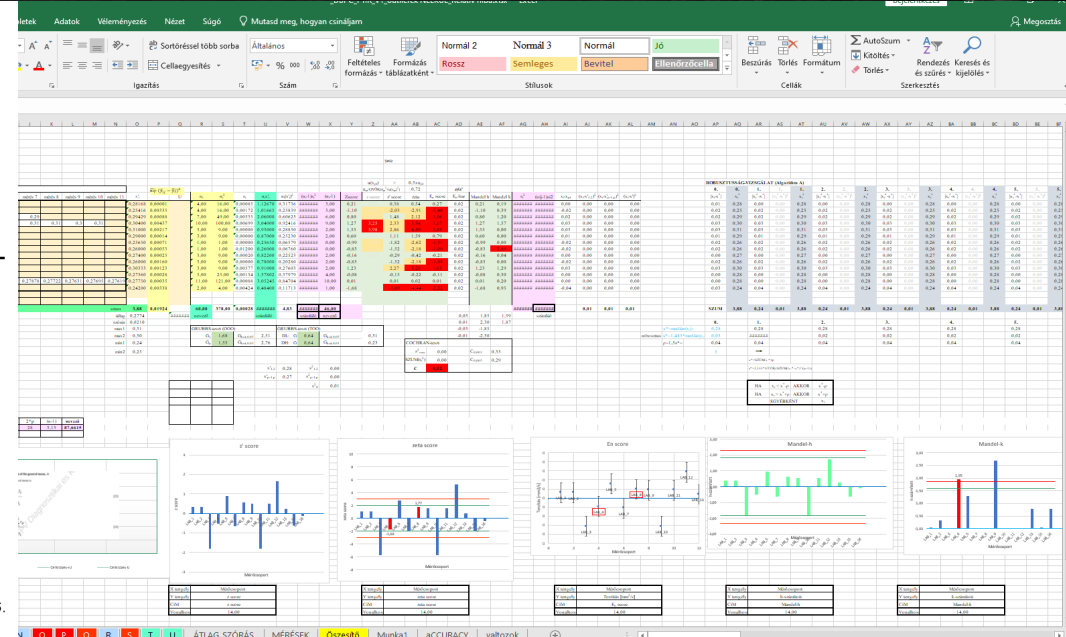
Contact Information:

DBPC_GC-MS_V1/2025

DBPC_GC-MS_V1/2025

Ildikó Bócsi
Certified Metrology Engineer

1155 Budapest,
Wysoczi u. 1. E-5 ép. II. em. 165.
phone: +36 20 226 71 51



2026. 03. 25-27.

II. MÉRŐESZKÖZÖK/MÉRŐBERENDEZÉSEK METROLÓGIAI VISSZAVEZETHETŐSÉGE

KALIBRÁLÁS AKKREDITÁLTAN

Nem hatósági tevékenység

Nem kötelező hitelesítésű mérőeszközök

Laboratóriumi **hőmérők**
Laboratóriumi **analitikai mérlegek**
Sűrűségmérők (areométerek)
Időmérő eszközök
Tolómérők, mikrométerek
Műszerek: multiméterek, feszültségmérők
Villamos tulajdonságot vizsgáló készülékek
Egyéb vizsgálóberendezések

HITELESÍTÉS

Főváros Kormányhivatal Műszaki Engedélyezési és
Mérésügyi Főosztálya által

Hatósági tevékenység

2. számú melléklet a 127/1991. (X. 9.) Korm. rend.

Kötelező hitelesítésű mérőeszközök

joghatással járó mérésre használnak

Fogyasztásmérők (víz, gáz, üzemanyag....)

HASZNÁLATI ETALONKÉNT használnak, akkor
referenciaeszköz:

Súlyok (E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, M₃ pontosságú) - ha

MŰSZAKI HÁTTÉR – METROLÓGIAI VISSZAVEZETHETŐSÉG

A Nemzetközi Tömeg- és Mértékügyi Hivatal (BIPM - (Bureau International des Poids et Mesures) Franciaországban, Sèvres-ben, nemzetközi metrológiai rendszer központja



16-os számú kilogramm etalon
platina-irídium henger
A tömeg nemzeti etalonja



- ~ METROLÓGIAI VISSZAVEZETETTSÉG
- ~ Mérési lánc folyamatoságának biztosítása
- ~ Befolyásolja a mérési eredmény valódi értékét

EREDMÉNY: Megfelelt/nem fellelt meg
Kalibrálási/hitelesítési Bizonyítvány

Főváros Kormányhivatal Műszaki Engedélyezési és
Mérésügyi Főosztály

KELL-E AZ ELTÉRÉSSSEL KORRIGÁLNI?

Kalibrálási bizonyítvány

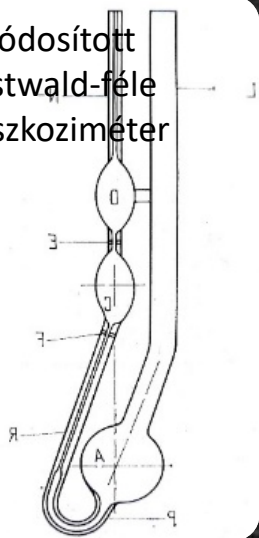
Mérési eredmények (nemzeti etalonra visszavezethetők), $t_0=20\text{ °C}$

Helyes érték	Mért értékek átlaga	Hiba
g/mL	g/mL	g/mL
0,88050	0,88100	+ 0,00050

Hőmérséklet [°C] 20,0	Sűrűség érték 20 °C-on [g/cm ³]	Eltérés [g/cm ³]
KORRIGÁLT	0,8805	
LEOLVASOTT, KORRIGÁLATLAN	0,8810	0,0005
	0,8830	0,0025
	0,8850	0,0045
	0,8870	0,0065
	0,8900	0,0095



Módosított Ostwald-féle viszkoziméter

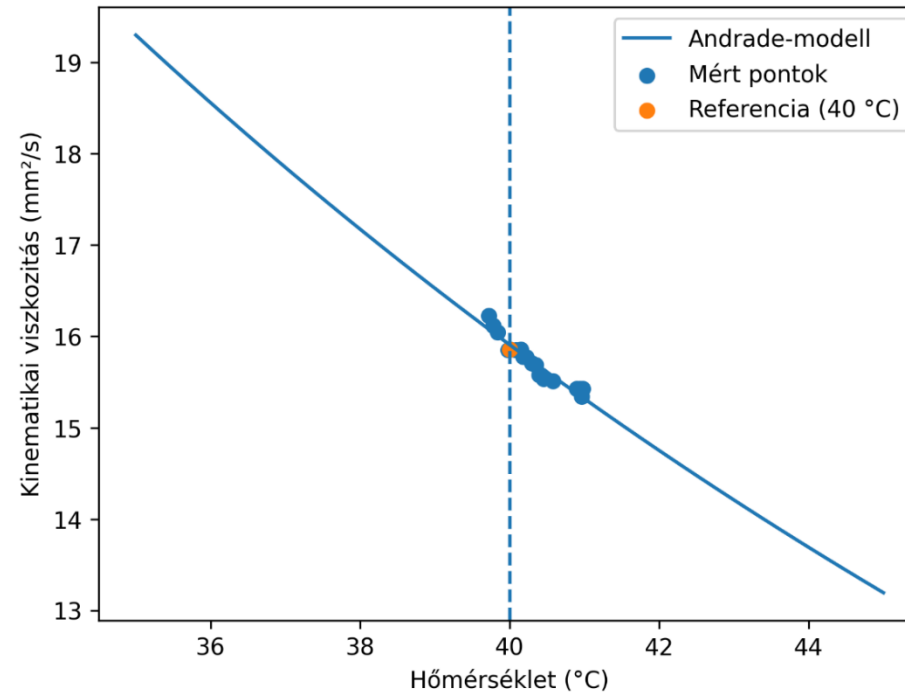


- Mérés: 40,00 °C
- Hőmérő: osztásérték: 0,02 °C, kijelzés típusa: analóg
- Viszkoziméter
- Időmérő eszköz: 0,1 s leolvasási képesség

ΔT (°C)	Viszkozitás (mm ² /s)	$\Delta \eta$ (mm ² /s)	$\Delta \eta$ (%)
+0,96	15,3449	-0,5114	-3,23
+0,90	15,4266	-0,4297	-2,71
+0,58	15,5099	-0,3464	-2,18
+0,45	15,5344	-0,2794	-2,03
+0,42	15,5704	-0,2859	-1,80
+0,39	15,5769	-0,2794	-1,76
+0,35	15,6880	-0,1683	-1,06
+0,3	15,7076	-0,1487	-0,94
+0,22	15,7730	-0,0833	-0,53
+0,18	15,7763	-0,0800	-0,50
+0,08	15,8482	-0,0081	-0,05
0	15,8563	0,00	0
-0,02	15,8514	-0,0049	-0,03
-0,16	16,0442	+0,1879	+1,19
-0,22	16,1145	+0,2582	+1,63
-0,28	16,2289	+0,3726	+2,35

HA NEM KALIBRÁLT A HŐMÉRŐ, AKKOR MENNYI A VÉGEREDMÉNY?

Kinematikai viszkozitás exponenciális változása a hőmérséklet függvényében



A viszkozitás exponenciálisan függ a hőmérséklettől
Andrade–Arrhenius modell: $\nu = A \cdot e^{B/T}$ — már kis eltérés is jelentős hibát okoz.

Az a kérdés, hogy 40 °C-on valóban 40 °C van-e?

MI AZ A MÉRÉSI BIZONYTALANSÁG? Végeredmény: $\bar{x} \pm U$ MINDEN MÉRÉSHEZ MEG KELL
HATÁROZNI

1. A TÍPUSÚ mérési bizonytalanság ismételhetőségi mérésekből

Nincs benne:

- Leolvasás bizonytalansága
- Kijelzés bizonytalansága– digitális /analóg
- Kalibrációs bizonyítványból származó standard bizonytalanság
- Viskoziméter állandó (k) bizonytalansága
- Időmérés bizonytalansága
- Hőmérséklet bizonytalansága
- Környezeti hatások
- Emberi tényező – reakcióidő

SOK MÉRÉS

$$U = u_A$$

„k” a mérési bizonytalanság

Megbízhatóság

68,27 %

90 %

95%

95,45%

99 %

99,73 %

Gyűjtött variancia (pool) több, azonos típusú szórásainak statisztikai összevonása

STÉEN: Student-féle t-eloszlás

$$v = n - 1$$

Szabadságfok (v)	t
1	12,706
2	4,303
3	3,182
4	2,776
5	2,571

$\frac{2}{N}$

$$u_A = \frac{s_p}{\sqrt{n}}$$

$v=N-1$

2. B TÍPUSÚ mérési bizonytalanság : A GUM (GUM: *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*) szerint: **B-típusú bizonytalanság** minden olyan bizonytalanság, amely **nem ismételt mérések statisztikai kiértékeléséből** származik.

Mikor szükséges B-típus alkalmazása?

nincs vagy nem elegendő számú ismételt mérés (pl. $n = 1-2$)

a mérési körülmények nem reprodukálhatók

MENETE:

- Mérési modell
- Bemeneti tagok, bizonytalansági tényezőt összegyűjtése, értékeinek megállapítása kalibrációs bizonyítványokból, szakirodalomból
- eloszlást kell feltételezni (normális, egyenletes, háromszög)
- érzékenységi tényezők kiszámítása parciális deriválással
- Eredő standard bizonytalanság kiszámítása
- Kiterjesztett mérési bizonytalanság kiszámítása

Eredő standard bizonytalanság független bemenő mennyiségek esetén: $u_{c(y)}^2 =$

$$\sum_{i=1}^N c_i^2 \cdot u_{(x_i)}^2 = \sum_{i=1}^N u_{i(y)}^2$$

Érzékenységi együttható: $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$

Eredő standard bizonytalanság nem független bemenő mennyiségek esetén:

$$u_{c(y)}^2 = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial f}{\partial x_j} \cdot u_{(x_i, x_j)} = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u_{(x_i)}^2 + 2 \cdot \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=1+i}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial f}{\partial x_j} \cdot u_{(x_i, x_j)}$$

Korrelációs együttható: $r_{(x_i, x_j)} = \frac{u_{(x_i, x_j)}}{u_{(x_i)} \cdot u_{(x_j)}}$

$$u_{c(y)}^2 = \sum_{i=1}^N c_i^2 \cdot u_{(x_i)}^2 + 2 \cdot \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=1+i}^N c_i \cdot c_j \cdot u_{(x_j)} \cdot r_{(x_i, x_j)} \quad U = u_{c(y)} \cdot k$$

Sűrűség Mérési bizonytalanság számítása:

A típusú kiterjesztett mérési bizonytalanság–
ismételhetőségből

0,000035 g/cm^3

Normális eloszlást feltételezve, ~95%-os
megbízhatósággal , k=2

B típusú kiterjesztett mérési bizonytalanság

0,0010 g/cm^3

Viszkozitás Mérési bizonytalanság számítása:

A típusú kiterjesztett mérési
bizonytalanság– ismételhetőségből

0,0056 mm^2/s

Normális eloszlást feltételezve, ~95%-os
megbízhatósággal , k=2

B típusú kiterjesztett mérési bizonytalanság

0,017 mm^2/s

SŰRŰSÉG	Végeredmény kiterjesztett mérési bizonytalansággal (k=2 - ~95%-os megbízhatóság)
LEOLVASOTT, KORRIGÁLATLAN	0,8555 $g/cm^3 \pm 0,0010 g/cm^3$
KORRIGÁLT	0,8548 $g/cm^3 \pm 0,000035 g/cm^3$

A laboratóriumi teljesítmény igazolása: PT vagy ILC, vagy mindkettő!

PT = *Proficiency Testing*=*Jártassági vizsgálat*, ILC = *Interlaboratory Comparison*=*Összehasonlító mérés*

MSZ EN ISO/IEC 17025:2018: Vizsgáló- és kalibrálólaboratóriumok felkészültségének általános követelményei (ISO/IEC 17025:2017).

MSZ EN ISO/IEC 17043:2023: Megfelelőségértékelés. A jártassági vizsgálatot szervezők általános kompetenciakövetelményei (ISO/IEC 17043:2023).

NAR-03 Szabályzat a jártassági vizsgálat és a laboratóriumok közötti összehasonlítás alkalmazásához az akkreditálási, akkreditált státusz megújítási, bővítési és a felügyeleti vizsgálati eljárásokban (5. kiadás, 2024.11.25.).

ILAC-P09:06/2024 ILAC Policy for Proficiency Testing and/or Interlaboratory comparisons other than Proficiency Testing (Politika jártassági vizsgálatra és/vagy a jártassági vizsgálaton kívüli laboratóriumok közötti összehasonlításokra vonatkozó követelményekről).

EDDIG:

< 8 LABOR

„bárki” szervezhető,
nem volt bejelentési kötelezettség

KIÉRTÉKELÉSI KÖVETELMÉNYEK

1. Átlag
2. Szórás
3. Outlier vizsgálat

MOST:

> 8 LABOR

Vagy akkreditált, vagy hatóság által igazoltan
kompetens szervezet

KIÉRTÉKELÉSI KÖVETELMÉNYEK:

- Assigned value (x_a) meghatározása (célérték)
- Assigned value bizonytalansága (u_x vagy U_x)
- Standard deviation for proficiency assessment (σ_p) (megengedett szórás)
- Robusztus statisztika – Algorithm-A

KIÉRTÉKELÉSI KÖVETELMÉNYEK

- | | |
|---|---------------|
| 1. Átlag | 6. z' score |
| 2. Szórás | 7. zeta score |
| 3. Outlier vizsgálat
(Grubbs one, two) | 8. En score |
| 4. Cochran-test | 9. Mandel h |
| 5. z-score | 10. Mandel k |

SZIGORODTAK A FELTÉTELEK:

- Megfelelő kompetenciával rendelkező személy vagy szervezet végezheti.
- Minden szándékot előre be kell jelenteni.

MINDEN AKKREDITÁLT MÉRÉSRE KÖTELEZŐ

PT
AKKREDITÁLT SZERVEZET
(ISO/IEC 17043 szabvány)

ILC/sILC
IGAZOLTAN KOMPETENS
SZERVEZET
(ISO/IEC 17043 szabvány)

Az akkreditáció valódi értéke

Piaci versenyelőny, szakmai hitelesség és hosszú távú biztonság

Akkreditált laboratórium

- A mérési módszerek szabványosítottak
- A mérőeszközök hitelesítettek és kalibráltak
- A mérési bizonytalanság ismert
- Az eredmények nemzetközi etalonokra visszavezethetők
- Vita esetén az eredmény szakmailag védhető
- Dokumentált és folyamatosan fejlesztett minőségirányítási rendszer működik
- Rendszeres hatósági felügyelet biztosítja a megfelelést

Nem akkreditált laboratórium

- Mérést végez
- Nincs rendszeres hatósági felügyelet
- A kalibrálás/hitelesítés nem feltétlenül igazolt
- Az eredmények visszavezethetősége nem bizonyított
- Nincs kötelező laboratóriumközi összehasonlítás (ILC/PT)
- Vita esetén az eredmény szakmai súlya korlátozott