

Application Note 7



Produljenje valjanosti certifikata za referentni materijal

Veljača, 2019.

Certifikati za certificirane referentne materijale imaju ograničenu održivost, bilo zbog nepoznatog ponašanja otvorenih uzoraka ili zbog opće ograničenosti odgovornosti.

Ova bilješka o primjeni objašnjava informacije koje korisnici trebaju prikupiti kako bi nastavili koristiti CRM nakon datuma valjanosti navedenog na certifikatu.

UVOD

ISO 17034 zahtijeva od proizvođača referentnih materijala (RM) da specifickuju period valjanosti na njihovim certifikatima. Dostizanje ovog roka valjanosti certifikata ne znači nužno da je materijal degradirao. Ova bilješka o promjeni objašnjava pozadinu i koncept datuma valjanosti na certifikatima i uvjete pod kojima korisnici mogu nastaviti koristiti certificirani referentni materijal (CRM).

ROK VALJANOSTI CERTIFIKATA NASUPROT ROKA TRAJANJA MATERIJALA

Važno je uočiti kako rok valjanosti certifikata nije isto što i rok trajanja materijala. Rok valjanosti certifikata se odnosi na certificirane vrijednosti specifične jedinice CRM. Isteck roka znači da proizvođač RM-a ne može dulje garantirati certificiranu vrijednost ovog materijala. To ne ukazuje nužno na postojanje dokaza o degradaciji materijala i o tome da certificirana vrijednost nije više valjana.

RAZLOZI ZA OGRANIČAVANJE ROKA VALJANOSTI CERTIFIKATA

Nepoznato ponašanje neotvorenih uzoraka

RM, posebice RM u matrici često se proizvode u serijama i namijenjeni su trajati nekoliko godina. Bira se tehnika obrade koja bi vjerojatno osigurala stabilnost certificirane vrijednosti tijekom ovih godina. Serije referentnih materijala često su jedinstvene, čak i u slučaju zamjena napravljenih od malo drugačije sirovine i korištenjem nešto drugačijih postupaka. To znači da, za razliku od proizvodnje hrane ili lijekova, proizvođači kemikalija često nemaju podatke o stabilnosti prethodnih serija na kojima bi se temeljila ocjena valjanosti. Ispitivanja stabilnosti provedena tijekom proizvodnje CRM-a daju određene naznake, ali zbog ograničenog trajanja (1-2 godine) ne mogu jamčiti stabilnost

na neodređeno vrijeme. Zato proizvođači RM-a moraju provesti program praćenja stabilnosti za sve certificirane vrijednosti koje će se vjerojatno promijeniti. To znači da proizvođači kemikalija trebaju potvrditi stabilnost certificiranih vrijednosti dok se distribuiraju. Ovo ograničeno znanje o budućem ponašanju sprječava proizvođače RM-a da dosljedno jamče valjanost svojih certifikata.

Nepoznato ponašanje otvorenih uzoraka

Proizvođači RM-a poduzimaju posebne mјere opreza kako bi osigurali stabilnost svojih materijala. Koraci stabilizacije mogu uključivati punjenje pod argonom kako bi se izbjegla oksidacija ili korištenje savršeno zatvorenih spremnika (ampula). Ova posebna zaštita se naruši prilikom otvaranja uzoraka. Proizvođači RM-a obično nemaju podatke o stabilnosti otvorenih uzoraka, jer to može umnožiti potrebne resurse utrošene za ispitivanje stabilnosti. Također, proizvođači RM-a nemaju kontrolu nad stvarnim uvjetima pohrane u prostorijama svojih kupaca. U načelu, to znači da proizvođači RM-a ne mogu jamčiti stabilnost certificiranih vrijednosti otvorenih uzoraka. Međutim, na temelju općeg znanja o sličnim materijalima i njihovog poznавања certificiranih svojstava, proizvođači RM-a mogu biti dovoljno sigurni u stabilnost certificiranih vrijednosti u ograničenom razdoblju.

Opće ograničenje odgovornosti

Postupci Zajedničkog istraživačkog centra navode da ako se utvrdi da je potvrđena vrijednost promijenjena, kupci s valjanim certifikatima trebaju biti obavješteni o vremenu posljednjeg ispitivanja stabilnosti kojim se potvrdila stabilnost certificirane vrijednosti. Ograničavanje roka trajanja znači da ne moraju svi korisnici, od objavljuvanja materijala, biti obavješteni.

PRODULJENJE CERTIFIKATA

VALJANOSTI

Budući da proizvođači RM-a ne mogu kontrolirati uvjete pohrane u prostorijama svojih kupaca i obično nemaju podatke o stabilnosti otvorenih uzoraka, ne mogu izdavati certifikate s produljenim rokom trajanja niti produljiti valjanost certifikata koji su ranije distribuirani. Međutim, korisnici mogu odlučiti nastaviti koristiti svoje CRM-ove ako imaju dokaze da je materijal i dalje stabilan. Kako bi to uradili, korisnici trebaju poduzeti sljedeća dva koraka.

1. korak: Informacije o vjerovatnom statusu stabilnosti

U ovoj fazi treba provjeriti jesu li vrijednosti certificirane na certifikatu još uvijek stabilne. Ovo je samo preliminarna faza i ne može zamijeniti fazu 2. Sljedeća pitanja su relevantna:

a) Jesu li ispunjeni navedeni uvjeti pohrane?

Svi certifikati navode uvjete pohrane za CRM-ove koji se očito moraju ispuniti. Odstupanje od tih uvjeta pohrane, osobito pri višim temperaturama, općenito poništava certifikat. Imajte na umu da pohrana na nižim temperaturama može dovesti do degradacije, putem ciklusa zamrzavanja i odmrzavanja, kondenzacije, koncentracije zamrzavanjem, itd.

b) Nalazi li se na certifikatu izjava o ograničenoj stabilnosti?

Za neke materijale ispitana je stabilnost otvorenih ili rekonstituiranih materijala, a na certifikatu su navedene posebne informacije. Općenito nije moguće koristiti materijal dulje od razdoblja navedenog na certifikatu.

c) Je li materijal i dalje u prodaji?

Cinjenica da proizvođač još uvijek prodaje materijal pokazuje da su neotvoreni uzorci pohranjeni pod istim uvjetima još uvijek stabilni. Međutim, kako je gore navedeno, to ne znači nužno da su uzorci nakon višestruke uporabe još uvijek stabilni.

d) Treba li materijal i dalje biti stabilan?

Na pitanje treba li materijal i dalje biti stabilan odgovor bi trebala pružiti tehnička procjena. To ovisi o stabilnosti certificiranih vrijednosti, kao i o stabilnosti matrice. U najjednostavnijem slučaju, ne očekuje se promjena masenog udjela tragova metala u bakru. Ako se za svako mjerjenje generira nova površina, materijal bi trebao biti stabilan. S druge strane, vjerovatnije je da će u više labilnim spojevima, poput vitamina, javljati promjene.

Ova procjena također treba uzeti u obzir matricu: primjerice, metalni ioni u tragovima u kalibracijskom standardu u dušičnoj kiselini neće se promijeniti, ali koncentracija može varirati zbog isparavanja koje dovodi do nestabilnosti certificiranih vrijednosti.

2. korak: Prikupljanje podataka koji pokazuju stabilnost certificiranih vrijednosti

To je, u stvari, ključno pitanje, jer a) i b) pružaju uvjete pod kojima materijal može i dalje biti stabilan, c) i d) pružaju naznaku da materijal može i dalje biti stabilan, ali samo sljedeća točka dokazuje da je materijal i dalje stabilan. Takvi podaci mogu biti

Grafikoni kontrole kvaliteta

Ako se materijal koristi u grafikonima kontrole kvalitete i nema vidljivog trenda u podacima, onda je materijal i dalje stabilan. Iako je moguće da se promjena certificiranih vrijednosti podudara s pomakom u metodi, to je vrlo malo vjerovatno.

Usporedba s podacima iz drugih CRM-ova

Ako se rezultati na materijalu slažu s certificiranim vrijednostima, a drugi CRM je izmjerен u isto vrijeme, materijal je i dalje stabilan. Obrazloženje je da drugi CRM pokazuje točnost metode, te je stoga usklađenost rezultata mjerjenja s certificiranim vrijednostima potvrdila stabilnost.

To također vrijedi ako se CRM, o kojom je riječ, koristi za kalibraciju: Ako se rezultati drugog CRM-a slažu, onda je očito da je standard kalibracije i dalje važeći.

Slična se obrazloženja primjenjuju kada se CRM mjeri zajedno s uzorkom za ispitivanje provjere kvalitete gdje je dobiven zadovoljavajući rezultat: zadovoljavajući rezultat u PT-u pokazuje točnost metode a usklađivanje rezultata mjerjenja s certificiranom vrijednošću pokazuje stabilnost CRM-a.

DOKUMENTACIJA O PRODULJENJU ROKA TRAJANJA

Nakon što se utvrdi stabilnost certificiranih vrijednosti pomoću podataka prikupljenih u koraku 2, produženje valjanosti mora biti dokumentirano. Novi datum valjanosti se ispisuje na potvrdi o analizi (naravno propisno potpisanoj i datiranoj), a razlog za produljenje valjanosti dodaje se certifikatu (npr. ispis grafikona kontrole kvalitete). Na taj se način jasno dokumentira kada je i na kojoj osnovi produljena valjanost certifikata i tko preuzima odgovornost za produljenje.