

Удължаване на срока на валидност на сертификатите за референтен материал

Февруари 2019 г.

Автор: Thomas Linsinger

Европейска комисия – Съвместен изследователски център
Retieseweg 111, 2440 Geel, Белгия

Имейл: thomas.linsinger@ec.europa.eu

Сертификатите за сертифицирани референтни материали (CRM) имат ограничена валидност или поради неизвестното поведение на отворените проби, или поради общото ограничение на отговорността.

Настоящата бележка за приложение обяснява на потребителите информацията, която трябва да събират, за да продължат да използват CRM след срока на валидност, посочен на сертификата.

ВЪВЕДЕНИЕ

ISO 17034 изисква от производителите на референтни материали (RM) да посочат срок на валидност на техните сертификати. Достигането на този период на валидност на сертификата не означава непременно, че материалът е с влошено качество. Настоящата бележка за приложение обяснява историята и концепцията за сроковете на валидност на сертификатите и условията, при които потребителите могат да продължат да използват сертифицирания референтен материал (CRM).

СРОК НА ВАЛИДНОСТ НА СЕРТИФИКАТА СПРЯМО СРОКА НА ГОДНОСТ НА МАТЕРИАЛА

Важно е да се отбележи, че срокът на валидност на сертификата не е същият като срока на годност на даден материал. Срокът на валидност на сертификата се отнася за сертифицираните стойности на конкретна единица от CRM. Изтичането на валидността означава, че производителят на RM вече не може да гарантира сертифицираната стойност на този материал. Това не означава непременно, че поради наличието на доказателства, че материалът е с понижено качество, сертифицираната стойност вече не е валидна.

ПРИЧИНИ ЗА ОГРАНИЧАВАНЕ НА ПЕРИОДА НА ВАЛИДНОСТ НА СЕРТИФИКАТ

Неизвестно поведение на неотворените проби

RM, по-специално на матричните RM, често се произвеждат в партиди и са предназначени срокът им на годност да е

няколко години. Избрана е техниката за обработка, която най-вероятно ще гарантира стабилността на сертифицираната стойност през тези години. Партидите с референтни материали често са уникални, дори в случаите на замени, направени от малко по-различна суровина и използване на малко по-различни процеси. Това означава, че за разлика от производството на храна или фармацевтични продукти, производителите на RM често не разполагат с данни за стабилността на предишни партиди, на която да се основава оценката за валидност. Проучвания на стабилността, извършени по време на производството на CRM, дават известна представа, но поради ограничената им продължителност (1-2 години), те не могат да гарантират стабилност за неопределено време. Поради това, производителите на RM трябва да прилагат схема за мониторинг на стабилността за всички сертифицирани стойности, които е вероятно да се променят. Това означава, че производителите на RM трябва да потвърдят стабилността на сертифицираните стойности, докато те се разпределят. Тези ограничени познания за бъдещото поведение пречат на производителите на RM последователно да гарантират валидността на техните сертификати.

Неизвестно поведение на отворените проби

Производителите на RM вземат специални предпазни мерки, за да гарантират стабилността на материалите си. Стъпките за стабилизиране могат да включват пълнене под аргон, за да се избегне окисление или използване на перфектно херметизирани контейнери (ампули). Тази специална защита е нарушена при

отваряне на пробите. Производителите на РМ обикновено не разполагат с данни за стабилността на отворените проби, тъй като това би могло да увеличи необходимите ресурси, изразходвани за тестване на стабилността. Също така, производителите на РМ нямат контрол върху действителните условия на съхранение в помещенията на своите клиенти. По принцип, това означава, че производителите на РМ не могат да гарантират стабилността на сертифицираните стойности на отворени проби. Въпреки това, въз основа на общите познания за подобни материали и тяхното познаване на сертифицираните свойства, производителите на РМ могат да бъдат достатъчно уверени относно стабилността на сертифицираните стойности за ограничен период от време.

Общо ограничение на отговорността

Процедурите по JRC посочват, че ако за една сертифицирана стойност е установено, че се е променила, клиентите с валидни сертификати трябва да бъдат уведомени за часа на последния тест за стабилност, който потвърждава стабилността на сертифицираната стойност. Ограничаването на срока на годност означава, че след пускането на материала не всички клиенти трябва да бъдат информирани.

ПРОДЪЛЖАВАЩ СРОКА НА ВАЛИДНОСТТА НА СЕРТИФИКАТИТЕ

Тъй като производителите на РМ не могат да контролират условията на съхранение в помещенията на своите клиенти и обикновено нямат данни за стабилността на отворените проби, те не могат да издават сертификати с удължен срок на годност или да удължават валидността на сертификатите, които предходно са били предоставени. Въпреки това, потребителите могат да решат да продължат да използват своите СРМ, ако имат доказателства, че материалът все още е стабилен. За да направят това, потребителите трябва да приложат следните две стъпки.

Етап 1: Информация за състоянието на вероятна стабилност

На този етап трябва да се провери дали сертифицираните стойности на сертификата все още са стабилни. Това е

само предварителен етап и не може да замести етап 2. Следните въпроси са уместни:

а) Спазени ли са посочените условия за съхранение?

Всички условия за съхранение на сертификати за СРМ, които очевидно трябва да бъдат изпълнени. Отклонение от тези условия за съхранение, особено към по-високи температури, като цяло обезсилва сертификата.

Имайте предвид, че също така съхранение при ниска температура може да доведе до деградация чрез цикли на замразяване-размразяване, кондензация, концентрация чрез замразяване и т.н.

б) На сертификата има ли декларация за ограничена стабилност?

За някои материали, стабилността на отворени или възстановени материали е тествана, като на сертификата е посочена специална информация. Като цяло не е възможно даден материал да се използва за повече време от посочения в сертификата срок.

в) Материалът все още ли е в продажба?

Фактът, че производителят все още продава материала, показва, че неотворени проби, които се съхраняват при същите условия, все още са стабилни. Въпреки това, както е посочено по-горе, това не означава непременно, че след многократна употреба пробите все още са стабилни.

г) Трябва ли материалът все още да е стабилен?

Техническа оценка трябва да отговори на въпроса дали материалът трябва да продължи да бъде стабилен. Това зависи от стабилността на сертифицираните стойности, както и от стабилността на матрицата. В най-простия случай, масовата фракция на следата от метал в медта не се очаква да се промени. Ако за всяко измерване се генерира нова повърхност, материалът трябва да бъде стабилен. От друга страна, по-лабилните съединения като витамини е по-вероятно да се променят.

Тази оценка също трябва да вземе под внимание матрицата: например, следите от метални йони в калибрационния стандарт в азотната киселина няма да се променят, но концентрацията може да варира поради изпаряване, водещо до нестабилност на сертифицираните стойности.

Етап 2: Събиране на данни, показващи стабилността на сертифицираните стойности

Това, всъщност, е ключовият въпрос, тъй като а) и б) предоставят условията, при които материалът все още може да бъде стабилен, в) и г) дават индикация, че материалът все още може да е стабилен, но само следващата точка доказва, че материалът все още е стабилен. Такива данни могат да бъдат:

Диаграми за контрол на качеството

Ако материалът се използва в диаграмите за контрол на качеството и не се вижда никаква тенденция в данните, тогава материалът все още е стабилен. Въпреки че е възможно промяната на сертифицираните стойности да е съпроводена от промяна в метода, това е много малко вероятно.

Сравнение с данните от други СРМ

Ако резултатите от материала са съвместими със сертифицираните стойности и друг СРМ е била измерен по същото време, материалът все още е стабилен. Мотивите са, че вторият СРМ демонстрира точността на метода и следователно съгласуването на резултатите от измерването със сертифицираните стойности потвърждава стабилността.

Това също е вярно, ако въпросният СРМ се използва за калибриране: ако резултатите от друг СРМ са същите, тогава очевидно стандартът за калибриране все още е валиден.

Подобни разсъждения се прилагат, когато СРМ се измерва заедно с проба от тест за пригодност (ТП), при който е получен задоволителен резултат: задоволителният резултат в ТП показва точността на метода и съвместимостта на резултатите от измерването със сертифицираната стойност показва стабилността на СРМ.

ДОКУМЕНТАЦИЯ ЗА УДЪЛЖАВАНЕТО НА СРОКА НА ГОДНОСТ

След като стабилността на сертифицираните стойности е била установена, използвайки данните, събрани в етап 2, удължаването на валидността трябва да се документира. Новата дата на валидност е записано върху сертификата за анализ (разбира се, с дата и подпис) и причината за удължаването на срока на валидност е добавена към сертификата

(например разпечатка от диаграмата за контрол на качеството). По този начин е ясно документирано кога и на каква база е била удължена валидността на сертификата и кой е поел отговорност за удължаването.