

## Prelungirea valabilității certificatelor materialelor de referință

Februarie 2019

*CertIFICATELE PENTRU materialele de referință certificate au o viabilitate limitată, fie din cauza comportamentului necunoscut al probelor deschise, fie prin limitarea generală a răspunderii.*

*Această notă de aplicare explică informațiile pe care utilizatorii ar trebui să le colecteze pentru a continua să utilizeze un CRM după data de valabilitate menționată în certificat.*

**Autor:** Thomas Linsinger

Comisia Europeană (Centrul Comun de Cercetare)  
Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgia

Email: [thomas.linsinger@ec.europa.eu](mailto:thomas.linsinger@ec.europa.eu)

### INTRODUCERE

ISO 17034 impune producătorilor de materiale de referință (RM) să specifice o perioadă de valabilitate a certificatelor lor. Depășirea acestei perioade de valabilitate a certificatului nu înseamnă neapărat că materialul s-a degradat. Această notă de aplicare explică contextul și conceptul datelor de valabilitate privind certificatele și condițiile în care utilizatorii pot continua să utilizeze materialul de referință certificat (CRM).

### PERIOADA DE VALABILITATE A CERTIFICATULUI VERSUS TERMEN DE VALABILITATE A UNUI MATERIAL

Este important de menționat că perioada de valabilitate a unui certificat nu este aceeași cu cea a termenului de valabilitate al unui material. Perioada de valabilitate a certificatului se referă la valorile certificate ale unei unități specifice a unui CRM. Expirarea valabilității înseamnă că producătorul RM nu mai poate garanta valoarea certificată a acestui material. Nu sugerează neapărat existența unor dovezi că materialul s-a degradat și că valoarea certificată nu mai este valabilă.

### MOTIVE PENTRU LIMITAREA PERIOADEI DE VALABILITATE A CERTIFICATULUI

#### *Comportament necunoscut al eșantioanelor nedeschise*

RM-urile, în special matricele RM, sunt adesea produse în loturi și sunt proiectate astfel încât să reziste mai mulți ani. Se alege o tehnică de procesare care ar trebui să asigure stabilitatea valorii certificate în decursul acestor ani. Loturile de materiale de referință sunt adesea unice, chiar și în cazul înlocuirilor făcute din materii prime ușor diferite și folosind procese oarecum diferite. Aceasta înseamnă că, spre deosebire de producția de produse alimentare sau de produse farmaceutice, producătorii RM adesea nu dispun de date de stabilitate privind loturile anterioare pe care să se bazeze evaluarea

valabilității. Studiile de stabilitate efectuate în timpul producției CRM oferă unele indicații, dar, datorită duratei lor limitate (1-2 ani), ele nu pot garanta stabilitatea pe termen nelimitat. Prin urmare, producătorii RM trebuie să implementeze o schemă de monitorizare a stabilității pentru toate valorile certificate care sunt susceptibile de a se schimba. Aceasta înseamnă că producătorii RM trebuie să confirme stabilitatea valorilor certificate în timp ce sunt distribuite. Această cunoaștere limitată a comportamentului viitor împiedică producătorii RM să garanteze în mod consecvent validitatea certificatelor lor.

#### *Comportamentul necunoscut al probelor deschise*

Producătorii RM iau precauții speciale pentru a asigura stabilitatea materialelor lor. Etapele de stabilizare ar putea implica umplerea sub argon pentru a evita oxidarea, sau utilizarea unor recipiente perfect etanșe (fiole). Această protecție specială este încălzită la deschiderea probelor. Producătorii RM, de obicei, nu au date privind stabilitatea probelor deschise, deoarece acestea ar putea multiplica resursele necesare pentru testarea stabilității. De asemenea, producătorii RM nu au control asupra condițiilor reale de depozitare la sediul clienților săi. În principiu, aceasta înseamnă că producătorii RM nu pot garanta stabilitatea valorilor certificate ale probelor deschise. Cu toate acestea, pe baza cunoștințelor generale privind materialele similare și a cunoștințelor despre proprietățile certificate, producătorii RM pot avea suficientă încredere în stabilitatea valorilor certificate pentru o perioadă limitată de timp.

#### *Limitarea generală a răspunderii*

Procedurile JRC prevăd că, în cazul în care se constată că o valoare certificată s-a modificat, clienții cu certificate valide ar trebui să fie informați despre momentul ultimului test de stabilitate care a confirmat stabilitatea valorii certificate. Limitarea duratei de valabilitate înseamnă că nu toți clienții, de la lansarea materialului, trebuie să fie informați.

## PRELUNGIREA VALABILITĂȚII CERTIFICATELOR

Întrucât producătorii RM nu pot controla condițiile de depozitare la sediul clienților lor și, de obicei, nu au date privind stabilitatea eșantioanelor deschise, nu pot emite certificate cu durată de valabilitate prelungită sau nu prelungesc valabilitatea certificatelor distribuite anterior. Cu toate acestea, utilizatorii pot decide să-și continue utilizarea CRM-urilor dacă au dovezi că materialul este încă stabil. Pentru a face acest lucru, utilizatorii ar trebui să aplice următorii doi pași.

### **Pasul 1: Informații despre starea probabilă a stabilității**

În acest stadiu, trebuie verificat dacă valorile certificate din certificat sunt încă stabile. Aceasta este doar o etapă preliminară și nu poate înlocui etapa 2. Următoarele întrebări sunt relevante:

#### a) Au fost îndeplinite condițiile de depozitare declarate?

Toate certificatele precizează condițiile de depozitare pentru CRM, care trebuie îndeplinite în mod evident. Abaterea de la aceste condiții de depozitare, în special la temperaturi mai ridicate, invalidează, în general, certificatul.

Rețineți că, de asemenea, depozitarea la o temperatură mai scăzută poate duce la degradare, prin cicluri de îngheț-dezghet, condensare, concentrare prin îngheț etc.

#### b) Există o declarație privind stabilitatea limitată pe certificat?

Pentru anumite materiale, a fost testată stabilitatea materialelor deschise sau reconstituite, iar pe certificat sunt indicate informații specifice. În general, nu este posibilă utilizarea materialului mai mult decât pe perioada indicată în certificat.

#### c) Materialul este încă în vânzare?

Faptul că producătorul vinde încă un material arată că eșantioanele nedeschise stocate în aceleași condiții sunt încă stabile. Cu toate acestea, după cum s-a menționat mai sus, acest lucru nu înseamnă neapărat că eșantioanele după utilizare repetată sunt încă stabile.

#### d) Ar trebui ca materialul să fie încă stabil?

O evaluare tehnică ar trebui să răspundă la întrebarea dacă materialul ar trebui să fie încă stabil. Aceasta depinde de stabilitatea valorilor certificate, precum și de stabilitatea matricei. În cel mai simplu caz, fracția masică de metal din cupru nu este de așteptat să se schimbe. Dacă pentru fiecare măsurătoare este generată o nouă suprafață, materialul trebuie să fie stabil. Pe de altă parte, compușii mai labili precum vitaminele sunt mai susceptibile de a se schimba.

Această evaluare ar trebui să ia în considerare și matricea: de exemplu, ionii de metale într-un standard de etalonare în acid azotic nu se vor schimba, dar concentrația poate varia datorită evaporării care duce la instabilitatea valorilor certificate.

### **Pasul 2: Colectarea datelor care demonstrează stabilitatea valorilor certificate**

Aceasta este, de fapt, întrebarea crucială, deoarece a) și b) dau condițiile în care materialul ar putea fi în continuare stabil, c) și d) indică faptul că materialul ar putea fi stabil, dar numai următorul punct dovedește că materialul este încă stabil. Aceste date pot fi

#### Tabele de control al calității

În cazul în care materialul este utilizat în diagramele de control al calității și nu există nicio tendință vizibilă a datelor, atunci materialul este încă stabil. În timp ce este posibil ca schimbarea valorilor certificate să fie însoțită de o abatere de la metodă, acest lucru este foarte puțin probabil.

#### Comparație cu datele de la alte CRM

Dacă rezultatele materialelor sunt în acord cu valorile certificate și alt CRM a fost măsurat în același timp, materialul este încă stabil. Motivul este că al doilea CRM demonstrează corectitudinea metodei și, prin urmare, acordul rezultatelor măsurării cu valorile certificate confirmă stabilitatea.

Acest lucru este valabil și în cazul în care CRM în cauză este utilizat pentru calibrare: dacă rezultatele unui alt CRM sunt în acord, atunci este evident că standardul de calibrare este încă valabil.

Un raționament similar se aplică atunci când CRM este măsurat împreună cu un eșantion dintr-un test de competență în care s-a obținut un rezultat satisfăcător: rezultatul satisfăcător din PT demonstrează acuratețea metodei și acordul rezultatelor măsurătorilor cu valoarea certificată demonstrează stabilitatea CRM.

## DOCUMENTAȚIA PENTRU PRELUNGIREA TERMENULUI DE VALABILITATE

După constatarea stabilității valorilor certificate utilizând datele colectate în etapa 2, prelungirea valabilității trebuie documentată. Noua dată de valabilitate este înscrisă pe certificatul de analiză (bineînțeles semnat și datat corespunzător), iar motivul prelungirii valabilității este adăugat la certificat (de exemplu, o imprimare a diagramei de control al calității). În acest mod, este clar documentat când și pe ce bază valabilitatea certificatului a fost prelungită și cine preia responsabilitatea prelungirii.