

Podaljšanje veljavnosti certifikatov za referenčne materiale

Februar 2019

Potrdila o standardnih referenčnih materialih imajo omejeno viabilnost zaradi neznanega vedenja odprtih vzorcev ali splošne omejitve odgovornosti.

Ta opomba o programu pojasnjuje informacije, ki bi jih uporabniki morali zbrati, da bi lahko standardne referenčne materiale še naprej uporabljali po datumu izteka veljavnosti, navedenem v certifikatu.

Avtor: Thomas Linsinger

Evropska komisija – Skupno raziskovalno središče

Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgija

E-pošta: thomas.linsinger@ec.europa.eu

UVOD

Standard ISO 17034 zahteva, da proizvajalci referenčnih materialov (RM) na svojih certifikatih opredelijo obdobje veljavnosti. Če je obdobje veljavnosti certifikata poteklo, to še ne pomeni, da je kakovost materiala zato slabša. To obvestilo o programu pojasnjuje ozadje in koncept datumov veljavnosti certifikatov in pogoje, pod katerimi lahko uporabniki nadaljujejo z uporabo standardnega referenčnega materiala (SRM).

OBDOBJE VELJAVNOSTI CERTIFIKATA V PRIMERJAVI Z ŽIVLJENJSKO DOBO GRADIVA

Pomembno je opozoriti, da obdobje veljavnosti certifikata ni isto kot rok uporabnosti materiala. Obdobje veljavnosti certifikata se nanaša na certificirane vrednosti določene enote SRM. Prenehanje veljavnosti pomeni, da proizvajalec RM ne more več zagotavljati certificirane vrednosti tega materiala. To ne pomeni nujno, da obstajajo dokazi, da je kakovost materiala poslabšala in da certificirana vrednost ni več veljavna.

RAZLOGI ZA OMEJEVANJE OBDOBJA VELJAVNOSTI CERTIFIKATA

Neznano vedenje neodprtih vzorcev

Referenčni materiali, zlasti matrični, so pogosto proizvedeni v serijah, ki bi naj trajale več let. Izbrana je tehnika obdelave, ki bi verjetno zagotovila stabilnost certificirane vrednosti v teh letih. Serije referenčnih materialov so pogosto edinstvene, tudi v primeru nadomestkov, izdelanih iz nekoliko drugačne surovine in z uporabo nekoliko drugačnih postopkov. To pomeni, da za razliko od pridelave hrane ali farmacevtskih izdelkov proizvajalci RM pogosto nimajo podatkov o stabilnosti prejšnjih serij, s katerimi bi lahko utemeljili oceno veljavnosti. Raziskave o stabilnosti, ki so bile izvedene med proizvodnjo SRM, ponujajo določeno mero podatkov, vendar zaradi omejenega trajanja (1–

2 leti) ne morejo jamčiti trajne stabilnosti. Zato morajo proizvajalci RM uvesti program spremljanja stabilnosti za vse certificirane vrednosti, ki bi se lahko spremenile. To pomeni, da morajo proizvajalci RM potrditi stabilnost certificiranih vrednosti v obdobju distribucije. To omejeno znanje o prihodnjem vedenju proizvajalcem RM preprečuje, da bi za stalno zajamčili veljavnost svojih certifikatov.

Neznano vedenje odprtih vzorcev

Proizvajalci RM izvajajo posebne previdnostne ukrepe za zagotovitev stabilnosti svojih materialov. Stabilizacijski koraki lahko vključujejo argonsko polnjenje, ki preprečuje oksidacijo, ali uporabo popolnoma tesnih posod (ampul). Ta posebna zaščita se pri odpiranju vzorcev poškoduje. Proizvajalci surovin običajno nimajo podatkov o stabilnosti odprtih vzorcev, saj bi to lahko zelo povečalo sredstva, potrebna za preskušanje stabilnosti. Proizvajalci surovin prav tako nimajo nadzora nad dejanskimi pogoji skladiščenja v prostorih svojih strank. Načeloma to pomeni, da proizvajalci RM ne morejo zagotoviti stabilnosti certificiranih vrednosti odprtih vzorcev. Lahko pa proizvajalci surovin na podlagi splošnega znanja o podobnih materialih in njihovem poznavanju certificiranih lastnosti v zadostni meri jamčijo za stabilnost certificiranih vrednosti za omejeno časovno obdobje.

Splošna omejitev odgovornosti

V postopkih Skupnega raziskovalnega središča je navedeno, da je treba stranke z veljavnimi certifikati ob ugotovljeni spremembi certificirane vrednosti obvestiti o času zadnjega preskusa stabilnosti, ki potrjuje stabilnost certificirane vrednosti. Omejitev roka uporabnosti pomeni, da ni treba obveščati vseh strank vse od prve izdaje materiala.

PODALJŠANJE VELJAVNOSTI CERTIFIKATOV

Proizvajalci surovin ne morejo nadzorovati pogojev skladiščenja v prostorih svojih strank in običajno nimajo podatkov o stabilnosti odprtih vzorcev, zato ne morejo izdati certifikatov z podaljšanim rokom uporabnosti ali podaljšati veljavnosti certifikatov, ki so jih izdali v preteklosti. Uporabniki pa se lahko odločijo, da bodo SRM še naprej uporabljali, če imajo dokaze o tem, da je material še vedno stabilen. Uporabniki morajo v ta namen izvesti naslednja koraka.

1. korak: Informacije o verjetnem stanju stabilnosti

V tej fazi je treba preveriti, ali so certificirane vrednosti na certifikatu še stabilne. To je le predhodna faza in ne more nadomestiti 2. faze. Pomembna so naslednja vprašanja:

a) Ali so bili navedeni pogoji skladiščenja izpolnjeni?

Vsi certifikati vsebujejo pogoje skladiščenja za SRM, ki jih je seveda treba izpolnjevati. Odstopanje od teh pogojev skladiščenja, zlasti glede višjih temperatur, certifikat običajno razveljavi.

Upoštevajte, da lahko tudi shranjevanje pri nižji temperaturi povzroči poslabšanje kakovosti zaradi ciklov zamrzovanja in odmrzovanja, kondenzacije, koncentracije ob zamrzovanju itd.

b) Ali certifikat vsebuje izjavo o omejeni stabilnosti?

Za nekatere materiale je bila preskušena stabilnost odprtih ali rekonstituiranih materialov, certifikat pa vsebuje posebne informacije o tem. Materiala na splošno ni mogoče uporabljati dlje kot za obdobje, navedeno na certifikatu.

c) Ali je material še vedno v prodaji?

Dejstvo, da proizvajalec še vedno prodaja material kaže na to, da so neodprti vzorci, shranjeni pod enakimi pogoji, še vedno stabilni. Kot pa je navedeno zgoraj, to ne pomeni nujno, da so vzorci po večkratni uporabi še vedno stabilni.

d) Ali mora biti material še vedno stabilen?

Na vprašanje o tem, ali mora biti material še vedno stabilen, bi morala odgovoriti tehnična ocena. To je odvisno od stabilnosti certificiranih vrednosti in od stabilnosti matrice. V najpreprostejšem primeru lahko pričakujemo, da se delež kovinske mase v sledovih v bakru ne bo spremenil. Če se za vsako meritev ustvari nova površina, je material verjetno stabilen. Po drugi strani pa se bodo labilnejše spojine, kot so vitamini, verjetneje spremenile.

Pri tej oceni je treba upoštevati tudi matrico: kovinski ioni v sledovih v umeritvenem standardu v dušikovi kislini se na primer ne bodo spremenili, vendar se lahko koncentracija spreminja zaradi izhlapevanja, kar vodi v nestabilnost certificiranih vrednosti.

2. korak: Zbiranje podatkov, ki dokazujejo stabilnost certificiranih vrednosti

To je dejansko bistveno vprašanje, saj a) in b) vsebujeta pogoje, pod katerimi je material še vedno stabilen, c) in d) pa vsebujeta indikacijo o tem, da je lahko material še vedno stabilen, vendar le naslednja točka dokazuje, da je material še vedno stabilen. Takšni podatki lahko vključujejo naslednje.

Grafikone nadzora kakovosti

Če se material uporablja v grafikonih nadzora kakovosti in v podatkih ni razviden noben trend, potem je material še vedno stabilen. Čeprav je mogoče, da se sprememba certificiranih vrednosti ujema z odmikom v metodi, je to zelo malo verjetno.

Primerjava s podatki o drugih SRM

Če se rezultati za material ujemajo s certificiranimi vrednostmi in so bili istočasno izmerjeni tudi za drug SRM, je material še vedno stabilen. Razlog za to je, da drugi SRM dokazuje točnost metode, zato sovpadanje rezultatov meritev s certificiranimi vrednostmi potrjuje njihovo stabilnost.

To velja tudi, če je zadevni SRM uporabljen za umerjanje: če rezultati sovpadajo z drugim SRM, je umeritveni standard seveda še vedno veljaven.

Podobna utemeljitev velja, če se SRM meri z vzorcem iz preskušanja primernosti, pri katerem je bil dosežen zadovoljiv rezultat: zadovoljiv rezultat v preskušanju primernosti dokazuje točnost metode, skladnost rezultatov meritev s certificirano vrednostjo pa dokazuje stabilnost CRM.

DOKUMENTACIJA ZA PODALJŠANJE ROKA UPORABNOSTI

Po tem, ko je bila ugotovljena stabilnost certificiranih vrednosti z uporabo podatkov, zbranih v 2. koraku, je treba podaljšanje veljavnosti dokumentirati. Novi datum veljavnosti je treba navesti na certifikatu analize (ki mora seveda biti ustrezno podpisan in datiran), razlog za podaljšanje veljavnosti pa dodati na certifikat (na primer izpis grafikona nadzora kakovosti). Tako bo jasno dokumentirano kdaj in na kakšni osnovi je bila veljavnost certifikata podaljšana in kdo prevzema odgovornost za podaljšanje.