

Prolongación de la validez de los materiales de referencia certificados

Revisión 3, abril de 2024

Certificados de los materiales de referencia certificados con viabilidad limitada, bien por comportamiento desconocido de las muestras abiertas o por limitación general de responsabilidad.

La presente nota de aplicación explica a los usuarios la información que deben recopilar para poder seguir utilizando un MRC cuando expira la fecha de vigencia que consta en el certificado.

Autor: Thomas Linsinger

Comisión Europea - Centro Común de Investigación

Retieseweg 111, 2440 Geel, Bélgica

Correo electrónico:

thomas.linsinger@ec.europa.eu

INTRODUCCIÓN

La ISO 17034 exige que productores de materiales de referencia (MR) especifiquen un periodo de validez en sus certificados. Alcanzar este periodo de validez del certificado no significa necesariamente que el material esté deteriorado. Esta nota de aplicación explica el contexto y el concepto de las fechas de vigencia en los certificados, y las condiciones en las que los usuarios pueden continuar utilizando el material de referencia certificado (MRC).

garantizar la estabilidad de forma indefinida. Por lo tanto, los productores de MR deben implementar un sistema de control de estabilidad para todos los valores certificados que es probable que varíen. Esto significa que los productores de MR han de confirmar la estabilidad de los valores certificados mientras se distribuyen. Este conocimiento ilimitado del comportamiento futuro evita que los productores de MR garanticen sistemáticamente la validez de sus certificados.

PERIODO DE VALIDEZ DEL CERTIFICADO EN COMPARACIÓN CON LA VIDA ÚTIL DE UN MATERIAL

Es importante tener en cuenta que el periodo de validez de un certificado no es lo mismo que la vida útil de un material. El periodo de validez de un certificado hace referencia a los valores homologados en una unidad específica de una MRC. La expiración de la validez significa que el productor de MR ya no puede garantizar el valor certificado de ese material. No sugiere, necesariamente, la existencia de pruebas de que el material esté deteriorado ni de que el valor certificado ya no sea válido.

Comportamiento desconocido de muestras abiertas

Los productores de MR adoptan medidas especiales para garantizar la estabilidad de sus materiales. Los pasos para la estabilización podrían incluir el llenado en argón para evitar la oxidación o utilizar recipientes perfectamente herméticos (ampollas). Esta protección especial se rompe al abrir las muestras. Los productores de MR normalmente no tienen información sobre la estabilidad de las muestras abiertas, por lo que se podrían multiplicar los recursos necesarios destinados a la prueba de estabilidad. Además, los productores de MR no controlan las condiciones reales de almacenamiento en las instalaciones de sus clientes. En principio, esto significa que los productores de MR no pueden garantizar la estabilidad de los valores certificados de las muestras abiertas. Sin embargo, en función del conocimiento general sobre materiales similares y el conocimiento de las propiedades certificadas, los productores de MR pueden confiar lo suficiente en la estabilidad de los valores certificados durante un periodo de tiempo limitado.

MOTIVOS PARA LIMITAR EL PERIODO DE VALIDEZ DEL CERTIFICADO

Comportamiento desconocido de muestras no abiertas

Los MR, especialmente las matrices de MR, se suelen producir por lotes y están concebidas para durar varios años. Se escoge una técnica de procesamiento que es probable que garantice la estabilidad del valor certificado durante esos años. Normalmente, los lotes del material de referencia son únicos, incluso en el caso de repuestos fabricados con una materia prima ligeramente diferente y en el que se aplican procesos un tanto distintos. Esto significa que, a diferencia de la producción de alimentos o fármacos, los productores de MR a menudo no cuentan con datos estables de los lotes anteriores sobre los que basar la evaluación de validez. Los estudios de estabilidad llevados a cabo durante la producción de MRC han revelado algunos indicios, pero debido a su duración limitada (de 1 a 2 años) no pueden

Limitación general de responsabilidad

Los productores del Centro Común de Investigación (CCI) indican que, si resulta que un valor certificado ha cambiado, los clientes con certificados válidos deben notificar la fecha de la última prueba de estabilidad que confirmó dicha característica del valor certificado. Limitar la vida útil significa que, desde la comercialización del material, no es necesario informar a todos los clientes.

PROLONGACIÓN DE LA VALIDEZ DE LOS CERTIFICADOS

Debido a que los productores de MR no pueden controlar las condiciones de almacenamiento en las instalaciones de sus clientes y que habitualmente no disponen de información sobre la estabilidad de las muestras abiertas, tampoco pueden expedir certificados con una vida útil ampliada ni prolongar la validez de certificados que se distribuyeron anteriormente. No obstante, los usuarios pueden optar por seguir utilizando sus MRC si tienen pruebas de que el material todavía es estable. Para ello, los usuarios tienen que seguir los dos pasos que se indican a continuación.

Nota: Hay casos en los que el MRC establece el punto de referencia del sistema de medición (por ejemplo, MRC para OGM). En tales casos, no se debe prolongar la validez de las muestras de MRC más allá de la disponibilidad del material por parte del productor, para evitar vincular las mediciones propias a una referencia desactualizada.

Paso 1: información sobre la posible situación de estabilidad

En esta etapa, se debe comprobar si los valores certificados en el documento de certificación siguen siendo estables. Solo hay una fase preliminar y no puede sustituir a la fase 2. Las siguientes preguntas son importantes:

a) ¿Se han cumplido las condiciones de almacenamiento indicadas?

Todos los certificados exponen las condiciones de almacenamiento de los MRC que, obviamente, deben cumplirse. El hecho de no adherirse a estas condiciones de almacenamiento, especialmente las relacionadas con altas temperaturas, generalmente invalida el certificado.

Nótese también que el almacenamiento a una temperatura inferior puede causar un deterioro, a través de ciclos de congelación y descongelación, condensación, concentración por congelación, etc.

b) ¿En el certificado consta una declaración de estabilidad limitada?

En algunos materiales se ha testado la estabilidad de los materiales abiertos o reconstituidos, y esa información especial consta en el certificado. Por lo general, no es posible utilizar el material por un periodo superior al que se especifica en el certificado.

c) ¿El material sigue en venta?

El hecho de que el productor continúe vendiendo un material pone de manifiesto que las muestras no abiertas almacenadas en las mismas condiciones todavía son estables. Sin embargo, tal y como se indicaba anteriormente, esto no significa necesariamente que las muestras todavía sigan siendo después de un uso reiterado.

d) ¿El material todavía es estable?

Una evaluación técnica debe responder a la pregunta de si el material todavía es estable. Esto depende de la estabilidad de los valores certificados, así como de la estabilidad de la matriz.

En el caso más simple, no se prevé que cambie la fracción de la masa de trazas metálicas en cobre. Si se genera una superficie nueva para cada medición, el material debería ser estable. Por otra parte, los compuestos más lábiles como las vitaminas tienen más probabilidades de cambiar.

Esta evaluación también debe tener en cuenta la matriz: por ejemplo, no cambiarán los iones de trazas metálicas en una calibración estándar en ácido nítrico, pero la concentración puede variar debido a la evaporación que produce la inestabilidad de los valores certificados.

Paso 2: recopilación de datos para demostrar la estabilidad de los valores certificados

Este paso es, de hecho, la cuestión fundamental, ya que las preguntas a) y b) indican las condiciones de que el material podría ser estable, y c) y d) son el signo de que el material todavía podría ser estable, pero solo el siguiente punto demuestra que el material sigue siendo estable. Dichos datos podrían ser:

Gráficos de control de calidad

Si el material se emplea en los gráficos de control de calidad y los datos no muestran ninguna tendencia visible, entonces el material todavía es estable. Aunque puede que el cambio de los valores certificados coincida con una desviación en el método, este hecho es muy poco probable.

Comparación con datos de otros MRC

Si los resultados del material concuerdan con los valores certificados y al mismo tiempo se han medido otros MRC, el material aún es estable. El razonamiento es que el segundo MRC demuestra la precisión del método y, por tanto, la coincidencia de los resultados de medición con los valores certificados confirma la estabilidad.

Esto mismo sirve también si el MRC en cuestión se usa para la calibración: Si los resultados de otro MRC concuerdan, obviamente el patrón de calibración sigue siendo válido.

Se aplica un razonamiento similar cuando el MRC se mide junto con una muestra de un ensayo de aptitud en el que se obtiene un resultado satisfactorio: el resultado satisfactorio en dicho ensayo demuestra la precisión del método, y la coincidencia de los resultados de medición con el valor certificado acredita la estabilidad del MRC.

DOCUMENTACIÓN DE LA PROLONGACIÓN DE LA VIDA ÚTIL

Después de haber determinado la estabilidad de los valores certificados utilizando los datos recopilados en el paso 2, se debe documentar la prolongación de la validez. La nueva fecha de vigencia se anota en el certificado de análisis (naturalmente, debidamente firmado y fechado) y se añade al mismo el motivo para prolongar la validez (por ejemplo, el gráfico de control de calidad impreso). De este modo, se documenta claramente cuándo y en base a qué se prolonga la validez del certificado, y quién se hace responsable de la prolongación.