

Número:

Protocolo de Qualificação

Empresa:

Equipamento:

Fabricante:

Modelo: **TAG:**

Período de Qualificação: **A**

qpack@qpack.com.br Indaiatuba - São Paulo
www.qpack.com.br +55 19 2660-1110

Sumário

1. APROVAÇÕES 3
2. INTRODUÇÃO 4
3. OBJETIVO 4
4. SIGLAS E DEFINIÇÕES 4
5. MODELO DE QUALIFICAÇÃO 5
6. CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO 6
7. TESTES ADICIONAIS 6
8. DIREITOS RESERVADOS 6
9. RESPONSABILIDADES 6
9.1. CONTRATANTE 7
9.2. QPACK 7
10. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS 7
11. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO 7
12. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS 8
13. MANUTENÇÃO PREVENTIVA 8
14. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL 8
14.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO 9
15. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO 9
16. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO 9
17. CÁLCULOS 10
17.1. MÉDIA 10
17.2. DESVIO PADRÃO 10
17.3. DESVIO 11
18. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS 12
19. IDENTIFICAÇÕES 13
19.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE 13
19.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA 13
19.3. IDENTIFICAÇÃO DO REVISOR 13
19.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO 14
19.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS 14
19.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS OU MATERIAIS UTILIZADOS 14
20. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ESPECTROFLUORÍMETRO 15
20.1. EXATIDÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA 15
20.2. REPETIBILIDADE DO COMPRIMENTO DE ONDA 17
20.3. RESOLUÇÃO 19

20.4. SENSIBILIDADE 21

20.5. ESTABILIDADE FOTOMÉTRICA 23

21. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO ESPECTROFLUORÍMETRO 25

22. ASSINATURAS 26

23. HISTÓRICO DE REVISÕES 27

1. APROVAÇÕES

As assinaturas abaixo identificam os responsáveis pela elaboração, revisão e aprovação deste protocolo, demonstrando plena concordância com seu conteúdo. Além disso, constituem ato formal de comprometimento e de garantia da qualidade dos ensaios aqui descritos.

Elaboração:	 FABÍOLA SPIGARIOL – ANALISTA DE QUALIDADE
Revisão:	 MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA – ENGENHEIRO ESPECIALISTA
Aprovação:	 DANILO DE SOUZA MELO – DIRETOR TÉCNICO

2. INTRODUÇÃO

Este protocolo foi elaborado para ser utilizado por indivíduos treinados, responsáveis por executar e revisar o conteúdo descrito nele, que verificará se o equipamento opera segundo suas especificações.

Dentro da indústria farmacêutica, alimentícia, laboratórios de prestação de serviços, entre outros, muitos equipamentos de laboratório, instrumentos e sistemas analíticos computadorizados são utilizados. Estes sistemas são usados para a aquisição de dados e para assegurar que os produtos estão adequados para os seus propósitos. Com o crescimento, a sofisticação e a automatização de instrumentos analíticos, há uma crescente demanda para qualificação desses sistemas a fim de assegurar a confiabilidade dos seus dados.

Quando todos os procedimentos são executados e todos os itens são aprovados na inspeção, isto garante que o sistema vai operar de acordo com as condições para a qual foi designado.

Este protocolo exige três tipos de pessoas:

✓ ***QPACK***, especialista - Pessoa treinada e qualificada (como definido pela ***BPF*** e ***BPL*** e os órgãos reguladores) para executar os procedimentos de ***QUALIFICAÇÃO*** desta documentação;

✓ ***QPACK***, revisor - Pessoa treinada e qualificada (como definido pela ***BPF*** e ***BPL*** e os órgãos reguladores) para revisar e aprovar os testes realizados pelo especialista;

✓ ***CONTRATANTE***, um responsável treinado e qualificado (como definido pela ***BPF*** e ***BPL*** e os órgãos reguladores) para conferir e aprovar todos os testes realizados neste protocolo.

3. OBJETIVO

O objetivo deste protocolo é orientar sobre a estrutura, conceito e processo de ***QUALIFICAÇÃO*** para um ***ESPECTROFLUORÍMETRO***, seguindo os procedimentos de qualidade da ***QPACK***.

4. SIGLAS E DEFINIÇÕES

ABREVIAÇÃO	DESCRIÇÃO
ASTM	*American Society for Testing and Materials*
BPF	Boas Práticas de Fabricação
BPL	Boas Práticas de Laboratório
EP	*European Pharmacopeia*

N/A	Não Aplicável
JP	*Japanese Pharmacopeia*
USP	*United States Pharmacopeia*
PQO	Protocolo de Qualificação Operacional
EF	Espectrofluorímetro

5. MODELO DE QUALIFICAÇÃO

A documentação de ***QUALIFICAÇÃO*** da ***QPACK*** baseia-se no modelo indicado na tabela abaixo.

Os princípios básicos de recomendações para ***QUALIFICAÇÃO*** estão de acordo com as diretrizes ***BPF*** e ***BPL*** atualmente aplicáveis. É recomendado a empresa ***CONTRATANTE*** realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

Requerimentos	Verificação
Durante o desenvolvimento do instrumento, todos os requerimentos devem ser atendidos.	***QD*** (Qualificação de Designer) - ***FABRICANTE***
O Sistema deve ser fabricado e testado de acordo com as especificações.	Protocolo de Aceitação Interna - ***FABRICANTE***
O sistema deve ser instalado de acordo com as especificações do fabricante.	***QI*** (Qualificação de Instalação) - Empresa ***CONTRATADA***, quando contratado
Versão de *firmware*, ajustes e configurações são documentadas.	*Logbook* de registro de atividades - Empresa ***CONTRATANTE*** / Empresa ***CONTRATADA***
O sistema cumpre os critérios de aceitação especificados.	***QO*** (Qualificação Operacional) - Empresa ***CONTRATADA***
O usuário deverá ser treinado.	Documentação de Treinamento - Empresa ***CONTRATADA***
Documentos escritos para o bom funcionamento devem estar presentes.	Instruções de Operação - Empresa ***CONTRATANTE***
Execução de uma leitura de amostra da empresa ***CONTRATANTE*** de um método validado, para avaliação dos parâmetros de *System Suitability.*	***QD*** (Qualificação de Desempenho) - Empresa ***CONTRATANTE***

6. CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO

Os parâmetros estabelecidos neste protocolo foram definidos com base nas edições atuais da **USP, EP, JP** e **ASTM**, que servem como base para a aceitação da ***QUALIFICAÇÃO***.

Caso haja necessidade de mudança para qualquer teste ou limite diferente dos propostos neste protocolo, a alteração deverá ser solicitada ao especialista antes do início do serviço. ***A QPACK*** reserva-se o direito de garantir a conformidade apenas com a variância originalmente proposta nos testes. As personalizações de limites dos testes podem sujeitar o sistema a limites que excedem o intervalo operacional típico. Estas alterações serão aplicadas ao protocolo, porém, com uma notificação que irá refletir esta situação.

No caso de uma reprovação do teste, os resultados fora de especificação deverão ser anexados neste protocolo, além da entrada de uma justificativa do especialista indicando as causas da reprovação no documento Ordem de Serviço, e se existe a necessidade de uma ação corretiva.

Estas informações serão associadas e disponibilizadas ao cliente para rastreabilidade do processo no site: cliente.qpack.com.br

Obs.: A ***QPACK*** não será responsável por falhas de teste para limites com faixa mais estreita (mais exigentes ou desafiadores) do que os valores recomendados.

7. TESTES ADICIONAIS

Testes adicionais que não são considerados parte da programação necessária para a conclusão do serviço contratado, deverão ser avaliados, e se for compatível com os padrões e documentos, serão cobrados os custos adicionais ao serviço inicialmente contratado.

8. DIREITOS RESERVADOS

Este protocolo, desenvolvido por meio do Núcleo de Suporte Técnico da ***QPack***, é totalmente protegido por direitos autorais e não pode ser utilizado ou reproduzido sem a concordância e autorização prévia dos detentores dos direitos.

As informações e procedimentos contidos neste protocolo estão sujeitas a mudanças sem notificação prévia, estando relacionadas especialmente com as ***definições dos órgãos competentes, não cabendo assim, nenhum tipo de* responsabilidade para a *QPack***.

9. RESPONSABILIDADES

A ***QUALIFICAÇÃO*** deste equipamento será realizada levando-se em consideração as condições externas (fatores como posição do instrumento, temperatura ambiente, umidade relativa, rede elétrica, nível de bancada, entre outros), as quais podem afetar o desempenho do equipamento. Assim sendo, não nos responsabilizamos por eventuais mudanças que venham a ocorrer nestas condições de instalação após a execução do serviço.

9.1. CONTRATANTE

- ✓ Aprovar os parâmetros e limites estipulados neste protocolo, antes da execução da ***QUALIFICAÇÃO*** do instrumento;
- ✓ A empresa ***CONTRATANTE*** se responsabiliza em prover boas condições para a realização do serviço, tais como temperatura controlada, rede elétrica estabilizada, espaço físico suficiente para realização do serviço, vidrarias, solventes diversos, reagentes, assim como local apropriado para o descarte deles;
- ✓ Conferir a etiqueta de ***QUALIFICAÇÃO*** do equipamento que será entregue no dia do encerramento do serviço;
- ✓ Conferir e assinar a Ordem de Serviço em formato eletrônico, do trabalho realizado;
- ✓ A empresa ***CONTRATANTE*** se responsabiliza por conferir e aprovar todo o protocolo entregue, aceitando assim, a ***QUALIFICAÇÃO*** do equipamento fornecida pela ***QPack***.

9.2. QPACK

- ✓ Enviar um especialista treinado e qualificado para executar todos os procedimentos de qualificação;
- ✓ Prover a cada especialista, um kit de ***QUALIFICAÇÃO*** adequado para execução do serviço, compatível com qualquer configuração de ***ESPECTROFLUORÍMETRO*** disponível;
- ✓ Realizar a manutenção preventiva do instrumento antes da ***QUALIFICAÇÃO*** dele, ***QUANDO CONTRATADA***;
- ✓ Preencher a Ordem de Serviço com desvios e recomendações para resolução de problemas quando aplicável;
- ✓ Fornecer o certificado de ***QUALIFICAÇÃO*** ou de análise comprovando que os padrões e soluções de referência estão dentro da validade;
- ✓ Entregar para contratante todo protocolo pertinente à execução do serviço, e relatório final de ***QUALIFICAÇÃO***.

10. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS

- ✓ Padrão de Sulfato de Quinina.

11. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO

Para completar o procedimento de ***QUALIFICAÇÃO*** mencionados neste protocolo, é necessário certificar-se de ter os itens abaixo disponíveis para consulta:

- ✓ A especificação completa do instrumento a ser qualificado;
- ✓ Configuração do *software* de controle e aquisição de dados (se aplicável);
- ✓ Os manuais de operação do instrumento.

12. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS

O especialista e o revisor devem usar as seguintes diretrizes para o preenchimento do protocolo:

- ✓ Todos os itens dos formulários devem ser preenchidos (exceto o campo comentários que é opcional);
- ✓ As colunas de resultado devem ser preenchidas exclusivamente com: "***APROVADO***", "***REPROVADO***" ou "***N/A***";
- ✓ Quando o valor ou campo não for aplicável ao modelo do equipamento, ou a função testada for inexistente, o campo deve ser riscado com uma linha diagonal da esquerda superior para a direita inferior. Caso a tabela tenha mais de quatro campos não aplicáveis, utilize a linha diagonal em todos eles. Se houver quatro ou menos campos não aplicáveis, preencha-os com "***N/A***";
- ✓ Todas as datas deverão ser preenchidas no formato ***DD/MM/AAAA***;
- ✓ Qualquer desvio a partir de um procedimento definido no protocolo e/ou resultados obtidos onde medidas corretivas forem necessárias, estas devem ser documentados no adendo "***LISTA DE DESVIOS***", o responsável pelo instrumento tem que dar aprovação documentada com seu aceite para qualquer adequação ou divergência no protocolo antes das assinaturas de aprovações finais. O teste em questão deverá ser novamente executado e anexado ao protocolo numerando a página conforme a página do teste que falhou, seguido de letras em ordem alfabética (ex.: página 12A, página 12B etc.);
- ✓ Todos os resultados, espectros e demais evidências devem ser anexados ao término de cada teste. Além disso, os relatórios, certificados de treinamento e dos padrões deverão ser incluídos ao final deste protocolo e entregues à contratante.

13. MANUTENÇÃO PREVENTIVA

Tem como objetivo assegurar que o equipamento esteja em boas condições e que possa ser operado com segurança dentro da rotina do laboratório.

Este procedimento torna-se de vital importância no processo de ***QUALIFICAÇÃO***, pois o sistema será verificado em seus pontos críticos, sofrendo ajustes quando necessário, e/ou substituição de peças de desgaste natural.

14. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL

Seguindo corretamente os procedimentos de ***QUALIFICAÇÃO*** do ***ESPECTROFLUORÍMETRO*** descritos nesta documentação, os resultados obtidos assegurarão propriamente a ***QUALIFICAÇÃO*** e manutenção deste equipamento.

Informações coletadas durante o processo de ***QUALIFICAÇÃO*** deverão ser escritas nos formulários que oferecerão evidências para os órgãos regulatórios de que o ***ESPECTROFLUORÍMETRO*** opera adequadamente.

14.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o responsável do ***ESPECTROFLUORÍMETRO*** siga estas diretrizes para determinar quando é necessário realizar a ***REQUALIFICAÇÃO***:

- ✓ A periodicidade da ***REQUALIFICAÇÃO*** deverá ser definida pelo ***CONTRATANTE***, baseando-se na frequência do uso, desgaste de lâmpadas, unidade óptica, e/ou procedimentos internos;
- ✓ Quando o equipamento for transferido do local onde foi ***QUALIFICADO***;
- ✓ Deve-se sempre ***REQUALIFICAR*** após a substituição de componentes ou peças de maior importância como:
  - ➢ placas de controle;
  - ➢ placas de interface;
  - ➢ placas amplificadoras;
  - ➢ lâmpadas e peças da parte óptica;
- ✓ É importante ***REQUALIFICAR*** sempre que adicionar um acessório ou realizar alguma modificação/atualização do *hardware* ou *software*.

15. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO

Antes de iniciar a ***QUALIFICAÇÃO*** operacional, certifique-se de que o especialista e o revisor tenham lido e entendido todas as partes deste documento de ***QUALIFICAÇÃO***. As páginas anteriores detalham os procedimentos de preenchimentos dos formulários.

Após completar cada procedimento de ***QUALIFICAÇÃO***, o especialista deve registrar todos os resultados obtidos no formulário correspondente.

Se o especialista não completar corretamente um procedimento desta documentação de ***QUALIFICAÇÃO***, ele não deverá continuar os testes até que o problema seja resolvido.

O especialista deverá documentar que ação foi tomada para corrigir o problema na seção de comentários do formulário correspondente.

Quando for executar os testes de ***QUALIFICAÇÃO***, o especialista deve seguir as ***BPL*** todo o tempo. Sempre usar óculos de segurança e roupas adequadas e tomar cuidado quando for manipular solventes.

16. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO

Será utilizada uma etiqueta de identificação para o instrumento, que deverá ser totalmente preenchida, obedecendo os procedimentos abaixo mencionados:

- ✓ Deverá ser preenchido o ***NÚMERO DO CERTIFICADO***;
- ✓ O ***MODELO*** do equipamento;
- ✓ ***NÚMERO DE SÉRIE*** do equipamento ou ***TAG***;
- ✓ Quem executou o serviço;
- ✓ Tipo de serviço realizado;
- ✓ A data atual da conclusão no formato ***DD/MM/AAAA***;
- ✓ Para o campo ***PRÓXIMA DATA*** consulte o responsável do laboratório contratante, pois cada ***CONTRATADA*** tem um cronograma definido que estipula a periodicidade dos serviços de qualificação.

Atenção: O local de colagem da etiqueta deverá ser de fácil visualização, e colada preferencialmente no módulo definido pelo cliente.

17. CÁLCULOS

Esta seção inclui todos os cálculos e fórmulas para todos os testes disponíveis. Dependendo dos testes que foram executados na ***QUALIFICAÇÃO***, apenas os cálculos pertinentes a eles serão aplicados.

17.1. MÉDIA

A média aritmética simples é obtida dividindo-se a soma das observações pelo número delas. É um quociente geralmente representado pelo símbolo $\overline{X}$. Se tivermos uma série de n valores de uma variável x, a média aritmética simples será determinada pela expressão:

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_{med\ i}}{n}$$

Onde:

$X_{med\ i}$ = *Valor amostral, leitura i-ésimo de n*

n = *Número total de leituras amostrais*

17.2. DESVIO PADRÃO

O desvio padrão é uma medida de dispersão e o seu valor reflete a variabilidade das observações em relação à média.

A dispersão das observações que constituem uma amostra pode ser caracterizada pelos desvios de cada observação em relação à média, podendo tomar valores positivos ou negativos e o somatório dos desvios de cada observação em relação à média amostral é zero. Contudo, os desvios ao quadrado, tomam sempre um valor positivo, e a respectiva média é a variância da amostra. Se existir uma grande dispersão das observações a variância é grande. Se os valores de cada uma das observações forem próximos da média a variância é pequena. O cálculo de desvio padrão será determinado pela expressão:

$$DP = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i - X_{med})^2}{n-1}}$$

Onde:

X *i* = Valor amostral, leitura i-ésimo de n

X *med* = Valor médio amostral para n valores

n = Número total de leituras amostrais

17.3. DESVIO

O Desvio é avaliado pela diferença absoluta entre o valor programado e a leitura obtida, conforme expressão abaixo:

$$\boldsymbol{Desvio} = \left(\left| \boldsymbol{X_{leit}} - \boldsymbol{X_{progr}} \right|\right)$$

Onde:

Xleit = Valor da leitura para X

Xprogr = Valor programado para X

18. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS

NORMA ABNT NBR ISO 9001:2015 – SISTEMAS DE GESTÃO DA QUALIDADE – REQUISITOS.

NORMA ABNT NBR ISO 17025:2017 – REQUISITOS GERAIS PARA A COMPETÊNCIA DE LABORATÓRIOS DE ENSAIO E CALIBRAÇÃO.

USP – *THE UNITED STATES PHARMACOPEIA, EDITION 39 (2016). CAPÍTULO <1058> ANALYTICAL INSTRUMENT QUALIFICATION.*

ASTM – *AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL, VOL. 03.06.*

VAM – *VALID ANALYTICAL MEASUREMENT.*

CVG – *CALIBRATION AND VALIDATION GROUP.*

EP – *EUROPEAN PHARMACOPEIA, EDITION 8.0.*

EUROPEAN DIRECTORATE FOR THE QUALITY OR MEDICINES & HEALTHCARE – OMCL NETWORK OF THE COUNCIL OF EUROPE.

ANVISA – AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA – MANUAL DE BOAS PRÁTICAS EM BIODISPONIBILIDADE / BIOEQUIVALÊNCIA. VOLUME II – MÓDULO 3: INSTRUMENTAÇÃO ANALÍTICA <6.3.2> QUALIFICAÇÃO DE OPERAÇÃO.

(GMP) *GOOD MANUFACTURING PRACTICE.*

(GLP) *GOOD LABORATORY PRACTICE.*

BPL – BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO.

BPF – BOAS PRÁTICAS DE FABRICAÇÃO.

19. IDENTIFICAÇÕES

19.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE	
EMPRESA:	
ENDEREÇO:	
CONTATO DO DEPARTAMENTO:	

19.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA	
ESPECIALISTA:	-
FUNÇÃO:	-
EMPRESA CONTRATADA:	QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA

19.3. IDENTIFICAÇÃO DO REVISOR	
REVISOR:	FABÍOLA SPIGARIOL
FUNÇÃO:	ANALISTA DE QUALIDADE
EMPRESA CONTRATADA:	QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA

19.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO	
EQUIPAMENTO:	
MODELO:	
NÚMERO DE SÉRIE:	
FABRICANTE:	
TAG:	
LOCAL INSTALADO:	

19.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS		
DESCRIÇÃO / MODELO	NÚMERO DE SÉRIE	FABRICANTE

19.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS OU MATERIAIS UTILIZADOS					
INSTRUMENTO OU MATERIAL UTILIZADO	TAG OU LOTE	DATA DA CALIBRAÇÃO/ PREPARO	DATA DE VENCIMENTO	Nº DO CERTIFICADO	ANEXO
					A1
					A2
					A3

20. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ESPECTROFLUORÍMETRO

20.1. EXATIDÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA

Definição: O teste de exatidão do comprimento de onda é um procedimento de calibração utilizado para verificar a precisão dos comprimentos de onda em um Espectrofluorímetro. Ele consiste na varredura dos espectros de excitação e emissão da solução padrão de Sulfato de Quinina, cujos picos característicos são comparados com valores de referência conhecidos, permitindo avaliar a confiabilidade do equipamento.

Método do teste: O método mais utilizado para verificar a exatidão do comprimento de onda em um Espectrofluorímetro consiste na realização de varreduras de excitação e emissão utilizando solução padrão de Sulfato de Quinina. Essa substância apresenta picos bem definidos na região do UV/Vis, permitindo a comparação precisa entre os comprimentos de onda observados e os valores teóricos esperados. Dessa forma, é possível avaliar e confirmar a correta calibração do equipamento, garantindo maior confiabilidade nas medições realizadas.

Parâmetros de leitura

Modo:	**Varredura do comprimento de onda**
Modo Fotométrico:	**Excitação e Emissão**
Faixa de Leitura:	**200 – 300 nm, 300 – 400 nm e 400 – 500 nm**
Velocidade de Scan:	**100 nm/min**
Largura de Banda:	**5 nm**
Ponto de Coleta:	**0.5 nm**
Resposta:	**Rápida**

Critério de aceitação:	**± 5**

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros de leitura.
2. Checar o compartimento de amostra, ele deve estar vazio.
3. Inserir o padrão de Sulfato de Quinina no compartimento de amostras.
4. Iniciar a varredura.
5. Após a leitura, determinar as posições dos picos encontrados e preencher a tabela com os valores obtidos.

Excitação

POSIÇÃO ESPERADA (nm)	POSIÇÃO OBTIDA (nm)	DIFERENÇA	RESULTADO
250.0		-250	N/A
353.0		-353	N/A

Emissão

POSIÇÃO ESPERADA (nm)	POSIÇÃO OBTIDA (nm)	DIFERENÇA	RESULTADO
451.0		-451	N/A

Comentários:

Especialista: -

20.2. REPETIBILIDADE DO COMPRIMENTO DE ONDA

Definição: O teste de repetibilidade do comprimento de onda verifica se o equipamento reproduz consistentemente o mesmo comprimento de onda, sendo essencial para garantir resultados quantitativos confiáveis.

Método do teste: Este método assegura que o monocromador retorne exatamente à mesma posição para um determinado comprimento de onda. Em análises quantitativas, a repetibilidade é mais importante que a precisão do comprimento de onda, pois baixa repetibilidade aumenta o desvio entre leituras e causa maior variação nos valores fotométricos, comprometendo a confiabilidade dos resultados.

Parâmetros de leitura

Modo:	**Varredura do comprimento de onda**
Modo Fotométrico:	**Excitação e Emissão**
Faixa de Leitura:	**Excitação: 200 – 300 nm**
	Emissão: 300 – 600 nm
Velocidade de Scan:	**100 nm/min**
Largura de Banda:	**5 nm**
Pontos de Coleta	**0.5 nm**
Resposta:	**Rápida**

Critério de aceitação:	**± 1.0 nm**

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros da leitura.
2. Checar o compartimento de amostra, ele deve estar vazio.
3. Inserir o padrão de Sulfato de Quinina no compartimento de amostras.
4. Iniciar a varredura.
5. Repetir o item 3 por mais duas vezes.
6. Após as leituras, determinar as posições dos picos encontrados para as Bandas de excitação e emissão, em seguida preencher a tabela com os valores obtidos.

Excitação

POSIÇÃO 1 (nm)	POSIÇÃO 2 (nm)	POSIÇÃO 3 (nm)	DIFERENÇA (nm)	RESULTADO
				N/A

Emissão

				APROVADO

Comentários:

Especialista: -

20.3. RESOLUÇÃO

Definição: O teste de resolução avalia a capacidade do espectrofluorímetro de distinguir picos de absorção próximos entre si, verificando se o equipamento consegue separá-los de forma adequada, de acordo com sua largura de banda espectral.

Método do teste: A resolução é a capacidade do equipamento de separar e medir picos de absorção próximos. Ela depende da pureza da luz incidente na amostra e é geralmente expressa como a largura de banda espectral (em nm) da luz monocromática.

Parâmetros de leitura

Modo:	**Varredura do comprimento de onda**
Modo Fotométrico:	**Emissão**
Faixa de Leitura:	**350 – 450 nm**
Velocidade de Scan:	**100 nm/min**
Largura de Banda:	**5 nm**
Pontos de Coleta:	**0.5 nm**
Resposta:	**Rápida**

Critério de aceitação:	**≤ 10,0 nm**

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros de leitura.
2. Inserir a cubeta com água no compartimento de amostra.
3. Iniciar a leitura.
4. Após a leitura, determinar a largura da meia altura do pico encontrado e preencher a tabela com os valores encontrados.

LARGURA DE BANDA (nm)	LARGURA OBTIDA (nm)	RESULTADO
		APROVADO

Comentários:

Especialista: -

20.4. SENSIBILIDADE

Definição: O teste de sensibilidade avalia a capacidade do equipamento de detectar pequenas variações de sinal, por meio da relação entre o pico Raman da água e o ruído da linha de base, indicando o limite de detecção do Espectrofluorímetro.

Método do teste: A sensibilidade mostra a relação entre o pico Raman da água e o ruído da linha de base da varredura do comprimento de onda, também demonstra que o equipamento é capaz de detectar pequenas variações na absorbância.

Parâmetros de leitura

Modo:	**Varredura do comprimento de onda**
Modo Fotométrico:	**Emissão**
Faixa de Leitura:	**350 – 450 nm**
Velocidade de Scan:	**100 nm/min**
Largura de Banda:	**5 nm**
Pontos de Coleta:	**0.5 nm**
Resposta:	**Rápida**

Critério de aceitação:	**≥ 50 : 1**

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros de leitura.
2. Colocar a cubeta com água ultrapura no compartimento de amostra.
3. Iniciar a leitura.
4. Após a leitura, determinar a altura do pico Raman e a altura máxima da linha de base subsequente, em seguida preencher a tabela.

ALTURA DO PICO (A)	ALTURA DO RUÍDO (B)	VALOR ENCONTRADO (A/B)	RESULTADO
		NaN	APROVADO

Comentários:

Especialista: -

20.5. ESTABILIDADE FOTOMÉTRICA

Definição: O teste de estabilidade fotométrica avalia a capacidade do espectrofluorímetro de manter leituras constantes de absorbância ao longo do tempo, indicando a estabilidade do sinal e a confiabilidade das medições.

Método do teste: A estabilidade fotométrica avalia a variação da linha de base próxima de zero absorbância ao longo do tempo, sem amostras e sem mudanças nos parâmetros. Quanto menor a variação, maior a confiabilidade das medições, sendo especialmente importante em análises prolongadas. O teste deve ser realizado após o aquecimento do equipamento e com mínima variação de temperatura ambiente.

Parâmetros de leitura

Modo:	**Varredura por tempo**
Modo Fotométrico:	**Emissão e Excitação**
Comprimento de onda:	**350 – 450 nm**
Período:	**300 seg**
Largura de Banda:	**5 nm**
Pontos de Coleta:	**0.5 seg**
Resposta:	**Lento**

Critério de aceitação:	**< 0.5 (abs)**

Procedimento do teste:

1. Ajustar os parâmetros da leitura.

2. Checar que não há amostras na câmara de amostras.

3. Iniciar a leitura.

4. Após a leitura, determinar o ponto máximo e o mínimo dos dados coletados, calcular a diferença entre estes dois valores e dividir por dois o resultado encontrado, preencher a tabela.

Diferença entre o ponto máximo e mínimo da linha de base			
VALORES ENCONTRADOS DE ABS DO PICO MAIS ALTO E DO MAIS BAIXO	DIFERENÇA	DIVIDIR POR 2 A DIFERENÇA ENCONTRADA	RESULTADO
Máx. = **Min. =**			APROVADO
Comentários:			
Especialista: -			

21. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO ESPECTROFLUORÍMETRO

Aprovação dos testes realizados neste protocolo.

PERÍODO DA QUALIFICAÇÃO:	A
EMPRESA CONTRATANTE:	

INSTRUMENTO	FABRICANTE	MODELO	IDENTIFICAÇÃO

Nota: Os resultados obtidos foram avaliados através do relatório de qualificação.

TESTES REALIZADOS	RESULTADO
20.1 – Exatidão do Comprimento de Onda	N/A
20.2 – Repetibilidade do Comprimento de Onda	APROVADO
20.3 – Resolução	APROVADO
20.4 – Sensibilidade	APROVADO
20.5 – Estabilidade Fotométrica	APROVADO
Especialista: -	

22. ASSINATURAS

As assinaturas a seguir representam a validação dos testes realizados, bem como a aprovação dos parâmetros e critérios de aceitação estabelecidos neste ***PROTOCOLO DE QUALIFICAÇÃO***. A aprovação é atestada pela Empresa Contratada e aprovada pela Contratante:

Aprovado por:	FABÍOLA SPIGARIOL	Assinatura:
Empresa Contratada:	QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA	
Departamento:	DOCUMENTAÇÃO	
Função:	ANALISTA DE QUALIDADE	

Empresa Contratante:		
Aprovado por:		Assinatura:

23. HISTÓRICO DE REVISÕES

DATA DE EFETIVIDADE:	***REVISÃO***	***ITENS***	***REGISTRO DE ALTERAÇÕES***
30/04/2026	00	Todos	Elaboração do documento.
15/06/2026	01	Todos	Ajuste na distribuição dos testes.