Lab provider QPack

Nº do Certificado:

074/23

Documento de Qualificação

EMPRESA:	**SANOFI MEDLEY FARMACÊUTICA LTDA**
EQUIPAMENTO:	**SPECTROMETER FT-IR**
IDENTIFICAÇÃO:	**AXQ 4001**
MARCA:	**PERKIN ELMER**
MODELO:	**SPECTRUM TWO**
Nº DE SÉRIE:	**115169**
ACESSÓRIO:	**UATR TWO**
Nº DE SÉRIE:	**PODL 190719045**
LOCAL INSTALADO:	**CONTROLE DE QUALIDADE**

Especialista responsável pelo serviço:

DANILO DE SOUZA MELO

Data de Início:	**09/02/2023**
Data do Término:	**09/02/2023**
Próximo Data:	**-- /08/2023**

QPack Soluções Analíticas Ltda.
Rua Ema Gazzi Magnusson, 138 – Comercial Vitoria Martini – Indaiatuba – SP
CEP 13347-630 - www.qpack.com.br - Fone: 55 (19) 2660-1110
E-mail: qpack@qpack.com.br

1. INTRODUÇÃO

Este procedimento de qualificação operacional do espectrofotômetro FT-IR, foi desenvolvido para o uso de especialistas treinados e qualificados para executar e revisar o conteúdo descrito nesta documentação, que verificará se o equipamento opera segundo suas especificações.

Muitos equipamentos de laboratórios, instrumentos e sistemas analíticos computadorizados, são utilizados dentro da indústria farmacêutica, alimentícia, laboratórios de prestação de serviços e entre outros. Estes sistemas são utilizados para a aquisição de dados e com isso 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 qualificar esses sistemas de modo a 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 conforme com as condições para a qual foi designado.

Esta documentação exige três tipos de pessoas:

- O Executor - sendo pessoa treinada e qualificada (como definido pelo BPL, BPF e órgãos reguladores) para executar os procedimentos de qualificação desta documentação.
- O Revisor - sendo a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo BPL, BPF e órgãos reguladores) para revisar e aprovar os testes realizados pelo Executor.
- O Cliente - sendo a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo BPL, BPF e órgãos reguladores) para conferir e aprovar todos os testes realizados nesta documentação.

2. SIGLAS E DEFINIÇÕES

Abreviação	Descrição
ASTM	American Society for Testing and Materials
ATR	Attenuated Total Reflectance
BPF	Boas Práticas de Fabricação
BPL	Boas Práticas de Laboratório
EP	European Pharmacopeia
QD	Qualificação de Desempenho
F	Formulário
FTIR	Fourier Transform Infrared
N/A	Não Aplicável
P/N	Part Number – Número do artigo
QI	Qualificação de Instalação
QO	Qualificação de Operação
USP	United States Pharmacopeia
Cm^{-1}	Número de Onda
JP	*Japanese Pharmacopeia*

3. OBJETIVO

O objetivo deste documento é orientar sobre a estrutura, conceito e procedimento do protocolo de qualificação para um espectrofotômetro FT-IR seguindo os procedimentos de qualidade da QPack.

3.1. Modelo de Qualificação

A documentação de qualificação da QPack baseia-se no modelo indicado na tabela abaixo. Os princípios básicos de recomendações para qualificação correspondem com as diretrizes BPF e BPL atualmente aplicáveis. É recomendado ao cliente realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

Requerimentos	Verificação
O sistema deve ser instalado conforme as especificações do fabricante.	Qualificação de instalação – Prestador de Serviços
Versão de firmware, ajustes e configurações são documentadas.	*Logbook* de registro de atividades – Cliente / Prestador de Serviços
O sistema cumpre os critérios de aceitação especificados.	QO (Qualificação Operacional) – Prestador de Serviços
O usuário deverá ser treinado.	Documentação de Treinamento - Prestador de Serviços
Documentos escritos para o bom funcionamento devem estar presentes.	Instruções de operação – Cliente
Execução de uma leitura de amostra do cliente de um método validado, para avaliação dos parâmetros de *System Suitability.*	QD (Qualificação de Desempenho) – Cliente.

3.2. Critério de Aceitação

Os parâmetros estabelecidos neste protocolo são com base nas edições atuais da USP, EP, JP e ASTM, que formam a base para a aceitação da qualificação. Para os parâmetros que não estão especificados na USP, EP, JP e ASTM, foram seguidos os limites propostos pelos fabricantes do espectrofotômetro FT-IR.

Caso haja necessidade de mudança na documentação para qualquer teste ou limite diferente dos propostos neste protocolo, a alteração deverá ser solicitada ao técnico 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.

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.

3.3. 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.

4. DIREITOS RESERVADOS

Este documento foi desenvolvido pela equipe de documentação da QPack Soluções Analíticas, e todo o seu conteúdo é de direito reservado, não podendo, portanto, ser usado ou reproduzido sem acordo e autorização prévia dos proprietários dos direitos.

As informações e procedimentos contidos neste documento estão sujeitas a mudanças sem notificação prévia, estando relacionadas especialmente com as definições dos órgãos competentes, não cabendo assim, nem uma responsabilidade para a QPack Soluções Analíticas.

5. 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 ocorram nestas condições de instalação após a execução do serviço.

5.1. Cliente

Aprovar os parâmetros e limites estipulados neste protocolo de qualificação antes da execução da qualificação do instrumento;

O cliente se responsabiliza em prover boas condições para a realização do serviço, tais como temperatura controlada, rede elétrica estabilizada, espaço físico suficiente para realizar o serviço, vidrarias, solventes diversos, reagentes, assim como local apropriado para o descarte dos mesmos;

Conferir a etiqueta de qualificação do equipamento que será entregue no dia do encerramento do serviço de qualificação;

Conferir e assinar a ordem de serviço do trabalho realizado;

O cliente se responsabiliza por conferir e aprovar toda a documentação entregue, aceitando assim, a qualificação do equipamento fornecido pela QPack.

5.2. QPack

Enviar um técnico treinado e qualificado para executar todos os procedimentos de qualificação;

Prover a cada técnico, um kit de qualificação adequado para execução do serviço, compatível com qualquer configuração do FT-IR disponível;

Realizar a manutenção preventiva do instrumento antes da qualificação do mesmo, quando contratada;

Preencher o relatório de desvios e recomendações para resolução de problemas quando aplicável;

Fornecer o certificado de calibração ou de análise comprovando que os padrões e soluções de referência estão dentro da validade;

Entregar para o cliente toda a documentação pertinente à execução do serviço, e relatório final de qualificação.

6. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS

Kit de padrões.

7. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO

Para completar o procedimento de qualificação operacional mencionados nesta documentação, 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;
- Os manuais de operação do instrumento.

8. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS

O Executor e o Revisor devem usar as seguintes diretrizes para o preenchimento dos formulários desta documentação:

Todos os itens dos formulários devem ser preenchidos (exceto o campo, comentários que é opcional, e deve se traçar uma linha diagonal da esquerda inferior para a direita superior caso este campo não seja utilizado).

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 formulário “Lista de Desvios”, contida neste documento. 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.).

Quando o valor ou campo não for aplicável ao modelo do equipamento, ou a função testada for inexistente, o mesmo deverá ser riscado com uma reta na diagonal total do campo da esquerda inferior para a direita superior.

Todos os espectros, relatórios, anexos, certificados de treinamento e dos padrões devem ser anexos ao final deste documento, e entregues ao cliente.

9. MANUTENÇÃO PREVENTIVA

Tem como objetivo assegurar que o equipamento esteja em boas condições e possa ser operado com segurança dentro da rotina do laboratório. Este procedimento torna-se de vital importância no processo de qualificação operacional, pois o sistema será verificado em seus pontos críticos, sofrendo ajustes quando necessário, e/ou substituição de peças de desgaste natural.

10. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL

Seguindo corretamente os procedimentos de qualificação do espectrofotômetro FT-IR 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 espectrofotômetro FT-IR opera adequadamente.

11. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o proprietário ou responsável do espectrofotômetro FT-IR siga estas diretrizes para determinar quando é necessário realizar a requalificação:

• A periodicidade da requalificação deverá ser definida pelo cliente, baseando-se na frequência do uso, desgaste de lâmpadas, lasers, fonte de infravermelho, 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, realizar alguma modificação, atualização, hardware ou software.

12. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO

Antes de iniciar a qualificação operacional, certifique-se de que o Executor 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 Executor deve registrar todos os resultados obtidos no formulário correspondente.

Se o Executor não completar corretamente um procedimento desta documentação de qualificação, ele não deverá continuar os testes até que o problema seja resolvido. O Executor 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 técnico deve seguir as boas práticas de laboratório todo o tempo. Sempre usar óculos de segurança e roupas adequadas e tomar cuidado quando for manipular solventes.

13. IDENTIFICAÇÃO DO SOLICITANTE

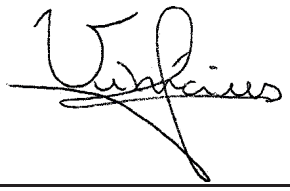
Preencher o formulário 1 para identificar os dados da empresa solicitante.

Nome da Empresa: **SANOFI MEDLEY FARMACÊUTICA LTDA**	
Endereço: **RUA CONDE DOMINGOS PAPAIZ**	**N°**: **413**
Bairro: JARDIM NATAL	**Cidade**: **SUZANO**
Estado: **SP**	**CEP**: **08613-010**
Responsável: INGRID FERREIRA	
Cargo: ANALISTA	
Departamento: **INSTRUMENTAÇÃO**	

Formulário 1 - Identificação do solicitante.

14. IDENTIFICAÇÃO DO EXECUTOR E DO REVISOR

Preencher o formulário 2 para identificar o Executor e o Revisor que executará e aprovará os procedimentos desta documentação de qualificação.

Executor:	**DANILO DE SOUZA MELO**
Cargo:	**ENGENHEIRO DE MANUTENÇÃO**
Data:	**09/02/2023**
Revisor:	**VINÍCIUS VIERA FIGUEIREDO**
Cargo:	**AUXILIAR ADMINISTRATIVO**
Assinatura Digital:	 Assinado de forma digital por Vinícius Vieira Figueiredo Dados: 2023.02.13 08:28:56 -03'00'

Formulário 2 - Identificação do executor e do revisor.

15. INFORMAÇÕES DE EQUIPAMENTOS E MATERIAIS UTILIZADOS NOS PROCEDIMENTOS DE QUALIFICAÇÃO

Preencher o formulário 3 para registrar as informações de calibração dos equipamentos e materiais utilizados nos procedimentos de qualificação.

Insira os certificados de calibração no final desta pasta identificados como anexos A1, A2 etc.

EQUIPAMENTO OU MATERIAL UTILIZADO	TAG/ID OU NÚMERO DE SÉRIE	DATA DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO	DATA DA PRÓXIMA CALIBRAÇÃO	ANEXO
POLYSTYRENE FILM	1921b	11/08/2022	31/12/2023	A1
ATR VALIDATION STANDARD	0410	23/03/2021	23/03/2026	A2
Executor: DANILO DE SOUZA MELO **Data:** 09/02/2023				

Formulário 3 - Informações de Equipamentos e Materiais Utilizados.

16. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO FT/IR

16.1. NÍVEL DE ENERGIA

- ***Método de teste:***

O perfil do *background* analisado, com o compartimento de amostras vazio, é comparado com o perfil do *background* coletado na instalação do equipamento usando determinados números de onda para realizar esta comparação.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 4 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

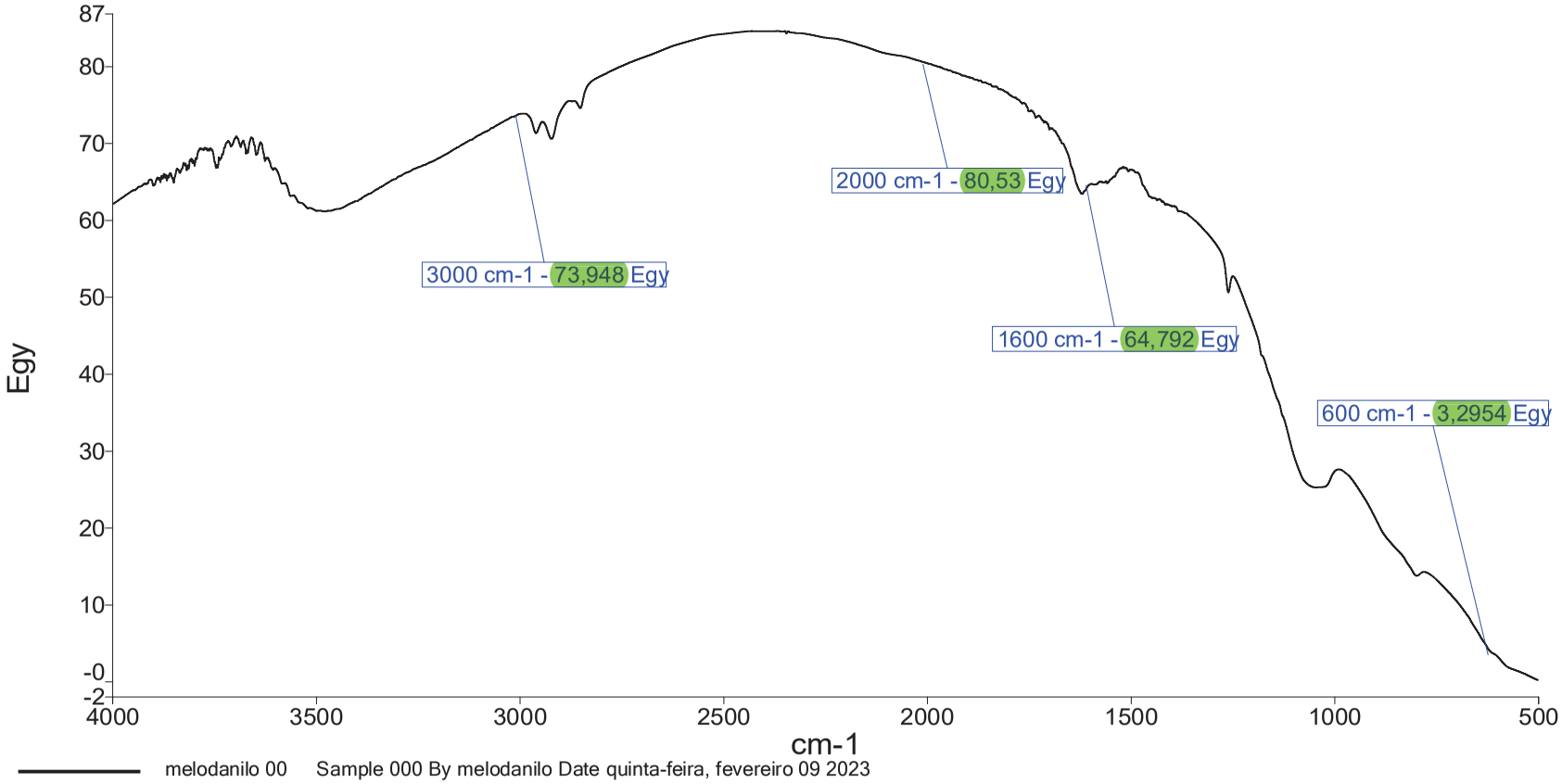
- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Verificar o nível de energia em 3000, 2000, 1600 e 600 cm^{-1};
5. Preencher o formulário 4 - Nível de Energia.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	VALOR OBTIDO (%T)	VALOR DA INSTALAÇÃO (%T)	PROPORÇÃO (%)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
3000	**73.948**	**73.964**	**99.98**	**> 60**	**APROVADO**
2000	**80.530**	**80.230**	**100.37**	**> 60**	**APROVADO**
1600	**64.792**	**64.290**	**100.78**	**> 60**	**APROVADO**
600	**3.2954**	**3.086**	**106.79**	**> 60**	**APROVADO**
Comentários: **N/A**					
Executor: **DANILO DE SOUZA MELO** **Data:** **09/02/2023**					

Formulário 4 - Nível de Energia

Analista Damilo Melo
Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 11:52



melodanilo 00 Sample 000 By melodanilo Date quinta-feira, fevereiro 09 2023

16.2. EXATIDÃO DO NÚMERO DE ONDA

- ***Método de teste:***

O padrão mais comum utilizado para a verificação da exatidão do número de onda é o SRM 1921b, um filme de Poliestireno de aproximadamente 38 µm de espessura com bandas de absorção bem definidas e certificada, fornecida pelo National Institute of Standards and Technology (NIST).

O método consiste na leitura do espectro a 2 cm^{-1} de resolução, e deve ser verificada a posição das seguintes bandas de absorção: 2850.20, 1601.38, 1154.62, 906.820 cm^{-1}

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

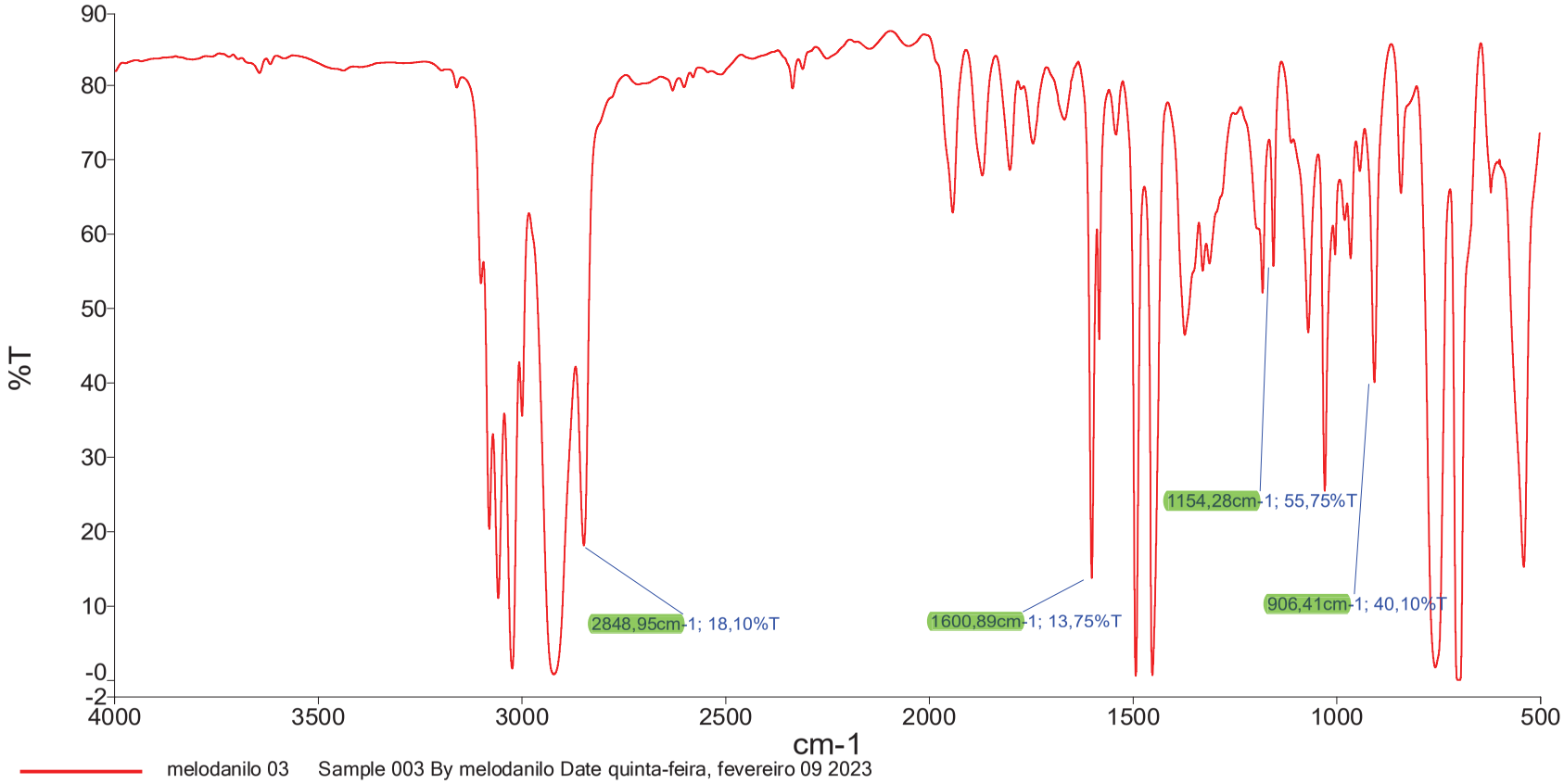
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de poliestireno no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: 2850.20, 1601.38, 1154.62, 906.820 cm^{-1};
7. Preencher o formulário 5 - Exatidão do Número de Onda.

POSIÇÃO ESPERADA (cm^{-1})	POSIÇÃO OBTIDA (cm^{-1})	DIFERENÇA (cm^{-1})	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
2850.20	**2848.95**	**1.250**	**± 2.0**	**APROVADO**
1601.38	**1600.89**	**0.490**	**± 2.0**	**APROVADO**
1154.62	**1154.28**	**0.340**	**± 2.0**	**APROVADO**
906.820	**906.410**	**0.410**	**± 2.0**	**APROVADO**
Comentários: **N/A.**				
Executor: **DANILO DE SOUZA MELO** **Data:** **09/02/2023**				

Formulário 5 - Exatidão do Número de Onda

Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 12:07



16.3. RESOLUÇÃO

- ***Método de teste:***

O padrão de filme de poliestireno usado para verificar a exatidão do número de onda e a repetibilidade do número de onda e fotométrica, possui bandas com picos e vales bem afilados permitindo a verificação da resolução do instrumento.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

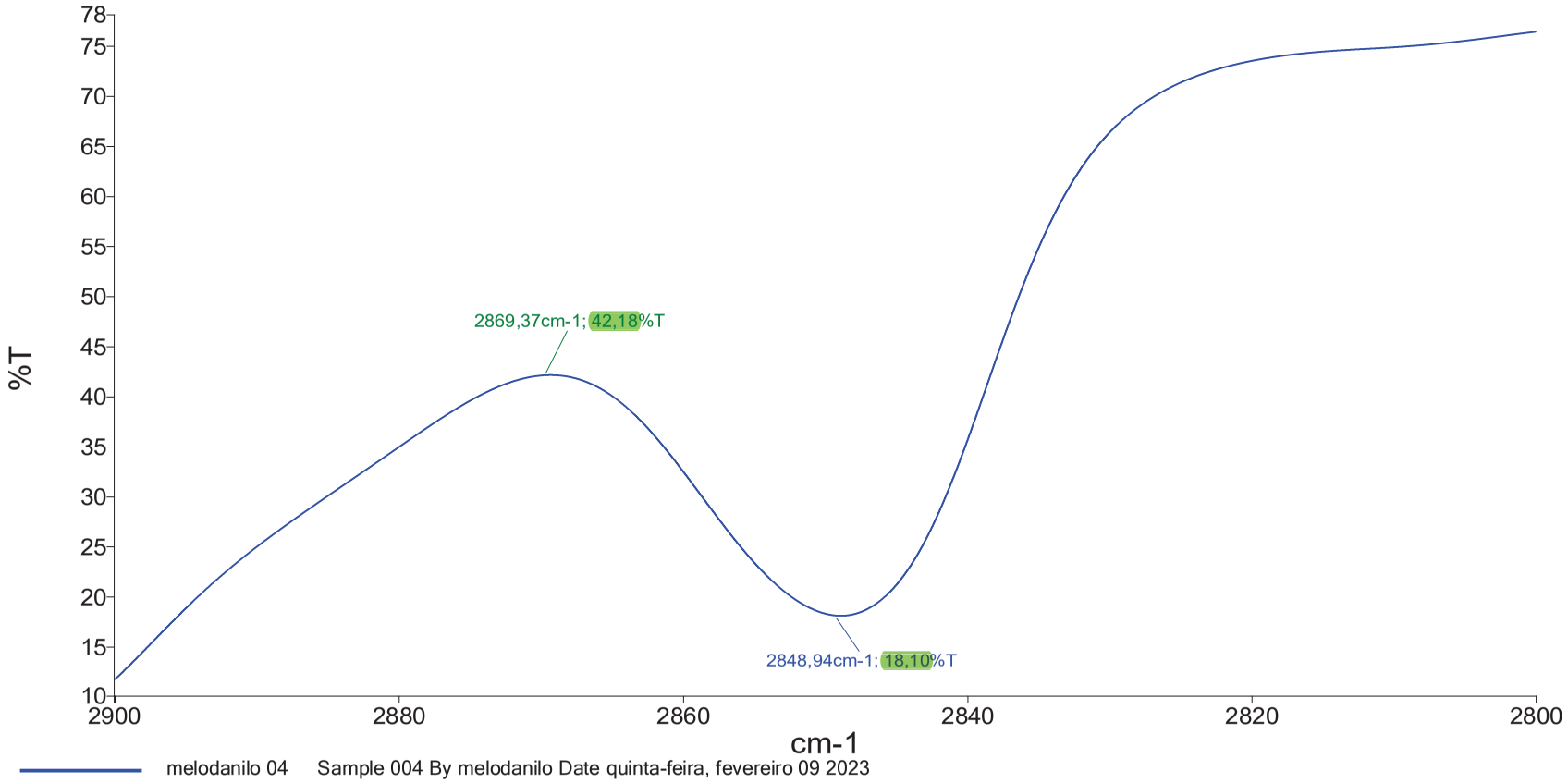
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de poliestireno no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Ampliar a região de 2800-2900 cm^{-1} e verificar a diferença de %T entre o vale de 2870 cm^{-1} e o pico de 2851 cm^{-1};
7. Ampliar a região de 1500-1600 cm^{-1} e verificar a diferença de %T entre o vale de 1588 cm^{-1} e o pico de 1583 cm^{-1};
8. Preencher o formulário 6 – Resolução.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	VALOR ENCONTRADO (%T)	DIFERENÇA ENTRE OS VALORES ENCONTRADOS (%T)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
2870	42.18	24.0800	> 18	APROVADO
2851	18.10			
1588	60.69	14.8000	> 10	APROVADO
1583	45.89			
Comentários: N/A.				
Executor: DANILO DE SOUZA MELO **Data:** 09/02/2023				

Formulário 6 - Resolução

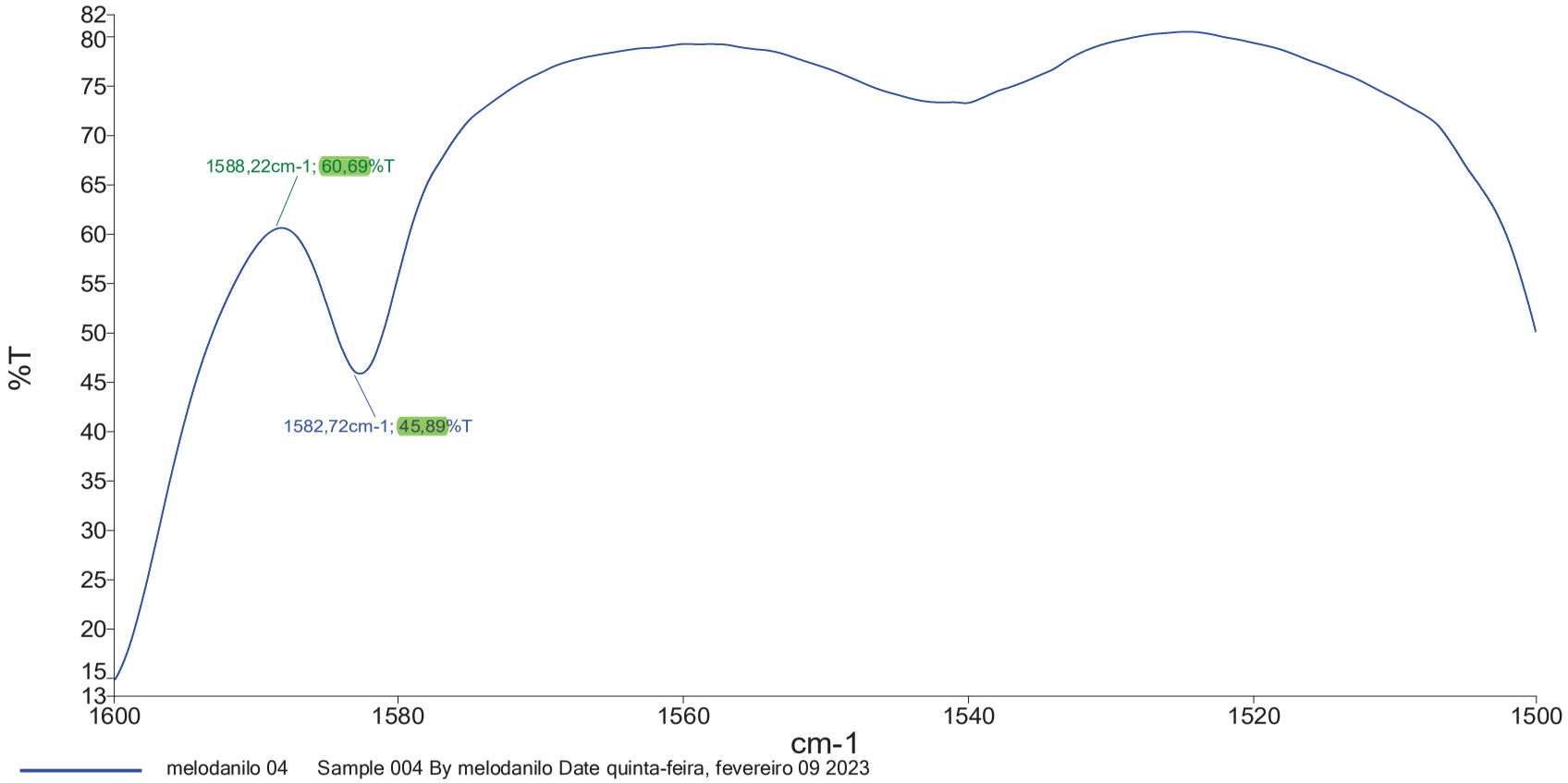
Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 12:18



Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 12:23



16.4. REPETIBILIDADE DO NÚMERO DE ONDA

- ***Método de teste:***

Este teste requer o uso de uma amostra comum, como o filme de poliestireno fornecido junto com o instrumento, deve-se verificar a repetibilidade da posição das bandas selecionadas de duas leituras sucessivas.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

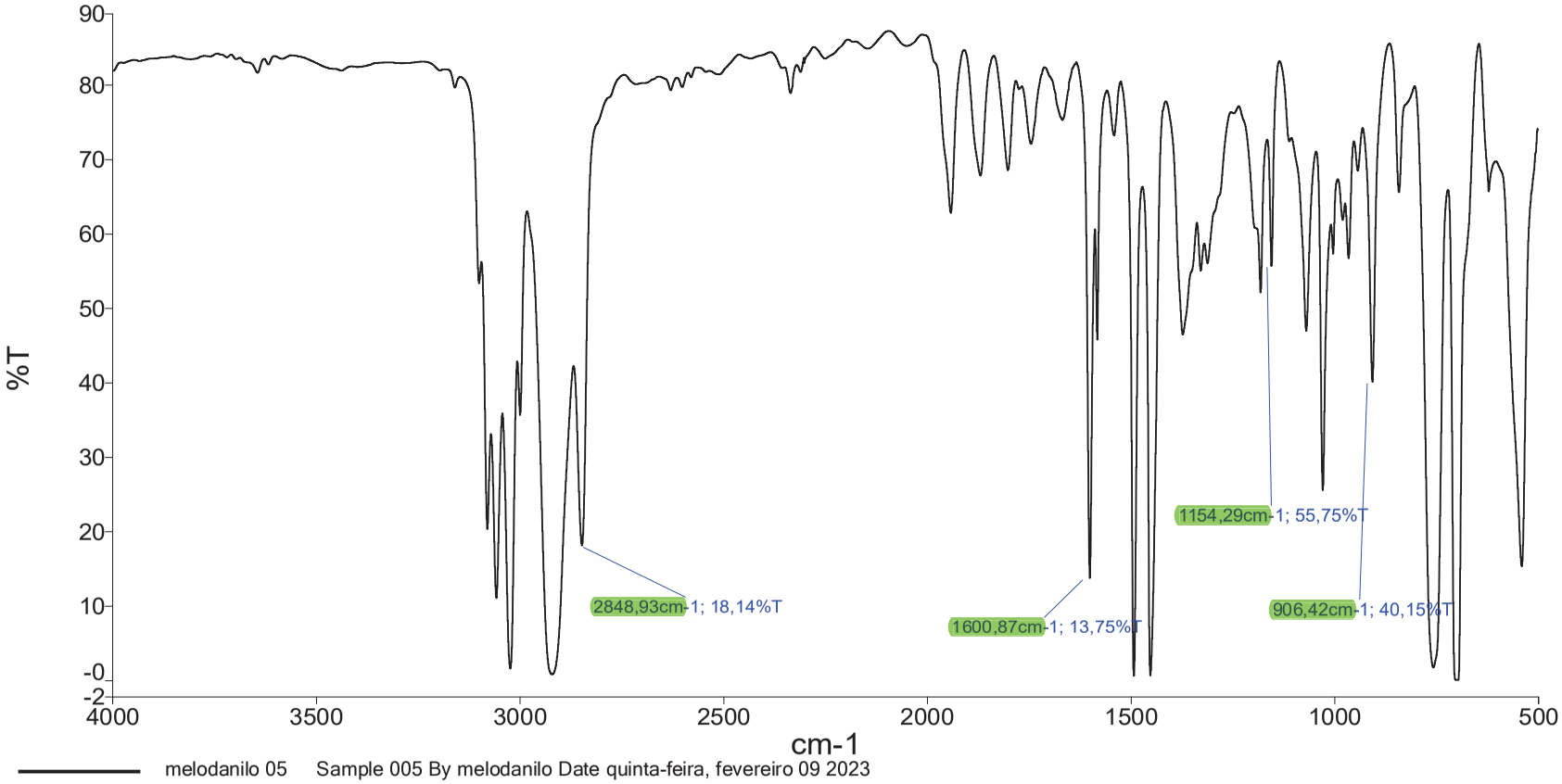
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de poliestireno no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do *background* e do padrão;
7. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: , 2850.20, 1601.38, 1154.62, 906.820 cm^{-1};
8. Preencher o formulário 7 - Repetibilidade do Número de Onda.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	1ª POSIÇÃO (cm^{-1})	2ª POSIÇÃO (cm^{-1})	DIFERENÇA (cm^{-1})	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
2850.20	**2848.93**	**2848.93**	**0.000**	**± 1.0**	**APROVADO**
1601.38	**1600.87**	**1600.87**	**0.000**	**± 1.0**	**APROVADO**
1154.62	**1154.29**	**1154.29**	**0.000**	**± 1.0**	**APROVADO**
906.820	**906.42**	**906.42**	**0.000**	**± 1.0**	**APROVADO**
Comentários: **N/A.**					
Executor: **DANILO DE SOUZA MELO** **Data:** **09/02/2023**					

Formulário 7 - Repetibilidade do Número de Onda

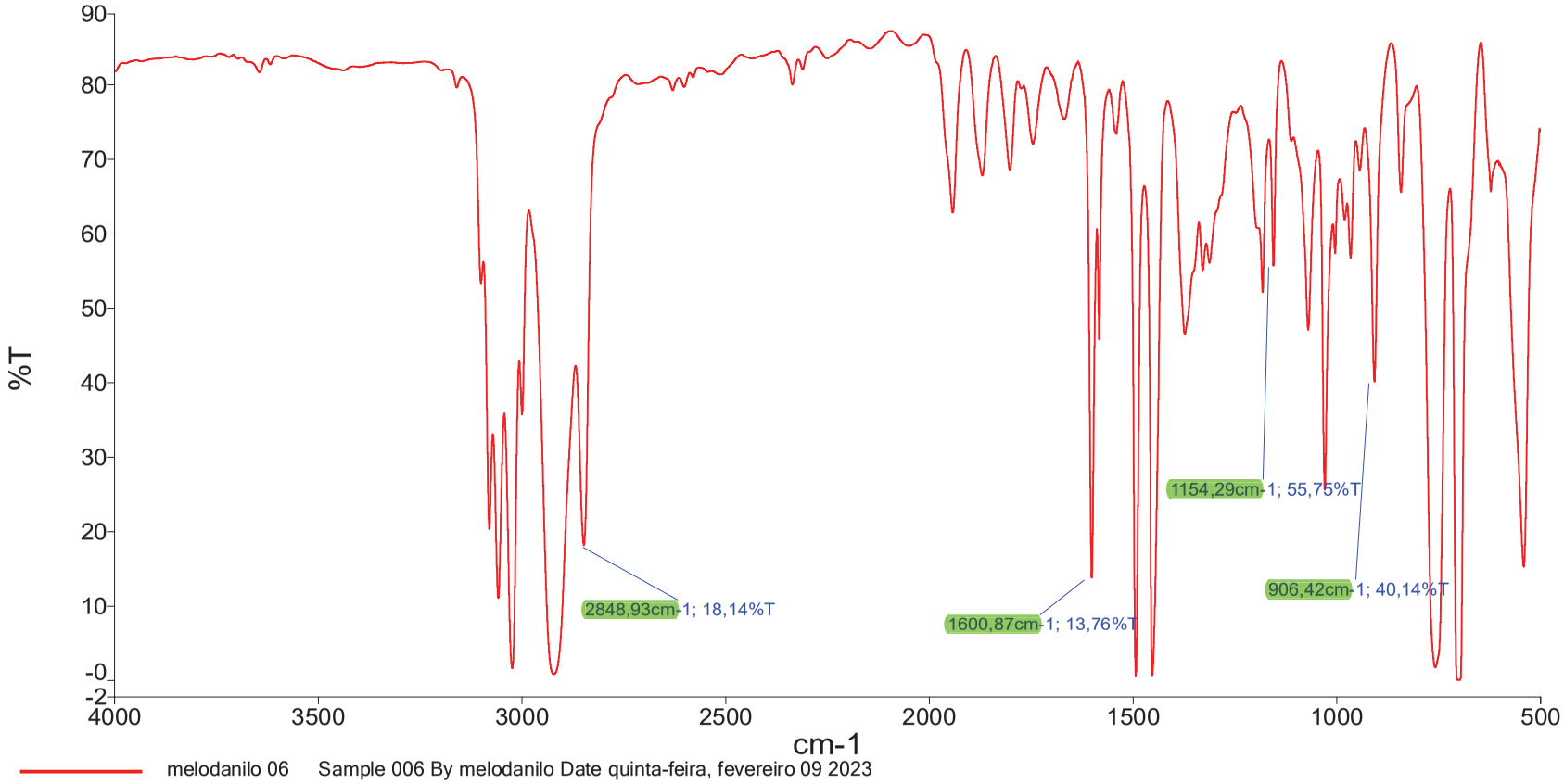
Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 13:05



Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 13:11



16.5. REPETIBILIDADE FOTOMÉTRICA

- ***Método de teste:***

Este teste requer o uso de uma amostra comum, como o filme de poliestireno fornecido junto com o instrumento, deve-se verificar a repetibilidade fotométrica das bandas selecionadas de duas leituras sucessivas.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

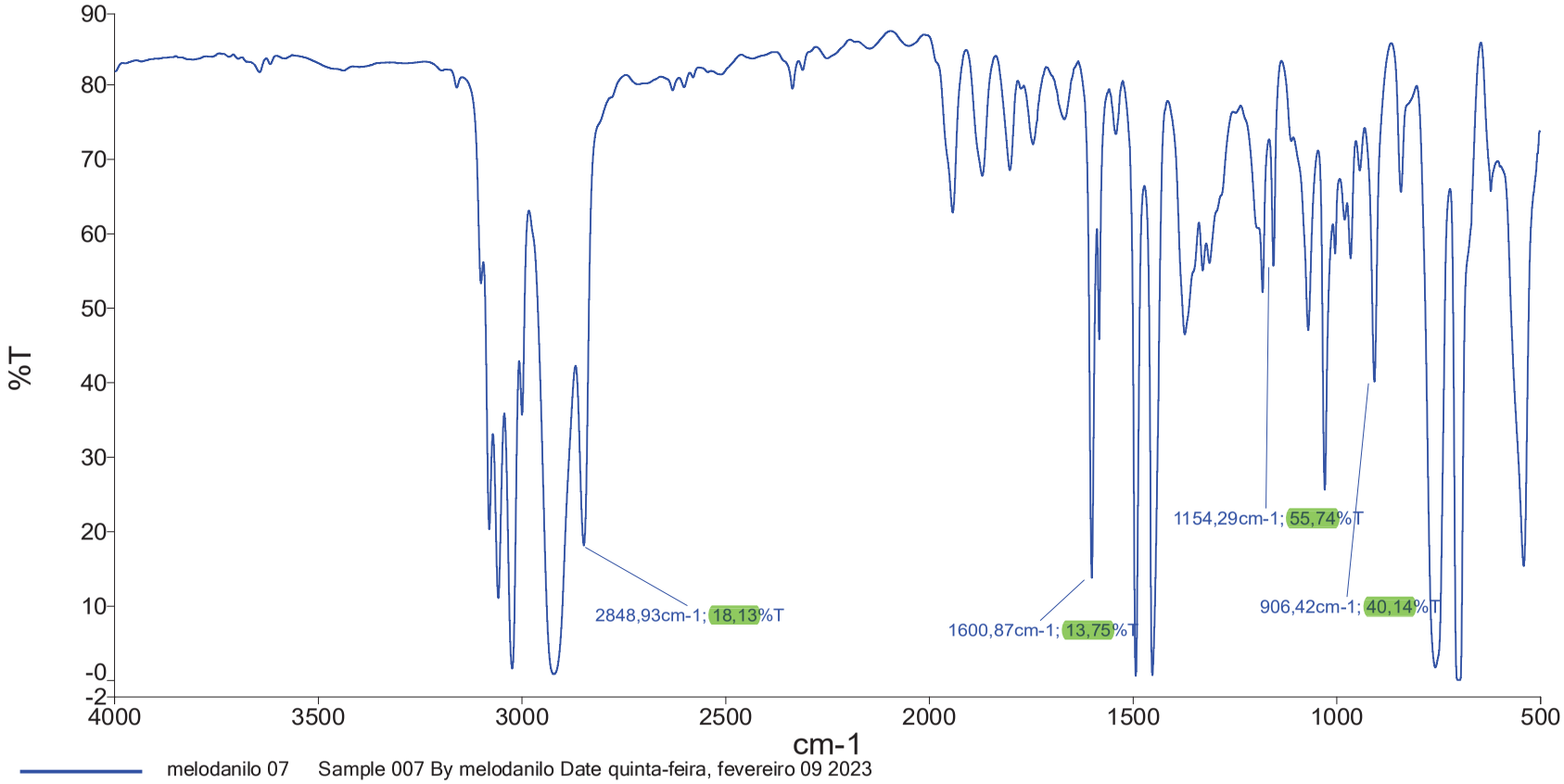
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de poliestireno no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do *background* e do padrão;
7. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção:2850.20, 1601.38, 1154.62, 906.820cm^{-1};
8. Preencher o formulário 8 - Repetibilidade Fotométrica.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	1° VALOR (%T)	2° VALOR (%T)	DIFERENÇA (%T)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
2850.20	**18.13**	**18.13**	**0.000**	**± 0.5**	**APROVADO**
1601.38	**13.75**	**13.74**	**0.010**	**± 0.5**	**APROVADO**
1154.62	**55.74**	**55.74**	**0.000**	**± 0.5**	**APROVADO**
906.820	**40.14**	**40.14**	**0.000**	**± 0.5**	**APROVADO**
Comentários:	**N/A.**				
Executor:	**DANILO DE SOUZA MELO**				
Data:	**09/02/2023**				

Formulário 8 - Repetibilidade Fotométrica

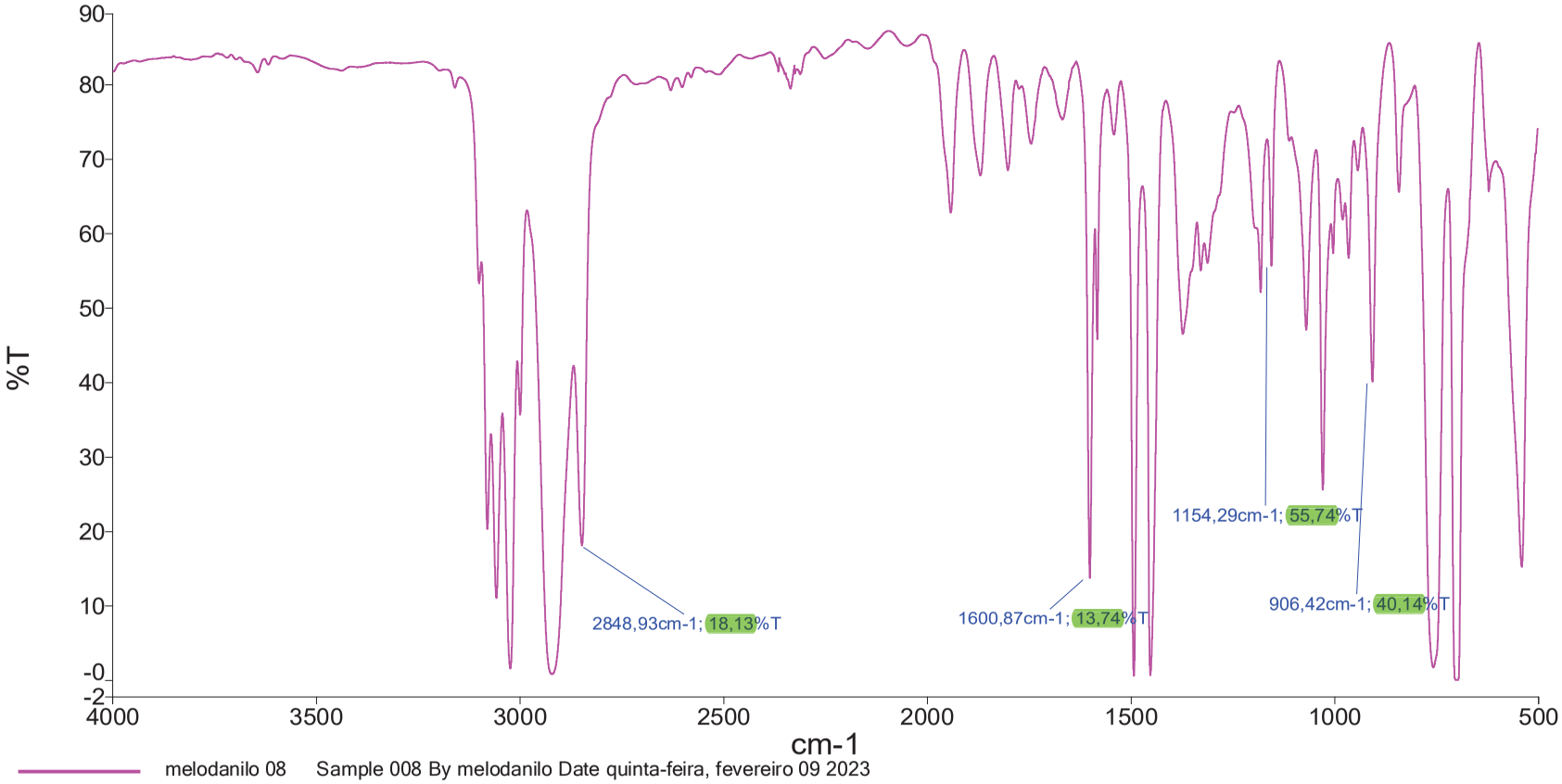
Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 13:17



Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 13:22



16.6. SENSIBILIDADE

- ***Método de teste:***

A leitura do backgound e a leitura da amostra são coletados com o compartimento de amostras vazios, e acumulando os espectros por 1 minuto a 4 cm^{-1} de resolução, deve ser verificado a região de 2200 cm^{-1} onde nem o CO2 e nem a umidade podem afetar as medidas.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 48
Resolução: 4 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

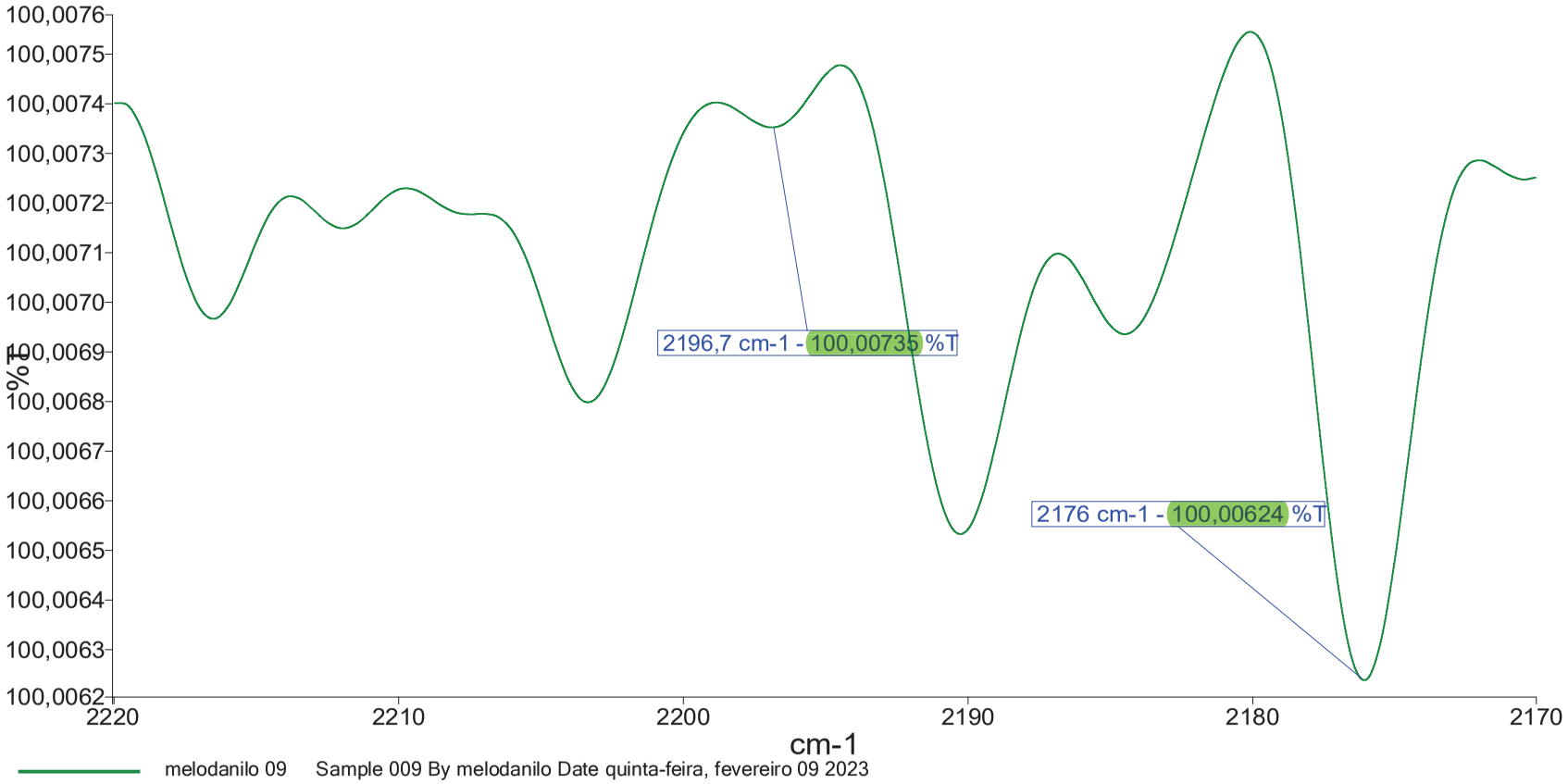
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Iniciar a leitura sem inserir o padrão no compartimento de amostras;
5. Ampliar a região de 2220-2170 cm^{-1} e verificar a diferença de %T entre o maior pico e o menor pico;
6. O valor do sinal-ruído é expresso como: 100/(diferença de pico a pico) : 1;
7. Quando necessario será realizado o "Auto Test" do equipamento para a aprovação do teste.
8. Preencher o formulário 9 – Sensibilidade.

VALOR DE %T DO PICO MAIS ALTO E MAIS BAIXO ENCONTRADOS	DIFERENÇA DOS VALORES DOS PICOS	DIVIDIR 100 PELA DIFERENÇA ENCONTRADA. VALOR OBTIDO	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
100.00735	0.001110	90090.09009033	> 5000 :1	APROVADO
100.00624				
Comentários: N/A.				
Executor: DANILO DE SOUZA MELO **Data:** 09/02/2023				

Formulário 9 – Sensibilidade

Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 13:49



17. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ATR.

17.1. ATR NÍVEL DE ENERGIA

- ***Método de teste:***

O perfil do *background* analisado, com o ATR vazio, é comparado com o perfil do *background* coletado na instalação do equipamento usando determinados números de onda para realizar esta comparação.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 4 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

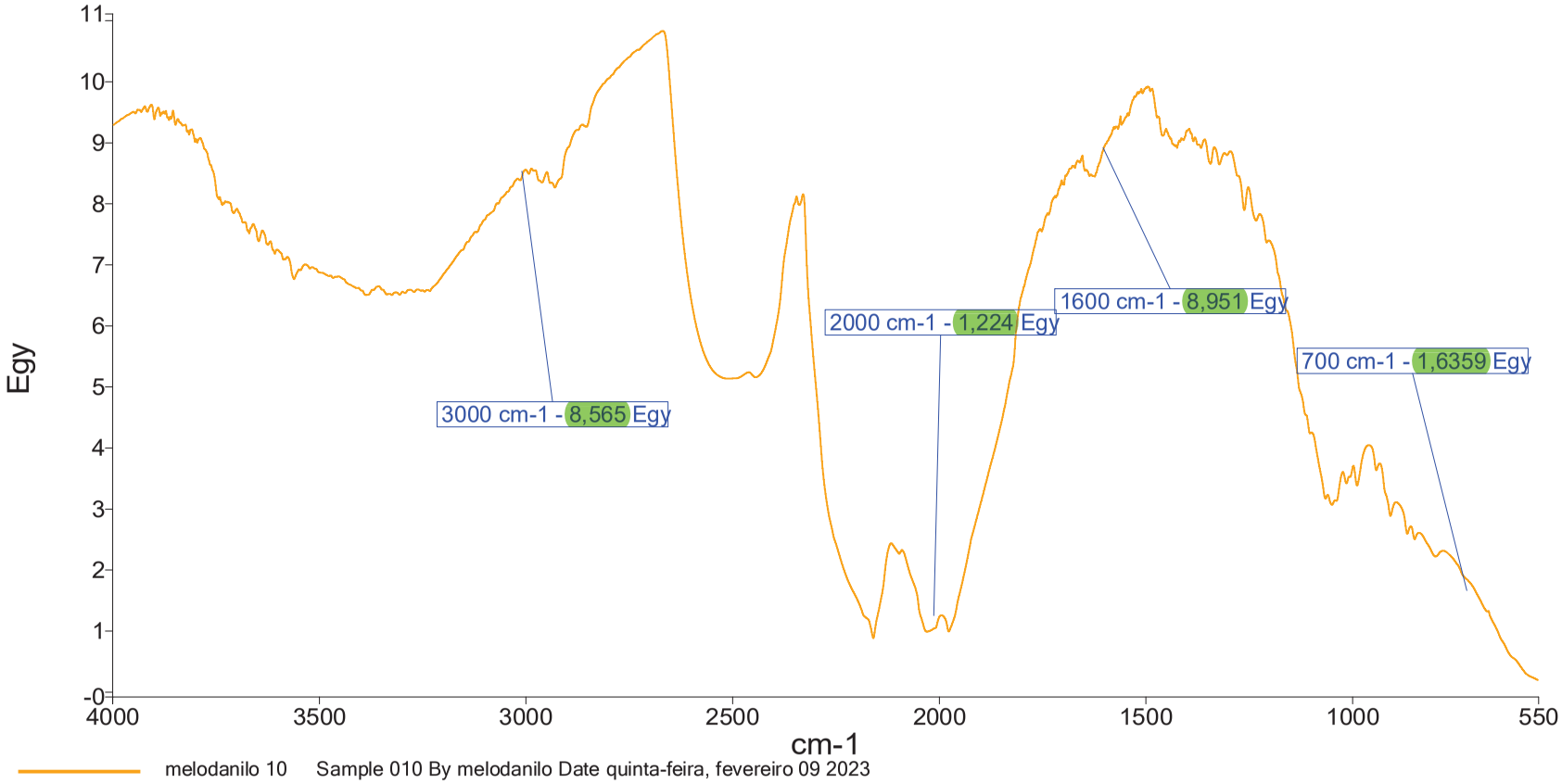
- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Verificar o nível de energia em 3000, 2000, 1600 e 700 cm^{-1};
5. Preencher o formulário 10 – ATR Nível de Energia.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	VALOR OBTIDO (%T)	VALOR DA INSTALAÇÃO (%T)	PROPORÇÃO (%)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
3000	**8.565**	**8.8931**	**96.31**	**> 60**	**APROVADO**
2000	**1.224**	**1.2502**	**97.90**	**> 60**	**APROVADO**
1600	**8.951**	**9.1320**	**98.02**	**> 60**	**APROVADO**
700	**1.6359**	**1.6786**	**97.46**	**> 60**	**APROVADO**
Comentários: **N/A**					
Executor: **DANILO DE SOUZA MELO** **Data:** **09/02/2023**					

Formulário 10 – ATR Nível de Energia

Analista Damilo Melo
Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 14:02



17.2. ATR EXATIDÃO DO NÚMERO DE ONDA

- ***Método de teste:***

O padrão mais comum utilizado para a verificação da exatidão do número de onda é o padrão 162-5470, que consiste em um material com bandas de absorção bem definidas e certificada.

O método consiste na leitura do espectro a 2 cm^{-1} de resolução, e deve ser verificada a posição das seguintes bandas de absorção: 2962.13, 1257.84, 1007.62, 786.332 cm^{-1}

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans:	16
Resolução:	2 cm^{-1}
Modo de leitura:	Single Beam para a leitura do *background* T % para a leitura da amostra
Ganho:	Auto (se selecionável)
Abertura:	Auto (se selecionável)
Velocidade:	Auto (se selecionável) Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro:	Auto (se selecionável)
Função:	Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

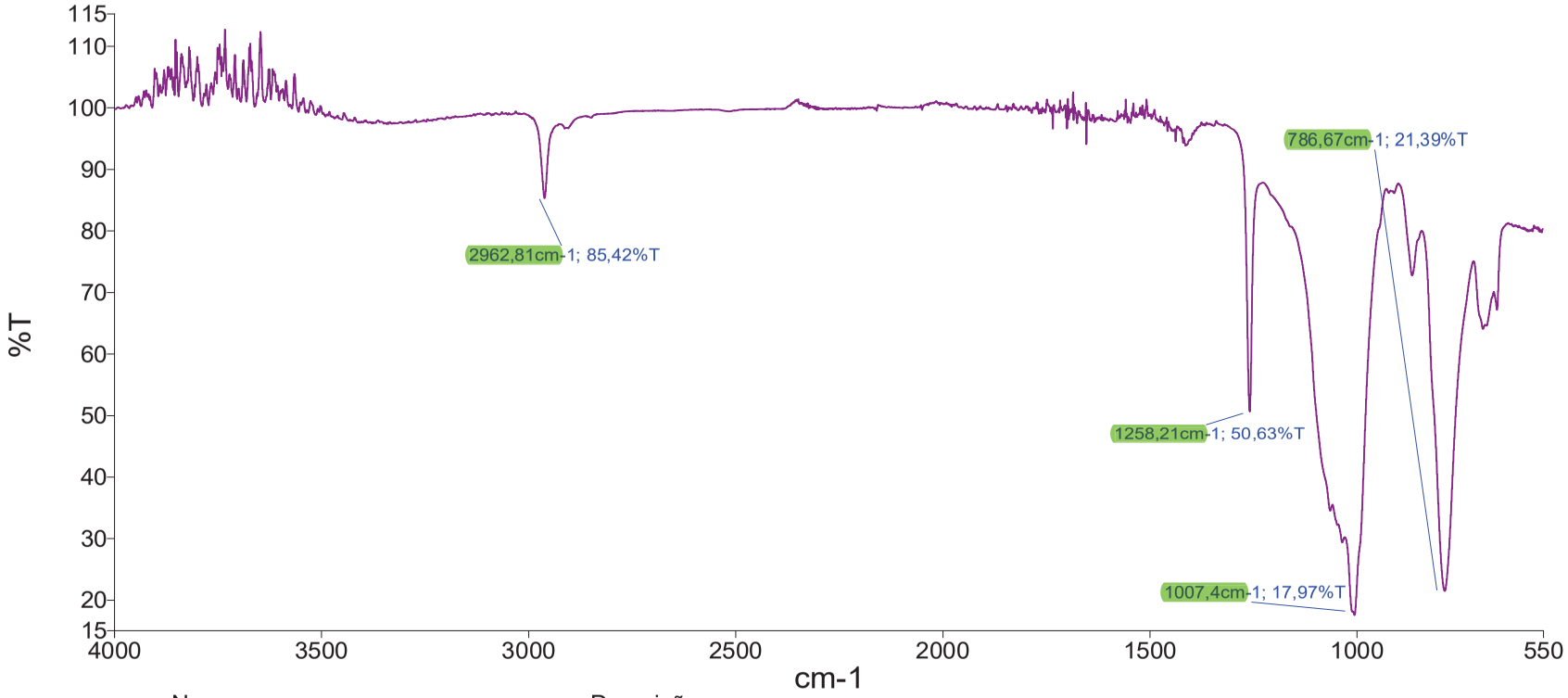
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de ATR no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: 2962.13, 1257.84, 1007.62, 786.332 cm^{-1};
7. Preencher o formulário 11 – ATR Exatidão do Número de Onda.

POSIÇÃO ESPERADA (cm^{-1})	POSIÇÃO OBTIDA (cm^{-1})	DIFERENÇA (cm^{-1})	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
2962.13	**2962.81**	**-0.680**	**± 2.0**	**APROVADO**
1257.84	**1258.21**	**-0.370**	**± 2.0**	**APROVADO**
1007.62	**1007.4**	**0.220**	**± 2.0**	**APROVADO**
786.332	**786.67**	**-0.338**	**± 2.0**	**APROVADO**
Comentários: **N/A.**				
Executor: **DANILO DE SOUZA MELO** **Data:** **09/02/2023**				

Formulário 11 – ATR Exatidão do Número de Onda

Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 14:17



Nome	Descrição
melodanilo 11	Sample 011 By melodanilo Date quinta-feira, fevereiro 09 2023
melodanilo 11	Sample 011 By melodanilo Date quinta-feira, fevereiro 09 2023

17.3. ATR RESOLUÇÃO

- ***Método de teste:***

O método de calibração mais comum para verificar a exatidão do número de onda e a repetibilidade do número de onda e fotométrica, possui bandas com picos e vales bem afilados permitindo a verificação da resolução do instrumento.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

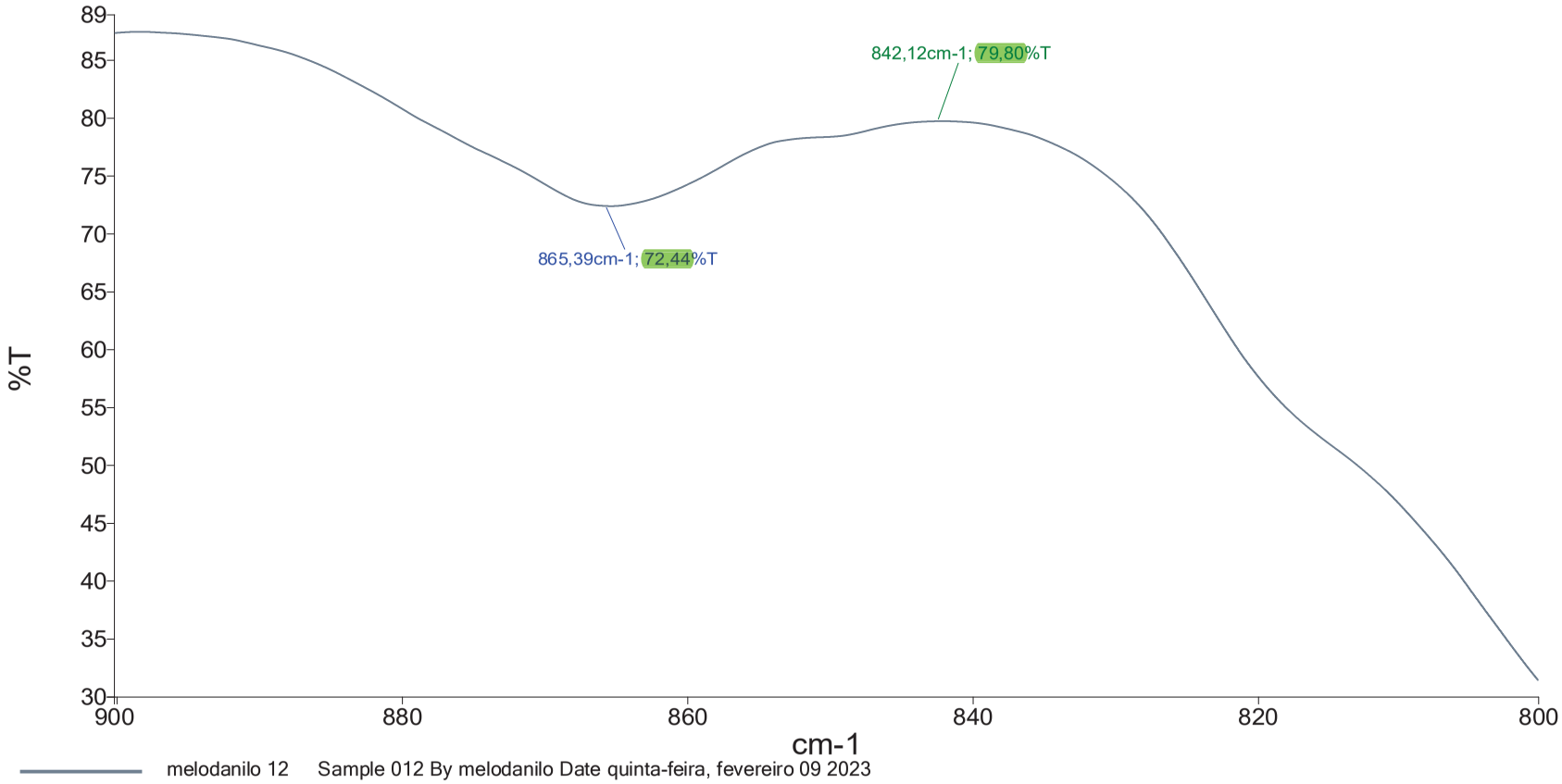
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de ATR no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Ampliar a região de 900 - 800 cm^{-1} e verificar a diferença de %T entre o vale de 870 cm^{-1} e o pico de 850 cm^{-1};
7. Preencher o formulário 12 – ATR Resolução.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	VALOR ENCONTRADO (%T)	DIFERENÇA ENTRE OS VALORES ENCONTRADOS (%T)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
850	79.80	7.3600	> 5.0	APROVADO
870	72.44			
Comentários	N/A			
Executor:	DANILO DE SOUZA MELO			
Data:	09/02/2023			

Formulário 12 – ATR Resolução

Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 14:26



17.4. ATR REPETIBILIDADE DO NÚMERO DE ONDA

- ***Método de teste:***

O padrão a ser utilizado para a verificação da repetibilidade do número de onda é um padrão com bandas de absorbância certificada. O padrão mais comum é o 162-5470 e deve-se verificar a repetibilidade da posição das bandas selecionadas de duas leituras sucessivas.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

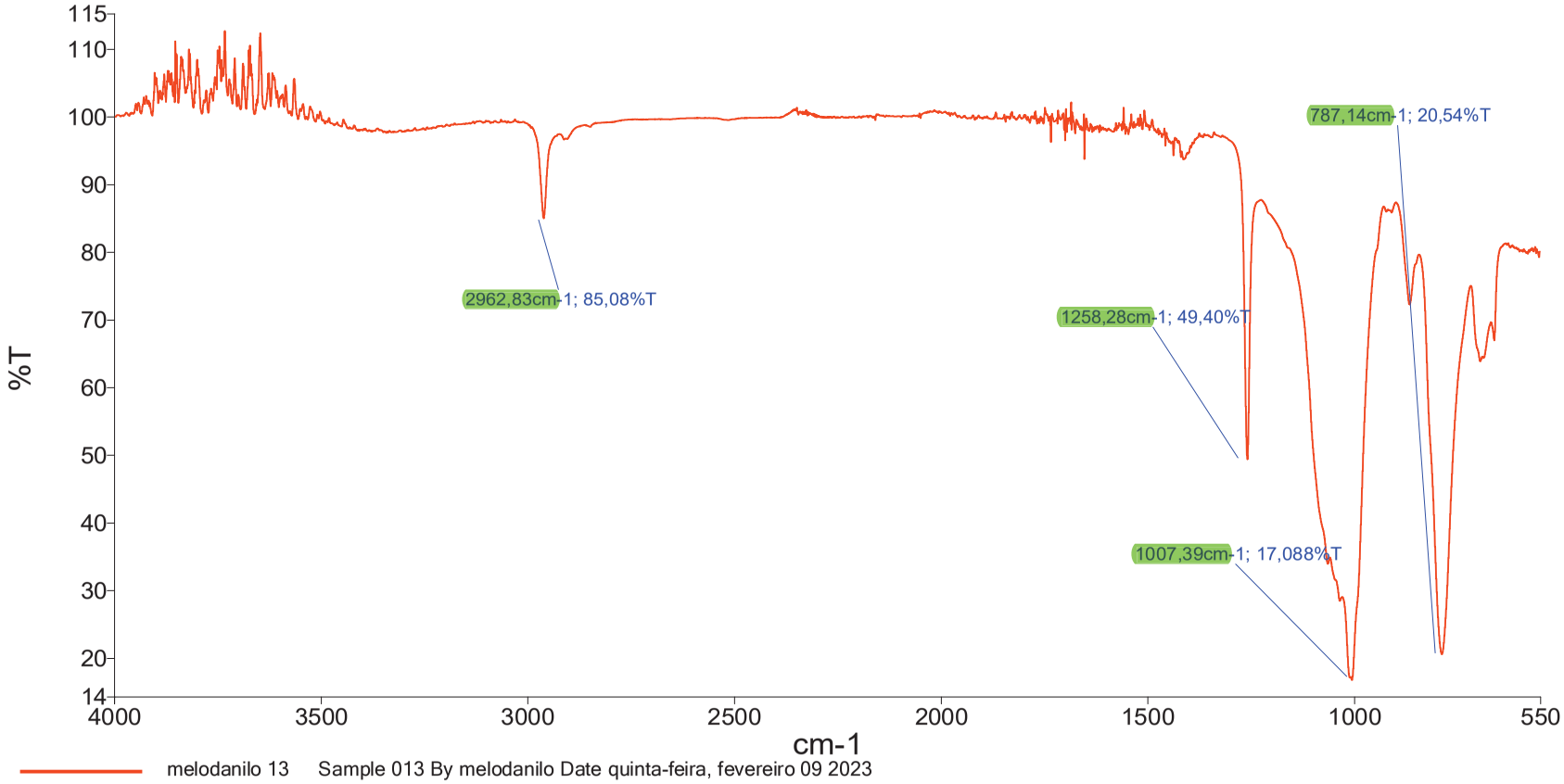
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de ATR no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do *background* e do padrão;
7. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: 2962.13, 1257.84, 1007.62, 786.332 cm^{-1};
8. Preencher o formulário 13 – ATR Repetibilidade do Número de Onda.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	1ª POSIÇÃO (cm^{-1})	2ª POSIÇÃO (cm^{-1})	DIFERENÇA (cm^{-1})	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
2962.13	**2962.83**	**2962.80**	**0.030**	**± 1.0**	**APROVADO**
1257.84	**1258.28**	**1258.30**	**-0.020**	**± 1.0**	**APROVADO**
1007.62	**1007.39**	**1007.41**	**-0.020**	**± 1.0**	**APROVADO**
786.332	**787.14**	**787.13**	**0.010**	**± 1.0**	**APROVADO**
Comentários	**N/A.**				
Executor:	**DANILO DE SOUZA MELO**				
Data:	**09/02/2023**				

Formulário 13 – ATR Repetibilidade do Número de Onda

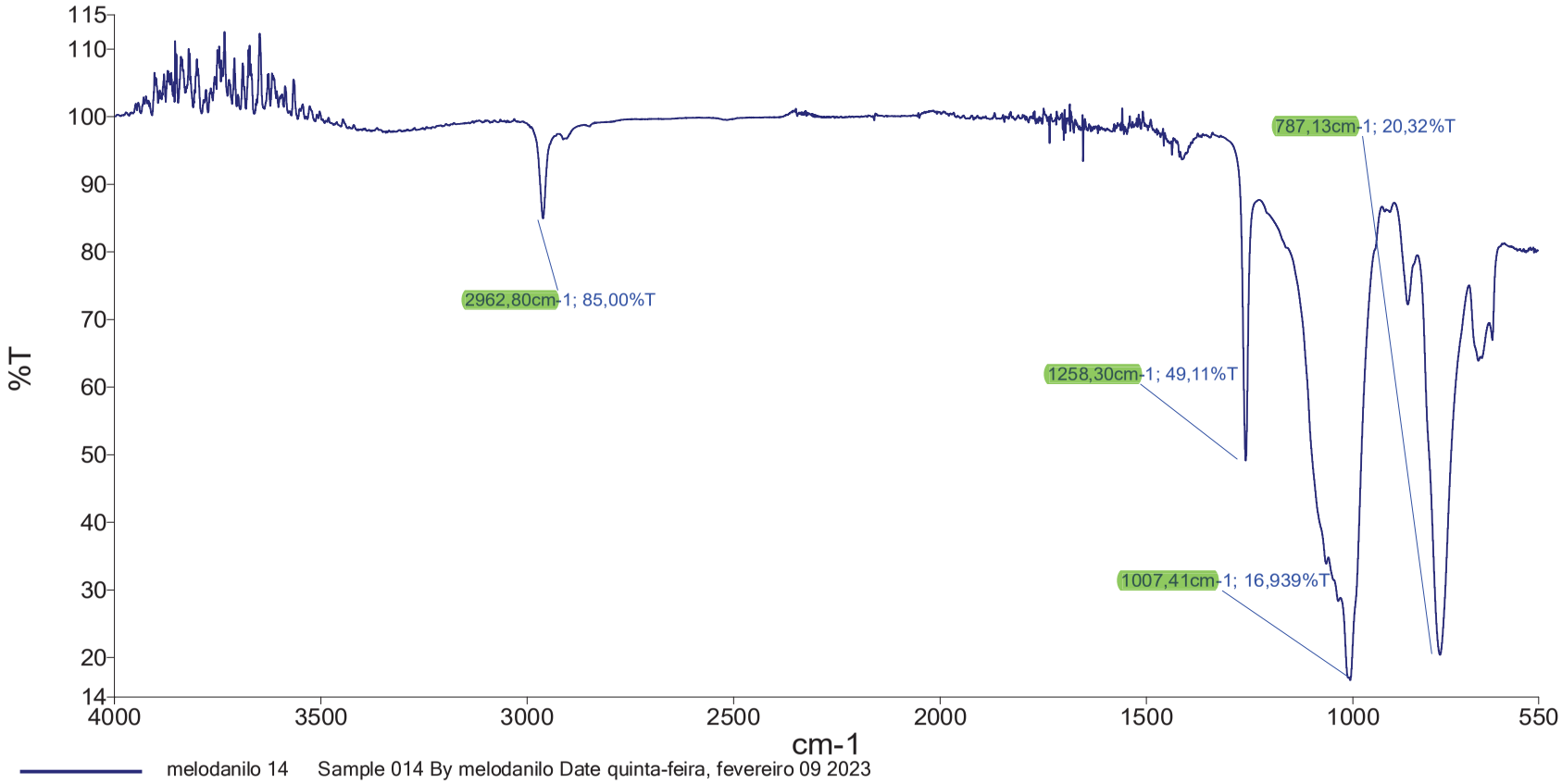
Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 14:38



Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 14:45



17.5. ATR REPETIBILIDADE FOTOMÉTRICA

- ***Método de teste:***

Este teste requer o uso de uma amostra comum, como o padrão ATR fornecido junto com o instrumento, deve-se verificar a repetibilidade fotométrica das bandas selecionadas de duas leituras sucessivas.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 cm^{-1}
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

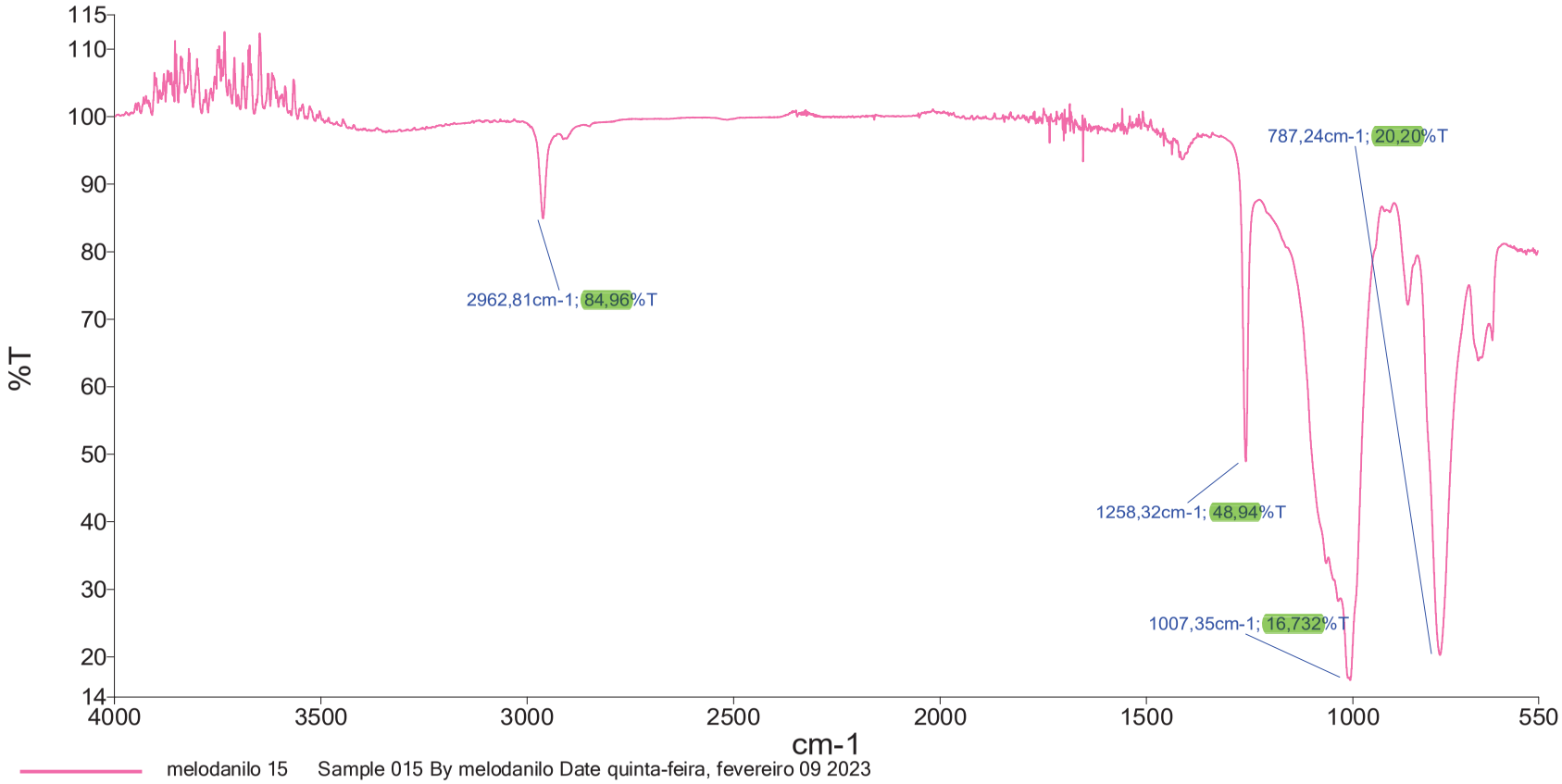
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de ATR no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do background e do padrão;
7. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: 2962.13, 1257.84, 1007.62, 786.332 cm^{-1};
8. Preencher o formulário 14 – ATR Repetibilidade Fotométrica.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	1° VALOR (%T)	2° VALOR (%T)	DIFERENÇA (%T)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
2962.13	**84.96**	**84.97**	**-0.010**	**± 0.5**	**APROVADO**
1257.84	**48.94**	**48.85**	**0.090**	**± 0.5**	**APROVADO**
1007.62	**16.732**	**16.73**	**0.002**	**± 0.5**	**APROVADO**
786.332	**20.20**	**20.10**	**0.100**	**± 0.5**	**APROVADO**
Comentários: **N/A.**					
Executor: **DANILO DE SOUZA MELO** **Data:** **09/02/2023**					

Formulário 14 – ATR Repetibilidade Fotométrica

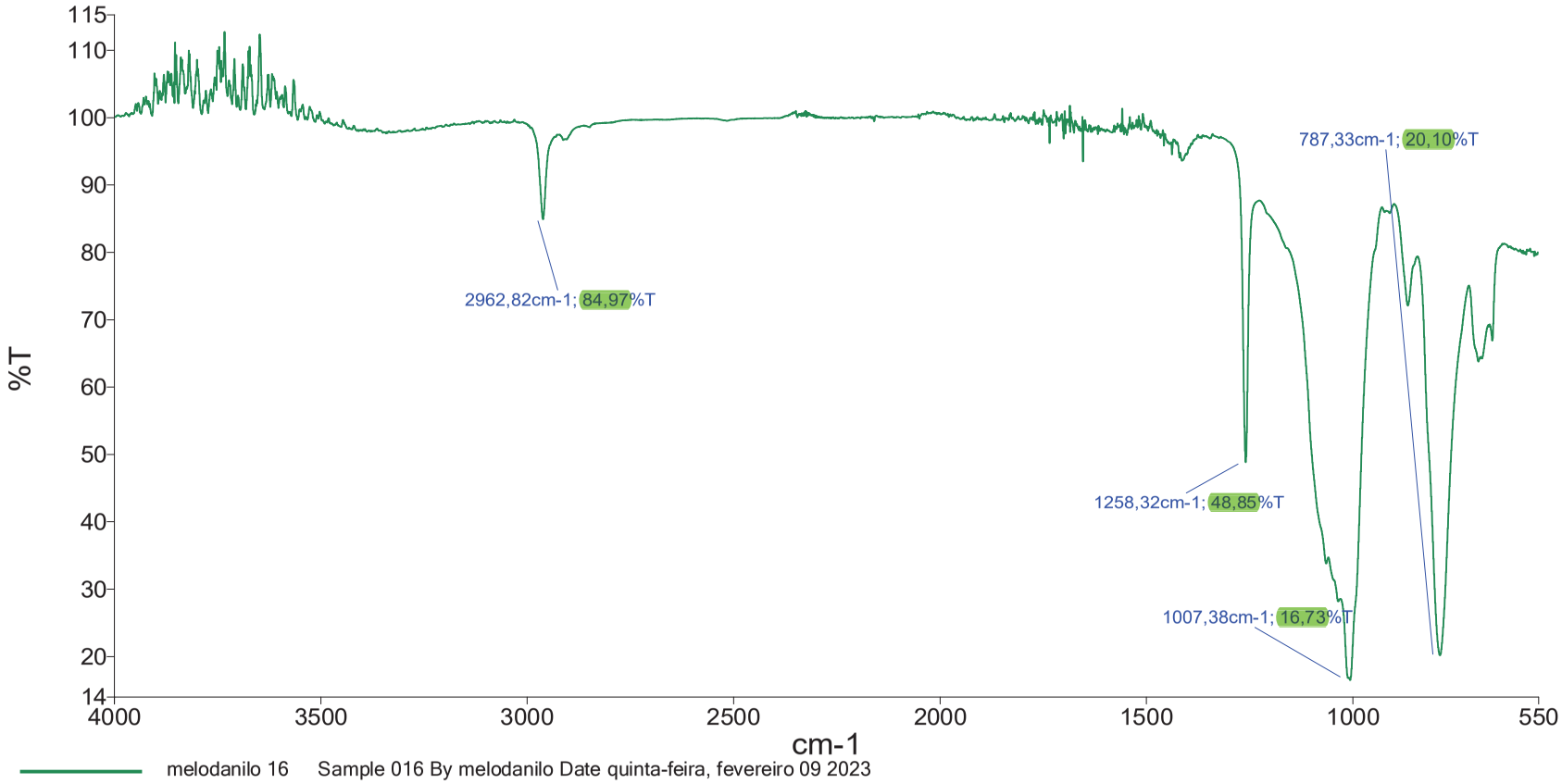
Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 14:54



Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 15:01



17.6. ATR SENSIBILIDADE

- ***Método de teste:***

O teste pode ser realizado através de um auto teste de sinal-ruído feito através do software de operação ou da leitura do backgound seguido da leitura da amostra com o compartimento de amostras vazios em ambos. O teste por leitura de amostra será realizado acumulando 48 espectros a 4 cm-1 em uma região onde nem o CO2 e nem a umidade podem afetar as medidas com energia máxima conforme a composição do cristal do ATR.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans:	48
Resolução:	4 cm^{-1}
Modo de leitura:	Single Beam para a leitura do background T % para a leitura da amostra
Ganho:	Auto (se selecionável)
Abertura:	Auto (se selecionável)
Velocidade:	Auto (se selecionável) Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro:	Auto (se selecionável)
Função:	Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste por leitura de amostra:***

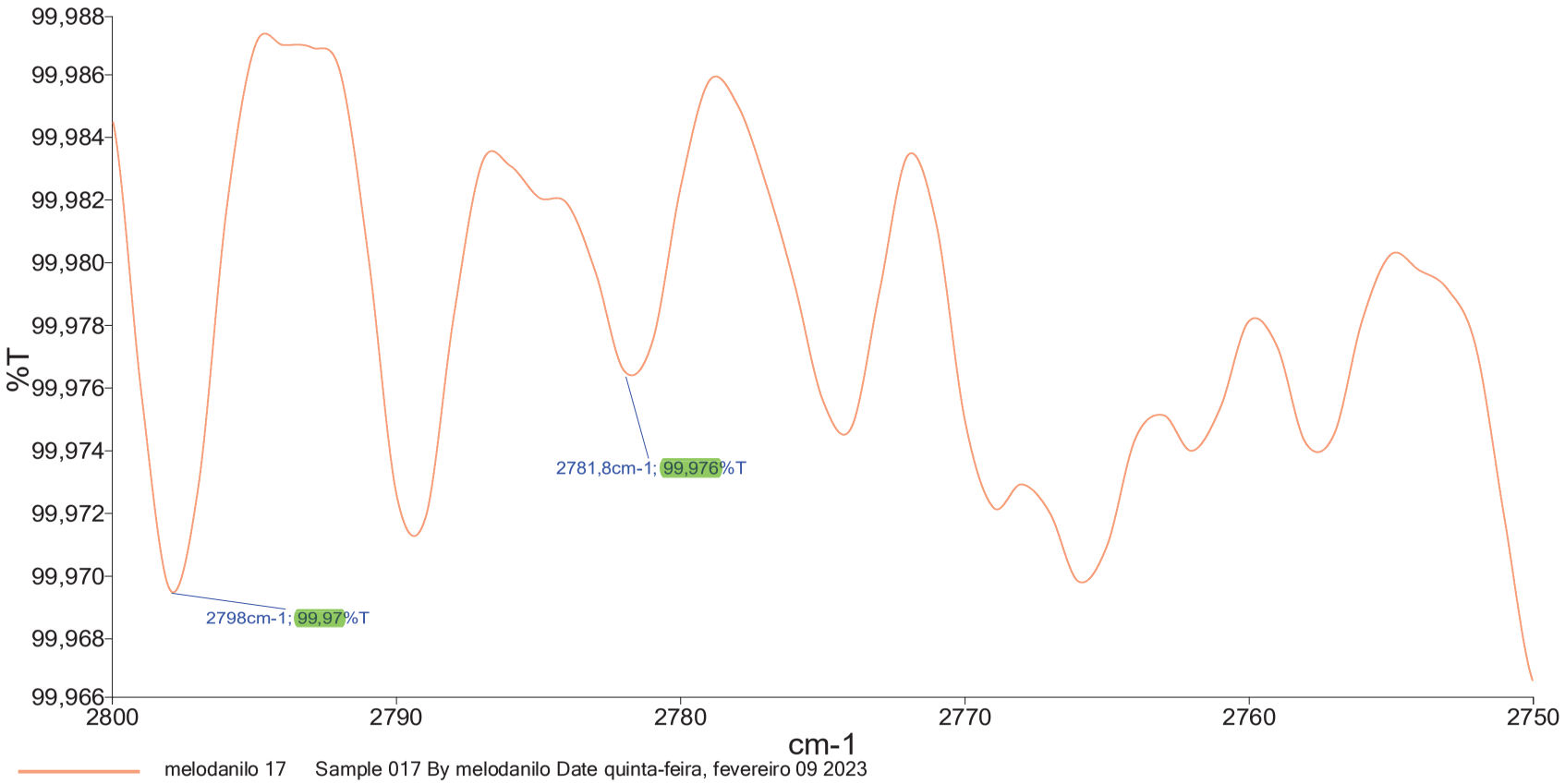
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Iniciar a leitura sem inserir o padrão no compartimento de amostras;
5. Ampliar a região de 2220-2170 cm-1 para o cristal de ZnSe ou 2800-2750 cm-1 para o cristal de diamante, verificar a diferença de %T entre o maior pico e o menor pico;
6. O valor do sinal-ruído é expresso como: 100/(diferença de pico a pico) : 1;
7. Preencher o formulário 15 – ATR Sensibilidade.

Cristal Utilizado:	☐ ZnSe		☒ Diamante	
VALOR DE %T DO PICO MAIS ALTO E MAIS BAIXO ENCONTRADOS	**DIFERENÇA DOS VALORES DOS PICOS**	**DIVIDIR 100 PELA DIFERENÇA ENCONTRADA. VALOR OBTIDO**	**CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO**	**RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)**
99.976	**0.00600**	**16,666.67**	**> 1000 :1**	**APROVADO**
99.97				
Metodo Utilizado:	☒ Por leitura de amostra		☐ Por Auto Teste	
Comentários:	**N/A.**			
Executor:	**DANILO DE SOUZA MELO**			
Data:	**09/02/2023**			

Formulário 15 – ATR Sensibilidade

Analista Damilo Melo

Data quinta-feira, 9 de fevereiro de 2023 15:18

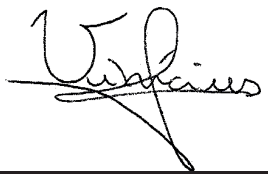


18. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO FT/IR E ASSINATURAS DE APROVAÇÃO DESTE DOCUMENTO DE QUALIFICAÇÃO

TESTES REALIZADOS	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
Item 16.1 Nível de Energia	APROVADO
Item 16.2 Exatidão do Número de Onda	APROVADO
Item 16.3 Resolução	APROVADO
Item 16.4 Repetibilidade do Número de Onda	APROVADO
Item 16.5 Repetibilidade Fotométrica	APROVADO
Item 16.6 Sensibilidade	APROVADO
Item 17.1 ATR Nível de Energia	APROVADO
Item 17.2 ATR Exatidão do Número de Onda	APROVADO
Item 17.3 ATR Resolução	APROVADO
Item 17.4 ATR Repetibilidade do Número de Onda	APROVADO
Item 17.5 ATR Repetibilidade Fotométrica	APROVADO
Item 17.6 ATR Sensibilidade	APROVADO

Executor: DANILO DE SOUZA MELO

Data: 09/02/2023

Revisor: 

Assinado de forma digital por Vinícius Vieira Figueiredo
Dados: 2023.02.13 08:29:24 -03'00'

Assinatura Digital

Cliente:

Empresa: _____

Nome: _____

Departamento: _____

Assinatura: _____ **Data:** _____

Formulário 16 - Resultados da Qualificação do FT/IR

National Institute of Standards and Technology
U.S. Department of Commerce

Date of Issue:
11 August 2022

Standard Reference Material® 1921b
Infrared Transmission Wavelength/Wavenumber Standard
CERTIFICATE

Purpose: The certified values delivered by this Standard Reference Material (SRM) are intended for use in calibrating the wavelength/wavenumber scale of spectrophotometers in the infrared (IR) spectral region from 3.2 μm to 18.5 μm (540 cm^{-1} to 3125 cm^{-1}).

Description: A unit of SRM 1921b consists of a matte finish polystyrene film approximately 38 μm thick with a 25 mm diameter exposed area, centered 38 mm from the bottom of a cardboard holder, which is 5 cm × 11 cm × 0.2 cm in size.

Certified Values: The spectral transmittance of a statistically representative group of the polystyrene film SRM specimens was measured under both vacuum and purge conditions. The positions of absorption bands in the range of 3.2 μm to 18.5 μm were obtained using both a centroid method as well as a band minimum determination method. Thirteen of the band locations were selected for certification based on experimental and statistical analysis results. The certified wavelength values and associated uncertainties of these bands are shown in Tables 1 and 3 for the centroid and band minimum methods, respectively. The corresponding wavenumber values and associated uncertainties of the bands are shown in Tables 2 and 4, respectively. The certified values in Tables 1 through 4 are at a nominal temperature of 23 °C (296 K) and the expanded uncertainties include accommodation for a temperature range of ± 5 °C. Table 5 includes the temperature coefficients for the user to use to correct the values when temperatures are outside this range (18 °C to 28 °C). (See section entitled "Band Wavenumber and Wavelength Determination" for details). To aid the user in distinguishing among the bands during measurement, a spectrum is shown in Figure 1, with arrows identifying the certified bands. For band wavelength and wavenumber values measured in air or under purge conditions, see section entitled "Correction for Air/Nitrogen Purge". The certified values are metrologically traceable to the International System of Units (SI) [1].

The expanded uncertainty, U, is provided for each certified band wavelength and wavenumber. It is the product of the coverage factor, $k = 4$, and the combined standard uncertainty. The combined standard uncertainty is the root sum of squares of all the uncertainty components [2,3].

Period of Validity: The certified values delivered by **SRM 1921b** are valid within the measurement uncertainty specified until **31 December 2023**. The certified values are nullified if the material is stored or used improperly, damaged, contaminated, or otherwise modified.

Maintenance of Certified Values: NIST will monitor this SRM over the period of its validity. If substantive technical changes occur that affect the certification, NIST will issue an amended certificate through the NIST SRM website (https://www.nist.gov/srm) and notify registered users. SRM users can register online from a link available on the NIST SRM website or fill out the user registration form that is supplied with the SRM. Registration will facilitate notification. Before making use of any of the values delivered by this material, users should verify they have the most recent version of this documentation, available through the NIST SRM website (https://www.nist.gov/srm).

Gerald T. Fraser, Chief
Sensor Science Division
Certificate Revision History on Page 7

Steven J. Choquette, Director
Office of Reference Materials

Table 1. Certified Band Centroid Wavelength Values (in Vacuum)

Band Number	Band Wavelength (μm)	Expanded Uncertainty, *U* (μm)
1	18.3512	8.2×10^{-2}
2	11.8751	1.8×10^{-2}
3	11.0276	1.3×10^{-3}
4	9.7237	2.5×10^{-3}
5	9.3522	6.8×10^{-3}
6	8.6608	7.0×10^{-4}
7	6.3169	3.4×10^{-4}
8	6.2446	4.1×10^{-4}
10	3.50853	1.5×10^{-4}
11	3.33178	1.0×10^{-4}
12	3.30421	1.0×10^{-4}
13	3.26782	9×10^{-5}
14	3.24442	1.0×10^{-4}

Table 2. Certified Band Centroid Wavenumber Values (in Vacuum)

Band Number	Band Wavenumber (cm^{-1})	Expanded Uncertainty, *U* (cm^{-1})
1	544.92	2.43
2	842.10	1.29
3	906.82	0.10
4	1028.42	0.27
5	1069.27	0.77
6	1154.62	0.09
7	1583.04	0.09
8	1601.38	0.11
10	2850.20	0.12
11	3001.40	0.09
12	3026.44	0.09
13	3060.14	0.09
14	3082.22	0.09

Table 3. Certified Band Minimum Wavelength Values (in Vacuum)

Band Number	Band Wavelength (μm)	Expanded Uncertainty, *U* (μm)
1	18.5385	9.0×10^{-2}
2	11.8793	1.9×10^{-2}
3	11.0297	4.3×10^{-3}
4	9.7250	3.1×10^{-3}
5	9.3525	8.7×10^{-3}
6	8.6617	1.5×10^{-3}
7	6.3172	3.7×10^{-4}
8	6.2448	4.1×10^{-4}
9	5.1467	1.7×10^{-3}
10	3.50938	6.0×10^{-4}
11	3.33197	2.0×10^{-4}
12	3.30467	5.0×10^{-4}
13	3.26778	2.6×10^{-4}
14	3.24435	1.7×10^{-4}

Table 4. Certified Band Minimum Wavenumber Values (in Vacuum)

Band Number	Band Wavenumber (cm^{-1})	Expanded Uncertainty, U (cm^{-1})
1	539.41	2.63
2	841.79	1.32
3	906.63	0.36
4	1028.27	0.33
5	1069.22	0.99
6	1154.50	0.20
7	1582.98	0.09
8	1601.29	0.10
9	1942.97	0.66
10	2849.48	0.49
11	3001.20	0.18
12	3025.99	0.46
13	3060.16	0.25
14	3082.26	0.16

Storage and Handling: When not in use, SRM 1921b should be kept in its accompanying protective cover. For storage, it is advisable to keep the SRM in a desiccator cabinet. The SRM should always be handled with care; the exposed film surface should never be touched by fingers or any other objects. Dust may be removed by blowing with clean, dry air.

Measurement Conditions: The calibration measurements were made using a Bomem DA-3.02 Fourier transform spectrophotometer. The instrument room temperature was maintained at 23 °C ± 1 °C and the humidity ranged from 30 % to 50 % during the measurements. Calibration measurements were made under a purge gas of clean air (with CO_2 and H_2O removed) at atmospheric pressure. Details of the measurement methodology can be found in reference 3.

Source of Material: The polystyrene film used for SRM 1921b was taken from a single roll. It was manufactured by the Dow Chemical Company and donated by the Coblentz Society.

Calibration Measurements: Prior to calibration with SRM 1921b, the spectrophotometer should be set up under the following conditions:

Step 1. Set the instrumental resolution to any value up to a maximum of 4 cm^{-1}. For a resolution of 4 cm^{-1} used with a Fourier transform spectrophotometer no (equivalent to Boxcar) apodization should be used in the Fourier transform processing [4,5]. For 2 cm^{-1} or less resolution, other apodizations can be used. Within these constraints, the most appropriate resolution for calibration is the one that is used for typical sample measurements.
Step 2. Set the source aperture to provide sufficient signal for measurement, yet not greater than that required to maintain measurement resolution. The setting should not be so large that the wavenumber shift error becomes significant [6] or the detector becomes significantly non-linear [7,8].
Step 3. Close and purge or evacuate the sample chamber for a time suitable for the instrument to reach pressure and temperature equilibrium.
Step 4. Obtain at least six transmittance spectra of SRM 1921b for statistical evaluation.
Step 5. Analyze the resulting spectra for band locations as described in the next section.
Step 6. When appropriate, apply the results to correct the spectrometer's wavelength/wavenumber scale as described in the last section.

The purpose of analysis in step 5 is to obtain band locations as discussed below.

Band Wavenumber and Wavelength Determination: Two methods have been used to obtain calibrated band locations: a centroid method with band fraction of 0.5 and a band minimum determination method. Both methods have been applied to spectra in wavenumbers. Wavelength values can be obtained from the wavenumber values through the relationship $\lambda\nu = 1$, where λ is the wavelength in cm (see also the description below on potential atmospheric corrections). The user can select either Tables 1 and 2 if they apply the centroid (with band fraction of

0.5) method, or Tables 3 and 4 if they apply any method designed to obtain the band minimum. Note that calibration values are now provided for the 1943 cm^{-1} absorption band (#9), but only for use with a band minimum location method; this is new for SRM 1921b. (For band #9 use of the centroid method is associated with significantly greater uncertainties and is not recommended.)

Centroid Method

The first method used to determine the band wavenumber (υ) and wavelength (λ) values of SRM 1921b is the centroid (also known as the center of gravity) method [9,10]. This procedure is performed on the transmittance spectra using wavenumber values only. The wavenumber value is defined as the number of waves per unit length (cm). Refer to Figure 2 for the following band determination procedure description. The process is applied for each calibration band.

First, the bounds of an initial wavenumber range (ν_{min} to ν_{max}) enclosing the band are determined; they are the wavenumber values at which transmittance relative maxima occur on either side of the band. Next, the differences between the transmittance values at each bound and the transmittance at the band minimum,

$$\Delta T(\nu_{max}) = [T(\nu_{max}) - T(\nu_{band\ min})] \text{ and } \Delta T(\nu_{min}) = [T(\nu_{min}) - T(\nu_{band\ min})],$$

are determined. Then half the value of the smaller of $\Delta T(\nu_{max})$ and $\Delta T(\nu_{min})$, $\Delta T_o/2$ is determined. The wavenumber range (ν_1 to ν_2) to be used in the centroid calculation is that between the wavenumber values where the transmittance values on either side of the band equal the minimum transmittance value plus $\Delta T_o/2$,

$$\nu_{1,2} = \nu, \ni T = T_{1/2} \equiv T(\nu_{band\,min}) + \Delta T_0 / 2$$

The specific data end points of the spectrum, $h = \upsilon_1$ and $k = \upsilon_2$ are selected so that $T_h \geq T_{1/2} > T_{h+1}$ and $T_{k-1} < T_{1/2} < T_k$ for adjacent points. The centroid equation for finite sums (below) effectively averages data at the ends, ν_1 and ν_2, to reduce the error due to the finite data spacing. The formula used is

$$\nu_{Cen} = \nu_k + \Delta\nu \left\{ \frac{\sum_{i=h-1}^{k} (i-k+\frac{1}{2}) \left[\frac{(T_i + T_{i+1})}{2} - T_{1/2} \right]}{\sum_{i=h-1}^{k} \left[\frac{(T_i + T_{i+1})}{2} - T_{1/2} \right]} \right\}$$

where $\Delta\nu$ is the frequency spacing.

Band Minimum Determination Method

A NIST-designed method is applied to determine accurately the band minimum (or maximum) value to obtain calibration values for SRM 1921b. This method is called the *extrapolated centroid method* [11,12]. It entails the calculation of centroid values for a set of fractions (approaching zero fraction) of the band and extrapolating a curve fit through the set of values to a value for zero fraction that corresponds to the band minimum (or maximum). Results of any method that is designed to find the band minimum should produce essentially the same result and hence be directly comparable [5,13].

Correction for Air/Nitrogen Purge: The NIST certification measurements were performed under clean air purge. However, it should be noted that the wavelength values reported in Table 1 are vacuum values where the index of refraction, n, equals 1. For instruments that operate under vacuum, calibration measurements of SRM 1921b can be directly compared to values in Table l. Also, for instruments which give vacuum wavenumber and wavelength values (such as Fourier transform infrared (FTIR) spectrometers which use helium-neon lasers for determination of the wavenumber scale) even when operated under air or purge gas, as in our case, no corrections are necessary.

In all other cases when measurements of SRM 1921b are made under air, nitrogen, or other purge gas, the wavenumber and wavelength values need to be adjusted for the index of refraction of the gas (n = 1.000 26 for dry nitrogen gas at atmospheric pressure and T = 298 K) [14,15]. Thus, for nitrogen purge, the user-measured wavenumber values should

be divided by 1.000 26, and the wavelength values should be multiplied by 1.000 26 to compare to the certified values in Table l.

Corrections due to Sample Temperature: The certified values in Tables 1 through 4 are for SRM 1921b at a nominal temperature of 23 °C (296 K). The expanded uncertainties include accommodation for a temperature range of ± 5 °C. For temperatures outside this range (18 °C to 28 °C), the user should correct the values using the temperature coefficients given in Table 5. The table only contains values for those bands where the temperature dependence is significant relative to the expanded uncertainties. Below 15 °C and above 35 °C, the appropriate corrections have not been determined and the user is advised not to exceed this range.

Table 5. Temperature Coefficients for Band Locations

Band Number	Temperature Coefficient		Expanded Uncertainty	
	(cm^{-1}/K)	(μm/K)	(cm^{-1}/K)	(μm/K)
3	-0.008	9.4×10^{-5}	0.003	4.0×10^{-5}
7	-0.007	2.8×10^{-5}	0.000	1×10^{-6}
8	-0.010	4.1×10^{-5}	0.000	2×10^{-6}
11	-0.006	7×10^{-6}	0.002	2×10^{-6}
12	-0.009	1.0×10^{-5}	0.002	2×10^{-6}
14	-0.012	1.2×10^{-5}	0.001	1×10^{-6}

Corrections to Instrument Wavenumber Scale: The resulting N ($N \geq 6$) values for each peak at wavenumber, ν, should be averaged to obtain a single *band wavenumber value* (laboratory mean, $\bar{y}_\nu$), and the standard deviation of the values, s_ν, should be calculated. In order to determine whether or not the laboratory measurements are biased relative to SRM 1921a, calculate the difference, δ_ν, between the laboratory mean, $\bar{y}_\nu$, and the certified value, C_ν, as follows:

$$\delta_\nu = \bar{y}_\nu - C_\nu$$

A practical limit for evaluating consistency with the certified value is:

$$\delta_c = 2\sqrt{\frac{s_\nu^2}{N} + \frac{U_{user}^2}{3} + \frac{U^2}{3}},$$

where U_{user} is the user's Type B evaluated expanded uncertainty [16] and U [2] is the uncertainty from Table 2. If $|\delta_\nu| > \delta_c$, then the difference is greater than can be explained by chance, and the wavenumber scale of the instrument should be corrected to the SRM. If this is the case, generally a linear least squares fit of δ_ν to ν for the 13 peaks should provide a sufficient correction to the spectrophotometer scale. However, if $|\delta_\nu| \leq \delta_c$, the wavenumber scale of the spectrophotometer is considered to be accurate, and correction is not advised.

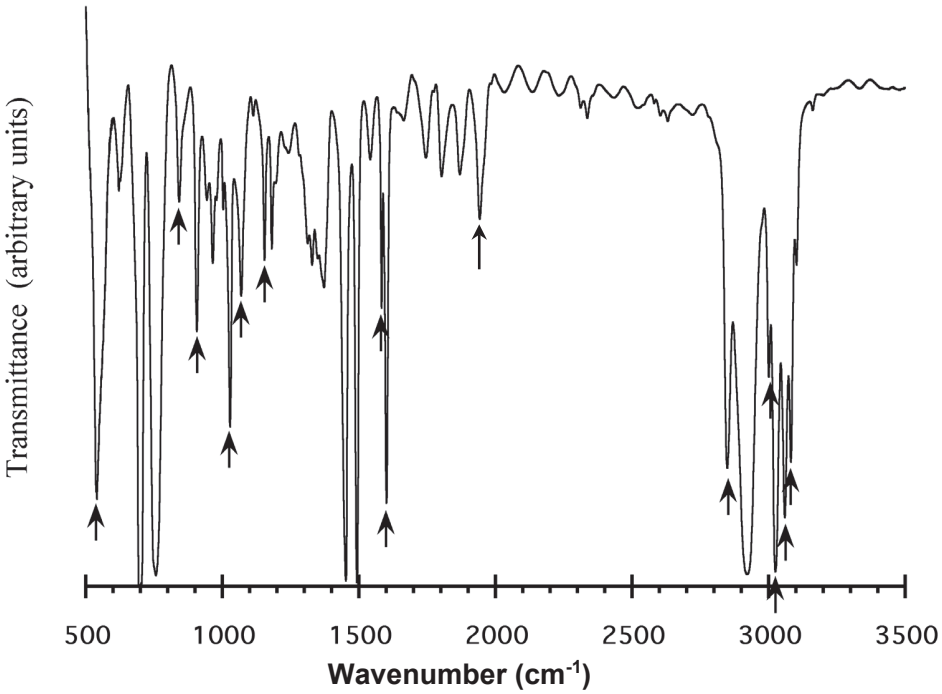


Figure 1. Spectrum of polystyrene film showing locations of certified absorption bands.

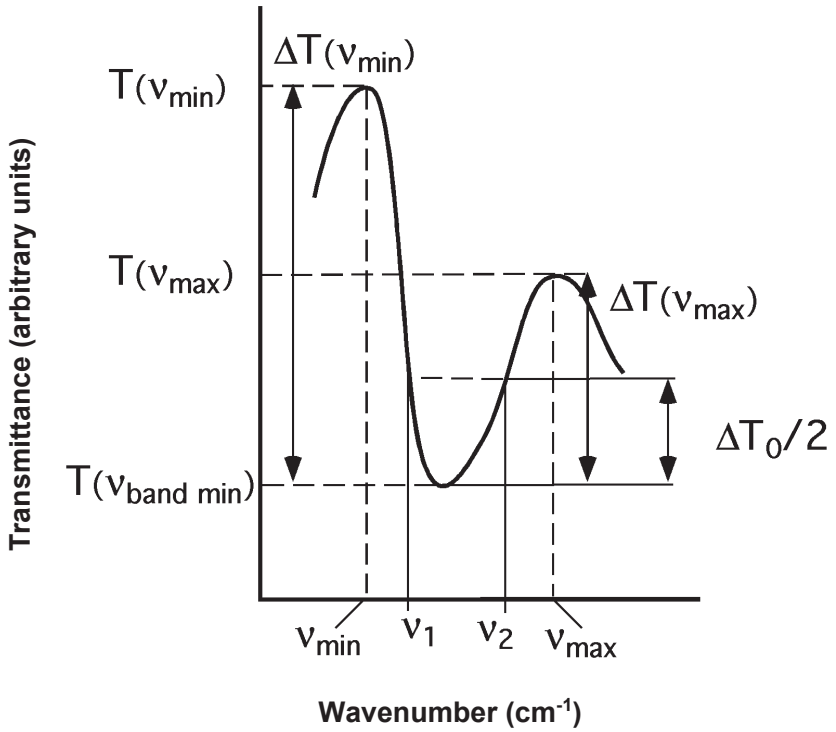


Figure 2. Diagram indicating parameters used in the band wavenumber determination method (see text for details).

REFERENCES

[1] Beauchamp, C.R.; Camara, J.E.; Carney, J.; Choquette, S.J.; Cole, K.D.; DeRose, P.C.; Duewer, D.L.; Epstein, M.S.; Kline, M.C.; Lippa, K.A.; Lucon, E.; Molloy, J.; Nelson, M.A.; Phinney, K.W.; Polakoski, M.; Possolo, A.; Sander, L.C.; Schiel, J.E.; Sharpless, K.E.; Toman, B.; Winchester, M.R.; Windover, D.; *Metrological Tools for the Reference Materials and Reference Instruments of the NIST Material Measurement Laboratory*; NIST Special Publication (NIST SP) 260-136, 2021 edition; U.S. Government Printing Office: Washington, DC (2021); available at https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/SpecialPublications/NIST.SP.260-136-2021.pdf (accessed Aug 2022).

[2] JCGM 100:2008; *Evaluation of Measurement Data — Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (GUM 1995 with Minor Corrections); Joint Committee for Guides in Metrology (2008); available at https://www.bipm.org/en/publications/guides (accessed Mar 2022); see also Taylor, B.N.; Kuyatt, C.E.; *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*; NIST Technical Note 1297; U.S. Government Printing Office: Washington, DC (1994); available at https://www.nist.gov/pml/nist-technical-note-1297 (accessed Aug 2022).

[3] Gupta, D.; Wang, L.; Hanssen, L.M.; Hsia, J.J.; Datla, R.V.; *Standard Reference Materials: Polystyrene Films for Calibrating the Wavelength Scale of Infrared Spectrophotometers — SRM 1921*; NIST Special Publication 260-122, U.S. Government Printing Office: Washington, DC (1995); available at https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/Legacy/SP/nistspecialpublication260-122.pdf (accessed Aug 2022).

[4] Zhu, C.; Hanssen, L.M.; *Comparison and Development of Absorption Peak Determination Algorithms for Wavelength Standards*; Proc. SPIE, Vol. 4103, pp. 62–68 (2000).

[5] Hanssen, L.; Zhu, C.; *Methods for Evaluation of Transmittance Minima in Wavenumber Standards Spectra: A Comparison and Analysis*; J. Vibrational Spec. (2002).

[6] Griffiths, P.R.; DeHaseth, J.A.; *Fourier Transform Infrared Spectrometry*; Chapter 1, p. 34, John Wiley & Sons: New York (1986).

[7] ASTM E 1421-91; *Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Fourier Transform Infrared FT-IR Spectrometers*: *Level Zero and Level One Tests*; Annu. Book of ASTM Standards, Vol. 14.01 (1991).

[8] Hirschfeld, T.; *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*; Chapter 6, Ferraro, J.R.; Basile, L.J.; Eds., Applications to Chemical Systems, Vol. 2, Academic Press: New York (1979).

[9] Cameron, D.G.; Kauppienen, J.K.; Moffatt, D.J.; Mantsch, H.H.; Appl. Spectrosc., Vol. 36, p. 245 (1982).

[10] Griffiths, P.R.; DeHaseth, J.A.; *Fourier Transform Infrared Spectrometry*; Chapter 6, p. 235, John Wiley & Sons: New York (1986).

[11] Zhu, C.J.; Hanssen, L.M.; Studies of a Polystyrene Standard Reference Material (SRM 1921), in *Fourier Transform Spectroscopy: 11th International Conference*; J.A. de Haseth, Ed., pp. 415–418, The American Institute of Physics: New York (1998).

[12] Zhu, C.J.; Hanssen, L.M.; *Absorption Line Evaluation Methods for Wavelength Standards*; Proc. SPIE Vol. 3425, pp. 111–118 (1998).

[13] Hanssen, L.M.; Zhu, C.; Wavenumber Standards for Mid-Infrared Spectrometry; in *Handbook of Vibrational Spectroscopy*; Chalmers, J.M.; Griffiths, P.R.; Eds., John Wiley & Sons Ltd.: Vol. 1, pp. 881–890 (2002).

[14] Edlen, B.; *The Refractive Index of Air*; Metrologia, Vol. 2, p. 12 (1966).

[15] Smith, F.G., Ed.; *Atmospheric Propagation of Radiation*; Chapter 1, p. 88, SPIE Optical Engineering Press: Bellingham, Washington (1966).

[16] Becker, D. et. al.; *Use of NIST Standard Reference Materials for Decisions of Performance of Analytical Chemical Methods and Laboratories*; NIST Special Publication 829, U.S. Government Printing Office: Washington, DC (1992).

Certificate Revision History: 11 August 2022 (Change of period of validity; updated format; editorial changes); 08 June 2021 (Change of expiration date; editorial changes); 24 August 2018 (Title change; editorial changes); 11 June 2018 (Change of expiration date; editorial changes); 25 February 2016 (Change of expiration date; editorial changes); 19 February 2014 (Extension of certification period; editorial changes); 03 March 2010 (This revision updates the references); 16 January 2008 (Editorial changes); 17 April 2007 (Original certificate date).

Certain commercial equipment, instruments, or materials may be identified in this Certificate to adequately specify the experimental procedure. Such identification does not imply recommendation or endorsement by the National Institute of Standards and Technology, nor does it imply that the materials or equipment identified are necessarily the best available for the purpose.

Users of this SRM should ensure that the Certificate in their possession is current. This can be accomplished by contacting the Office of Reference Materials 100 Bureau Drive, Stop 2300, Gaithersburg, MD 20899-2300; telephone (301) 975-2200; e-mail srminfo@nist.gov; or the Internet at https://www.nist.gov/srm.

* * * * * * * End of Certificate * * * * * * *

APPENDIX A

Overall direction and coordination of the technical measurements leading to certification were performed under the supervision of L.M. Hanssen of the NIST Sensor Science Division and R.V. Datla, formerly of NIST.

Technical measurements leading to certification were performed by L.M. Hanssen of NIST and R. Saunders, formerly of NIST.

Statistical consultation was provided by B. Toman of the NIST Statistical Engineering Division.

Support aspects involved in the issuance of this SRM were coordinated through the NIST Office of Reference Materials.

* * * * * * * * * * * End of Appendix A * * * * * * * * * * *

Rua Seraphin Gilberto Candello, 1756 sala 02, pavimento superior
Jardim Morada do Sol - Indaiatuba - SP - CEP 13.348-330
Site: www.jasco.com.br – Fone: +55 (11) 5670-2510

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº J241/2021

Emissão: 23/03/2021

1. Dados do Material e Solicitante

Denominação: ATR Validation Standard, padrão utilizado para verificar a exatidão das bandas no acessório de refletância em um equipamento de infravermelho.

Contratante: QPack Soluções Analíticas. R. Ema Gazzi Magnusson, 138 - Vitoria Martini - Indaiatuba - SP - CEP: 13347-630

Solicitante: Renan Melo de Oliveira

Fabricante: Middleton Research

Código: FT 02

Modelo: MRC-910-ATR

Número de Série: 0140

Data de Recebimento: 22/03/2021

Data da Calibração: 23/03/2021

2. Procedimento

A calibração foi realizada conforme procedimento PCO-PDIR.06 revisão 01 em três ciclos de medição, pelo método de comparação com padrão de referência;

Padrões utilizados: Espectrofotômetro de infravermelho FT/IR 4100 certificado 1987/20, válido até 08/2021 e SRM 2036 NIST, válido até 11/2022;

3. Tabela de Resultados

POSIÇÃO ESPERADA	POSIÇÃO OBTIDA	DIFERENÇA	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO
2962.26 cm-1	2962,13 cm-1	0,13 cm-1	± 0,5 cm^{-1}
1258.10 cm-1	1257,84 cm-1	0,26 cm-1	
1007.30 cm-1	1007,62 cm-1	0,32 cm-1	
785.95 cm-1	786,33 cm-1	0,38 cm-1	
Resultado	**Aprovado**		

4. Condições Ambientais e Local

Local da Calibração: Jasco do Brasil

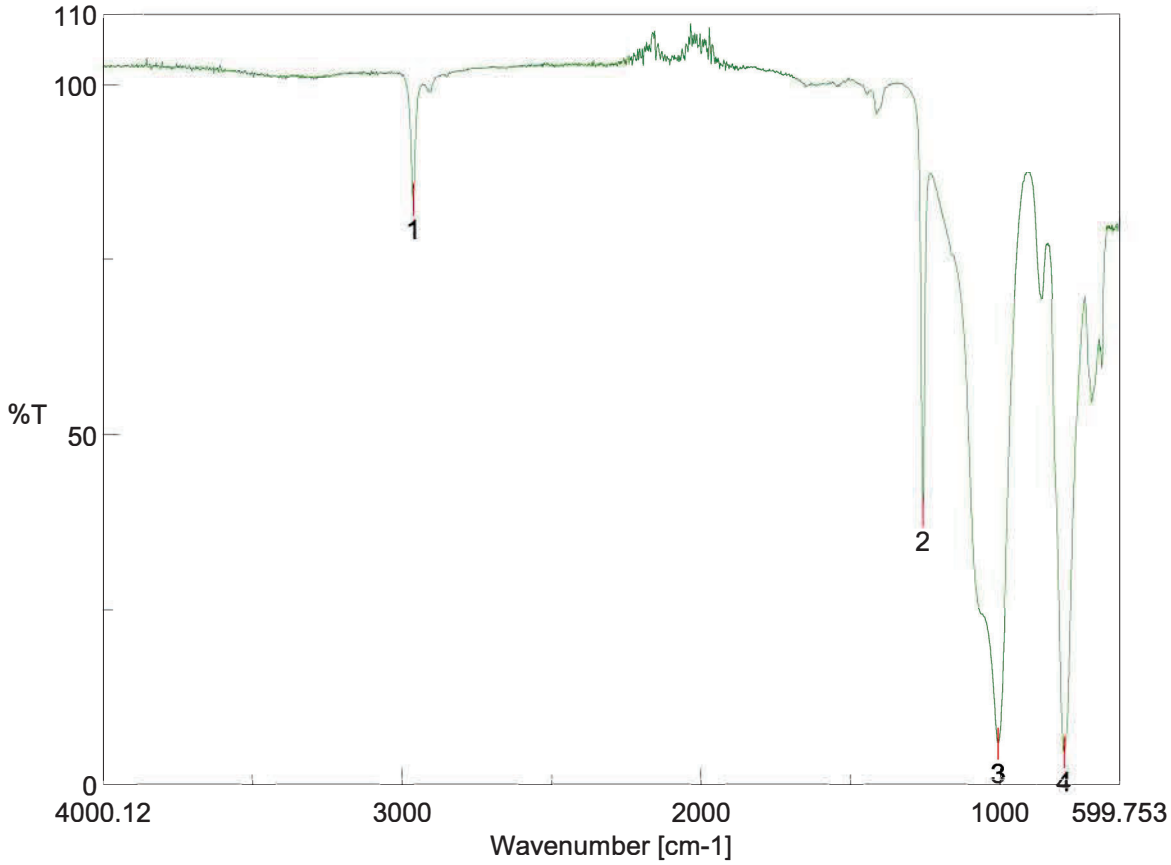
Temperatura: 23 °C ± 5 °C

Umidade Relativa do Ar: 50 %ur ± 20 %ur

Danilo Melo
Assinado de forma digital por Danilo Melo
Dados: 2021.03.23 14:54:24 -03'00'

Este certificado é válido exclusivamente para o objeto calibrado descrito nas condições específicas, não sendo extensivo a quaisquer lotes, mesmo que similares. Não é permitida a reprodução deste certificado, somente original. Certificado conferido e assinado eletronicamente.

Padrão ATR - Certificado de Análise



[Comments]
Sample name
Comment
User
Division
Company QPack-Jasco

[Detailed Information]
Creation date 23/3/2021 13:00

Data array type Linear data array
Horizontal axis Wavenumber [cm-1]
Vertical axis %T
Start 599.753 cm-1
End 4000.12 cm-1
Data interval 0.482117 cm-1 7054
Data points

[Measurement Information]
Model Name FT/IR-4100typeA
Serial Number B173261016

Accessory ATR PRO ONE
Accessory S/N A051451809
Incident angle 45 deg

Measurement Date 23/3/2021 13:00

Light Source Standard
Detector TGS
Accumulation 16
Resolution 2 cm-1
Zero Filling On
Apodization Cosine
Gain Auto (8)
Aperture Auto (5 mm)
Scanning Speed Auto (2 mm/sec)
Filter Auto (30000 Hz)

[Result of Peak Picking]

No.	Position	Intensity	No.	Position	Intensity
1	2962.13	83.4666	2	1257.84	39.0187
3	1007.62	5.82466	4	786.332	4.62827