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
15. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO 9
16. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO 9
17. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO 9
18. CÁLCULOS 10
18.1. MÉDIA 10
18.2. DESVIO PADRÃO 10
18.3. COEFICIENTE DE VARIAÇÃO OU % DPR 11
18.4. % DESVIO RELATIVO 11
18.5. DESVIO 11
19. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS 12
20. IDENTIFICAÇÕES 13
20.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE 13
20.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA 13
20.3. IDENTIFICAÇÃO DO REVISOR 13
20.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO QUALIFICADO 13
20.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS 14
20.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS OU MATERIAIS UTILIZADOS 14
21. DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS 16

21.1. VERIFICAÇÃO DE FUNCIONAMENTO DO TITULADOR 16

21.2. TESTE DE CORRENTE DE POLARIZAÇÃO E VOLTAGEM DE COMPENSAÇÃO 16

21.3. VERIFICAÇÃO DO *DRIFT* 16

21.4. TESTE BRANCO (BLANK) 16

21.5. ENSAIO DE EXATIDÃO COM PADRÃO CERTIFICADO 17

21.6. REPETIBILIDADE DE LEITURA DO PADRÃO 17

22. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR 18

22.1. VERIFICAÇÃO DO FUNCIONAMENTO DO TITULADOR 18
22.2. TESTE DE CORRENTE DE POLARIZAÇÃO E VOLTAGEM DE COMPENSAÇÃO 19
22.3. VERIFICAÇÃO DO DRIFT 20
22.4. TESTE BRANCO (BLANK) 22
22.5. ENSAIO DE EXATIDÃO COM PADRÃO CERTIFICADO 24
22.6. REPETIBILIDADE DE LEITURA DO PADRÃO 26

23. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR 28

24. ASSINATURAS 29

25. HISTÓRICO DE REVISÕES 30

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:	 RODOLFO DE SOUZA COSTA – ESPECIALISTA TÉCNICO
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 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 ***TITULADOR***, 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*
JP	*Japanese Pharmacopeia*
N/A	Não Aplicável
USP	*United States Pharmacopeia*
PQO	Protocolo de Qualificação Operacional
TIT	Titulador

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 à 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 instalado de acordo com as especificações do fabricante	Qualificação de Instalação - Empresa ***CONTRATADA***
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 são baseados 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 pelo fabricante do ***TITULADOR***.

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 ***TITULADOR*** 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 o relatório final de ***QUALIFICAÇÃO***.

10. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS

- ✓ Balão volumétrico calibrado;
- ✓ Padrão de Titulação;
- ✓ Balança analítica (fornecida pelo contratante).

11. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO

Para completar o procedimento de ***QUALIFICAÇÃO*** mencionados neste protocolo, é necessário certificar-se de possuir 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***";
- ✓ Se houver menos de quatro campos não aplicáveis, preencha-os com "N/A". Caso existam quatro ou mais campos não aplicáveis, risque todos com uma linha diagonal da esquerda superior para a direita inferior;
- ✓ 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, devem ser documentados no adendo "***LISTA DE DESVIOS***", o responsável pelo equipamento precisar 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 treinamentos 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 ***TITULADOR*** 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 ***TITULADOR*** opera adequadamente.

15. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o responsável do ***TITULADOR*** 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;
  - ➢ desgaste de eletrodos;
- ✓ É importante ***REQUALIFICAR*** sempre que adicionar um acessório ou realizar alguma modificação/atualização do *hardware* ou *software*.

16. 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.

17. 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.

18. 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.

18.1. 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.

18.2. 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:

$$DP = \sqrt{\frac{(X_1 - X_{med})^2 + (X_1 - X_{med})^2 + \ldots + (X_1 - X_{med})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i - X_{med})^2}{n-1}}$$

.

Onde:

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

X med = Valor médio amostral para n valores.

n = Número total de leituras amostrais.

18.3. COEFICIENTE DE VARIAÇÃO OU % DPR

O coeficiente de variação (C.V.) ou %DPR é uma medida de dispersão relativa, pois expressa a relação percentual do desvio padrão em relação à média.

É visto que o conceito estatístico de desvio padrão corresponde ao conceito matemático de distância, ou seja, a dispersão dos dados em relação à média de uma sequência. É chamado de dispersão absoluta o desvio padrão, e de dispersão relativa o coeficiente de variação que é a divisão entre o desvio padrão e a média. Assim o cálculo será determinado pela expressão:

$$CV\ ou\ \%\ DPR = \frac{DP\ x\ 100}{Média}$$

Onde:

DP = Desvio padrão para n valores.

Média = Valor médio amostral para n valores.

18.4. % DESVIO RELATIVO

A razão da % de desvio é calculada como a diferença absoluta entre a resposta normalizada e a resposta nominal, pela resposta nominal máxima determinada em porcentagem, conforme expressão abaixo:

$$\%\ Desvio = \left|\frac{(\mathrm{Vm}\ x\ 100)}{\mathrm{Vr}} - 100\right|$$

Onde:

Vm = Valor medido da leitura do padrão.

Vr = Valor real da leitura do padrão (valor de referência).

18.5. DESVIO

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

$$\boldsymbol{Desvio} = (\boldsymbol{X_{max}} - \boldsymbol{X_{min}})$$

Onde:

Xmax = Valor mais alto encontrado dentre as leituras.

Xmin = Valor mais baixo encontrado dentre as leituras.

19. 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.

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

USP – THE UNITED STATES PHARMACOPEIA, EDITION 43 (2022).

EP – EUROPEAN PHARMACOPEIA, EDITION 11 (2023).

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

VAM – VALID ANALYTICAL MEASUREMENT.

CVG – CALIBRATION AND VALIDATION GROUP.

ANVISA – AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA.

MANUAL DE BOAS PRÁTICAS EM BIODISPONIBILIDADE / BIOEQUIVALÊNCIA.

VOLUME II – MÓDULO 3: INSTRUMENTAÇÃO ANALÍTICA CAPÍTULO 6.3.2 – QUALIFICAÇÃO DE OPERAÇÃO.

BPL - BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO
BPF - BOAS PRÁTICAS DE FABRICAÇÃO

20. IDENTIFICAÇÕES

20.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE	
EMPRESA:	**CHIESI FARMACÊUTICA LTDA**
ENDEREÇO:	**RUA DOUTOR GIÁCOMO CHIESI, 151, KM 39 2 ESTRADA ROMEIROS, VOTUPARIM, SANTANA DE PARNAIBA/SP - CEP: 06513-005**
CONTATO DO DEPARTAMENTO:	**FÁTIMA CRISTIANE GOVONI DE SILVEIRA**

20.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA	
ESPECIALISTA:	***RODOLFO DE SOUZA COSTA***
FUNÇÃO:	**ESPECIALISTA DE MANUTENÇÃO**
EMPRESA CONTRATADA:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA.**

20.3. IDENTIFICAÇÃO DO REVISOR	
REVISOR:	***FABÍOLA SPIGARIOL***
FUNÇÃO:	**ASSIST. DE QUALIDADE**
EMPRESA CONTRATADA:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA.**

20.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO QUALIFICADO	
EQUIPAMENTO:	**TITULADOR**
MODELO:	**C30S**
NÚMERO DE SÉRIE:	**C328466185**
TAG:	**CLM-004**

LOCAL INSTALADO:	**CONTROLE DE QUALIDADE**

20.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS

DESCRIÇÃO / MODELO	NÚMERO DE SÉRIE	FABRICANTE
IMPRESSORA	**1232020707**	**METTLER TOLEDO**

20.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS OU MATERIAIS UTILIZADOS

INSTRUMENTO OU MATERIAL UTILIZADO	TAG OU LOTE	DATA DA CALIBRAÇÃO/ PREPARO	DATA DE VENCIMENTO	Nº DO CERTIFICADO	ANEXO
HIDRANAL COULOMAT	**HX57285257**	**30/06/2025**	**30/06/2028**	**1.09257.0500**	A1
PADRÃO:					
TARTARATO DE SÓDIO	**F26F0466**	**18/06/2026**	**18/06/2032**	**SD1472**	A2
BALANÇA ANALÍTICA	**BLC-048**	**20/07/2026**	**--/01/2027**	**B-9661/2026**	A3

EVIDÊNCIAS FOTOGRÁFICAS

As evidências fotográficas anexadas a este documento foram coletadas meticulosamente para garantir sua integridade e autenticidade.







21. DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS

21.1. VERIFICAÇÃO DE FUNCIONAMENTO DO TITULADOR

Definição: A verificação de funcionamento do titulador é um procedimento que assegura que todas as funções essenciais de um titulador estão operando corretamente. Isso inclui a inicialização do equipamento, o funcionamento do agitador magnético, o sistema de enchimento e esvaziamento de líquidos e o reconhecimento adequado de componentes como a bureta e o eletrodo. Esta verificação é crucial para garantir que o titulador possa realizar titulações precisas e confiáveis.

Importância: A verificação de funcionamento do titulador é vital para evitar erros analíticos que podem comprometer a precisão das medições e a qualidade dos resultados. Um titulador funcionando inadequadamente pode levar a medições erradas de concentração e volume, impactando a análise e a qualidade do produto em setores como a indústria farmacêutica, química e alimentícia. Além disso, essa verificação regular ajuda a manter a conformidade com normas e regulamentos, garantindo a segurança do operador e a integridade dos dados gerados.

APTO PARA OPERAÇÃO:	***APROVADO***

21.2. TESTE DE CORRENTE DE POLARIZAÇÃO E VOLTAGEM DE COMPENSAÇÃO

Definição: A verificação do sistema eletroquímico do titulador volumétrico é um procedimento para assegurar o correto funcionamento dos eletrodos e da eletrônica das placas, garantindo a detecção precisa do ponto final da titulação e a confiabilidade dos resultados analíticos.

Importância: O teste de corrente de polarização e voltagem de compensação é importante para confirmar o desempenho adequado do sistema de medição do titulador volumétrico. Assegurando a precisão, a confiabilidade e a reprodutibilidade dos resultados, além de identificar possíveis falhas nos eletrodos ou no circuito eletrônico antes que afetem as análises.

CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO:	**(µA)**	**± 1.0 e ± 5.0**
	(mV)	**± 1.0 e ± 10.0**

21.3. VERIFICAÇÃO DO *DRIFT*

Definição: O teste de verificação do *drift* (deriva) no titulador consiste em avaliar a taxa de entrada ou geração de umidade no sistema ao longo do tempo, expressa geralmente em µg/min, após a estabilização do meio de titulação.

Importância: Verificar a estabilidade do sistema e identificar possíveis interferências, vazamentos ou presença de umidade residual, garantindo a confiabilidade dos resultados analíticos.

CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	**< 15 µg/min por, no mínimo, 5 minutos consecutivos.**

21.4. TESTE BRANCO (Blank)

Definição*:* Ensaio realizado no titulador sem a adição da amostra, com o objetivo de avaliar possíveis interferências dos reagentes, do meio de análise e do sistema de medição, verificando a contribuição de fundo para o resultado analítico.

Importância*:* Verificar a contribuição de umidade e possíveis interferências dos reagentes e do

sistema de análise, garantindo a confiabilidade dos resultados obtidos na determinação de água por titulação.	
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	**< 1% de água**

21.5. ENSAIO DE EXATIDÃO COM PADRÃO CERTIFICADO

Definição: O teste de ensaio de exatidão com padrão de tartarato dissódico di-hidratado consiste em determinar o teor de água de uma quantidade conhecida do padrão, utilizando o titulador coulométrico, e comparar o resultado obtido com o valor teórico ou certificado, a fim de verificar a exatidão das medições do equipamento.	
Importância: Verificar se o equipamento apresenta resultados próximos ao valor de referência, garantindo a confiabilidade dos resultados analíticos.	
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	**Variação de ± 2% do valor declarado do Padrão**

21.6. REPETIBILIDADE DE LEITURA DO PADRÃO

Definição: O teste de repetibilidade de leitura com padrão de tartarato dissódico di-hidratado consiste em realizar medições consecutivas do teor de água do padrão no titulador coulométrico, avaliando a concordância entre os resultados obtidos nas mesmas condições de análise.	
Importância: Verificar a precisão e a consistência das leituras do equipamento, garantindo a repetibilidade dos resultados analíticos.	
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	**≤ 3.0 %**

22. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

22.1. VERIFICAÇÃO DO FUNCIONAMENTO DO TITULADOR

Este teste verifica e assegura o funcionamento das funções essenciais de um ***TITULADOR***: inicialização do equipamento, funcionamento do agitador magnético, funcionamento da bomba de ar para enchimento e esvaziamento do frasco de titulação, reconhecimento da bureta utilizada e reconhecimento do eletrodo utilizado.

VERIFICAÇÃO DE FUNCIONAMENTO DO TITULADOR			
Escolher uma das opções:	**SIM**	**NÃO**	**N/A**
O equipamento inicializa normalmente?	✓		
Ao iniciar o agitador magnético, o imã dentro do frasco de titulação começa a girar?	✓		
Ao diminuir ou aumentar a velocidade do agitador magnético, é perceptível a mudança na velocidade de rotação do imã?	✓		
Ao pressionar o botão de esvaziamento, o líquido do frasco de titulação é enviado ao descarte?	✓		
Ao pressionar o botão de enchimento, é adicionado solução titulante ao frasco de titulação?	✓		
Ao retirar a bureta instalada, um aviso é mostrado no visor do equipamento?			✓
Ao instalar a bureta, um aviso é mostrado no visor do equipamento?			✓
O tipo de eletrodo utilizado é mostrado no visor do equipamento?	✓		
RESULTADO			
Comentários:			
Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA			

22.2. TESTE DE CORRENTE DE POLARIZAÇÃO E VOLTAGEM DE COMPENSAÇÃO

Estes testes são normalmente realizados para verificar as condições do sistema de medição eletroquímica do ***TITULADOR***, garantindo resultados confiáveis e precisos.

Parâmetros de leitura:	
Tipo de leitura:	Corrente (µA)
	Voltagem (mV)
Critério de aceitação	**± 1.0 e ± 5.0 (µA)**
	± 1.0 e ± 10.0 (mV)

Procedimento do teste:

1. Posicionar os ponteiros do multímetro nos eletrodos do titulador.
2. Registrar a leitura de corrente e voltagem no multímetro.
3. Iniciar uma titulação com o padrão de leitura.
4. Registrar na tabela abaixo a leitura de corrente e voltagem no multímetro durante a titulação.

LEITURA ESPERADA (µA e mV)	LEITURA MEDIDA (µA)	LEITURA DE VOLTAGEM (mV)	RESULTADO
Repouso: 0 µA e 0mV	0	0	APROVADO
-10 µA	-10	N/A	APROVADO
10 µA	10	N/A	APROVADO
-100 µA	-100	N/A	APROVADO
100 µA	100	N/A	APROVADO
-1097.3 mV	N/A	-1097,3	APROVADO
1095.7 mV	N/A	1095,7	APROVADO

Comentários:

Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

22.3. VERIFICAÇÃO DO *DRIFT*

O teste de verificação do *drift* tem como objetivo avaliar a estabilidade do **TITULADOR** coulométrico, verificando a taxa de deriva do sistema antes da realização das análises, a fim de garantir condições adequadas para a obtenção de resultados confiáveis.

Parâmetros de leitura:	
Número de leituras:	5 leituras consecutivas
Critério de aceitação	**< 15 µg/min por, no mínimo, 5 minutos consecutivos.**

Procedimento do teste:

1. Aguardar a estabilização do sistema.
2. Registrar o valor de *drift* a cada minuto, durante 5 minutos consecutivos.
3. Verificar se todas as leituras permanecem abaixo de 15 µg/min.
4. Registrar os resultados obtidos na tabela abaixo:

VALORES ENCONTRADOS DO *DRIFT*		
LEITURA	**MINUTOS**	**VALOR DO *DRIFT***
1	**1:09**	**5.7**
2	**2:11**	**3.8**
3	**3:08**	**6.0**
4	**3:49**	**3.2**
5	**5:15**	**5.2**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	**< 15 µg/min por, no mínimo, 5 minutos consecutivos.**	
RESULTADO		

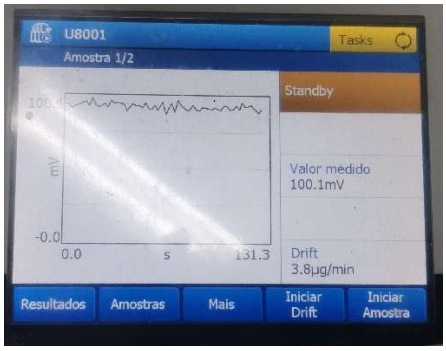
Comentários:

Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

EVIDÊNCIAS FOTOGRÁFICAS

As evidências fotográficas anexadas a este documento foram coletadas meticulosamente para garantir sua integridade e autenticidade.











22.4. TESTE BRANCO (Blank)

O teste de branco no ***TITULADOR*** coulométrico tem como objetivo avaliar a contribuição dos reagentes e do sistema de análise na determinação de água, verificando a presença de possíveis interferências que possam comprometer a confiabilidade dos resultados.

Parâmetros de leitura:	
Leitura	3 leituras
Critério de aceitação	**< 1% de água**

Procedimento do teste:

1. Realizar o ensaio sem adicionar nenhum tipo de amostra.
2. Os resultados das 3 leituras deverão ser menores que 1% de água.
3. Anotar os resultados na tabela abaixo:

Branco *(Blank)*	
LEITURAS	**VALORES ENCONTRADOS**
1	**0**
2	**0**
3	**0**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	**< 1% de água**
RESULTADO	APROVADO

Comentários: Este equipamento não inicia a análise enquanto não adicionar uma amostra com água e houver uma alteração na leitura da voltagem. Não é possível, portanto, realizar análises sem a adição de amostras. No entanto, as tentativas de análises provam que não há desvio na leitura de um branco.

Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

EVIDÊNCIAS FOTOGRÁFICAS

As evidências fotográficas anexadas a este documento foram coletadas meticulosamente para garantir sua integridade e autenticidade.

22.5. ENSAIO DE EXATIDÃO COM PADRÃO CERTIFICADO

O teste de exatidão com padrão certificado tem como objetivo verificar a concordância entre o resultado obtido pelo ***TITULADOR*** coulométrico e o valor de referência declarado no certificado do padrão, avaliando a exatidão das medições do equipamento.

Parâmetros de leitura:	
Leitura	3 leituras
Massa do Padrão	10 mg
Valor de referência do Padrão	15,5% ou 155000ppm
Critério de aceitação	**Variação de ± 2% do valor declarado do Padrão**

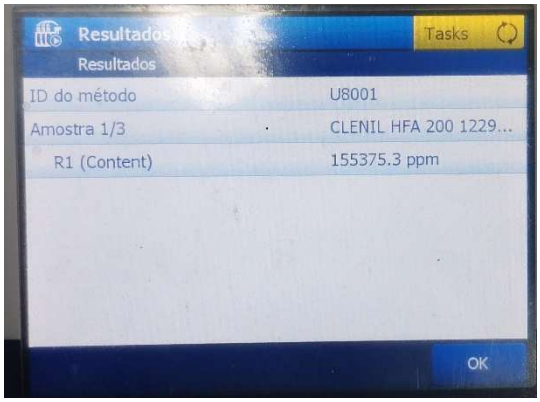
Procedimento do teste:

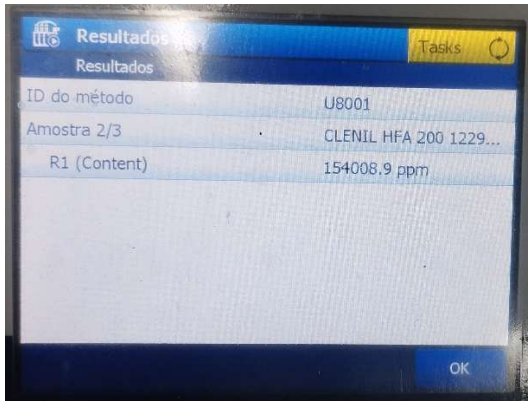
1. Verificar se o sistema está estabilizado e se o *drift* atende ao critério de aceitação estabelecido.
2. Pesar a quantidade recomendada do padrão certificado.
3. Introduzir o padrão no equipamento e realizar a determinação do teor de água.
4. Registrar os resultados obtidos.
5. Calcular o percentual do desvio entre o resultado obtido e o valor de referência.
6. Registrar os resultados na tabela abaixo:

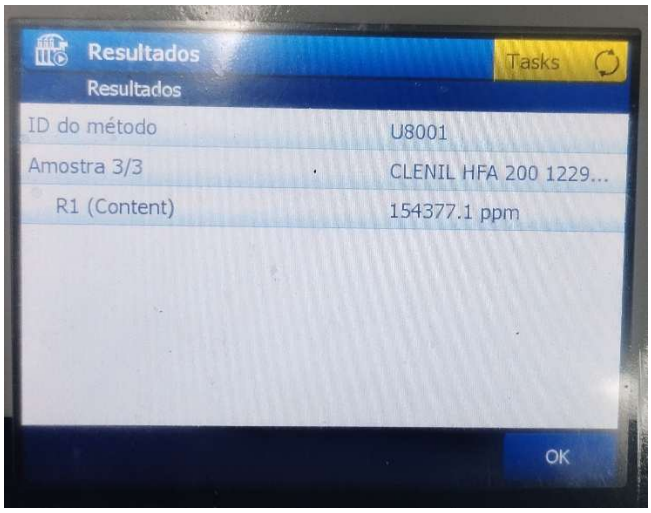
EXATIDÃO COM PADRÃO CERTIFICADO		
LEITURAS	**VALORES ENCONTRADOS**	**% DESVIO**
1	**155375.3 ppm**	**0.46**
2	**154008.9 ppm**	**1.34**
3	**154377.1 ppm**	**1.10**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	**Variação de ± 2% do valor declarado do Padrão**	
RESULTADO	APROVADO	
Comentários:		
Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA		

EVIDÊNCIAS FOTOGRÁFICAS

As evidências fotográficas anexadas a este documento foram coletadas meticulosamente para garantir sua integridade e autenticidade.







22.6. REPETIBILIDADE DE LEITURA DO PADRÃO

O teste de repetibilidade de leitura com padrão de tartarato dissódico di-hidratado tem como objetivo avaliar a precisão e a consistência das medições do ***TITULADOR*** coulométrico, por meio de análises consecutivas do padrão nas mesmas condições operacionais.

Parâmetros de leitura:	
Número de leituras	5 leituras
Padrão	**Tartarato de sódio**
Massa do padrão	**10 mg**
Teor de água (%)	**13,0%**
Critério de aceitação	**≤ 3.0 %**

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros de leitura.
2. Aguardar a estabilização da solução titulante.
3. Pesar em uma balança analítica o padrão de titulação tartarato dissódico di-hidratado, aproximadamente.
4. Anotar o resultado de porcentagem de água da amostra.
5. Repetir os passos 2, 3 e 4, por mais quatro vezes, e preencher a tabela abaixo:

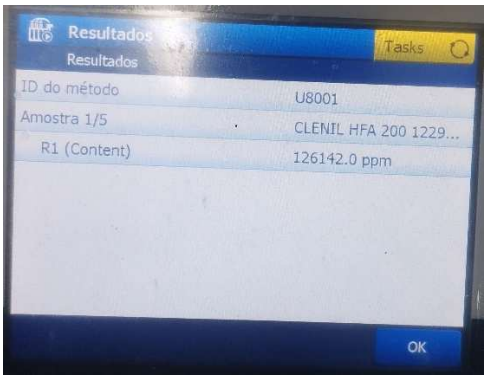
REPETIBILIDADE DA LEITURA DO PADRÃO			
Amostra	*Proporção de água*(%)	*Desvio padrão relativo* (%)	*Critério de aceitação* (%)
1	*12,61*	*1,51*	**≤ 3.0 %**
2	*12,96*		
3	*12,92*		
4	*12,52*		
5	*12,83*		
RESULTADO		APROVADO	

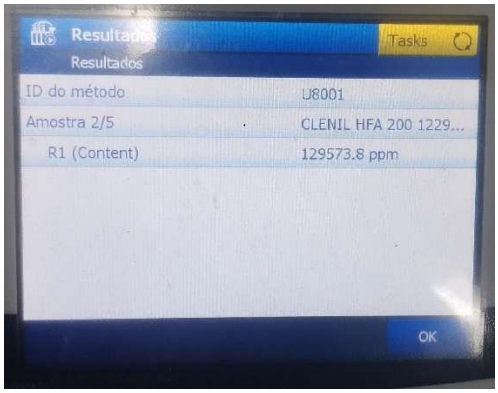
Comentários:

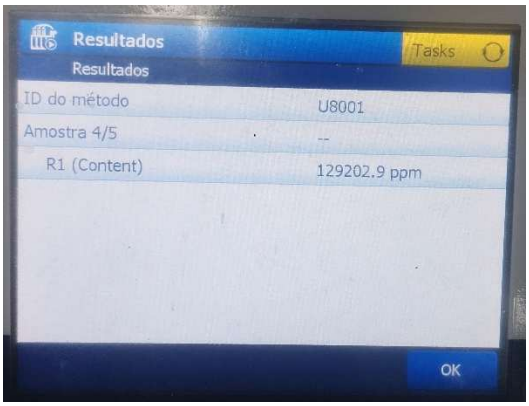
Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

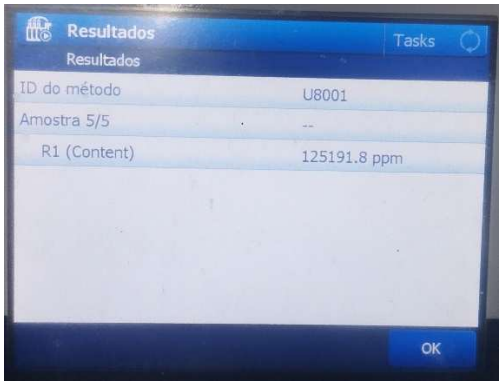
EVIDÊNCIAS FOTOGRÁFICAS

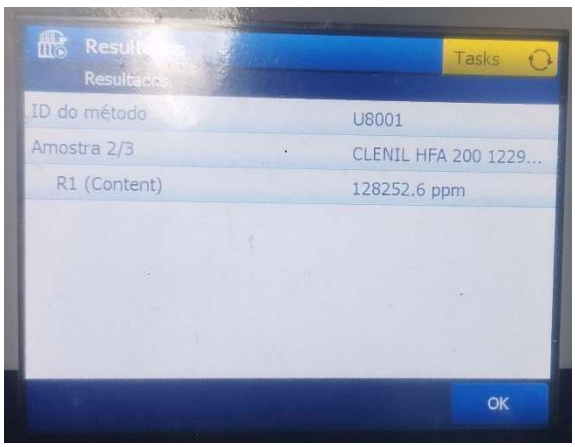
As evidências fotográficas anexadas a este documento foram coletadas meticulosamente para garantir sua integridade e autenticidade.











RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

Aprovação dos testes realizados neste protocolo.

PERÍODO DA QUALIFICAÇÃO:	***03/11/2026 a 03/11/2026***
EMPRESA CONTRATANTE:	*QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA.*

INSTRUMENTO	FABRICANTE	MODELO	IDENTIFICAÇÃO
TITULADOR COULOMÉTRICO	METTLER TOLEDO	C30S	CLM-004

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

TESTES REALIZADOS	RESULTADO
22.1. Verificação do Funcionamento do Titulador	**APROVADO**
22.2. Teste de Corrente de Polarização e Voltagem de Compensação	**APROVADO**
22.3. Verificação do *Drift*	**APROVADO**
22.4. Teste Branco (Blank)	**APROVADO**
22.5. Ensaio de Exatidão com Padrão Certificado	**APROVADO**
22.6. Repetibilidade de Leitura do Padrão	**APROVADO**
Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**	

24. 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:		Assinatura:
Empresa Contratada:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA**	
Departamento:		
Função:		

Empresa Contratante:		
Aprovado por:		Assinatura:

25. HISTÓRICO DE REVISÕES

DATA DE EFETIVIDADE:	***REVISÃO***	***ITENS***	***REGISTO DE ALTERAÇÕES***
02/10/2026	00	Todos	Elaboração do Documento.