# PROTOCOLO DE QUALIFICAÇÃO

| | |
|---|---|
| **CERTIFICADO:** | 017/24 |
| **TAG:** | 000079 |
| **EMPRESA:** | NUNESFARMA DISTRIBUIDORA DE PRODUTOS FARMACEUTICOS LTDA |
| **EQUIPAMENTO:** | HPLC |
| **MARCA:** | MERK HITACHI |
| **MODELO:** | VWR Chromaster |
| **DATA:** | 09/01/2024 |

Atualizar

# Formulário de Definição dos Parâmetros para a Qualificação

Rua Ema Gazzi Magnusson, 138 – Comercial Vitoria Martini – Indaiatuba / SP CEP: 13347-630
www.qpack.com.br – Fone: 55 (19) 2660-1110

**CERTIFICADO DE QUALIFICAÇÃO Nº** 017/24 **INÍCIO DA QUALIFICAÇÃO:** 09/01/2024

## 1. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO QUALIFICADO

| | |
|---|---|
| **Equipamento** | HPLC |
| | |
| **Fabricante do Equipamento** | MERK HITACHI |
| | |
| **Modelo do Equipamento** | VWR Chromaster |
| | |
| **Identificação ou TAG** | 79 |
| | |
| **Setor Instalado** | Laboratório |

**IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS DO EQUIPAMENTO**

| Descrição | Modelo | Número de Série | Fabricante |
|---|---|---|---|
| BOMBA | 5160 Pump | 1203-020 | MERK Hitachi |
| INJETOR AUTOMÁTICO | 5260 Auto Sampler | 1205T-012 | MERK Hitachi |
| FORNO DE COLUNAS | 5310 Column Oven | 1213-013 | MERK Hitachi |
| DETECTOR UV/VIS/DAD | 5430 Diode Array De | 1212-019 | MERK Hitachi |
| DETECTOR ELS | | | METROHM |
| DETECTOR ELS | | | PERKIN ELMER |

**Dados do Software de Controle:**

| | |
|---|---|
| **Fabricante:** | SCIENTIFIC SOFTWARE INC. |
| | |
| **Software:** | EZCHROM ELITE |
| | |
| **Versão:** | 3.3.2 SP2 BUILD 3.3.2.1037 |

## 2. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE

| | |
|---|---|
| **Empresa Contratante** | **NUNESFARMA DISTRIBUIDORA DE PRODUTOS FARMACEUTICOS LTDA** |
| | |
| **Endereço da Contratante** | **RUA ALMIRANTE GONÇALVES, 2247, ÁGUA VERDE, CURITIBA/PR** |
| | |
| **Contato do Departamento** | **JULIANE MIRANDA DE LARA** |

## 3. IDENTIFICAÇÃO DO EXECUTOR

| | |
|---|---|
| **Executado por** | **MATEUS CAREIRA LIMA** |
| | |
| **Função** | **ENGENHEIRO DE MANUTEÇÃO** |
| | |
| **Empresa** | **LabProvider** |
| | |

## 4. CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO E DESVIOS

| Item 01 | PQO.01.HPLC.FLBO – Exatidão e Precisão do Fluxo da(s) Bomba(s) |
|---|---|

- O teste de Exatidão e Precisão de fluxo da bomba deve compreender as taxas de fluxo mais utilizadas pelo laboratório contratante, respeitando os limites de programação do instrumento que será qualificado.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Quantidade de bombas | **01 Unidade** | | |
| Fluxos a serem medidos | 1° Fluxo<br>Valor recomendado:<br>0,5 ml/min<br>Valor utilizado:<br>**0,5*ml/min*** | 2° Fluxo<br>Valor recomendado:<br>1,0 ml/min<br>Valor utilizado:<br>**1,0 *ml/min*** | 3° Fluxo<br>Valor recomendado:<br>2,0 ml/min<br>Valor utilizado:<br>**2,0 *ml/min*** |
| Critério de aceitação da exatidão do fluxo | Valor recomendado: % Desvio ≤ 3,0 %<br>Valor utilizado: **≤ 3,0 %** | | |
| Critério de aceitação da precisão % D.P.R. para as 10 replicatas | Valor recomendado: % D.P.R. ≤ 2,0 %<br>Valor utilizado **≤ 2,0 %** | | |

| Item 02 | PQO.02.HPLC.TEFO - Exatidão da Temperatura do Forno de Colunas |
|---|---|

- O teste de exatidão de temperatura do forno deve compreender as temperaturas mais utilizadas pelo laboratório contratante, respeitando os limites de programação do instrumento que será qualificado.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Temperaturas medidas | 1° Temperatura<br>Valor recomendado: 20 °C<br>Valor utilizado:<br>**20 °C** | 2° Temperatura<br>Valor recomendado: 40 °C<br>Valor utilizado:<br>**40 °C** | 3° Temperatura<br>Valor recomendado: 60 °C<br>Valor utilizado:<br>**60 °C** |
| Critério de aceitação da exatidão de temperatura | Valor recomendado: Desvio ≤ 2,0 °C<br>Valor utilizado: **≤ 2,0 °C** | | |
| Critério de aceitação do % D.P.R. para as 10 replicatas | Valor recomendado: % D.P.R. ≤ 2,0 %<br>Valor utilizado: **≤ 2,0 %** | | |

| Item 03 | PQO.03.HPLC.EDUV.A - Exatidão do Comprimento de Onda do Detector UV/Vis (Modo Manual) |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de cafeína que possui picos e vales em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.
- Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Comprimentos de onda a serem medidos | 1° Comprimento de onda:<br>205 nm | 2° Comprimento de onda:<br>245 nm | 3° Comprimento de onda:<br>273 nm |
| Critério de aceitação da exatidão do Comprimento de Onda | Valor recomendado: Desvio ≤ 2,0 nm<br>Valor utilizado: **≤ - *nm*** | | |

| Item 04 | PQO.04.HPLC.EDUV.B - Exatidão do Comprimento de Onda Detector UV/Vis (Modo Espectro) |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de cafeína que possui picos e vales em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.
- Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Comprimentos de onda a serem medidos | 1° Comprimento de onda:<br>205 nm | 2° Comprimento de onda:<br>245 nm | 3° Comprimento de onda:<br>273 nm |
| Critério de aceitação da exatidão de Comprimento de Onda | Valor recomendado: Desvio ≤ 2,0 nm<br>Valor utilizado: **≤ 2,0 nm** | | |

| Item 05 | PQO.05.HPLC.PCIN - Precisão e Contaminação Cruzada do Sistema de Injeção |
|---|---|

- O teste de precisão e contaminação cruzada deve ser realizado com o volume de injeção baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC), volume mais utilizado no laboratório ou o mais crítico.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | |
|---|---|
| Volume de injeção | Valor recomendado: HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL<br>Valor utilizado: ***10 µL*** |
| Critério de aceitação para a contaminação cruzada | Valor recomendado: % Contaminação Cruzada ≤ 0,5 %<br>Valor utilizado: **≤ 0,5 %** |
| Critério de aceitação do % D.P.R. para 6 replicatas | Valor recomendado: % D.P.R. ≤ 2,0 %<br>Valor utilizado: **≤ 2,0 %** |

| Item 06 | PQO.06.HPLC.LDUV - Linearidade do Detector de Ultravioleta (UV) |
|---|---|

- O teste de linearidade do detector deve ser realizado com o volume de injeção, baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC).
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | |
|---|---|
| Volume de injeção | Volume recomendado: HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL<br>Valor utilizado: **10 µL** |
| Critério de aceitação da exatidão para as concentrações avaliadas | Valor recomendado: % Desvio ≤ 2,0 %<br>Valor utilizado: **≤ 2,0 %** |
| Critério de aceitação do coeficiente $R^2$ | Valor recomendado: $R^2 \geq 0,999$<br>Valor utilizado: $R^2 \geq$ **0,999** |

| Item 07 | PQO.07.HPLC.LIIN - Linearidade Sistema de Injeção Automática |
|---|---|

- O teste de linearidade do injetor automático deve ser realizado utilizando os volumes de injeção que cubram todas às análises realizadas pelo laboratório contratante.
- Os volumes deverão ser avaliados com base no tipo de equipamento HPLC ou UHPLC.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Volumes de injeção | 1° Vol.: | 2° Vol.: | 3° Vol.: | 4° Vol.: | 5° Vol.: |
| | 0 µL | 5 µL | 10 µL | 15 µL | 20 µL |
| | **0,1 µL** | **5 µL** | **10 µL** | **15 µL** | **20 µL** |
| Critério de aceitação do coeficiente $R^2$ | Valor recomendado: $R^2 \geq 0,999$<br>Valor utilizado: $R^2 \geq$ **0,999** | | | | |

| Item 08 | PQO.08.HPLC.GRBO- Exatidão do Sistema de Gradiente da Bomba |
|---|---|

- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Tipo de Gradiente | **Gradiente Quartenário** | | |
| Pares utilizados | Recomendado:<br>A / B<br>1° Par: **A / B** | Recomendado:<br>C / D<br>2° Par: **C / D** | Nº de Passos<br>**5** |
| Critério de aceitação de exatidão entre as proporções | Valor recomendado: % Desvio ≤ 1,5 %<br>Valor utilizado: **≤ 1,5 %** | | |
| Critério de aceitação do coeficiente $R^2$ | Valor recomendado: ≥ 0,999<br>Valor utilizado: **≥ 0,999** | | |

| Item 09 | PQO.09.HPLC.TECA - Exatidão da Temperatura do Compartimento de Amostras |
|---|---|

- O teste de exatidão de temperatura da bandeja do amostrador deve compreender as temperaturas mais utilizadas pelo laboratório contratante, respeitando os limites de programação do instrumento que será qualificado.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Temperaturas medidas | 1° Temperatura<br>Valor recomendado: 10 °C<br>Valor utilizado:<br>**10 ºC** | 2° Temperatura<br>Valor recomendado: 15 °C<br>Valor utilizado:<br>**15 ºC** | 3° Temperatura<br>Valor recomendado: 20 °C<br>Valor utilizado:<br>**20 ºC** |
| Critério de aceitação de exatidão de temperatura | Valor recomendado: Desvio ≤ 2,0 °C<br>Valor utilizado: **≤ 2,0 °C** | | |
| Critério de aceitação do % D.P.R. para 10 replicatas | Valor recomendado: % D.P.R. ≤ 2,0 %<br>Valor utilizado: **≤ 2,0 %** | | |

| Item 10 | PQO.10.HPLC.EDVI.A - Exatidão do Comprimento de Onda Detector UV/Vis - Faixa Estendida (Modo Manual) |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de óxido de hólmio que possui picos em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.
- Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Comprimentos de onda a serem medidos: | 1° Comprimento de onda recomendado: 278 nm<br>Valor utilizado:<br>- *nm* | 2° Comprimento de onda recomendado: 361 nm<br>Valor utilizado:<br>- *nm* | 3° Comprimento de onda recomendado: 451 nm<br>Valor utilizado:<br>- *nm* |
| Critério de aceitação da exatidão de Comprimento de Onda: | Valor recomendado: Desvio ≤ 2,0 nm<br>Valor utilizado: ≤ - *nm* | | |

| Item 11 | PQO.11.HPLC.EDVI.B - Exatidão do Comprimento de Onda Detector UV/Vis - Faixa Estendida (Modo Espectro) |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de óxido de hólmio que possui picos em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.
- Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Comprimentos de onda a serem medidos: | 1° Comprimento de onda recomendado: 278 nm<br>Valor utilizado:<br>- *nm* | 2° Comprimento de onda recomendado: 452 nm<br>Valor utilizado:<br>- *nm* | 3° Comprimento de onda recomendado: 537 nm<br>Valor utilizado:<br>- *nm* |
| Critério de aceitação da exatidão de Comprimento de Onda: | Valor recomendado: Desvio ≤ 2,0 nm<br>Valor utilizado: ≤ - *nm* | | |

| Item 12 | PQO.12.HPLC.EDFL.A - Exatidão de Comprimento de Onda do Detector de Fluorescência (Modo Manual) |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de sulfato de quinina que possui picos em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.
- Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | |
|---|---|
| Comprimento de onda a ser medido: | Comprimento de Onda de Emissão: 449 nm |
| Critério de aceitação da exatidão do Comprimento de Onda: | Valor recomendado: Desvio ≤ 5,0 nm<br>Valor utilizado: **≤ -** ***nm*** |

| Item 13 | PQO.13.HPLC.EDFL.B - Exatidão de Comprimento de Onda do Detector de Fluorescência (Modo Espectro) |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de sulfato de quinina que possui picos em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.
- Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | |
|---|---|
| Comprimento de onda a ser medido: | Comprimento de Onda de Emissão: 449 nm |
| Critério de aceitação da exatidão do Comprimento de Onda: | Valor recomendado: Desvio ≤ 5,0 nm<br>Valor utilizado: **≤ 5,0** ***nm*** |

| Item 14 | PQO.14.HPLC.PDFL - Precisão do Detector de Fluorescência (FL) |
|---|---|

- O teste de precisão do detector deve ser realizado com o volume de injeção, baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC).
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | |
|---|---|
| Volume de injeção: | Volume recomendado: HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL<br>Valor utilizado: **- *µL*** |
| Critério de aceitação de exatidão para as concentrações avaliadas: | Valor recomendado: % Desvio ≤ 2,0 %<br>Valor utilizado: **≤ - *%*** |

| Item 15 | PQO.15.HPLC.LDIR - Linearidade do Detector de Índice de Refração (IR) |
|---|---|

- O teste de linearidade do detector deve ser realizado com o volume de injeção, baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC).
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | |
|---|---|
| Volume de Injeção: | Volume recomendado: HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL<br>Valor utilizado: **10 *µL*** |
| Critério de aceitação de exatidão para as concentrações avaliadas: | Valor recomendado: % Desvio ≤ 2,0 %<br>Valor utilizado: **≤ - *%*** |
| Critério de aceitação do coeficiente $R^2$: | Valor recomendado: $R^2 \geq 0,999$<br>Valor utilizado: **≥ -** |

| Item 16 | PQO.16.HPLC.PDELS - Precisão do Detector de Detector Evaporativo por Espalhamento de Luz (ELS) |
|---|---|

- O teste de precisão do detector deve ser realizado com o volume de injeção, baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC).
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | |
|---|---|
| Volume de injeção: | Volume recomendado: HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL<br>Valor utilizado: **- *µL*** |
| Critério de aceitação de exatidão para as concentrações avaliadas: | Valor recomendado: % Desvio ≤ 2,0 %<br>Valor utilizado: **≤ - *%*** |

| Item 17 | PQO.17.HPLC.SRELB – Sinal/Ruído e Estabilidade da Linha de Base |
|---|---|

- Caso disponível, o ruído e a estabilidade de linha de base podem ser determinados usando funções pré-programadas de software.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.
- Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | |
|---|---|
| Comprimento de onda utilizado: | Comprimento de onda recomendado: 250 nm<br>Comprimento de onda utilizado: **- *nm*** |
| Critério de aceitação Ruído: | Valor recomendado: ≤ 0.05 mAU<br>Valor utilizado: **≤ - *mAU*** |
| Critério de aceitação do Desvio: | Valor recomendado: ≤ 5.0 mAU/h<br>Valor utilizado: **≤ - *mAU/h*** |

## 5. ASSINATURAS

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

| | | |
|---|---|---|
| **Aprovado por:** | **DANILO DE SOUZA MELO.** | **Assinatura:** |
| | | |
| **Empresa Contratada:** | **LAB PROVIDER.** | |
| | | |
| **Departamento:** | **DOCUMENTAÇÃO.** | |
| | | |
| **Função:** | **DIRETOR TÉCNICO.** | |

| | | |
|---|---|---|
| **Empresa Contratante:** | **NUNESFARMA DISTRIBUIDORA DE PRODUTOS FARMACEUTICOS LTDA** | |
| | | **Assinatura:** |
| **Aprovado por:** | | |

| Data: | Revisão: | Itens: | Registro de alteração: |
|---|---|---|---|
| 04/02/2023 | Rev. 8 | Todos | Todos. |
| 08/12/2023 | Rev. 8.1 | Assinaturas | Ass - Modificação na posição das assinaturas. |