Nº do Certificado:

128/23

# *Documento de Qualificação*

**EMPRESA:** IPANEMA INDÚSTRIA DE PRODUTOS VETERINÁRIOS LTDA.

**EQUIPAMENTO:** TITULADOR

**IDENTIFICAÇÃO:** TTL.CQF.002

**MARCA:** METTLER TOLEDO

**MODELO:** TITRATOR T50

**Nº DE SÉRIE:** 5128256254

**ACESSÓRIO:** N/A

**Nº DE SÉRIE:** -

**LOCAL INSTALADO:** CONTROLE DE QUALIDADE

Especialista responsável pelo serviço:

**RODOLFO DE SOUZA COSTA**

**Data de Início:** 15/03/2023
**Data do Término:** 15/03/2023
**Próximo Data:** - /03/2024

**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 de tituladores 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 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.

Esta documentação exige três tipos de pessoas:
- O Executor - que é a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo BPL, BPF e órgãos reguladores) para executar os procedimentos de qualificação desta documentação.
- O Revisor - que é a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo BPL, BPF e órgãos reguladores) para revisar e aprovar os testes realizados pelo Executor.
- O Cliente - que é 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 DEFINIÇÔES

| 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 |
| F | Formulário |
| KF | Karl Fisher |
| N/A | Não Aplicável |
| P/N | Part Number – Número do artigo |
| QI | Qualificação de Instalação |
| QO | Qualificação de Operação |
| USP | United States Pharmacopeia |

# 3. OBJETIVO

O objetivo deste documento é orientar sobre a estrutura, conceito e procedimento do protocolo de qualificação para um titulador 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 estão de acordo com as diretrizes BPF e BPL atualmente aplicáveis. E recomendado ao cliente realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

| Requerimentos | Verificação |
|---|---|
| O sistema deve ser instalado de acordo com 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 titulador.

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 incialmente 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, nenhum tipo de 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 venham a ocorrer 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 titulador 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

Picnômetro calibrado;
Multímetro calibrado;
Padrão de titulação ácido-base;
Padrão de titulação de Karl Fisher.

## 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, quando aplicável;
- 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 superior para a direita inferior.

Todos os resultados, 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 que 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 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.

## 11. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o proprietário ou responsável do titulador 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 peças, tubulações, eletrodos 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 e peças da parte mecânica.

• É importante requalificar sempre que adicionar um acessório ou realizar alguma modificação ou atualização do 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**: **IPANEMA INDÚSTRIA DE PRODUTOS VETERINÁRIOS LTDA.** | |
| **Endereço**: **RODOVIA RAPOSO TAVARES** | **N°**: **S/N – KM 113** |
| **Bairro: BARREIRO** | **Cidade**: **ARAÇOIABA DA SERRA** |
| **Estado**: **SÃO PAULO** | **CEP**: **18190-000** |
| **Responsável: JANAÍNA FERNANDES** | |
| **Cargo: ANALISTA** | |
| **Departamento**: **CONTROLE DE QUALIDADE** | |

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:** | **RODOLFO DE SOUZA COSTA** |
| **Cargo:** | **TÉCNICO DE MANUTENÇÃO** |
| **Data**: | **15/03/2023** |
| **Revisor:** | |
| **Cargo:** | |
| **Assinatura Digital:**_____ | |

Formulário 2 - Identificação do executor e do revisor.

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

Preencher o formulário 4 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 OU ID OU NÚMERO DE SÉRIE | DATA DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO | DATA DA PRÓXIMA CALIBRAÇÃO | ANEXO |
|---|---|---|---|---|
| - | - | - | - | A1 |
| - | - | - | - | A2 |
| **Executor:** RODOLFO DE SOUZA COSTA<br>**Data:** 15/03/2023 | | | | |

Formulário 4 - Informações de Equipamentos e Materiais Utilizados.

# 16. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

## 16.1. EXATIDÃO DO VOLUME DAS BURETAS

- ***Método de teste:***

O teste de exatidão do volume das buretas deve verificar se o volume dispensado pelas buretas apresenta um valor real próximo ao declarado.

- ***Parâmetros de leitura:***

Número de leituras: 10
Critério de aceitação: entre 98,0 e 102,0 %

- ***Procedimento do teste:***

1. Com o auxílio de um picnômetro calibrado, calcular a densidade da solução utilizada;
2. Coletar 10 volumes diferentes;
3. Pesar os volumes coletados e calcular o volume real dispensado;
4. Preencher o formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta.

| **TIPO DE SOLUÇÃO:** | | | **Água – BRT.CQF.002** | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **DENSIDADE CALCULADA** | | | **0,99232 mg/mL** | | | |
| **TOMADA DE ENSAIO** | **VOLUME DECLARADO (mL)** | **PESO INICIAL (g)** | **PESO FINAL (g)** | **VOLUME REAL (mL)** | **EXATIDÃO (%)** | **RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)** |
| **1** | **2,0** | **15,3194** | **17,3023** | **1,9882** | **99,91** | **APROVADO** |
| **2** | **4,0** | **17,3023** | **21,3341** | **4,0630** | **101,58** | **APROVADO** |
| **3** | **6,0** | **21,3341** | **27,3521** | **6,0646** | **101,08** | **APROVADO** |
| **4** | **8,0** | **27,3521** | **35,3617** | **8,0716** | **100,90** | **APROVADO** |
| **5** | **10,0** | **35,3617** | **45,3650** | **10,0807** | **100,81** | **APROVADO** |
| **6** | **12,0** | **45,3650** | **57,3633** | **12,0912** | **100,76** | **APROVADO** |
| **7** | **14,0** | **57,3633** | **71,3721** | **14,1172** | **100,84** | **APROVADO** |
| **8** | **16,0** | **71,3721** | **87,3795** | **16,1313** | **100,82** | **APROVADO** |
| **9** | **18,0** | **87,3795** | **105,3844** | **18,1442** | **100,80** | **APROVADO** |
| **10** | **20,0** | **105,3844** | **125,3938** | **20,1643** | **100,82** | **APROVADO** |
| **Comentários** **N/A.** | | | | | | |
| **Executor:** **RODOLFO DE SOUZA COSTA**<br>**Data:** **15/03/2023** | | | | | | |

Formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta

# 16. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

## 16.1. EXATIDÃO DO VOLUME DAS BURETAS

- ***Método de teste:***

O teste de exatidão do volume das buretas deve verificar se o volume dispensado pelas buretas apresenta um valor real próximo ao declarado.

- ***Parâmetros de leitura:***

Número de leituras: 10
Critério de aceitação: entre 98,0 e 102,0 %

- ***Procedimento do teste:***

1. Com o auxílio de um picnômetro calibrado, calcular a densidade da solução utilizada;
2. Coletar 10 volumes diferentes;
3. Pesar os volumes coletados e calcular o volume real dispensado;
4. Preencher o formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta.

| **TIPO DE SOLUÇÃO:** | | | **Água – BRT.CQF.003** | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **DENSIDADE CALCULADA** | | | **0,99232 mg/mL** | | | |
| **TOMADA DE ENSAIO** | **VOLUME DECLARADO (mL)** | **PESO INICIAL (g)** | **PESO FINAL (g)** | **VOLUME REAL (mL)** | **EXATIDÃO (%)** | **RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)** |
| **1** | **2,0** | **15,2667** | **17,2597** | **2,0084** | **100,42** | **APROVADO** |
| **2** | **4,0** | **17,2597** | **21,2539** | **4,0251** | **100,63** | **APROVADO** |
| **3** | **6,0** | **21,2539** | **27,2502** | **6,0427** | **100,71** | **APROVADO** |
| **4** | **8,0** | **27,2502** | **35,2478** | **8,0595** | **100,74** | **APROVADO** |
| **5** | **10,0** | **35,2478** | **45,2428** | **10,0724** | **100,72** | **APROVADO** |
| **6** | **12,0** | **45,2428** | **57,2385** | **12,0885** | **100,74** | **APROVADO** |
| **7** | **14,0** | **57,2385** | **71,2304** | **14,1002** | **100,72** | **APROVADO** |
| **8** | **16,0** | **71,2304** | **87,2296** | **16,1230** | **100,77** | **APROVADO** |
| **9** | **18,0** | **87,2296** | **105,1871** | **18,0965** | **100,54** | **APROVADO** |
| **10** | **20,0** | **105,1871** | **125,0999** | **20,0669** | **100,33** | **APROVADO** |
| **Comentários** **N/A.** | | | | | | |
| **Executor:** **RODOLFO DE SOUZA COSTA**<br>**Data:** **15/03/2023** | | | | | | |

Formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta

# 16. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

## 16.1. EXATIDÃO DO VOLUME DAS BURETAS

- ***Método de teste:***

O teste de exatidão do volume das buretas deve verificar se o volume dispensado pelas buretas apresenta um valor real próximo ao declarado.

- ***Parâmetros de leitura:***

Número de leituras: 10
Critério de aceitação: entre 98,0 e 102,0 %

- ***Procedimento do teste:***

1. Com o auxílio de um picnômetro calibrado, calcular a densidade da solução utilizada;
2. Coletar 10 volumes diferentes;
3. Pesar os volumes coletados e calcular o volume real dispensado;
4. Preencher o formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta.

| **TIPO DE SOLUÇÃO:** | | | **Água – BRT.CQF.004** | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **DENSIDADE CALCULADA** | | | **0,99232 mg/mL** | | | |
| **TOMADA DE ENSAIO** | **VOLUME DECLARADO (mL)** | **PESO INICIAL (g)** | **PESO FINAL (g)** | **VOLUME REAL (mL)** | **EXATIDÃO (%)** | **RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)** |
| **1** | **2,0** | **15,2651** | **17,2680** | **2,0184** | **100,92** | **APROVADO** |
| **2** | **4,0** | **17,2680** | **21,2560** | **4,0189** | **100,47** | **APROVADO** |
| **3** | **6,0** | **21,2560** | **27,2201** | **6,0103** | **100,17** | **APROVADO** |
| **4** | **8,0** | **27,2201** | **35,1880** | **8,0296** | **100,37** | **APROVADO** |
| **5** | **10,0** | **35,1880** | **45,1330** | **10,0220** | **100,22** | **APROVADO** |
| **6** | **12,0** | **45,1330** | **57,0660** | **12,0254** | **100,21** | **APROVADO** |
| **7** | **14,0** | **57,0660** | **71,0130** | **14,0549** | **100,39** | **APROVADO** |
| **8** | **16,0** | **71,0130** | **86,9507** | **16,0610** | **100,38** | **APROVADO** |
| **9** | **18,0** | **86,9507** | **104,8820** | **18,0701** | **100,39** | **APROVADO** |
| **10** | **20,0** | **104,8820** | **124,8023** | **20,0745** | **100,37** | **APROVADO** |
| **Comentários** **N/A.** | | | | | | |
| **Executor:** **RODOLFO DE SOUZA COSTA**<br>**Data:** **15/03/2023** | | | | | | |

Formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta

# 16. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

## 16.1. EXATIDÃO DO VOLUME DAS BURETAS

- ***Método de teste:***

O teste de exatidão do volume das buretas deve verificar se o volume dispensado pelas buretas apresenta um valor real próximo ao declarado.

- ***Parâmetros de leitura:***

Número de leituras: 10
Critério de aceitação: entre 98,0 e 102,0 %

- ***Procedimento do teste:***

1. Com o auxílio de um picnômetro calibrado, calcular a densidade da solução utilizada;
2. Coletar 10 volumes diferentes;
3. Pesar os volumes coletados e calcular o volume real dispensado;
4. Preencher o formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta.

| **TIPO DE SOLUÇÃO:** | | | **Água – BRT.CQF.005** | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **DENSIDADE CALCULADA** | | | **0,99232 mg/mL** | | | |
| **TOMADA DE ENSAIO** | **VOLUME DECLARADO (mL)** | **PESO INICIAL (g)** | **PESO FINAL (g)** | **VOLUME REAL (mL)** | **EXATIDÃO (%)** | **RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)** |
| **1** | **1,0** | **15,2640** | **17,2539** | **0,9976** | **99,76** | **APROVADO** |
| **2** | **2,0** | **16,2539** | **18,2309** | **1,9923** | **99,62** | **APROVADO** |
| **3** | **3,0** | **18,2309** | **21,2021** | **2,9942** | **99,81** | **APROVADO** |
| **4** | **4,0** | **21,2021** | **25,1678** | **3,9964** | **99,91** | **APROVADO** |
| **5** | **5,0** | **25,1678** | **30,1228** | **4,9933** | **99,87** | **APROVADO** |
| **6** | **6,0** | **30,1228** | **36,0858** | **6,0092** | **100,15** | **APROVADO** |
| **7** | **7,0** | **36,0858** | **43,0428** | **7,0108** | **100,15** | **APROVADO** |
| **8** | **8,0** | **43,0428** | **50,9886** | **8,0073** | **100,09** | **APROVADO** |
| **9** | **9,0** | **50,9886** | **59,8457** | **8,9256** | **99,17** | **APROVADO** |
| **10** | **10,0** | **59,8457** | **69,8974** | **10,1295** | **101,30** | **APROVADO** |
| **Comentários** **N/A.** | | | | | | |
| **Executor:** **RODOLFO DE SOUZA COSTA**<br>**Data:** **15/03/2023** | | | | | | |

Formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta

# 16. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

## 16.1. EXATIDÃO DO VOLUME DAS BURETAS

- ***Método de teste:***

O teste de exatidão do volume das buretas deve verificar se o volume dispensado pelas buretas apresenta um valor real próximo ao declarado.

- ***Parâmetros de leitura:***

Número de leituras: 10
Critério de aceitação: entre 98,0 e 102,0 %

- ***Procedimento do teste:***

1. Com o auxílio de um picnômetro calibrado, calcular a densidade da solução utilizada;
2. Coletar 10 volumes diferentes;
3. Pesar os volumes coletados e calcular o volume real dispensado;
4. Preencher o formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta.

| **TIPO DE SOLUÇÃO:** | | | **Solução de Tiocianato de Amônio 0,1N – BRT.CQF.006** | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **DENSIDADE CALCULADA** | | | **0,99594 mg/mL** | | | |
| **TOMADA DE ENSAIO** | **VOLUME DECLARADO (mL)** | **PESO INICIAL (g)** | **PESO FINAL (g)** | **VOLUME REAL (mL)** | **EXATIDÃO (%)** | **RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)** |
| **1** | **1,0** | **15,4939** | **16,4992** | **1,0094** | **100,94** | **APROVADO** |
| **2** | **2,0** | **16,4992** | **18,5021** | **2,0111** | **100,56** | **APROVADO** |
| **3** | **3,0** | **18,5021** | **21,5151** | **3,0253** | **100,84** | **APROVADO** |
| **4** | **4,0** | **21,5151** | **25,5245** | **4,0257** | **100,64** | **APROVADO** |
| **5** | **5,0** | **25,5245** | **30,5313** | **5,0272** | **100,54** | **APROVADO** |
| **6** | **6,0** | **30,5313** | **36,5244** | **6,0175** | **100,29** | **APROVADO** |
| **7** | **7,0** | **36,5244** | **43,5203** | **7,0244** | **100,35** | **APROVADO** |
| **8** | **8,0** | **43,5203** | **51,5187** | **8,0310** | **100,39** | **APROVADO** |
| **9** | **9,0** | **51,5187** | **60,5165** | **9,0345** | **100,38** | **APROVADO** |
| **10** | **10,0** | **60,5165** | **70,5190** | **10,0433** | **100,43** | **APROVADO** |
| **Comentários** **N/A.** | | | | | | |
| **Executor:** **RODOLFO DE SOUZA COSTA**<br>**Data:** **15/03/2023** | | | | | | |

Formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta

### 16.2. TESTE DE CORRENTE DE POLARIZAÇÃO E VOLTAGEM DE COMPENSAÇÃO

- ***Método de teste:***

Com o auxílio de um multímetro calibrado, medir as tensões e correntes de polarização recebida e transmitidas pela fonte. São realizadas leituras de corrente e voltagem de compensação no repouso e corrente e voltagem durante uma titulação.

- ***Parâmetros de leitura:***

Tipo de leitura: Corrente (µA) e voltagem (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 ácido-base com o padrão de leitura;
4. Registrar a leitura de corrente e voltagem no multímetro durante a titulação;
5. Preencher o formulário 6 – Corrente de Polarização e Voltagem de Compensação.

| LEITURA ESPERADA (µA e mV) | LEITURA DE CORRENTE (µA) | LEITURA DE VOLTAGEM (mV) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (µA e mV) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|
| **Repouso: 0 µA e 0mV** | **0,0** | **0,0** | **± 1.0 µA e ± 1.0 mV** | **APROVADO** |
| **-10 µA** | **-10,0** | **-10,0** | **± 1.0 µA** | **APROVADO** |
| **10 µA** | **10,0** | **10,0** | **± 1.0 µA** | **APROVADO** |
| **-100 µA** | **-100,0** | **-100,0** | **± 5.0 µA** | **APROVADO** |
| **100 µA** | **100,0** | **100,0** | **± 5.0 µA** | **APROVADO** |
| **-1097.3 mV** | **N/A** | **-1097,3** | **± 10.0 mV** | **APROVADO** |
| **1095.7 mV** | **N/A** | **1095,7** | **± 10.0 mV** | **APROVADO** |
| **Comentários** - | | | | |
| **Executor:** **RODOLFO DE SOUZA COSTA**<br>**Data:** **15/03/2023** | | | | |

Formulário 6 – Corrente de Polarização e Voltagem de Compensação

### 16.3. PARÂMETROS DE MÉTODO

- ***Método de teste:***

Esta seção tem como objetivo registrar os parâmetros de execução das leituras de linearidade e repetibilidade a serem executadas neste relatório de qualificação.

- ***Parâmetros de leitura:***

Leitura: Titulação Ácido-Base ou Titulação Karl Fisher
Peso da Amostra: Aproximadamente 10 mg

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Pesar em uma balança analítica 10 mg do padrão de titulação, aproximadamente;
3. Iniciar a análise de titulação;
4. Preencher o formulário 7 – Parâmetros de Método.

| PARÂMETRO CONFIGURADO | VALOR ENCONTRADO | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|
| **Tipo de Titulante** | KOH 0,1N | **APROVADO** |
| **Velocidade de Titulação (mL/min ou %)** | 10,0 mL/min | **APROVADO** |
| **Volume Pré-dispensado (mL)** | 0,0 | **APROVADO** |
| **Tempo de espera (s)** | 0 | **APROVADO** |
| **Tipo de Amostra** | Ácido acético 0,1 N | **APROVADO** |
| **Massa da Amostra (g)** | 0,030 | **APROVADO** |
| **Corrente de Polarização (µA)** | - | **N/A** |
| **Ponto Final (mV)** | 167,2 | **APROVADO** |
| **Volume de Titulante (mL)** | 2,0140 | **APROVADO** |
| **Tempo de Titulação (s)** | 150,0 | **APROVADO** |
| **Volume Pré-dispensado (mL)** | 0 | **APROVADO** |
| **Volume dispensado em repouso (Drift) (µL/min)** | 0,2 | **APROVADO** |
| **Comentários** **N/A.** | | |
| **Executor:** **RODOLFO DE SOUZA COSTA**<br>**Data:** **15/03/2023** | | |

Formulário 7 – Parâmetros de Método

### 16.4. REPETIBILIDADE DE LEITURA DO PADRÃO

- ***Método de teste:***

Este teste requer o uso de uma amostra comum, como o cloreto de potássio utilizado como padrão. Deve-se verificar a repetibilidade da proporção de umidade das amostras com a titulação de Karl Fisher.

- ***Parâmetros de leitura:***

Número de leituras 3
Método de leitura: Titulação por Karl Fisher
Peso da amostra 10 mg, aproximadamente

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Aguardar a estabilização da solução titulante;
3. Realizar a pesagem do padrão;0
5. Repetir os passos 2, 3 e 4 por mais duas vezes;
6. Preencher o formulário 8 - Repetibilidade de Leitura do Padrão.

| AMOSTRA | PESO DA AMOSTRA (g) | PROPORÇÃO DE ÁGUA (%) | DESVIO PADRÃO RELATIVO (%) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | - | - | - | ≤ 3.0 | N/A |
| 2 | - | - | | | |
| 3 | - | - | | | |
| **Comentários** O equipamento não possui bureta com a solução de Karl Fischer. | | | | | |
| **Executor:** RODOLFO DE SOUZA COSTA<br>**Data:** 15/03/2023 | | | | | |

Formulário 8 - Repetibilidade de Leitura do Padrão

## 17. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR E ASSINATURAS DE APROVAÇÂO DESTE DOCUMENTO DE QUALIFICAÇÃO

| TESTES REALIZADOS | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|
| Item 16.1 Exatidão do Volume das Buretas | APROVADO |
| Item 16.2 Corrente de Polarização e Voltagem de Compensação | APROVADO |
| Item 16.3 Parâmetros de Método | APROVADO |
| Item 16.4 Repetibilidade do Leitura do Padrão | N/A |

**Executor:** RODOLFO DE SOUZA COSTA

**Data:** 15/03/2023

**Revisor:** _____
Assinatura Digital

**Cliente:**

**Empresa:** _____

**Nome:** _____

**Departamento:** _____

**Assinatura:** _____ **Data:** _____

Formulário 10 - Resultados da Qualificação do Titulador – Rev 01 – 18/04/2022