Lab provider

QPack

Nº do Certificado:

159/24

Documento de Qualificação

EMPRESA: EP ENGENHARIA DE PROCESSO

EQUIPAMENTO: INJETOR PURGE & TRAP

IDENTIFICAÇÃO: N/A

MARCA: GL SCIENCES

MODELO: PT7000

Nº DE SÉRIE: PT7000-179

Especialista responsável pelo serviço:

RODOLFO DE SOUZA COSTA

Data de Início: 02/04/2024
Data do Término: 03/04/2024
Próximo Data: - /04/2026

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

INTRODUÇÃO

Este procedimento operacional de qualificação do injetor de amostra Purge and Trap, foi desenvolvido para o uso de pessoas treinadas para executar e revisar o conteúdo descrito nesta documentação, 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 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 GLP, GALP, e GMP e os órgãos reguladores) para executar os procedimentos de qualificação desta documentação.
- O Revisor - que é a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo GLP, GALP, e GMP e os órgãos reguladores) para revisar e aprovar os testes realizados pelo Executor.
- O Cliente - que é a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo GLP, GALP, e GMP e os órgãos reguladores) para conferir e aprovar todos os testes realizados nesta documentação.

1. SIGLAS E DEFINIÇÔES

Abreviação	Descrição
ASTM	*American Society for Testing and Materials*
BPF	Boas Práticas de Fabricação
BPL	Boas Práticas de Laboratório
EP	*European Pharmacopeia*
F	Formulário
MP	Manutenção Preventiva
N/A	Não Aplicável
P/N	Part Number – Número do artigo
PGS	Procedimento Geral de Serviços
PIS	Procedimento Inicial de Serviços
QD	Qualificação de Desempenho
QI	Qualificação de Instalação
QO	Qualificação de Operação
SUMOQ	Sumário da Qualificação Operacional
USP	United States Pharmacopeia

2. OBJETIVO

O objetivo deste documento é orientar sobre a estrutura, conceito e procedimento do protocolo de qualificação para um injetor de amostra Purge and Trap, seguindo os procedimentos de qualidade da QPack.

2.1. 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
Durante o desenvolvimento do instrumento, todos os requerimentos devem ser atendidos.	QD (Qualificação de Design) – Fabricante
O sistema deve ser fabricado e testado de acordo com a especificação.	Protocolos de aceitação interna – Fabricante
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.

2.2. 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 injetor de amostra Purge and Trap.

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.

2.3. 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.

3. 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.

4. 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;

4.1. 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.

4.2. 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 injetor de amostra 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.

5. 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.
- No caso de uma reprovação do teste, os resultados fora de especificação deverão ser impressos e anexados nesta documentação, além da entrada de uma justificativa do técnico indicando as causas da reprovação no formulário Relatório de Serviço, e se existe a necessidade de uma ação corretiva. Estas informações serão associadas, e disponibilizadas ao cliente para rastreabilidade do processo;

6. 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.).
- Se não houver espaço suficiente em uma seção de comentários, um formulário de comentários adicionais deve ser escrito em uma página adendo, e identificados de acordo com as instruções mencionadas anteriormente.
- 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 espectros, relatórios, anexos, certificados de treinamento e dos padrões devem ser anexos ao final deste documento, e entregues ao cliente.

7. 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.

8. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL

Seguindo corretamente os procedimentos de qualificação do injetor de amostra Purge and Trap 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 injetor de amostra Purge and Trap opera adequadamente.

9. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o proprietário ou responsável do injetor de amostra Purge and Trap 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 consumíveis 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 mecânicas.
- É importante requalificar sempre que adicionar um acessório ou realizar alguma modificação/atualização do hardware ou software.

10. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO

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

- Deverá ser preenchido o número do certificado de qualificação;
- *O modelo do equipamento*;
- *ID ou Número de Série do equipamento*;
- *Tipo de serviço realizado*, neste campo deverá ser informado;
- Quem executou o serviço;
- *A data atual da conclusão da qualificação* no formato DD/MM/AAAA;
- *E a próxima data em que deverá ser inserida a data de vencimento para a próxima qualificação do instrumento. Consulte o responsável do laboratório contratante, pois cada companhia tem um cronograma definido que estipula a periodicidade dos serviços de qualificação. Caso não exista, inserir a validade de um ano*.



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

11. 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.

11.1. 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*

11.2. 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.

11.3. 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

11.4. % Desvio

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:

$$\%\ Desvio = \frac{\left(|\ X_{norm_i} - X_{nom_i}\ |\right)}{X_{nom_{max}}} x\ 100$$

Onde:
Xnorm i = Valor da leitura normalizado no ponto indicado
Xnom i = Valor da leitura nominal no ponto indicado
Xnom max = Valor da leitura no ponto máximo

11.5. Desvio

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

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

Onde:
Xleit = Valor da leitura para X
Xprogr = Valor programado para X

12. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS

- Norma ABNT NBR ISO 9001:2008 – Sistemas de gestão da qualidade - Requisitos.
- Norma ABNT NBR ISO 17025:2005 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- ASTM – American Society for Testing and Material, Vol. 03.06 (October 2011).
- USP – The United States Pharmacopeia, Edition 39 (2016).
- Capítulo <1058> Analytical Instrument Qualification.
- EP – European Pharmacopeia, Edition 8.0.
- 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.
- (GMP) Good Manufacturing Practice.
- (GLP) Good Laboratory Practice.

13. IDENTIFICAÇÃO DO SOLICITANTE

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

Nome da Empresa: **EP ENGENHARIA DE PROCESSO**	
Endereço: **R. CLAUDINO BARBOSA**	**N°**: **528**
Bairro: MACEDO	**Cidade**: **GUARULHOS**
Estado: **SÃO PAULO**	**CEP**: **07113-040**
Responsável: PATRÍCIA LOPES	
Cargo: COORDENADORA	
Departamento: **LABORATÓRIO INSTRUMENTAL**	

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:	**03/04/2024**
Revisor:	
Cargo:	
Assinatura Digital:_____	

Formulário 2 - Identificação do executor e do revisor.

15. IDENTIFICAÇÃO DO EQUIPAMENTO A SER QUALIFICADO

Preencher o formulário 3 identificando o instrumento a ser qualificado.

Nome ou TAG:	**PT7000**
Modelo:	**PT7000**
Número de Série:	**PT7000-179**
Fabricante:	**GL SCIENCES**
Acessório:	**AS7100**
Número de Série:	**AS7100-180**
Local Instalado:	**LABORATÓRIO INSTRUMENTAL**

Formulário 3 - Identificação do espectrofotômetro UV-VIS.

16. 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*
TERMÔMETRO	**TD-08**	**10/01/2024**	**10/01/2025**	**A1**
FLUXIMETRO	**FG-01**	**05/01/2024**	**05/01/2025**	**A1**

Executor:	**RODOLFO DE SOUZA COSTA**
Data:	**03/04/2024**

Formulário 4 - Informações de Equipamentos e Materiais Utilizados.

17. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO INJETOR DE AMOSTRAS PURGE AND TRAP

17.1.VERIFICAÇÃO DA TEMPERATURA

- ***Método de teste:***

Para este teste, é necessário a verificação do controle de temperatura do PT7000, através da função "Self-test". Para o módulo AS7100, é necessário a verificação da temperatura das bandejas de amostra e da água de rinsagem.

- ***Procedimento do teste:***

1. Realizar o Self-test para a testagem do PT7000;
2. Configurar a temperatura da bandeja de amostras em 4°C e da água de rinsagem em 80°C;
3. Com o auxílio de um termômetro calibrado, medir a temperatura da bandeja de amostras e da água de rinsagem;
4. Preencher o formulário 5 – Verificação da Temperatura.

TESTE	RESULTADO	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
SELF TEST (PT7000)	**PASSED**	**PASSED**	**APROVADO**
BANDEJA DE AMOSTRAS (AS7100)	**4,6 °C**	**4 ± 3°C**	**APROVADO**
ÁGUA DE RINSAGEM (AS7100)	**74,7 °C**	**80 ± 10°C**	**APROVADO**

Comentários _____

Executor: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

Data: **03/04/2024**

Formulário 5 – Verificação da Temperatura.

17.2.VERIFICAÇÃO DE FLUXO E PRESSÃO

- ***Método de teste:***

Este teste verifica o fluxo do controle do gás de purga. No modo Stand-by, o fluxo do gás de purga deve ser estável e constante. A pressão, por sua vez, no modo de operação deve se manter constante.

- ***Procedimento do teste:***
  1. Configurar o equipamento para o modo Stand-by;
  2. Com o auxílio de um fluxímetro, medir o fluxo do gás de purga;
  3. Configurar o equipamento para o modo de Operação;
  4. Com o auxílio de um manômetro, medir a pressão da saída do PT7000;
  5. Preencher o formulário 6 – Verificação de Fluxo e Pressão.

TESTE	RESULTADO	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
FLUXO	**1,01 mL/min**	**1,0 ± 0,05 mL/min**	**APROVADO**
PRESSÃO	**138,0 kPa**	**140 ± 2,8 kPa**	**APROVADO**

Comentários _____

Executor: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

Data: **03/04/2022**

Formulário 6 – Verificação de Fluxo e Pressão.

17.3.PRECISÃO DO SISTEMA DE INJEÇÃO.

- ***Método de teste:***

Este teste visa determinar a precisão do sistema de injeção do módulo AS7100. Este teste é realizado com um padrão BTEX de concentração 20 ppb, no qual o pico do benzeno é utilizado como referência. Deste modo, obtém-se o valor da área do pico de benzeno e calcula-se o desvio padrão relativo da área de 03 injeções consecutivas.

- ***Procedimento do teste:***
  1. Preparar o padrão BTEX na concentração de 20 ppb (µg/L) em água;
  2. Preencher 03 vials com o padrão preparado;
  3. Preparar o equipamento Purge & Trap e o cromatógrafo gasoso associado ao PT7000;
  4. Criar uma sequência contendo 3 injeções em vials diferentes;
  5. Após a leitura, determinar a área do pico de benzeno (primeiro pico a sair após o solvente);
  6. Calcular o desvio padrão relativo das área do pico de benzeno;
  7. Preencher o formulário 7 – Precisão do Sistema de Injeção.

ÁREA DO PICO DE BENZENO	DESVIO PADRÃO RELATIVO (%RSD)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
301597455	1,49	≤ 5,0 %	APROVADO
309123669			
300976888			

Comentários

.

Executor: RODOLFO DE SOUZA COSTA

Data: 03/04/2024

Formulário 7 – Precisão do Sistema de Injeção.

18. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO UV-VIS E ASSINATURAS DE APROVAÇÂO DESTE DOCUMENTO DE QUALIFICAÇÃO

TESTES REALIZADOS	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
18.1 Verificação da Temperatura	APROVADO
18.2 Verificação de Fluxo e Pressão	APROVADO
18.3 Precisão do Sistema de Injeção	APROVADO

Executor: RODOLFO DE SOUZA COSTA

Data: 03/04/2024

Revisor: _____
Assinatura Digital

Cliente:

Empresa: _____

Nome: _____

Departamento: _____

Assinatura: _____ **Data:** _____

Formulário 8 - Resultados da Qualificação do Purge & Trap.