

Certificado 177/25

Documento de Qualificação

Empresa: PRATI DONADUZZI E CIA LTDA

Equipamento: ICP-OES - INDUCTED COUPLED PLASMA

Fabricante: PERKINELMER

Modelo: OPTIMA 8000 **TAG:** EF014

Período de Qualificação: 09/04/2025 A 17/04/2025

qpack@qpack.com.br Indaiatuba - São Paulo
www.qpack.com.br +55 19 2660-1110

CERTIFICADO DE QUALIFICAÇÃO:	**177/25**
PERÍODO DA QUALIFICAÇÃO:	**09/04/2025 A 17/04/2025**

1. INTRODUÇÃO **3**
2. OBJETIVO **3**
3. SIGLAS E DEFINIÇÕES **3**
4. MODELO DE QUALIFICAÇÃO **4**
5. CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO **4**
6. TESTES ADICIONAIS **5**
7. DIREITOS RESERVADOS **5**
8. RESPONSABILIDADES **5**
8.1. CONTRATANTE 5
8.2. QPACK 6
9. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS **6**
10. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO **6**
11. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS **6**
12. MANUTENÇÃO PREVENTIVA **7**
13. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL **7**
13.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO 7
14. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO **7**
15. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO **8**
16. CÁLCULOS **8**
16.1. MÉDIA 8
16.2. DESVIO PADRÃO 9
16.3. COEFICIENTE DE VARIAÇÃO OU % DPR 9
17. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS **10**
18. IDENTIFICAÇÕES **11**
18.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE 11
18.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA 11
18.3. IDENTIFICAÇÃO DO REVISOR 11
18.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO 11
18.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS 12
18.6. IDENTIFICAÇÃO DOS MATERIAIS UTILIZADOS 12
19. DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS **13**
19.1. RESOLUÇÃO ESPECTRAL 13
19.2. LIMITE DE DETECÇÃO AXIAL 13
19.3. LIMITE DE DETECÇÃO RADIAL 14
19.4. PRECISÃO 14
19.5. CONCENTRAÇÃO EQUIVALENTE DE BACKGROUND (BEC) 15
19.6. REPETIBILIDADE DOS MODOS DE VISUALIZAÇÃO (AXIAL/RADIAL) 15
19.7. ESTABILIDADE 16

20. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ICP 17
20.1. RESOLUÇÃO ESPECTRAL 17
20.2. LIMITE DE DETECÇÃO AXIAL 18
20.3. LIMITE DE DETECÇÃO RADIAL 19
20.4. PRECISÃO 20
20.5. CONCENTRAÇÃO EQUIVALENTE DE BACKGROUND (BEC) 21
20.6. REPETIBILIDADE DOS MODOS DE VISUALIZAÇÃO (AXIAL/RADIAL) 22
20.7. ESTABILIDADE 23
21. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO ICP 24
22. ASSINATURAS 25
23. HISTÓRICO DE REVISÕES 26

1. 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.

2. OBJETIVO

O objetivo deste protocolo é orientar sobre a estrutura, conceito e processo de ***QUALIFICAÇÃO*** para um ***EQUIPAMENTO DE ICP (Inductively Coupled Plasm)***, seguindo os procedimentos de qualidade da ***QPack***.

3. SIGLAS E DEFINIÇÕES

ABREVIAÇÃO	DESCRIÇÃO
ASTM	American Society for Testing and Materials
BPF	Boas Práticas de Fabricação
BPL	Boas Práticas de Laboratório
ICP	Inductively Coupled Plasm
N/A	Não Aplicável

4. 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 a 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 fabricado e testado de acordo com as especificações.	Protocolo de aceitação Interna - ***FABRICANTE***
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***

5. CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO

Os parâmetros estabelecidos neste protocolo são com base nas especificações definidas pelo fabricante, que formam a base para a aceitação da ***QUALIFICAÇÃO***.

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.

6. 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.

7. 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***.

8. 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.

8.1. 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***.

8.2. 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 ***ICP*** 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 relatório final de ***QUALIFICAÇÃO***.

9. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS

- ✓ *Padrões Multielementares*;

10. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO

Para completar o procedimento de ***QUALIFICAÇÃO*** mencionados neste protocolo, 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 (se aplicável);
- ✓ Os manuais de operação do instrumento.

11. 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***";
- ✓ Quando o valor ou campo não for aplicável ao modelo do equipamento, ou a função testada for inexistente, o campo deve ser riscado com uma linha diagonal da esquerda superior para a direita inferior. Caso a tabela tenha mais de quatro campos não aplicáveis, utilize a linha diagonal em todos eles. Se houver quatro ou menos campos não aplicáveis, preencha-os com "***N/A***";
- ✓ 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 adendo "***LISTA DE DESVIOS***", 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.);

- ✓ Todos os resultados, espectros, evidências, relatórios e certificados de treinamento e dos padrões devem ser anexados ao final deste protocolo, e entregues a contratante.

12. 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.

13. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL

Seguindo corretamente os procedimentos de ***QUALIFICAÇÃO*** do ***ICP*** 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 ***ICP*** opera adequadamente.

13.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o responsável do ***ICP*** 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 das peças, 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;
  - ➢ peças da parte óptica;
- ✓ É importante ***REQUALIFICAR*** sempre que adicionar um acessório ou realizar alguma modificação/atualização do *hardware* ou *software*.

14. 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.

15. 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/AA***;
- ✓ 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.

16. 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.

16.1. 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*

16.2. 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:

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

Onde:

X *i* = Valor Amostral, leitura i-ésimo de n

X *med* = Valor médio amostral para n valores

n = Número total de leituras amostrais

16.3. 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

17. 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.

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 <6.3.2> QUALIFICAÇÃO DE OPERAÇÃO.

BPL – BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO.

BPF – BOAS PRÁTICAS DE FABRICAÇÃO.

18. IDENTIFICAÇÕES

18.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE	
EMPRESA:	**PRATI DONADUZZI E CIA LTDA**
ENDEREÇO:	**RUA MITSUGORO TANAKA, 145 - CENTRO INDUSTRIAL NILTON ARRUDA – TOLEDO - PR**
CONTATO DO DEPARTAMENTO:	**DANIELE CAROLINA GONÇALVES WALTER**

18.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA	
ESPECIALISTA:	**VANDILSO APARECIDO MINELLI**
FUNÇÃO:	**ESPECIALISTA DE MANUTENÇÃO**
EMPRESA:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA**

18.3. IDENTIFICAÇÃO DO REVISOR	
REVISOR:	**FABÍOLA SPIGARIOL**
FUNÇÃO:	**ASSISTENTE DE QUALIDADE**
EMPRESA:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA**

18.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO	
EQUIPAMENTO:	**ICP-OES - Inducted Coupled Plasma**
MODELO:	**Optima 8000 – PerkinElmer**

NÚMERO DE SERIE:	**078S1412233C**
SOFTWARE:	**Syngistix for ICP**
VERSÃO/ FIRMWARE:	**5.5.0.1274 ES**
TAG:	**EF014**
LOCAL INSTALADO:	**PDAN138 - PDI ANALÍTICO 1**

18.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS

DESCRIÇÃO / MODELO	NÚMERO DE SÉRIE	FABRICANTE
ICP - OES Optima 8000	**078S1412233C**	**PERKINELMER**
S10 AutoSampler	**EF0014**	**PERKINELMER**
N/A	**N/A**	**N/A**

18.6. IDENTIFICAÇÃO DOS MATERIAIS UTILIZADOS

MATERIAL UTILIZADO	TAG OU LOTE	DATA DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO	DATA DA PRÓXIMA CALIBRAÇÃO	Nº DO CERTIFICADO	ANEXO
Multielementar G2008V	**F25D0084D**	**04/2025**	**04/2027**	**157845**	A1
Multielementar G1822V	**F25D0085D**	**04/2025**	**04/2026**	**157846**	A2
N/A	**N/A**	**N/A**	**N/A**	**N/A**	A3

19. DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS

19.1. RESOLUÇÃO ESPECTRAL

DEFINIÇÃO: O teste de resolução espectral no ICP é um procedimento usado para avaliar a capacidade do equipamento de distinguir entre dois comprimentos de onda muito próximos. Essa resolução é essencial para garantir que os sinais de diferentes elementos químicos não se sobreponham, permitindo uma análise precisa e confiável.

IMPORTÂNCIA: Uma resolução inadequada do comprimento de onda pode levar a erros significativos nas medições dos elementos, impactando os resultados. Isso é crucial para aplicações que exigem precisão rigorosa para a análise dos elementos químicos.

PARÂMETROS (nm)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)
As 193,696	≤ 0,009
Ni 231,604	≤ 0,011
Ni 341,476	≤ 0,015
Ba 455,403	≤ 0,020

19.2. LIMITE DE DETECÇÃO AXIAL

DEFINIÇÃO: O teste de limite de detecção axial no ICP é realizado para determinar a menor concentração de um elemento que pode ser detectada de forma confiável acima do ruído, utilizando a configuração axial do espectrômetro. Essa configuração é conhecida por sua maior sensibilidade em comparação à configuração radial, permitindo detectar concentrações muito baixas de elementos em amostras complexas.

IMPORTÂNCIA: O limite de detecção axial é crucial para garantir que o espectrômetro ofereça resultados adequados quanto à sensibilidade, minimizando variações que poderiam comprometer a qualidade dos dados.

PARÂMETROS	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (µg/L)
Tl 190,801	≤ 10
As 193,696	≤ 10
Se 196,026	≤ 05
Pb 220,353	≤ 03

19.3. LIMITE DE DETECÇÃO RADIAL

DEFINIÇÃO: O teste de limite de detecção radial é usado para determinar a menor concentração de um elemento que pode ser detectada de forma confiável na configuração radial do espectrômetro.

IMPORTÂNCIA: Essa configuração mede a emissão de luz do plasma em um ângulo perpendicular, o que pode ser vantajoso para amostras com altas concentrações de elementos, reduzindo interferências e melhorando a precisão em condições específicas.

PARÂMETROS	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (µg/L)
As 193,696	≤ 60,0
Zn 213,856	≤ 02,0
Mn 257,610	≤ 01,0
La 379,478	≤ 03,0
Ba 455,403	≤ 0,30
Ba 493,408	≤ 0,60

19.4. PRECISÃO

DEFINIÇÃO: O teste de precisão avalia a reprodutibilidade das medições realizadas pelo equipamento. Ele é projetado para verificar a consistência dos resultados ao analisar uma mesma amostra repetidamente, sob as mesmas condições. Um espectrômetro com boa precisão apresentará variações mínimas entre as leituras, indicando confiabilidade e estabilidade no desempenho.

IMPORTÂNCIA: Erros na precisão podem resultar em leituras incorretas de concentrações dos elementos.

PARÂMETROS	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (% DPR)
Zn 206,200	≤ 1,0 %
Mg 280,271	≤ 1,0 %
Mg 285,213	≤ 1,0 %
Ba 455,403	≤ 1,0 %

19.5. CONCENTRAÇÃO EQUIVALENTE DE BACKGROUND (BEC)

DEFINIÇÃO: O teste BEC (Background Equivalent Concentration) é um parâmetro importante na espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES). Ele mede a interferência de background no espectro nos diferentes modos de visualização e ajuda a determinar a sensibilidade do instrumento.

IMPORTÂNCIA: Esse conceito é essencial para garantir a precisão das análises, pois permite avaliar a influência do ruído na detecção de elementos.

PARÂMETROS	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (µg/L)
Mn 257,610 XN	≤ 30,0
Mn 257,610 RN	≤ 30,0
Mn 257,610 XA	≤ 50,0
Mn 257,610 RA	≤ 50,0

19.6. REPETIBILIDADE DOS MODOS DE VISUALIZAÇÃO (AXIAL/RADIAL)

DEFINIÇÃO: Este teste avalia a consistência das medições realizadas tanto na visão axial quanto na visão radial do plasma. Esse teste é essencial para garantir que os resultados sejam confiáveis e repetíveis, independentemente da configuração utilizada.

IMPORTÂNCIA: A Esse teste é essencial para garantir que os resultados sejam confiáveis e repetíveis, independentemente da configuração utilizada.

PARÂMETROS	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (wt %)
Mn Axial	Entre 95,0 % a 105,0 %
Mn Axial Att	Entre 95,0 % a 105,0 %
Mn Radial	Entre 95,0 % a 105,0 %
Mn Radial Att	Entre 95,0 % a 105,0 %

19.7. ESTABILIDADE

DEFINIÇÃO: A estabilidade de detecção é a capacidade de o equipamento manter um sinal de detecção consistente sem flutuações significativas durante um período de 60 minutos.

IMPORTÂNCIA: A estabilidade de detecção é crucial para assegurar que medições prolongadas não sejam afetadas por desvios do sinal, que podem introduzir erros sistemáticos nas análises.

PARÂMETROS	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (wt %)
Zn 206,200	Entre 95,0 % a 105,0 %
Mg 280,271	Entre 95,0 % a 105,0 %
Mg 285,213	Entre 95,0 % a 105,0 %
Ba 455,403	Entre 95,0 % a 105,0 %
K 766,490	Entre 95,0 % a 105,0 %

20. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ICP

20.1. RESOLUÇÃO ESPECTRAL

O teste de resolução espectral no ICP é um procedimento usado para avaliar a capacidade do equipamento de distinguir entre dois comprimentos de onda muito próximos. Essa resolução é essencial para garantir que os sinais de diferentes elementos químicos não se sobreponham, permitindo uma análise precisa e confiável.

Preparação para as leituras
Inicializar o equipamento e observar se não ocorre nenhum erro durante a inicialização.
Inicializar o computador e o software de controle e aquisição de dados.
Ajustar os parâmetros do método de análise (fluxos dos gases, fonte de RF, temperatura etc.)
Acender a tocha, o plasma deve ser aceso por meia hora antes de executar o teste.
Preparar o padrão multielementos diluindo-o em 10 vezes.

Procedimento do teste:

1. Inicializar o procedimento de análise no software;
2. Iniciar a leitura aspirando o padrão multielementos;
3. Obter 3 replicatas de leituras;
4. Após finalizar as leituras, anotar na tabela abaixo os resultados encontrados da resolução de cada elemento.

PARÂMETROS	1ª RESOLUÇÃO OBTIDA (nm)	2ª RESOLUÇÃO OBTIDA (nm)	3ª RESOLUÇÃO OBTIDA (nm)	MÉDIA (nm)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)	RESULTADO
As 193,696	**0,00709**	**0,00706**	**0,00708**	**0,007**	**≤ 0,009**	**APROVADO**
Ni 231,604	**0,00897**	**0,00896**	**0,00897**	**0,008**	**≤ 0,011**	**APROVADO**
Ni 341,476	**0,01330**	**0,01333**	**0,01336**	**0,013**	**≤ 0,015**	**APROVADO**
Ba 455,403	**0,01677**	**0,01616**	**0,01614**	**0,016**	**≤ 0,020**	**APROVADO**
Comentários: **N/A**						
Especialista: **VANDILSO AP. MINELLI**						

R 08:47:54.953 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	As 193.696-Res	Rep 1	Res: 0,00709 nm
R 08:48:02.218 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	As 193.696-Res	Rep 2	Res: 0,00706 nm
R 08:48:11.406 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	As 193.696-Res	Rep 3	Res: 0,00708 nm
R 08:48:20.062 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ni 231.604-Res	Rep 1	Res: 0,00897 nm
R 08:48:27.750 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ni 231.604-Res	Rep 2	Res: 0,00896 nm
R 08:48:34.281 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ni 231.604-Res	Rep 3	Res: 0,00897 nm
R 08:48:44.250 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ni 341.476-Res	Rep 1	Res: 0,01330 nm
R 08:48:51.906 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ni 341.476-Res	Rep 2	Res: 0,01333 nm
R 08:48:58.390 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ni 341.476-Res	Rep 3	Res: 0,01336 nm
R 08:49:11.421 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ba 455.403-Res	Rep 1	Res: 0,01677 nm
R 08:49:21.281 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ba 455.403-Res	Rep 2	Res: 0,01616 nm
R 08:49:29.953 04/15/2025 ID: Res (N069 1579/10)	Ba 455.403-Res	Rep 3	Res: 0,01614 nm

20.2. LIMITE DE DETECÇÃO AXIAL

O teste de limite de detecção axial no ICP é realizado para determinar a menor concentração de um elemento que pode ser detectada de forma confiável acima do ruído, utilizando a configuração axial do espectrômetro. Essa configuração é conhecida por sua maior sensibilidade em comparação à configuração radial, permitindo detectar concentrações muito baixas de elementos em amostras complexas.

Preparação para as leituras
Inicializar o equipamento e observar se não ocorre nenhum erro durante a inicialização.
Inicializar o computador e o software de controle e aquisição de dados.
Ajustar os parâmetros do método de análise (fluxos dos gases, fonte de RF, temperatura etc.)
Acender a tocha, o plasma deve ser aceso por meia hora antes de executar o teste.
Preparar o padrão multielementos diluindo-o em 100 vezes.

Procedimento do teste:

1. Inicializar o procedimento de análise no software;
2. Iniciar a leitura aspirando o padrão multielementos;
3. Aspirar por 3 minutos a solução de limpeza (10% HNO_3);
4. Aspirar a solução “branco” (2% HNO_3) e analisar como branco;
5. Após finalizar a leitura do branco, obter as 10 replicatas de leituras do padrão e anotar na tabela abaixo os resultados encontrados de cada elemento.

PARÂMETROS	RESULTADOS DO TESTE	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	RESULTADO
As 193,696	**1,15**	≤10	**APROVADO**
Se 196,026	**1,33**	≤10	**APROVADO**
Tl 190,801	**0,36**	≤10	**APROVADO**
Pb 220,353	**0,37**	≤10	**APROVADO**
Comentários: **N/A**			
Especialista: **VANDILSO AP. MINELLI**			

==========

Method Loaded
Method Name: Resolução Espectral.1 (Approved) **Method Last Saved: 14/04/2025 17:00:21**
IEC File: **MSF File:**
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID: Resolução Espectral
Sequence No.: 1 **Autosampler Location:**
Sample ID: Res (N069 1579/10) **Date Collected: 15/04/2025 08:44:36**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Res (N069 1579/10)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696-Res	13391,4						64,83	0,48%
Ni 231.604-Res	73571,4						689,29	0,94%
Ni 341.476-Res	75896,1						310,69	0,41%
Ba 455.403-Res	2193872,4						37551,98	1,71%

==========

Analysis Begun

Start Time: 15/04/2025 09:27:18 **Plasma On Time: 15/04/2025 08:02:12**
Originator: Vandilso Minelli **Technique: ICP Continuous**
Signed By: Vandilso Minelli
Spectrometer: Optima 8000 **Autosampler: S10**

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\ Carboximaltose Férrica_Transferência.2.sifx
Results Data Set: Resolução Espectral
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

==========

Method Loaded
Method Name: LD Axial_Cal.1 (Approved) **Method Last Saved: 14/04/2025 17:11:55**
IEC File: **MSF File:**
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID:
Sequence No.: 2 **Autosampler Location:**
Sample ID: DL-Standard **Date Collected: 15/04/2025 09:27:19**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: DL-Standard

Analyte	Mean Corrected Intensity	Std.Dev.	RSD	Calib Conc.	Calib Units
As 193.696	8147,0	45,23	0,56%	[1000]	µg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					
Se 196.026	3550,0	26,89	0,76%	[500]	µg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					
Tl 190.801	13019,5	83,54	0,64%	[1000]	µg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					
Pb 220.353	14938,7	95,76	0,64%	[500]	µg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					

Calibration Summary

Analyte	Stds.	Equation	Intercept	Slope	Curvature	Corr. Coef.	Reslope
As 193.696	1	Lin, Calc Int	0,0	8,147	0,00000	1,000000	
Se 196.026	1	Lin, Calc Int	0,0	7,100	0,00000	1,000000	
Tl 190.801	1	Lin, Calc Int	0,0	13,02	0,00000	1,000000	
Pb 220.353	1	Lin, Calc Int	0,0	29,88	0,00000	1,000000	

==========

Analysis Begun

Start Time: 15/04/2025 09:42:41 **Plasma On Time: 15/04/2025 08:02:12**
Originator: Vandilso Minelli **Technique: ICP Continuous**
Signed By: Vandilso Minelli
Spectrometer: Optima 8000 **Autosampler: S10**

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\ Carboximaltose Férrica_Transferência.2.sifx
Results Data Set: Limite de Detecção Axial
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb
Initialize Optics completed successfully

==========

Batch ID:
Sequence No.: 1 **Autosampler Location:**
Sample ID: Calib Blank 1 **Date Collected: 15/04/2025 09:48:14**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Calib Blank 1

Analyte	Mean Corrected Intensity	Std.Dev.	RSD	Conc.	Calib Units
As 193.696	407,9	11,97	2,93%	[0,00]	µg/L
Se 196.026	340,9	14,03	4,11%	[0,00]	µg/L
Tl 190.801	-296,2	27,18	9,18%	[0,00]	µg/L
Pb 220.353	1188,7	18,74	1,58%	[0,00]	µg/L

==========

Batch ID: Resolução Espectral
Sequence No.: 2 **Autosampler Location:**
Sample ID: Blank solution **Date Collected: 15/04/2025 09:55:48**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: 200,X **Sample Prep Vol: 50, mL**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Blank solution

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696	-18,9	-2	µg/L	3,01				129,74%
Se 196.026	-31,1	-4	µg/L	2,21				50,43%
Tl 190.801	-14,2	-1	µg/L	1,20				109,97%
Pb 220.353	-5,7	-0	µg/L	0,93				487,77%

Sample conc. not calculated. Sample Prep. Vol. AND Initial Vol. required OR sample units incorrect.

==========

Method Loaded
Method Name: DLXL_Check.1 (Approved) **Method Last Saved: 14/04/2025 17:14:09**
IEC File: **MSF File:**
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID: Resolução Espectral
Sequence No.: 3 **Autosampler Location:**
Sample ID: IDL-XL (2% HNO3) **Date Collected: 15/04/2025 10:05:56**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: IDL-XL (2% HNO3)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696	-51,0	-6	µg/L	1,15	-6	µg/L	1,15	18,32%
Se 196.026	-54,7	-8	µg/L	1,33	-8	µg/L	1,33	17,26%
Tl 190.801	210,1	20	µg/L	0,36	20	µg/L	0,36	2,24%

Pb 220.353	-6,4	-0,2 µg/L		0,37	-0,2 µg/L	0,37	173,16%

20.3. LIMITE DE DETECÇÃO RADIAL

O teste de limite de detecção radial é usado para determinar a menor concentração de um elemento que pode ser detectada de forma confiável na configuração radial do espectrômetro.

Preparação para as leituras
Inicializar o equipamento e observar se não ocorre nenhum erro durante a inicialização.
Inicializar o computador e o software de controle e aquisição de dados.
Ajustar os parâmetros do método de análise (fluxos dos gases, fonte de RF, temperatura etc.)
Acender a tocha, o plasma deve ser aceso por meia hora antes de executar o teste.

Procedimento do teste:

1. Inicializar o procedimento de análise no software;
2. Iniciar a leitura aspirando o padrão multielementos;
3. Aspirar por 3 minutos a solução de limpeza (10% HNO_3);
4. Aspirar a solução “branco” (2% HNO_3) e analisar como branco;
5. Após finalizar a leitura do branco, obter as 10 replicatas de leituras do padrão e anotar na tabela abaixo os resultados encontrados de cada elemento.

PARÂMETROS	RESULTADOS DO TESTE	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO	RESULTADO
As 193,696	**2,73**	**≤ 60,0**	**APROVADO**
Zn 213,856	**0,14**	**≤ 02,0**	**APROVADO**
Mn 257,610	**0,02**	**≤ 01,0**	**APROVADO**
La 379,478	**0,14**	**≤ 03,0**	**APROVADO**
Ba 455,403	**0,01**	**≤ 0,30**	**APROVADO**
Ba 493,408	**0,02**	**≤ 0,60**	**APROVADO**
Comentários: **N/A**			
Especialista: **VANDILSO AP. MINELLI**			

==========

Method Loaded
Method Name: DLRL_Cal.3 (Approved) **Method Last Saved: 16/04/2025 14:22:16**
IEC File: **MSF File:**
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID:
Sequence No.: 1 **Autosampler Location:**
Sample ID: Calib Std 1 **Date Collected: 16/04/2025 14:32:27**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Calib Std 1

Analyte	Mean Corrected Intensity	Std.Dev.	RSD	Conc.	Calib Units
As 193.696	12502,4	10,92	0,09%	[5,0]	mg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					
Zn 213.857	122853,4	946,03	0,77%	[1,0]	mg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					
Mn 257.610	1692752,9	1316,33	0,08%	[1,0]	mg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					
La 379.478	440357,2	1833,67	0,42%	[1,0]	mg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					
Ba 455.403	1049714,4	1408,06	0,13%	[0,1]	mg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					
Ba 493.408	728517,7	5540,57	0,76%	[0,1]	mg/L
The required calibration blank has not been analyzed.					

Calibration Summary

Analyte	Stds.	Equation	Intercept	Slope	Curvature	Corr. Coef.	Reslope
As 193.696	1	Lin, Calc Int	-0,0	2500	0,00000	1,000000	
Zn 213.857	1	Lin, Calc Int	0,0	122900	0,00000	1,000000	
Mn 257.610	1	Lin, Calc Int	0,0	1693000	0,00000	1,000000	
La 379.478	1	Lin, Calc Int	0,0	440400	0,00000	1,000000	
Ba 455.403	1	Lin, Calc Int	0,0	10500000	0,00000	1,000000	
Ba 493.408	1	Lin, Calc Int	0,0	7285000	0,00000	1,000000	

==========

Analysis Begun

Start Time: 16/04/2025 14:53:33 **Plasma On Time: 16/04/2025 08:59:32**
Originator: Vandilso Minelli **Technique: ICP Continuous**
Signed By: Vandilso Minelli
Spectrometer: Optima 8000 **Autosampler: S10**

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\ Carboximaltose Férrica_Transferência.3.sifx
Results Data Set: Lim. de Dt. Vista Radial
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

==========

Batch ID:
Sequence No.: 1 **Autosampler Location:**
Sample ID: Calib Blank 1 **Date Collected: 16/04/2025 14:53:33**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Calib Blank 1

Analyte	Mean Corrected Intensity	Std.Dev.	RSD	Conc.	Calib Units
As 193.696	440,3	4,19	0,95%	[0,00]	mg/L
Zn 213.857	491,3	17,10	3,48%	[0,00]	mg/L
Mn 257.610	2436,8	9,10	0,37%	[0,00]	mg/L
La 379.478	1357,4	23,74	1,75%	[0,00]	mg/L
Ba 455.403	-637,8	70,30	11,02%	[0,00]	mg/L

Ba 493.408	3136,5	61,63	1,96%	[0,00] mg/L

Batch ID:
Sequence No.: 2 **Autosampler Location:**
Sample ID: Blank Solution **Date Collected: 16/04/2025 15:04:39**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Blank Solution

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696	-127,3	-0,1	mg/L	0,00	-50,9	µg/L	3,30	6,48%
Zn 213.857	-19,8	-0,0	mg/L	0,00	-0,2	µg/L	0,01	8,70%
Mn 257.610	-134,2	-0,0	mg/L	0,00	-0,1	µg/L	0,01	12,64%
La 379.478	10,6	0,0	mg/L	0,00	0,0	µg/L	0,02	88,60%
Ba 455.403	18,7	0,0	mg/L	0,00	0,0	µg/L	0,02	893,28%
Ba 493.408	-134,2	-0,0	mg/L	0,00	-0,0	µg/L	0,02	126,73%

Analysis Begun

Start Time: 16/04/2025 14:53:33 **Plasma On Time: 16/04/2025 08:59:32**
Originator: Vandilso Minelli **Technique: ICP Continuous**
Signed By:
Spectrometer: Optima 8000 **Autosampler: S10**

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\ Carboximaltose Férrica_Transferência.3.sifx
Results Data Set: Lim. de Dt. Vista Radial
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

Method Loaded
Method Name: DLRL_Cal.3 (Approved) **Method Last Saved: 16/04/2025 14:22:16**
IEC File: **MSF File:**
Method Description: Qualificação QPack

Batch ID:
Sequence No.: 1 **Autosampler Location:**
Sample ID: Calib Blank 1 **Date Collected: 16/04/2025 14:53:33**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Calib Blank 1

Analyte	Mean Corrected Intensity	Std.Dev.	RSD	Calib Conc.	Calib Units
As 193.696	440,3	4,19	0,95%	[0,00]	mg/L
Zn 213.857	491,3	17,10	3,48%	[0,00]	mg/L
Mn 257.610	2436,8	9,10	0,37%	[0,00]	mg/L
La 379.478	1357,4	23,74	1,75%	[0,00]	mg/L
Ba 455.403	-637,8	70,30	11,02%	[0,00]	mg/L
Ba 493.408	3136,5	61,63	1,96%	[0,00]	mg/L

Batch ID:
Sequence No.: 2 **Autosampler Location:**
Sample ID: Blank Solution **Date Collected: 16/04/2025 15:04:39**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Blank Solution

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD

As 193.696	-127,3	-0,1 mg/L	0,00	-50,9 µg/L	3,30	6,48%
Zn 213.857	-19,8	-0,0 mg/L	0,00	-0,2 µg/L	0,01	8,70%
Mn 257.610	-134,2	-0,0 mg/L	0,00	-0,1 µg/L	0,01	12,64%
La 379.478	10,6	0,0 mg/L	0,00	0,0 µg/L	0,02	88,60%
Ba 455.403	18,7	0,0 mg/L	0,00	0,0 µg/L	0,02	893,28%
Ba 493.408	-134,2	-0,0 mg/L	0,00	-0,0 µg/L	0,02	126,73%

==========

Analysis Begun

Start Time: 16/04/2025 15:23:39 **Plasma On Time: 16/04/2025 08:59:32**
Originator: Vandilso Minelli **Technique: ICP Continuous**
Signed By: Vandilso Minelli
Spectrometer: Optima 8000 **Autosampler: S10**

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\ Carboximaltose Férrica_Transferência.3.sifx
Results Data Set: Lim. de Dt. Vista Radial
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

==========

Method Loaded
Method Name: DLRL_Check.1 (Approved) **Method Last Saved: 14/04/2025 17:18:14**
IEC File: **MSF File:**
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID:
Sequence No.: 1 **Autosampler Location:**
Sample ID: IDL-Rad (2% HNO3) **Date Collected: 16/04/2025 15:23:40**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: IDL-Rad (2% HNO3)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696	261,1						8,03	3,08%
Zn 213.857	537,9						14,02	2,61%
Mn 257.610	2073,3						28,91	1,39%
La 379.478	2677,2						53,01	1,98%
Ba 455.403	1722,3						128,74	7,47%
Ba 493.408	3355,0						162,09	4,83%

==========

Batch ID:
Sequence No.: 2 **Autosampler Location:**
Sample ID: IDL-Rad (2% HNO3) **Date Collected: 16/04/2025 16:07:42**
Analyst: **Data Type: Original**
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: IDL-Rad (2% HNO3)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696	121,3						6,49	5,35%
Zn 213.857	551,6						20,25	3,67%
Mn 257.610	408,9						21,41	5,24%
La 379.478	2664,5						81,78	3,07%
Ba 455.403	1812,7						130,52	7,20%
Ba 493.408	3231,5						145,58	4,50%

==========

Reprocessing Begun
Originator: Vandilso Minelli **Technique: ICP Continuous**
Signed By: Vandilso Minelli

Results Data Set (original): Lim. de Dt. Vista Radial
Results Library (original): C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb
Results Data Set (reprocessed): Lim. de Dt. Vista Radial

Results Library (reprocessed): C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

==========

Method Loaded
Method Name: DLRL_Cal.3 (Approved) Method Last Saved: 16/04/2025 14:22:16
IEC File: MSF File:
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID:
Sequence No.: 1 Autosampler Location:
Sample ID: Calib Blank 1 Date Collected: 16/04/2025 14:53:33
Analyst: Data Type: Reprocessed on 16/04/2025 16:47:02
Originator (Original): Vandilso Minelli Signed By (Original): Vandilso Minelli
Initial Sample Wt: Initial Sample Vol:
Dilution: Sample Prep Vol:
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Calib Blank 1

Analyte	Mean Corrected Intensity	Std.Dev.	RSD	Conc.	Calib Units
As 193.696	440,3	4,19	0,95%	[0,00]	mg/L
Zn 213.857	491,3	17,10	3,48%	[0,00]	mg/L
Mn 257.610	2436,8	9,10	0,37%	[0,00]	mg/L
La 379.478	1357,4	23,74	1,75%	[0,00]	mg/L
Ba 455.403	-637,8	70,30	11,02%	[0,00]	mg/L
Ba 493.408	3136,5	61,63	1,96%	[0,00]	mg/L

==========

Batch ID:
Sequence No.: 2 Autosampler Location:
Sample ID: Calib Std 1 Date Collected: 16/04/2025 14:32:27
Analyst: Data Type: Reprocessed on 16/04/2025 16:47:02
Originator (Original): Vandilso Minelli Signed By (Original): Vandilso Minelli
Initial Sample Wt: Initial Sample Vol:
Dilution: Sample Prep Vol:
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Calib Std 1

Analyte	Mean Corrected Intensity	Std.Dev.	RSD	Conc.	Calib Units
As 193.696	12062,1	10,92	0,09%	[5,0]	mg/L
Zn 213.857	122362,2	946,03	0,77%	[1,0]	mg/L
Mn 257.610	1690316,1	1316,33	0,08%	[1,0]	mg/L
La 379.478	438999,8	1833,67	0,42%	[1,0]	mg/L
Ba 455.403	1050352,2	1408,06	0,13%	[0,1]	mg/L
Ba 493.408	725381,2	5540,57	0,76%	[0,1]	mg/L

Calibration Summary

Analyte	Stds.	Equation	Intercept	Slope	Curvature	Corr. Coef.	Reslope
As 193.696	1	Lin, Calc Int	-0,0	2412	0,00000	1,000000	
Zn 213.857	1	Lin, Calc Int	0,0	122400	0,00000	1,000000	
Mn 257.610	1	Lin, Calc Int	0,0	1690000	0,00000	1,000000	
La 379.478	1	Lin, Calc Int	0,0	439000	0,00000	1,000000	
Ba 455.403	1	Lin, Calc Int	0,0	10500000	0,00000	1,000000	
Ba 493.408	1	Lin, Calc Int	0,0	7254000	0,00000	1,000000	

==========

Batch ID:
Sequence No.: 3 Autosampler Location:
Sample ID: Blank Solution Date Collected: 16/04/2025 15:04:39
Analyst: Data Type: Reprocessed on 16/04/2025 16:47:02
Originator (Original): Vandilso Minelli Signed By (Original): Vandilso Minelli
Initial Sample Wt: Initial Sample Vol:
Dilution: Sample Prep Vol:
Rinse Time (before sample):

Mean Data: Blank Solution

Mean Corrected	Calib.	Sample

Analyte	Intensity	Conc.	Units	Std.Dev.	Conc.	Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696	-127,3	-0,1	mg/L	0,00	-52,8	µg/L	3,42	6,48%
Zn 213.857	-19,8	-0,0	mg/L	0,00	-0,2	µg/L	0,01	8,70%
Mn 257.610	-134,2	-0,0	mg/L	0,00	-0,1	µg/L	0,01	12,64%
La 379.478	10,6	0,0	mg/L	0,00	0,0	µg/L	0,02	88,60%
Ba 455.403	18,7	0,0	mg/L	0,00	0,0	µg/L	0,02	893,28%
Ba 493.408	-134,2	-0,0	mg/L	0,00	-0,0	µg/L	0,02	126,73%

==========

Batch ID:
Sequence No.: 4
Sample ID: IDL-Rad (2% HNO3)
Analyst:
Originator (Original): Vandilso Minelli
Initial Sample Wt:
Dilution:
Rinse Time (before sample):

Autosampler Location:
Date Collected: 16/04/2025 15:23:40
Data Type: Reprocessed on 16/04/2025 16:47:02
Signed By (Original): Vandilso Minelli
Initial Sample Vol:
Sample Prep Vol:

Mean Data: IDL-Rad (2% HNO3)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696	-256,9	-0,1	mg/L	0,00	-106,5	µg/L	3,50	3,29%
Zn 213.857	7,3	0,0	mg/L	0,00	0,1	µg/L	0,08	125,94%
Mn 257.610	-674,0	-0,0	mg/L	0,00	-0,4	µg/L	0,01	3,43%
La 379.478	50,4	0,0	mg/L	0,00	0,1	µg/L	0,10	91,00%
Ba 455.403	0,8	0,0	mg/L	0,00	0,0	µg/L	0,01	>999.9%
Ba 493.408	218,5	0,0	mg/L	0,00	0,0	µg/L	0,02	74,17%

==========

Batch ID:
Sequence No.: 5
Sample ID: IDL-Rad (2% HNO3)
Analyst:
Originator (Original): Vandilso Minelli
Initial Sample Wt:
Dilution:
Rinse Time (before sample):

Autosampler Location:
Date Collected: 16/04/2025 16:07:42
Data Type: Reprocessed on 16/04/2025 16:47:02
Signed By (Original): Vandilso Minelli
Initial Sample Vol:
Sample Prep Vol:

Mean Data: IDL-Rad (2% HNO3)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Units	Std.Dev.	RSD
As 193.696	-399,3	-0,2	mg/L	0,00	-165,5	µg/L	2,73	1,65%
Zn 213.857	19,8	0,0	mg/L	0,00	0,2	µg/L	0,14	86,07%
Mn 257.610	-2348,6	-0,0	mg/L	0,00	-1,4	µg/L	0,02	1,26%
La 379.478	44,4	0,0	mg/L	0,00	0,1	µg/L	0,14	137,07%
Ba 455.403	288,2	0,0	mg/L	0,00	0,0	µg/L	0,01	54,60%
Ba 493.408	95,1	0,0	mg/L	0,00	0,0	µg/L	0,02	153,14%

20.4. PRECISÃO

O teste de precisão avalia a reprodutibilidade das medições realizadas pelo equipamento. Ele é projetado para verificar a consistência dos resultados ao analisar uma mesma amostra repetidamente, sob as mesmas condições. Um espectrômetro com boa precisão apresentará variações mínimas entre as leituras, indicando confiabilidade e estabilidade no desempenho.

Preparação para as leituras
Inicializar o equipamento e observar se não ocorre nenhum erro durante a inicialização.
Inicializar o computador e o software de controle e aquisição de dados.
Ajustar os parâmetros do método de análise (fluxos dos gases, fonte de RF, temperatura etc.)
Acender a tocha, o plasma deve ser aceso por meia hora antes de executar o teste.
Preparar o padrão multielementos diluindo-o em 10 vezes.

Procedimento do teste:

1. Inicializar o procedimento de análise no software;
2. Iniciar a leitura aspirando o padrão multielementos;
3. Após finalizar as leituras, anotar na tabela abaixo os resultados de comprimento de onda encontrados de cada elemento.

PARÂMETROS	RESULTADOS DO TESTE (% DPR)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (% DPR)	RESULTADO
Zn 206,200	**0,52**	**≤ 1,0**	**APROVADO**
Mg 280,271	**0,27**	**≤ 1,0**	**APROVADO**
Mg 285,213	**0,44**	**≤ 1,0**	**APROVADO**
Ba 455,403	**0,21**	**≤ 1,0**	**APROVADO**
Comentários: **N/A**			
Especialista: **VANDILSO AP. MINELLI**			

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\
Carboximaltose Férrica_Transferência.2.sifx
Results Data Set: Precisao
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

Batch ID: Precisao
Sequence No.: 1 Autosampler Location:
Sample ID: RSD STD (N069 1579/10) Date Collected: 15/04/2025 16:31:42
Analyst: Data Type: Original
Initial Sample Wt: Initial Sample Vol:
Dilution: Sample Prep Vol:
Rinse Time (before sample):

Mean Data: RSD STD (N069 1579/10)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
Zn 206.200	163739,9						852,03	0,52%
Mg 280.271	1883302,0						5110,51	0,27%
Mg 285.213	128209,8						568,69	0,44%
Ba 455.403	6259279,3						13130,29	0,21%

20.5. CONCENTRAÇÃO EQUIVALENTE DE BACKGROUND (BEC)

O teste BEC (Background Equivalent Concentration) é um parâmetro importante na espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES). Ele mede a interferência de background no espectro nos diferentes modos de visualização e ajuda a determinar a sensibilidade do instrumento.

Preparação para as leituras
Inicializar o equipamento e observar se não ocorre nenhum erro durante a inicialização.
Inicializar o computador e o software de controle e aquisição de dados.
Ajustar os parâmetros do método de análise (fluxos dos gases, fonte de RF, temperatura etc.)
Acender a tocha, o plasma deve ser aceso por meia hora antes de executar o teste.
Preparar o padrão multielementos diluindo-o em 10 vezes.

Procedimento do teste:

1. Inicializar o procedimento de análise no software;
2. realizar inicialmente 5 leituras da solução de 2% de HNO3;
3. Iniciar a leitura aspirando o padrão multielementos, e realizar 5 leituras;
4. Após finalizar as leituras, calcular os valores de BEC usando a fórmula BEC=(IB*Conc.)/(IS-IB);
5. Registrar os valores na tabela abaixo.

PARÂMETROS	VALORES (IB)	VALORES (IS)	Resultado (BEC)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (µg/L)	RESULTADO
Mn 257,610 XN	**75809,4**	**5821182,0**	**13,19**	**≤ 30,0**	**APROVADO**
Mn 257,610 RN	**46699,8**	**1765328,7**	**27,17**	**≤ 30,0**	**APROVADO**
Mn 257,610 XA	**197,7**	**136765,2**	**1,45**	**≤ 50,0**	**APROVADO**
Mn 257,610 RA	**21,6**	**68015,4**	**0,32**	**≤ 50,0**	**APROVADO**
Comentários: **CONCENTRAÇÃO DO ELEMENTO Mn = 1000 UG/L**					
Especialista: **VANDILSO AP. MINELLI**					

Signed By: Vandilso Minelli
Spectrometer: Optima 8000 Autosampler: S10

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\
Carboximaltose Férrica_Transferência.2.sifx
Results Data Set: Rep.Vistas Axial e Radial
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

==========

Method Loaded
Method Name: DView_Check.2 (Approved) Method Last Saved: 15/04/2025 17:30:16
IEC File: MSF File:
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID: Rep. Vistas Axial/Radial
Sequence No.: 1 Autosampler Location:
Sample ID: DView (N069 1579/10) Date Collected: 15/04/2025 17:39:42
Analyst: Data Type: Original
Initial Sample Wt: Initial Sample Vol:
Dilution: Sample Prep Vol:
Rinse Time (before sample):

Mean Data: DView (N069 1579/10)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
Mn_axial	5624109,0						39234,27	0,70%
Mn_axial_att	18638,4						86,27	0,46%
Mn_radial	1517760,7						11487,74	0,76%
Mn_radial_att	66450,4						666,02	1,00%

==========

Analysis Begun

Start Time: 15/04/2025 17:57:31 Plasma On Time: 15/04/2025 08:02:12
Originator: Vandilso Minelli Technique: ICP Continuous
Signed By: Vandilso Minelli
Spectrometer: Optima 8000 Autosampler: S10

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\
Carboximaltose Férrica_Transferência.2.sifx
Results Data Set: BEC
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

==========

Method Loaded
Method Name: BEC_Test.2 (Approved) Method Last Saved: 15/04/2025 17:52:22
IEC File: MSF File:
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID: BEC
Sequence No.: 1 Autosampler Location:
Sample ID: IB (2% HNO3) Date Collected: 15/04/2025 17:57:35
Analyst: Data Type: Original
Initial Sample Wt: Initial Sample Vol:
Dilution: Sample Prep Vol:
Rinse Time (before sample):

Replicate Data: IB (2% HNO3)

Repl#	Analyte	Net Intensity	Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Sample Conc.	Sample Units	Analysis Time
1	Mn Radial	46579,0	46579,0					17:58:53
1	Mn Radial A	27,7	27,7					17:59:36
1	Mn Axial At	200,8	200,8					18:00:28
1	Mn Axial	75826,2	75826,2					18:01:16
2	Mn Radial	47008,7	47008,7					17:59:01
2	Mn Radial A	30,8	30,8					17:59:45
2	Mn Axial At	194,0	194,0					18:00:37
2	Mn Axial	75781,8	75781,8					18:01:25
3	Mn Radial	46693,9	46693,9					17:59:09
3	Mn Radial A	20,4	20,4					17:59:54

3	Mn Axial At	202,8	202,8					18:00:46
3	Mn Axial	75986,8	75986,8					18:01:33
4	Mn Radial	46732,1	46732,1					17:59:17
4	Mn Radial A	25,6	25,6					18:00:03
4	Mn Axial At	192,3	192,3					18:00:55
4	Mn Axial	75607,8	75607,8					18:01:41
5	Mn Radial	46485,2	46485,2					17:59:25
5	Mn Radial A	3,7	3,7					18:00:12
5	Mn Axial At	198,5	198,5					18:01:05
5	Mn Axial	75844,7	75844,7					18:01:49

Mean Data: IB (2% HNO3)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Calib. Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Sample Std.Dev.	Sample RSD
Mn Axial	75809,4						136,38	0,18%
Mn Radial	46699,8						198,21	0,42%
Mn Axial Att	197,7						4,45	2,25%
Mn Radial Att	21,6						10,70	49,43%

==========

Batch ID: BEC
Sequence No.: 2
Sample ID: IS (N069 1579/10)
Analyst:
Initial Sample Wt:
Dilution:
Rinse Time (before sample):

Autosampler Location:
Date Collected: 15/04/2025 18:03:43
Data Type: Original
Initial Sample Vol:
Sample Prep Vol:

Replicate Data: IS (N069 1579/10)

Repl#	Analyte	Net Intensity	Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Sample Conc.	Sample Units	Analysis Time
1	Mn Radial	1753974,2	1753974,2					18:05:01
1	Mn Radial A	67726,7	67726,7					18:05:39
1	Mn Axial At	136720,4	136720,4					18:06:24
1	Mn Axial	5774017,2	5774017,2					18:07:02
2	Mn Radial	1768963,7	1768963,7					18:05:08
2	Mn Radial A	68063,2	68063,2					18:05:47
2	Mn Axial At	137286,7	137286,7					18:06:32
2	Mn Axial	5812510,2	5812510,2					18:07:11
3	Mn Radial	1764420,0	1764420,0					18:05:15
3	Mn Radial A	68172,9	68172,9					18:05:55
3	Mn Axial At	137347,3	137347,3					18:06:39
3	Mn Axial	5822968,7	5822968,7					18:07:20
4	Mn Radial	1767441,3	1767441,3					18:05:22
4	Mn Radial A	68273,2	68273,2					18:06:02
4	Mn Axial At	135982,9	135982,9					18:06:46
4	Mn Axial	5861897,4	5861897,4					18:07:28
5	Mn Radial	1771844,5	1771844,5					18:05:30
5	Mn Radial A	67841,2	67841,2					18:06:10
5	Mn Axial At	136488,8	136488,8					18:06:53
5	Mn Axial	5834516,6	5834516,6					18:07:36

Mean Data: IS (N069 1579/10)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Calib. Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Sample Std.Dev.	Sample RSD
Mn Axial	5821182,0						32165,44	0,55%
Mn Radial	1765328,7						6889,86	0,39%
Mn Axial Att	136765,2						570,33	0,42%
Mn Radial Att	68015,4						227,59	0,33%

20.6. REPETIBILIDADE DOS MODOS DE VISUALIZAÇÃO (AXIAL/RADIAL)

Este teste avalia a consistência das medições realizadas tanto na visão axial quanto na visão radial do plasma. Esse teste é essencial para garantir que os resultados sejam confiáveis e repetíveis, independentemente da configuração utilizada.

Preparação para as leituras
Inicializar o equipamento e observar se não ocorre nenhum erro durante a inicialização.
Inicializar o computador e o software de controle e aquisição de dados.
Ajustar os parâmetros do método de análise (fluxos dos gases, fonte de RF, temperatura etc.)
Acender a tocha, o plasma deve ser aceso por meia hora antes de executar o teste.
Preparar o padrão multielementos diluindo-o em 10 vezes.

Procedimento do teste:

1. Inicializar o procedimento de análise no software;
2. Realizar as leituras nos modos radial e axial, aspirando o padrão multielementos;
3. Após concluir as leituras, registrar os valores na tabela abaixo.

PARÂMETROS	RESULTADOS OBTIDOS	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (wt %)	RESULTADO
Mn Axial	**99,4**	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
Mn Axial Att	**100,1**	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
Mn Radial	**101,0**	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
Mn Radial Att	**100,3**	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
Comentários: **N/A**			
Especialista: **VANDILSO AP. MINELLI**			

==========

Analysis Begun

Start Time: 15/04/2025 17:05:32 **Plasma On Time:** 15/04/2025 08:02:12
Originator: Vandilso Minelli **Technique:** ICP Continuous
Signed By: Vandilso Minelli
Spectrometer: Optima 8000 **Autosampler:** S10

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\Carboximaltose Férrica_Transferência.2.sifx
Results Data Set: Rep.Vistas Axial e Radial
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

==========

Method Loaded
Method Name: DView_Cal.1 (Approved) **Method Last Saved:** 14/04/2025 17:28:26
IEC File: **MSF File:**
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID:
Sequence No.: 1 **Autosampler Location:**
Sample ID: DView Cal (N069-1579/10) **Date Collected:** 15/04/2025 17:05:37
Analyst: **Data Type:** Original
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: DView Cal (N069-1579/10)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Std.Dev.	RSD	Calib Conc.	Units
Mn_axial	5629720,9	29349,42	0,52%	[100]	wt%
The required calibration blank has not been analyzed.					
Mn_axial_att	18499,7	125,87	0,68%	[100]	wt%
The required calibration blank has not been analyzed.					
Mn_radial	1522807,0	11526,06	0,76%	[100]	wt%
The required calibration blank has not been analyzed.					
Mn_radial_att	66651,5	547,02	0,82%	[100]	wt%
The required calibration blank has not been analyzed.					

Calibration Summary

Analyte	Stds.	Equation	Intercept	Slope	Curvature	Corr. Coef.	Reslope
Mn_axial	1	Lin Thru 0	0,0	56300	0,00000	1,000000	
Mn_axial_att	1	Lin Thru 0	0,0	185,0	0,00000	1,000000	
Mn_radial	1	Lin Thru 0	0,0	15230	0,00000	1,000000	
Mn_radial_att	1	Lin Thru 0	0,0	666,5	0,00000	1,000000	

==========

Batch ID: Rep. Vistas Axial/Radial
Sequence No.: 2 **Autosampler Location:**
Sample ID: N069 1579 / 10X **Date Collected:** 15/04/2025 17:15:44
Analyst: **Data Type:** Original
Initial Sample Wt: **Initial Sample Vol:**
Dilution: **Sample Prep Vol:**
Rinse Time (before sample):

Mean Data: N069 1579 / 10X

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Units	Std.Dev.	RSD
Mn_axial	5598044,0	99,4	wt%	0,65	99,4	wt%	0,65	0,65%
Mn_axial_att	18515,4	100,1	wt%	0,66	100,1	wt%	0,66	0,66%
Mn_radial	1538439,4	101,0	wt%	0,30	101,0	wt%	0,30	0,29%
Mn_radial_att	66843,5	100,3	wt%	0,77	100,3	wt%	0,77	0,77%

==========

Analysis Begun

Start Time: 15/04/2025 17:39:37 **Plasma On Time:** 15/04/2025 08:02:12
Originator: Vandilso Minelli **Technique:** ICP Continuous

Signed By: Vandilso Minelli
Spectrometer: Optima 8000 Autosampler: S10

Sample Information File: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Sample Information\
Carboximaltose Férrica_Transferência.2.sifx
Results Data Set: Rep.Vistas Axial e Radial
Results Library: C:\Users\Public\PerkinElmer Syngistix\ICP\Data\Results\Results.mdb

==========

Method Loaded
Method Name: DView_Check.2 (Approved) Method Last Saved: 15/04/2025 17:30:16
IEC File: MSF File:
Method Description: Qualificação QPack

==========

Batch ID: Rep. Vistas Axial/Radial
Sequence No.: 1 Autosampler Location:
Sample ID: DView (N069 1579/10) Date Collected: 15/04/2025 17:39:42
Analyst: Data Type: Original
Initial Sample Wt: Initial Sample Vol:
Dilution: Sample Prep Vol:
Rinse Time (before sample):

Mean Data: DView (N069 1579/10)

Analyte	Mean Corrected Intensity	Calib. Conc.	Calib. Units	Std.Dev.	Sample Conc.	Sample Units	Std.Dev.	RSD
Mn_axial	5624109,0						39234,27	0,70%
Mn_axial_att	18638,4						86,27	0,46%
Mn_radial	1517760,7						11487,74	0,76%
Mn_radial_att	66450,4						666,02	1,00%

20.7. ESTABILIDADE

A estabilidade de detecção é a capacidade de o equipamento manter um sinal de detecção consistente sem flutuações significativas durante um período de 60 minutos.

Preparação para as leituras
Inicializar o equipamento e observar se não ocorre nenhum erro durante a inicialização.
Inicializar o computador e o software de controle e aquisição de dados.
Ajustar os parâmetros do método de análise (fluxos dos gases, fonte de RF, temperatura etc.)
Acender a tocha, o plasma deve ser aceso por meia hora antes de executar o teste.
Preparar o padrão multielementos diluindo-o em 10 vezes.

Procedimento do teste:

1. Inicializar o procedimento de análise no software;
2. Iniciar a leitura aspirando o padrão multielementos;
3. Após a leitura, registrar os valores na tabela abaixo.

PARÂMETROS	RESULTADO OBTIDO A CADA 15 MINUTOS					CRITÉRIO DE ACEITA-ÇÃO (wt %)	RESULTADO
	STAB1	STAB2	STAB3	STAB4	Média		
Zn 206,200	**100,0**	**98,3**	**100,0**	**101,0**	100,00	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
Mg 280,271	**99,8**	**98,8**	**99,9**	**99,9**	99,85	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
Mg 285,213	**101,0**	**99,6**	**101,0**	**99,9**	100,45	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
Ba 455,403	**100,0**	**99,5**	**101,0**	**100,0**	100,00	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
Ar 420,069	**100,0**	**98,4**	**98,8**	**98,7**	98,75	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**
K 766,490	**99,1**	**98,8**	**97,3**	**99,5**	98,95	**Entre 95,0 % a 105,0 %**	**APROVADO**

Comentários: **N/A**

Especialista: **VANDILSO AP. MINELLI**

21. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO ICP

Os resultados obtidos foram avaliados através do relatório de qualificação.

TESTES REALIZADOS	RESULTADO
20.1. RESOLUÇÃO ESPECTRAL	**APROVADO**
20.2. LIMITE DE DETECÇÃO AXIAL	**APROVADO**
20.3. LIMITE DE DETECÇÃO RADIAL	**APROVADO**
20.4. PRECISÃO	**APROVADO**
20.5. CONCENTRAÇÃO EQUIVALENTE DE BACKGROUND (BEC)	**APROVADO**
20.6. REPETIBILIDADE DOS MODOS DE VISUALIZAÇÃO (AXIAL/RADIAL)	**APROVADO**
20.7. ESTABILIDADE	**APROVADO**
Especialista: **VANDILSO AP. MINELLI**	

22. 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:	**FABÍOLA SPIGARIOL**	Assinatura:
Empresa Contratada:	**QPACK SOLUÇOES ANALÍTICAS LTDA**	
Departamento:	**DOCUMENTAÇÃO**	
Função:	**ASSISTENTE DE QUALIDADE**	

Empresa Contratante:	**PRATI DONADUZZI E CIA LTDA**	
Aprovado por:		Assinatura:

23. HISTÓRICO DE REVISÕES

DATA DE EFETIVIDADE:	***REVISÃO***	***ITENS***	***REGISTRO DE ALTERAÇÕES***
22/08/2024	00	Todos	Elaboração do documento.
02/04/2025	01	20.5, 20.6, 20.7 e 21	Inclusão e adequação de novos testes.