Nº do Certificado:

230/23

# *Documento de Qualificação*

| | |
|---|---|
| **EMPRESA:** | **CATALENT BRASIL LTDA** |
| **EQUIPAMENTO:** | **Espectrofotômetro FTIR Agilent Cary 630** |
| **IDENTIFICAÇÃO:** | **EPT 003-001** |
| **MARCA:** | **AGILENT** |
| **MODELO:** | **G8043-64002** |
| **Nº DE SÉRIE:** | **MY13500009** |
| **ACESSÓRIO:** | **G8043-68310/G8143-68304** |
| **Nº DE SÉRIE:** | **MY13500002/MY13500003** |
| **LOCAL INSTALADO:** | **LABORATÓRIO** |

Especialista responsável pelo serviço:

**MATEUS CARREIRA LIMA**

| | |
|---|---|
| **Data de Início:** | **22/05/2023** |
| **Data do Término:** | **22/05/2023** |
| **Próximo Data:** | **-- /05/2023** |

**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 do espectrofotômetro FT-IR, 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 de modo a 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 conforme com as condições para a qual foi designado.

Esta documentação exige três tipos de pessoas:

- O Executor - sendo pessoa treinada e qualificada (como definido pelo BPL, BPF e órgãos reguladores) para executar os procedimentos de qualificação desta documentação.
- O Revisor - sendo a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo BPL, BPF e órgãos reguladores) para revisar e aprovar os testes realizados pelo Executor.
- O Cliente - sendo 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 DEFINIÇÕES

| **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 |
| QD | Qualificação de Desempenho |
| F | Formulário |
| FTIR | Fourier Transform Infrared |
| N/A | Não Aplicável |
| P/N | Part Number – Número do artigo |
| QI | Qualificação de Instalação |
| QO | Qualificação de Operação |
| USP | United States Pharmacopeia |
| $Cm^{-1}$ | Número de Onda |
| JP | *Japanese Pharmacopeia* |

# 3. OBJETIVO

O objetivo deste documento é orientar sobre a estrutura, conceito e procedimento do protocolo de qualificação para um espectrofotômetro FT-IR 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 correspondem com as diretrizes BPF e BPL atualmente aplicáveis. É recomendado ao cliente realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

| Requerimentos | Verificação |
|---|---|
| O sistema deve ser instalado conforme 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 espectrofotômetro FT-IR.

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 inicialmente 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, nem uma 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 ocorram 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 FT-IR 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

Kit de padrões.

## 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;
- 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 inferior para a direita superior.

Todos os espectros, 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 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 espectrofotômetro FT-IR 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 espectrofotômetro FT-IR opera adequadamente.

## 11. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o proprietário ou responsável do espectrofotômetro FT-IR 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 lâmpadas, lasers, fonte de infravermelho, 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, lâmpadas e peças da parte óptica.

• É importante requalificar sempre que adicionar um acessório, realizar alguma modificação, atualização, 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**: **CATALENT BRASIL LTDA** | |
| **Endereço**: **AVENIDA JOSÉ VIEIRA** | **N°**: **446** |
| **Bairro: DISTRITO INDUSTRIAL** | **Cidade**: **INDAIATUBA** |
| **Estado**: **SÃO PAULO** | **CEP**: **13347-360** |
| **Responsável: MARCOS VINICIUS CAGLIARI** | |
| **Cargo: ASSISTENTE DE VALIDAÇÃO** | |
| **Departamento**: **VALIDAÇÃO** | |

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:** | **MATEUS CARREIRA LIMA** |
| **Cargo:** | **ENGENHEIRO DE MANUTENÇÃO** |
| **Data**: | **22/05/2023** |
| **Revisor:** | **VINÍCIUS VIERA FIGUEIREDO** |
| **Cargo:** | **AUXILIAR ADMINISTRATIVO** |

*Obs: Antes de assinar digitalmente é necessário imprimir como PDF para que todos os campos editáveis sejam travados.

**Assinatura Digital:** _____

Formulário 2 - Identificação do executor e do revisor.

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

Preencher o formulário 3 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/ID OU NÚMERO DE SÉRIE | DATA DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO | DATA DA PRÓXIMA CALIBRAÇÃO | ANEXO |
|---|---|---|---|---|
| METANOL SUPELCO | I1224707226 | 10/05/2022 | 31/05/2025 | A1 |
| ATR VALIDATION STANDARD | 0410 | 23/03/2021 | 23/03/2026 | A2 |
| **Executor:** MATEUS CARREIRA LIMA<br>**Data:** 22/05/2023 | | | | |

Formulário 3 - Informações de Equipamentos e Materiais Utilizados.

# 16. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO FT/IR

## 16.1. NÍVEL DE ENERGIA

- ***Método de teste:***

O perfil do *background* analisado, com o compartimento de amostras vazio, é comparado com o perfil do *background* coletado na instalação do equipamento usando determinados números de onda para realizar esta comparação.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 4 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Verificar o nível de energia em 3000, 2000, 1600 e 600 $cm^{-1}$;
5. Preencher o formulário 4 - Nível de Energia.

| NÚMERO DE ONDA ($cm^{-1}$) | VALOR OBTIDO (%T) | VALOR DA INSTALAÇÃO (%T) | PROPORÇÃO (%) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|---|
| **3000** | | **1** | **0.00** | **> 60** | **APROVADO** |
| **2000** | | **1** | **0.00** | **> 60** | **APROVADO** |
| **1600** | | **1** | **0.00** | **> 60** | **APROVADO** |
| **600** | | **1** | **0.00** | **> 60** | **APROVADO** |
| **Comentários:** **Aprovado conforme auto diagnóstico do equipamento.** | | | | | |
| **Executor:** **MATEUS CARREIRA LIMA**<br>**Data:** **22/05/2023** | | | | | |

Formulário 4 - Nível de Energia

### 16.2. EXATIDÃO DO NÚMERO DE ONDA

- ***Método de teste:***

O padrão mais comum utilizado para a verificação da exatidão do número de onda é o SRM 1921b, um filme de Poliestireno de aproximadamente 38 µm de espessura com bandas de absorção bem definidas e certificada, fornecida pelo National Institute of Standards and Technology (NIST).

O método consiste na leitura do espectro a 2 $cm^{-1}$ de resolução, e deve ser verificada a posição das seguintes bandas de absorção: 2522.43, 2228.34, 2045.14, 1,114.65 $cm^{-1}$

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de poliestireno no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: 2522.43, 2228.34, 2045.14, 1,114.65 $cm^{-1}$;
7. Preencher o formulário 5 - Exatidão do Número de Onda.

| POSIÇÃO ESPERADA ($cm^{-1}$) | POSIÇÃO OBTIDA ($cm^{-1}$) | DIFERENÇA ($cm^{-1}$) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO ($cm^{-1}$) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|
| **2522.43** | **2521.409** | **1.021** | **± 2.0** | **APROVADO** |
| **2228.34** | **2227.795** | **0.545** | **± 2.0** | **APROVADO** |
| **2045.14** | **2044.045** | **1.095** | **± 2.0** | **APROVADO** |
| **1,114.650** | **1,114.671** | **-0.021** | **± 2.0** | **APROVADO** |
| **Comentários:** **N/A.** | | | | |
| **Executor:** **MATEUS CARREIRA LIMA**<br>**Data:** **22/05/2023** | | | | |

Formulário 5 - Exatidão do Número de Onda

### 16.3. RESOLUÇÃO

- ***Método de teste:***

O padrão de filme de poliestireno usado para verificar a exatidão do número de onda e a repetibilidade do número de onda e fotométrica, possui bandas com picos e vales bem afilados permitindo a verificação da resolução do instrumento.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de poliestireno no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Ampliar a região de 2800-2900 $cm^{-1}$ e verificar a diferença de %T entre o vale de 1085 $cm^{-1}$ e o pico de 1115 $cm^{-1}$;
7. Ampliar a região de 1500-1600 $cm^{-1}$ e verificar a diferença de %T entre o vale de - $cm^{-1}$ e o pico de - $cm^{-1}$;
8. Preencher o formulário 6 – Resolução.

| NÚMERO DE ONDA ($cm^{-1}$) | VALOR ENCONTRADO (%T) | DIFERENÇA ENTRE OS VALORES ENCONTRADOS (%T) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|
| 1085 | 9.625 | 5.7340 | > 04 | APROVADO |
| 1115 | 3.891 | | | |
| - | - | 0.0000 | > -- | APROVADO |
| - | - | | | |
| **Comentários:** N/A. | | | | |
| **Executor:** MATEUS CARREIRA LIMA<br>**Data:** 22/05/2023 | | | | |

Formulário 6 - Resolução

### 16.4. REPETIBILIDADE DO NÚMERO DE ONDA

- ***Método de teste:***

Este teste requer o uso de uma amostra comum, como o filme de poliestireno fornecido junto com o instrumento, deve-se verificar a repetibilidade da posição das bandas selecionadas de duas leituras sucessivas.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de poliestireno no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do *background* e do padrão;
7. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: , 2522.43, 2228.34, 2045.14, 1,114.65 $cm^{-1}$;
8. Preencher o formulário 7 - Repetibilidade do Número de Onda.

| NÚMERO DE ONDA ($cm^{-1}$) | 1ª POSIÇÃO ($cm^{-1}$) | 2ª POSIÇÃO ($cm^{-1}$) | DIFERENÇA ($cm^{-1}$) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO ($cm^{-1}$) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|---|
| **2522.43** | **2520.803** | **2521.317** | **-0.514** | **± 1.0** | **APROVADO** |
| **2228.34** | **2227.850** | **2227.840** | **0.010** | **± 1.0** | **APROVADO** |
| **2045.14** | **2044.061** | **2044.077** | **-0.016** | **± 1.0** | **APROVADO** |
| **1,114.650** | **1114.467** | **1114.330** | **0.137** | **± 1.0** | **APROVADO** |
| **Comentários:** **N/A.** | | | | | |
| **Executor:** **MATEUS CARREIRA LIMA**<br>**Data:** **22/05/2023** | | | | | |

Formulário 7 - Repetibilidade do Número de Onda

### 16.5. REPETIBILIDADE FOTOMÉTRICA

- ***Método de teste:***

Este teste requer o uso de uma amostra comum, como o filme de poliestireno fornecido junto com o instrumento, deve-se verificar a repetibilidade fotométrica das bandas selecionadas de duas leituras sucessivas.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de poliestireno no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do *background* e do padrão;
7. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção:2522.43, 2228.34, 2045.14, 1.114.65 $cm^{-1}$;
8. Preencher o formulário 8 - Repetibilidade Fotométrica.

| NÚMERO DE ONDA ($cm^{-1}$) | 1° VALOR (%T) | 2° VALOR (%T) | DIFERENÇA (%T) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|---|
| **2522.43** | **37.823** | **37.901** | **-0.078** | **± 0.5** | **APROVADO** |
| **2228.34** | **86.674** | **86.692** | **-0.018** | **± 0.5** | **APROVADO** |
| **2045.14** | **64.796** | **64.842** | **-0.046** | **± 0.5** | **APROVADO** |
| **1,114.650** | **3.872** | **3.887** | **-0.015** | **± 0.5** | **APROVADO** |
| **Comentários:** **N/A.** | | | | | |
| **Executor:** **MATEUS CARREIRA LIMA**<br>**Data:** **22/05/2023** | | | | | |

Formulário 8 - Repetibilidade Fotométrica

### 16.6. SENSIBILIDADE

- ***Método de teste:***

A leitura do backgound e a leitura da amostra são coletados com o compartimento de amostras vazios, e acumulando os espectros por 1 minuto a 4 $cm^{-1}$ de resolução, deve ser verificado a região de 2200 $cm^{-1}$ onde nem o CO2 e nem a umidade podem afetar as medidas.

- ***Parâmetros de leitura:***

| | |
|---|---|
| Números de Scans: | 48 |
| Resolução: | 4 $cm^{-1}$ |
| Modo de leitura: | Single Beam para a leitura do *background*<br>T % para a leitura da amostra |
| Ganho: | Auto (se selecionável) |
| Abertura: | Auto (se selecionável) |
| Velocidade: | Auto (se selecionável)<br>Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS |
| Filtro: | Auto (se selecionável) |
| Função: | Cosseno (se selecionável) |

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Iniciar a leitura sem inserir o padrão no compartimento de amostras;
5. Ampliar a região de 2220-2170 $cm^{-1}$ e verificar a diferença de %T entre o maior pico e o menor pico;
6. O valor do sinal-ruído é expresso como: 100/(diferença de pico a pico) : 1;
7. Quando necessario será realizado o "Auto Test" do equipamento para a aprovação do teste.
8. Preencher o formulário 9 – Sensibilidade.

| VALOR DE %T DO PICO MAIS ALTO E MAIS BAIXO ENCONTRADOS | DIFERENÇA DOS VALORES DOS PICOS | DIVIDIR 100 PELA DIFERENÇA ENCONTRADA.<br>VALOR OBTIDO | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO | RESULTADO<br>(Aprovado)<br>(Reprovado) |
|---|---|---|---|---|
| 100.271 | 0.020000 | 5000.00000000 | > 1000 :1 | APROVADO |
| 100.251 | | | | |
| **Comentários:** N/A. | | | | |
| **Executor:** MATEUS CARREIRA LIMA<br>**Data:** 22/05/2023 | | | | |

Formulário 9 – Sensibilidade

# 17. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ATR.

## 17.1. ATR NÍVEL DE ENERGIA

- ***Método de teste:***

O perfil do *background* analisado, com o ATR vazio, é comparado com o perfil do *background* coletado na instalação do equipamento usando determinados números de onda para realizar esta comparação.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 4 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Verificar o nível de energia em 3000, 2000, 1600 e 700 $cm^{-1}$;
5. Preencher o formulário 10 – ATR Nível de Energia.

| NÚMERO DE ONDA ($cm^{-1}$) | VALOR OBTIDO (%T) | VALOR DA INSTALAÇÃO (%T) | PROPORÇÃO (%) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|---|
| **3000** | | **1** | **0.00** | **> 60** | **APROVADO** |
| **2000** | | **1** | **0.00** | **> 60** | **APROVADO** |
| **1600** | | **1** | **0.00** | **> 60** | **APROVADO** |
| **700** | | **1** | **0.00** | **> 60** | **APROVADO** |
| **Comentários:** **Aprovado conforme auto diagnóstico do equipamento.** | | | | | |
| **Executor:** **MATEUS CARREIRA LIMA**<br>**Data:** **22/05/2023** | | | | | |

Formulário 10 – ATR Nível de Energia

### 17.2. ATR EXATIDÃO DO NÚMERO DE ONDA

- ***Método de teste:***

O padrão mais comum utilizado para a verificação da exatidão do número de onda é o padrão 162-5470, que consiste em um material com bandas de absorção bem definidas e certificada.

O método consiste na leitura do espectro a 2 $cm^{-1}$ de resolução, e deve ser verificada a posição das seguintes bandas de absorção: 2962.13, 1257.84, 1007.62, 786.332 $cm^{-1}$

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de ATR no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: 2962.13, 1257.84, 1007.62, 786.332 $cm^{-1}$;
7. Preencher o formulário 11 – ATR Exatidão do Número de Onda.

| POSIÇÃO ESPERADA ($cm^{-1}$) | POSIÇÃO OBTIDA ($cm^{-1}$) | DIFERENÇA ($cm^{-1}$) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO ($cm^{-1}$) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|
| **2962.13** | **2963.214** | **-1.084** | **± 2.0** | **APROVADO** |
| **1257.84** | **1257.988** | **-0.148** | **± 2.0** | **APROVADO** |
| **1007.62** | **1006.687** | **0.933** | **± 2.0** | **APROVADO** |
| **786.332** | **786.511** | **-0.179** | **± 2.0** | **APROVADO** |
| **Comentários:** **N/A.** | | | | |
| **Executor:** **MATEUS CARREIRA LIMA**<br>**Data:** **22/05/2023** | | | | |

Formulário 11 – ATR Exatidão do Número de Onda

### 17.3. ATR RESOLUÇÃO

- ***Método de teste:***

O método de calibração mais comum para verificar a exatidão do número de onda e a repetibilidade do número de onda e fotométrica, possui bandas com picos e vales bem afilados permitindo a verificação da resolução do instrumento.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de ATR no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Ampliar a região de 900 - 800 $cm^{-1}$ e verificar a diferença de %T entre o vale de 870 $cm^{-1}$ e o pico de 850 $cm^{-1}$;
7. Preencher o formulário 12 – ATR Resolução.

| NÚMERO DE ONDA ($cm^{-1}$) | VALOR ENCONTRADO (%T) | DIFERENÇA ENTRE OS VALORES ENCONTRADOS (%T) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|
| 850 | 72.991 | 8.8410 | > 5.0 | APROVADO |
| 870 | 64.150 | | | |
| **Comentários** | N/A | | | |
| **Executor:** | MATEUS CARREIRA LIMA | | | |
| **Data:** | 22/05/2023 | | | |

Formulário 12 – ATR Resolução

### 17.4. ATR REPETIBILIDADE DO NÚMERO DE ONDA

- ***Método de teste:***

O padrão a ser utilizado para a verificação da repetibilidade do número de onda é um padrão com bandas de absorbância certificada. O padrão mais comum é o 162-5470 e deve-se verificar a repetibilidade da posição das bandas selecionadas de duas leituras sucessivas.

- ***Parâmetros de leitura:***

| | |
|---|---|
| Números de Scans: | 16 |
| Resolução: | 2 $cm^{-1}$ |
| Modo de leitura: | Single Beam para a leitura do *background*<br>T % para a leitura da amostra |
| Ganho: | Auto (se selecionável) |
| Abertura: | Auto (se selecionável) |
| Velocidade: | Auto (se selecionável)<br>Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS |
| Filtro: | Auto (se selecionável) |
| Função: | Cosseno (se selecionável) |

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de ATR no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do *background* e do padrão;
7. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: 2962.13, 1257.84, 1007.62, 786.332 $cm^{-1}$;
8. Preencher o formulário 13 – ATR Repetibilidade do Número de Onda.

| NÚMERO DE ONDA ($cm^{-1}$) | 1ª POSIÇÃO ($cm^{-1}$) | 2ª POSIÇÃO ($cm^{-1}$) | DIFERENÇA ($cm^{-1}$) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO ($cm^{-1}$) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|---|
| **2962.13** | **2963.087** | **2963.086** | **0.001** | **± 1.0** | **APROVADO** |
| **1257.84** | **1258.022** | **1258.021** | **0.001** | **± 1.0** | **APROVADO** |
| **1007.62** | **1007.025** | **1006.751** | **0.274** | **± 1.0** | **APROVADO** |
| **786.332** | **786.227** | **786.444** | **-0.217** | **± 1.0** | **APROVADO** |
| **Comentários** | **N/A.** | | | | |
| **Executor:** | **MATEUS CARREIRA LIMA** | | | | |
| **Data:** | **22/05/2023** | | | | |

Formulário 13 – ATR Repetibilidade do Número de Onda

### 17.5. ATR REPETIBILIDADE FOTOMÉTRICA

- ***Método de teste:***

Este teste requer o uso de uma amostra comum, como o padrão ATR fornecido junto com o instrumento, deve-se verificar a repetibilidade fotométrica das bandas selecionadas de duas leituras sucessivas.

- ***Parâmetros de leitura:***

Números de Scans: 16
Resolução: 2 $cm^{-1}$
Modo de leitura: Single Beam para a leitura do *background*
T % para a leitura da amostra
Ganho: Auto (se selecionável)
Abertura: Auto (se selecionável)
Velocidade: Auto (se selecionável)
Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS
Filtro: Auto (se selecionável)
Função: Cosseno (se selecionável)

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Colocar o padrão de ATR no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do background e do padrão;
7. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção: 2962.13, 1257.84, 1007.62, 786.332 $cm^{-1}$;
8. Preencher o formulário 14 – ATR Repetibilidade Fotométrica.

| NÚMERO DE ONDA ($cm^{-1}$) | 1° VALOR (%T) | 2° VALOR (%T) | DIFERENÇA (%T) | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T) | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|---|---|---|---|
| **2962.13** | **79.202** | **79.267** | **-0.065** | **± 0.5** | **APROVADO** |
| **1257.84** | **33.453** | **33.472** | **-0.019** | **± 0.5** | **APROVADO** |
| **1007.62** | **6.044** | **5.990** | **0.054** | **± 0.5** | **APROVADO** |
| **786.332** | **4.339** | **4.313** | **0.026** | **± 0.5** | **APROVADO** |
| **Comentários:** **N/A.** | | | | | |
| **Executor:** **MATEUS CARREIRA LIMA**<br>**Data:** **22/05/2023** | | | | | |

Formulário 14 – ATR Repetibilidade Fotométrica

### 17.6. ATR SENSIBILIDADE

- ***Método de teste:***

O teste pode ser realizado através de um auto teste de sinal-ruído feito através do software de operação ou da leitura do backgound seguido da leitura da amostra com o compartimento de amostras vazios em ambos. O teste por leitura de amostra será realizado acumulando 48 espectros a 4 cm-1 em uma região onde nem o CO2 e nem a umidade podem afetar as medidas com energia máxima conforme a composição do cristal do ATR.

- ***Parâmetros de leitura:***

| | |
|---|---|
| Números de Scans: | 48 |
| Resolução: | 4 $cm^{-1}$ |
| Modo de leitura: | Single Beam para a leitura do background<br>T % para a leitura da amostra |
| Ganho: | Auto (se selecionável) |
| Abertura: | Auto (se selecionável) |
| Velocidade: | Auto (se selecionável)<br>Tipicamente 2 mm/sec para detectores DTGS |
| Filtro: | Auto (se selecionável) |
| Função: | Cosseno (se selecionável) |

- ***Procedimento do teste por leitura de amostra:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a leitura do espectro do *background*;
4. Iniciar a leitura sem inserir o padrão no compartimento de amostras;
5. Ampliar a região de 2220-2170 cm-1 para o cristal de ZnSe ou 2800-2750 cm-1 para o cristal de diamante, verificar a diferença de %T entre o maior pico e o menor pico;
6. O valor do sinal-ruído é expresso como: 100/(diferença de pico a pico) : 1;
7. Preencher o formulário 15 – ATR Sensibilidade.

| Cristal Utilizado: | ☒ ZnSe | | ☐ Diamante | |
|---|---|---|---|---|
| **VALOR DE %T DO PICO MAIS ALTO E MAIS BAIXO ENCONTRADOS** | **DIFERENÇA DOS VALORES DOS PICOS** | **DIVIDIR 100 PELA DIFERENÇA ENCONTRADA. VALOR OBTIDO** | **CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO** | **RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)** |
| **99.885** | **0.05000** | **2,000.00** | **> 1000 :1** | **APROVADO** |
| **99.835** | | | | |
| Metodo Utilizado: | ☒ Por leitura de amostra | | ☐ Por Auto Teste | |
| **Comentários:** | **N/A.** | | | |
| **Executor:** | **MATEUS CARREIRA LIMA** | | | |
| **Data:** | **22/05/2023** | | | |

Formulário 15 – ATR Sensibilidade

## 18. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO FT/IR E ASSINATURAS DE APROVAÇÃO DESTE DOCUMENTO DE QUALIFICAÇÃO

| TESTES REALIZADOS | RESULTADO (Aprovado) (Reprovado) |
|---|---|
| Item 16.1 Nível de Energia | APROVADO |
| Item 16.2 Exatidão do Número de Onda | APROVADO |
| Item 16.3 Resolução | APROVADO |
| Item 16.4 Repetibilidade do Número de Onda | APROVADO |
| Item 16.5 Repetibilidade Fotométrica | APROVADO |
| Item 16.6 Sensibilidade | APROVADO |
| Item 17.1 ATR Nível de Energia | APROVADO |
| Item 17.2 ATR Exatidão do Número de Onda | APROVADO |
| Item 17.3 ATR Resolução | APROVADO |
| Item 17.4 ATR Repetibilidade do Número de Onda | APROVADO |
| Item 17.5 ATR Repetibilidade Fotométrica | APROVADO |
| Item 17.6 ATR Sensibilidade | APROVADO |

**Executor:** MATEUS CARREIRA LIMA

**Data:** 22/05/2023

**Revisor:** _____
Assinatura Digital

**Cliente:**

**Empresa:** _____

**Nome:** _____

**Departamento:** _____

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

Formulário 16 - Resultados da Qualificação do FT/IR