Nº do Certificado:

262/24

Documento de Qualificação

EMPRESA: PRATI DONADUZZI E CIA LTDA

EQUIPAMENTO: ESPECTROFLUORÍMETRO

IDENTIFICAÇÃO: EFL001

MARCA: SHIMADZU

MODELO: RF-6000

Nº DE SÉRIE: A40245400466

Especialista responsável pelo serviço:

Michael Fernando Careli da Silva

Data de Início: 11/06/2024
Data do Término: 11/06/2024
Próximo Data: --/06/2024

QPack Soluções Analíticas Ltda.
Rua Ema Gazzi Magnusson, 138 – Comercial Vitoria Martini – Indaiatuba – SP
CEP: 13347-630 - www.qpack.com.br - Fone: 55 (19) 2660-1110
E-mail: qpack@qpack.com.br

1. INTRODUÇÃO

Este procedimento operacional de qualificação do espectrofotômetro de fluorescência foi desenvolvido para o uso de pessoas treinadas para executar e revisar o conteúdo descrito nesta documentação, que verificará se o equipamento opera segundo suas especificações.
Dentro da indústria farmacêutica, alimentícia, laboratórios de prestação de serviços, entre outros, muitos equipamentos de laboratório, instrumentos, e sistemas analíticos computadorizados são utilizados. Estes sistemas são usados para a aquisição de dados e assegurar que os produtos estão adequados para os seus propósitos. Com o crescimento, a sofisticação e a automatização de instrumentos analíticos, há uma crescente demanda para qualificar esses sistemas a fim de assegurar a confiabilidade dos seus dados.
Quando todos os procedimentos são executados e todos os itens são aprovados na inspeção, isto garante que o sistema vai operar de acordo com as condições para a qual foi designado.

Esta documentação exige três tipos de pessoas:

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

2. SIGLAS E DEFINIÇÕES

Abreviação	Descrição
ASTM	*American Society for Testing and Materials*
BPF	Boas Práticas de Fabricação
BPL	Boas Práticas de Laboratório
EF	Espectrofluorímetro
EP	*European Pharmacopeia*
F	Formulário
FLU	Unidade de Fluorimetria
JP	*Japanese Pharmacopeia*
MP	Manutenção Preventiva
N/A	Não Aplicável
P/N	Part Number – Número do artigo
PGS	Procedimento Geral de Serviços
PIS	Procedimento Inicial de Serviços
QD	Qualificação de Desempenho
QD	Qualificação de Design
QI	Qualificação de Instalação
QO	Qualificação de Operação
USP	United States Pharmacopeia
UV	Ultravioleta
Vis.	Visível
λ	Comprimento de Onda

3. OBJETIVO

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

3.1. Modelo de Qualificação

A documentação de qualificação da QPack baseia-se no modelo indicado na tabela abaixo. Os princípios básicos de recomendações para qualificação estão de acordo com as diretrizes BPF e BPL atualmente aplicáveis. É recomendado ao cliente realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

Requerimentos	Verificação
Durante o desenvolvimento do instrumento, todos os requerimentos devem ser atendidos.	QD (Qualificação de Design) – Fabricante
O sistema deve ser fabricado e testado de acordo com a especificação.	Protocolos de Aceitação Interna – Fabricante
O sistema deve ser instalado de acordo com as especificações do fabricante.	Qualificação de Instalação – Prestador de Serviços
Versão de firmware, ajustes e configurações são documentadas.	Logbook de Registro de Atividades – Cliente / Prestador de Serviços
O sistema cumpre os critérios de aceitação especificados.	QO (Qualificação Operacional) – Prestador de Serviços
O usuário deverá ser treinado.	Documentação de Treinamento - Prestador de Serviços
Documentos escritos para o bom funcionamento devem estar presentes.	Instruções de Operação – Cliente
Execução de uma leitura de amostra do cliente de um método validado, para avaliação dos parâmetros de System Suitability.	QD (Qualificação de Desempenho) – Cliente.

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 pelo fabricante do espectrofluorímetro.
Caso haja necessidade de mudança na documentação para qualquer teste ou limite diferente dos propostos neste protocolo, a alteração deverá ser solicitada ao técnico antes do início do serviço. A QPack reserva-se o direito de garantir a conformidade apenas com a variância originalmente proposta nos testes. As personalizações de limites dos testes podem sujeitar o sistema a limites que excedem o intervalo operacional típico. Estas alterações serão aplicadas ao protocolo, porém, com uma notificação que irá refletir esta situação.
Obs.: A QPack não será responsável por falhas de teste para limites com faixa mais estreita (mais exigentes ou desafiadores) do que os valores recomendados.

3.3. Testes Adicionais

Testes adicionais que não são considerados parte da programação necessária para a conclusão do serviço contratado, deverão ser avaliados, e se for compatível com os padrões e documentos, serão cobrados os custos adicionais ao serviço incialmente contratado.

4. DIREITOS RESERVADOS

Este documento foi desenvolvido pela equipe de documentação da QPack Soluções Analíticas, e todo o seu conteúdo é de direito reservado, não podendo, portanto, ser usado ou reproduzido sem acordo e autorização prévia dos proprietários dos direitos.
As informações e procedimentos contidos neste documento estão sujeitas a mudanças sem notificação prévia, estando relacionadas especialmente com as definições dos órgãos competentes, não cabendo assim, nenhum tipo de responsabilidade para a QPack Soluções Analíticas.

5. RESPONSABILIDADES

A qualificação deste equipamento será realizada levando-se em consideração as condições externas (fatores como posição do instrumento, temperatura ambiente, umidade relativa, rede elétrica, nível de bancada, entre outros), as quais podem afetar o desempenho do equipamento. Assim sendo, não nos responsabilizamos por eventuais mudanças que venham a ocorrer nestas condições de instalação após a execução do serviço.

5.1. Cliente

- Aprovar os parâmetros e limites estipulados neste protocolo de qualificação antes da execução da qualificação do instrumento;
- O cliente se responsabiliza em prover boas condições para a realização do serviço, tais como temperatura controlada, rede elétrica estabilizada, espaço físico suficiente para realizar o serviço, vidrarias, solventes diversos, reagentes, assim como local apropriado para o descarte dos mesmos;
- Conferir a etiqueta de qualificação do equipamento que será entregue no dia do encerramento do serviço de qualificação;
- Conferir e assinar a ordem de serviço do trabalho realizado;
- O cliente se responsabiliza por conferir e aprovar toda a documentação entregue, aceitando assim, a qualificação do equipamento fornecido pela QPack.

5.2. QPack

- Enviar um técnico treinado e qualificado para executar todos os procedimentos de qualificação;
- Prover a cada técnico, um kit de qualificação adequado para execução do serviço, compatível com qualquer configuração do espectrofluorímetro 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. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO

- Para completar o procedimento de qualificação da instalação e operacional mencionados nesta documentação, é necessário certificar-se de ter os itens abaixo disponíveis para consulta:
  - ✓ A especificação completa do instrumento a ser qualificado;
  - ✓ Configuração do software de controle e aquisição de dados;
  - ✓ Os manuais de operação do instrumento.
- No caso de uma reprovação do teste, os resultados fora de especificação deverão ser impressos e anexados nesta documentação, além da entrada de uma justificativa do técnico indicando as causas da reprovação no formulário Relatório de Serviço, e se existe a necessidade de uma ação corretiva. Estas informações serão associadas, e disponibilizadas ao cliente para rastreabilidade do processo.

7. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS

O Executor e o Revisor devem usar as seguintes diretrizes para o preenchimento dos formulários desta documentação:

- Todos os itens dos formulários devem ser preenchidos (exceto o campo *comentários* que é opcional, e deve se traçar uma linha diagonal da esquerda inferior para a direita superior caso este campo não seja utilizado).
- Todas as datas deverão ser preenchidas no formato DD/MM/AAAA.
- Qualquer desvio a partir de um procedimento definido no protocolo e/ou resultados obtidos onde medidas corretivas forem necessárias, estas devem ser documentados no formulário “Lista de Desvios”, contida neste documento. O responsável pelo instrumento tem que dar aprovação documentada com seu aceite para qualquer adequação ou divergência no protocolo antes das assinaturas de aprovações finais. O teste em questão deverá ser novamente executado e anexado ao protocolo numerando a página conforme a página do teste que falhou, seguido de letras em ordem alfabética (ex.: Página 12A, Página 12B, etc.).
- Se não houver espaço suficiente em uma seção de comentários, um formulário de comentários adicionais deve ser escrito em uma página adendo, e identificados de acordo com as instruções mencionadas anteriormente.
- Quando o valor ou campo não for aplicável ao modelo do equipamento, ou a função testada for inexistente, o mesmo deverá ser riscado com uma reta na diagonal total do campo da esquerda 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.

8. MANUTENÇÃO PREVENTIVA

Tem como objetivo assegurar que o equipamento esteja em boas condições e que possa ser operado com segurança dentro da rotina do laboratório. Este procedimento torna-se de vital importância no processo de qualificação operacional, pois o sistema será verificado em seus pontos críticos, sofrendo ajustes quando necessário, e/ou substituição de peças de desgaste natural.

9. QUALIFICAÇÃO DA INSTALAÇÃO

Seguindo corretamente os procedimentos de qualificação da instalação do espectrofluorímetro do descrito nesta documentação, os resultados assegurarão propriamente que a instalação deste equipamento está correta e de acordo com as especificações de instalação.

10. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL

Seguindo corretamente os procedimentos de qualificação do espectrofluorímetro 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 espectrofluorímetro opera adequadamente.

11. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o proprietário ou responsável do espectrofluorímetro 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, 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 ou realizar alguma modificação/atualização do hardware ou software.

12. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO

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

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

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

13. 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.

13.1. 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*

13.2. Desvio Padrão

O desvio padrão é uma medida de dispersão e o seu valor reflete a variabilidade das observações em relação à média.

A dispersão das observações que constituem uma amostra pode ser caracterizada pelos desvios de cada observação em relação à média, podendo tomar valores positivos ou negativos, e o somatório dos desvios de cada observação em relação à média amostral é zero. Contudo, os desvios ao quadrado, tomam sempre um valor positivo, e a respectiva média é a variância da amostra. Se existir uma grande dispersão das observações, a variância é grande. Se os valores de cada uma das observações forem próximos da média, a variância é pequena. O cálculo de desvio padrão será determinado pela expressão:

$$DP = \sqrt{\frac{(X_1 - X_{med})^2 + (X_1 - X_{med})^2 + \ldots + (X_1 - X_{med})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i - X_{med})^2}{n-1}}$$

Onde:

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

X *med* = Valor médio amostral para n valores.

n = Número total de leituras amostrais.

13.3. 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

13.4. % Desvio

A razão da % de desvio é calculada como a diferença absoluta entre a resposta normalizada e a resposta nominal pela resposta nominal máxima determinada em porcentagem, conforme expressão abaixo:

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

Onde:

Xnorm i = Valor da leitura normalizado no ponto indicado

Xnom i = Valor da leitura nominal no ponto indicado

Xnom max = Valor da leitura no ponto máximo

13.5. Desvio

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

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

Onde:

Xleit = Valor da leitura para X

Xprogr = Valor programado para X

13.6. Espectro Raman da água

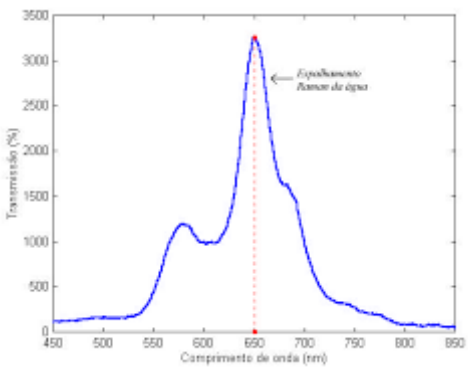


Figura 1

Em que pese a ocorrência de importantes bandas de fluorescência ao longo do espectro, o pico mais intenso deste espectro (excitado em 532nm) é decorrente da emissão Raman da água. O pico da emissão Raman está em 651nm (excitação em 532nm).

14. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS

- Norma ABNT NBR ISO 9001:2008 – Sistemas de gestão da qualidade - Requisitos.
- Norma ABNT NBR ISO 17025:2005 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- ASTM – American Society for Testing and Material, Vol. 03.06 (October 2011).
- USP – The United States Pharmacopeia, Edition 39 (2016). Capítulo <1058> Analytical Instrument Qualification.
- EP – European Pharmacopeia, Edition 8.0. European Directorate for the Quality or Medicines & HealthCare – OMCL Network of the Council of Europe.
- VAM – Valid Analytical Measurement.
- CVG – Calibration and Validation Group.
- Anvisa – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Manual de Boas Práticas em Biodisponibilidade / Bioequivalência. Volume II – Módulo 3: Instrumentação Analítica capítulo 6.3.2 – Qualificação de Operação.
- (GMP) Good Manufacturing Practice.
- (GLP) Good Laboratory Practice.

15. IDENTIFICAÇÃO DO SOLICITANTE

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

Nome da Empresa: **PRATI DONADUZZI E CIA LTDA**
Endereço: **RUA MITSUGORO TANAKA** **N°**: **145**
Bairro: CENTRO INDUSTRIAL NILTON ARRUDA **Cidade**: **TOLEDO**
Estado: **PARANÁ** **CEP**: **85903-630**
Responsável: DIANDRA SORBARA TESSARO
Cargo: PLANEJAMENTO E PMO
Departamento: **GESTOR(A) DE PROJETOS**

Formulário 1 - Identificação do Solicitante.

16. 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:	**MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA**
Cargo:	**ENGENHEIRO DE MANUTENÇÃO**
Empresa:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS**
Departamento:	**SUPORTE TÉCNICO**
Data:	**11/06/2024**
Revisor:	**FABÍOLA SPIGARIOL**
Cargo:	**DOCUMENTAÇÃO**
Empresa:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS**
Departamento:	
Data:	

Formulário 2 - Identificação do Executor e do Revisor.

17. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECTROFOTÔMETRO DE FLUORESCÊNCIA A SER QUALIFICADO

Preencher o formulário 3 identificando o instrumento a ser qualificado.

Nome ou TAG:	**EFL001**
Modelo:	**RF-6000**
Número de Série:	**A40245400466**
Fabricante:	**SHIMADZU**
Acessório:	**N/A**
Número de Série:	**N/A**
Local Instalado:	**CONTROLE DE QUALIDADE: SALA WHCQ-204**

Formulário 3 - Identificação do Espectrofotômetro de Fluorescência.

18. INFORMAÇÕES DE EQUIPAMENTOS E MATERIAIS UTILIZADOS NOS PROCEDIMENTOS DE QUALIFICAÇÃO

Preencher o formulário 4 para registrar as informações de calibração dos equipamentos e materiais utilizados nos procedimentos de qualificação.

Insira os certificados de calibração no final desta pasta identificados como anexos A1, A2 etc.

EQUIPAMENTO OU MATERIAL UTILIZADO	TAG OU ID OU NÚMERO DE SÉRIE	DATA DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO	DATA DA PRÓXIMA CALIBRAÇÃO	*ANEXO*
PADRÃO DE SULFATO DE QUININA	PD04.EDFL.01	26/01/2024	26/01/2025	A1
Executor: MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA **Data:** 11/06/2024				

Formulário 4 - Informações de Equipamentos e Materiais Utilizados.

19. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ESPECTROFOTÔMETRO DE FLUORESCÊNCIA

19.1.EXATIDÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA

- ***Método de teste:***

O método de calibração mais utilizado para se verificar a exatidão do comprimento de onda do espectrofotômetro de fluorescência, é realizando a varredura da excitação e emissão em uma amostra de sulfato de quinina que apresenta, em seu espectro, picos bem definidos ao longo da região UV/Vis onde se pode observar com exatidão a real posição do comprimento de onda desejado.

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo: Varredura do comprimento de onda
Modo Fotométrico: Excitação e Emissão
Faixa de Leitura: 200 – 300 nm, 300 – 400 nm e 350 – 450 nm
Velocidade de Scan: 100 nm/min
Largura de Banda: 5 nm
Pontos de Coleta: 0.5 nm
Resposta: Rápida

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Verificar se o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Colocar o padrão de Sulfato de Quinina no compartimento de amostra;
4. Iniciar a varredura;
5. Após a leitura, determinar as posições dos picos encontrados;
6. Preencher o formulário 5 - Exatidão do Comprimento de Onda.

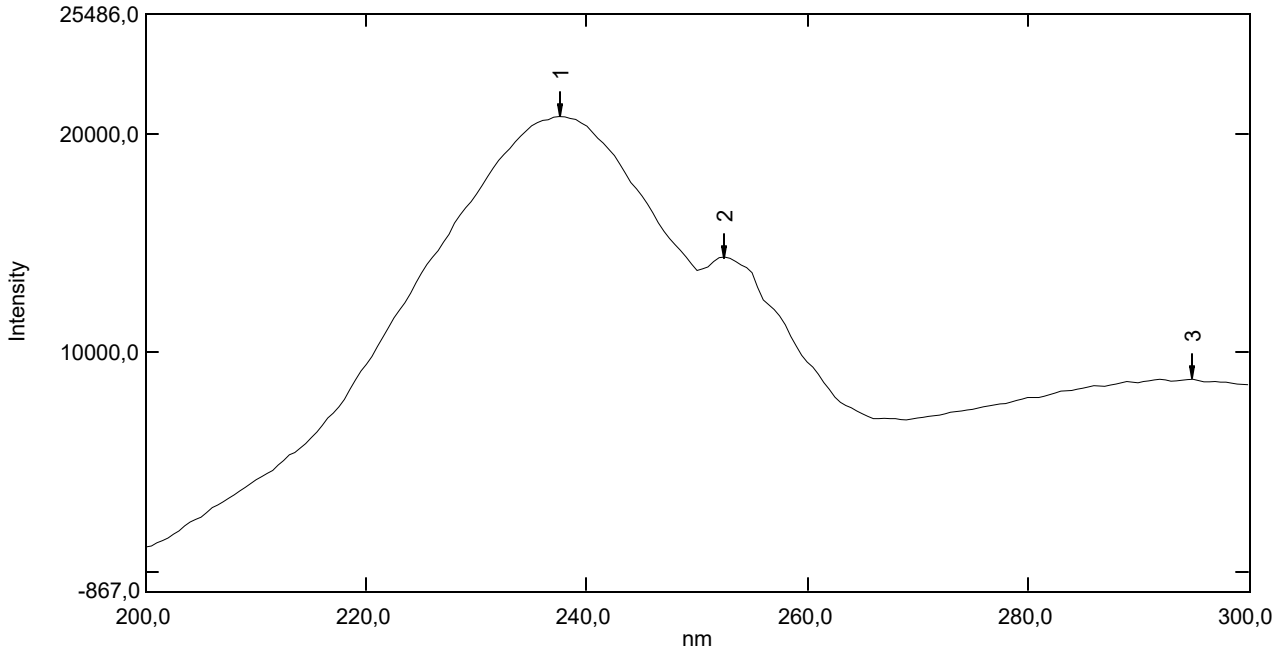
POSIÇÃO ESPERADA (nm)	POSIÇÃO OBTIDA (nm)	DIFERENÇA (nm)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
Excitação				
250,0	**252,5**	**2,5**	**± 5**	**APROVADO**
335,0	**332,0**	**3,0**	**± 5**	**APROVADO**
Emissão				
390,0	**390,5**	**0,5**	**± 5**	**APROVADO**
Comentários **N/A**				
Executor: **MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA** **Data:** **11/06/2024**				

Formulário 5 - Exatidão do Comprimento de Onda.

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 14:59:24

File Name: Default Project - 1-14-2 - Exatidão Do Comprimento De Onda_001.fs2f - CorrectionData



Date/Time:	11/06/2024 14:57:50	[Measurement]	
Analyst:	System Administrator	Spectrum Type:	Excitation
Measurement Parameters:	Default Project - Exatidão Do Comprimento De Onda.fm2f	EX Wavelength Start:	200,0 nm
		EX Wavelength End:	300,0 nm
Sample Name:	Exatidão Do Comprimento De Onda	EM Wavelength:	450,0 nm
SampleID:	SampleID011	Data Interval:	0,5 nm
Option:	Option	Scan Speed:	60 nm/min
Comment:			
		[Instrument]	
		EX Bandwidth:	5,0 nm
		EM Bandwidth:	5,0 nm
		Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

Threshold: 10,000

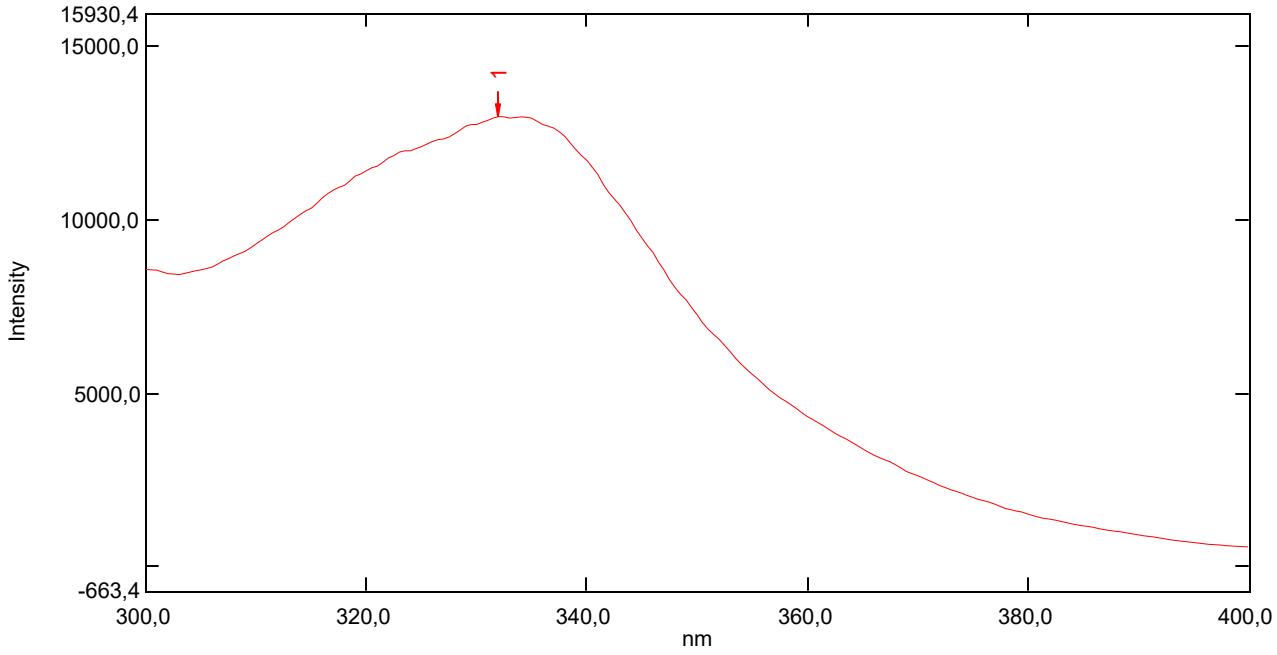
Number of Points: 5

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	237,5	20796,9	
2	↑	252,5	14367,0	
3	↑	295,0	8787,7	

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 15:06:23

File Name: Default Project - 1-15-2 - Exatidão Do Comprimento De Onda_002.fs2f - CorrectionData



Date/Time:	11/06/2024 15:05:16
Analyst:	System Administrator
Measurement Parameters:	Default Project - Exatidão Do Comprimento De Onda.fm2f
Sample Name:	Exatidão Do Comprimento De Onda
SampleID:	SampleID012
Option:	Option
Comment:	

[Measurement]

Spectrum Type:	Excitation
EX Wavelength Start:	300,0 nm
EX Wavelength End:	400,0 nm
EM Wavelength:	450,0 nm
Data Interval:	0,5 nm
Scan Speed:	60 nm/min

[Instrument]

EX Bandwidth:	5,0 nm
EM Bandwidth:	5,0 nm
Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

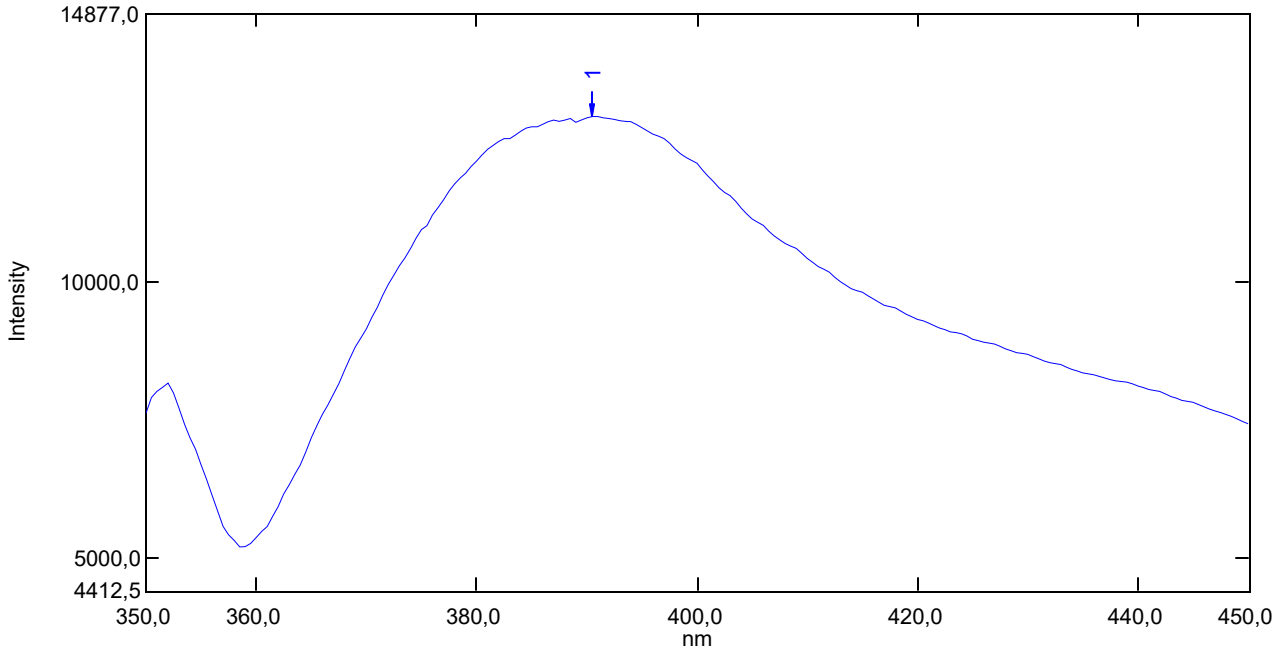
Threshold: 10,000
Number of Points: 5

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	332,0	12977,8	

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 15:10:25

File Name: Default Project - 1-16-2 - Exatidão Do Comprimento De Onda_003.fs2f - CorrectionData



Date/Time:	11/06/2024 15:09:48	[Measurement]	
Analyst:	System Administrator	Spectrum Type:	Emission
Measurement Parameters:	Default Project - Exatidão Do Comprimento De Onda.fm2f	EX Wavelength:	350,0 nm
		EM Wavelength Start:	350,0 nm
Sample Name:	Exatidão Do Comprimento De Onda	EM Wavelength End:	450,0 nm
SampleID:	SampleID013	Data Interval:	0,5 nm
Option:	Option	Scan Speed:	60 nm/min
Comment:			
		[Instrument]	
		EX Bandwidth:	5,0 nm
		EM Bandwidth:	5,0 nm
		Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

Threshold: 10,000

Number of Points: 5

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	390,5	13015,0	

19.2.REPETIBILIDADE DO COMPRIMENTO DE ONDA

- ***Método de teste:***

Este método certifica que o posicionamento do monocromador é exatamente o mesmo para aquele determinado comprimento de onda.
Para a obtenção de resultados quantitativos, a repetibilidade do comprimento de onda é mais importante que a precisão do comprimento de onda. Pois quando a repetibilidade do comprimento de onda é pobre, o desvio entre leituras é grande e a variação dos valores fotométricos medidos geralmente também será grande, afetando grandemente a determinação quantitativa.

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo: Varredura do comprimento de onda
Modo Fotométrico: Excitação e Emissão
Faixa de Leitura: 200 – 300 nm (Excitação) e 350 – 450 nm (Emissão)
Velocidade de Scan: 100 nm/min
Largura de Banda: 5 nm
Pontos de Coleta: 0.5 nm
Resposta: Rápida

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Verificar se o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Colocar o padrão de Sulfato de Quinina no compartimento de amostra;
4. Iniciar a varredura;
5. Repetir o item 3 por mais duas vezes;
6. Após as leituras, determinar a posições dos picos encontrados para a Banda de Excitação e para a Banda de Emissão;
7. Preencher o formulário 6 - Repetibilidade do Comprimento de Onda.

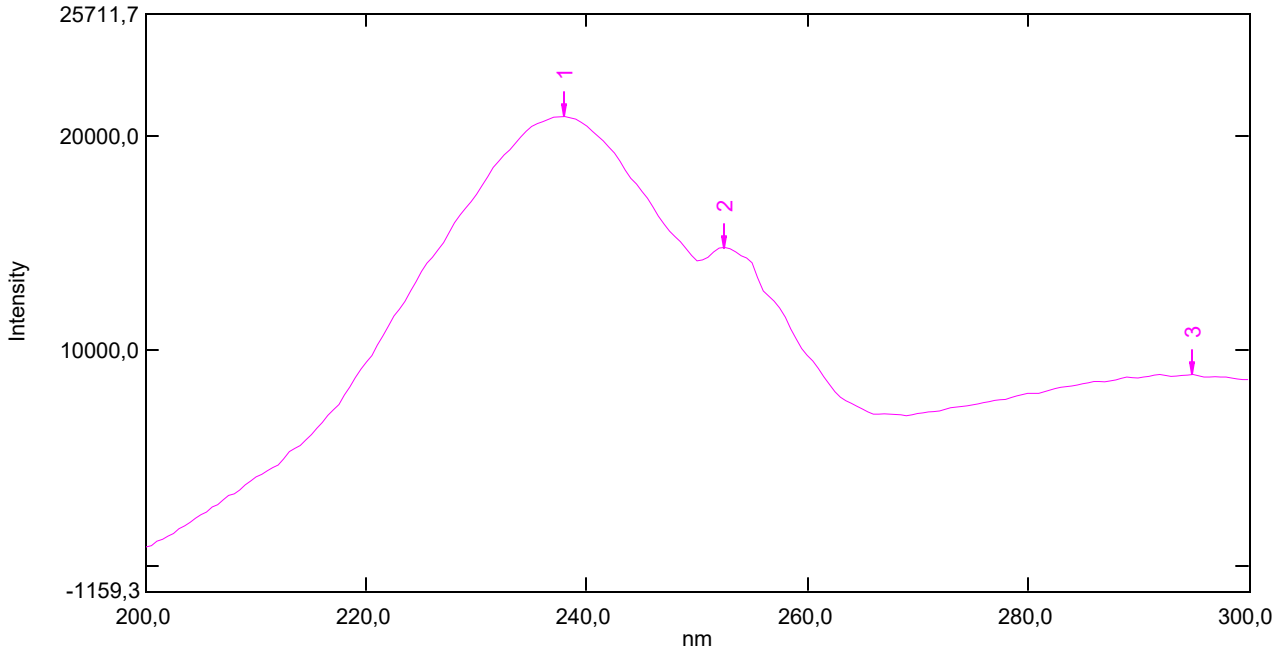
1ª POSIÇÃO (nm)	2ª POSIÇÃO (nm)	3ª POSIÇÃO (nm)	DIFERENÇA (nm)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
Excitação					
252,5	**252,5**	**252,5**	**0,0**	**± 1.0**	**APROVADO**
Emissão					
391,0	**391,0**	**391,0**	**0,0**	**± 1.0**	**APROVADO**
Comentários **N/A**					
Executor: **MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA** **Data:** **11/06/2024**					

Formulário 6 - Repetibilidade do Comprimento de Onda.

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 15:19:54

File Name: Default Project - 1-18-2 - Repetibilidade Do Comprimento De Onda_004.fs2f -



Date/Time:	11/06/2024 15:18:59	[Measurement]	
Analyst:	System Administrator	Spectrum Type:	Excitation
Measurement Parameters:	Default Project - Repetibilidade Do Comprimento De Onda.fm2f	EX Wavelength Start:	200,0 nm
		EX Wavelength End:	300,0 nm
Sample Name:	Repetibilidade Do Comprimento De Onda - Rep. 1	EM Wavelength:	450,0 nm
		Data Interval:	0,5 nm
SampleID:	SampleID015	Scan Speed:	60 nm/min
Option:	Option		
Comment:		[Instrument]	
		EX Bandwidth:	5,0 nm
		EM Bandwidth:	5,0 nm
		Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

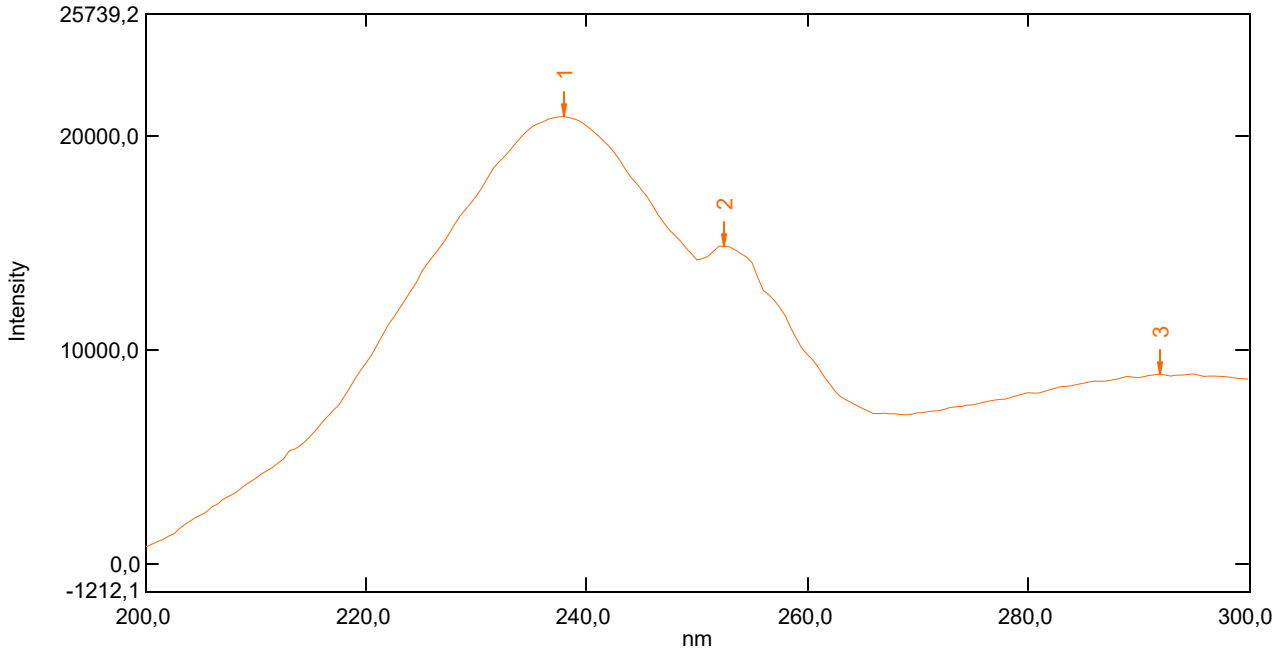
Threshold: 10,000
Number of Points: 5

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	238,0	20930,4	
2	↑	252,5	14835,7	
3	↑	295,0	8896,9	

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 15:24:34

File Name: Default Project - 1-19-2 - Repetibilidade Do Comprimento De Onda_005.fs2f -



Date/Time:	11/06/2024 15:22:52	[Measurement]	
Analyst:	System Administrator	Spectrum Type:	Excitation
Measurement Parameters:	Default Project - Repetibilidade Do Comprimento De Onda.fm2f	EX Wavelength Start:	200,0 nm
		EX Wavelength End:	300,0 nm
Sample Name:	Repetibilidade Do Comprimento De Onda - Rep. 2	EM Wavelength:	450,0 nm
		Data Interval:	0,5 nm
SampleID:	SampleID016	Scan Speed:	60 nm/min
Option:	Option		
Comment:		[Instrument]	
		EX Bandwidth:	5,0 nm
		EM Bandwidth:	5,0 nm
		Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

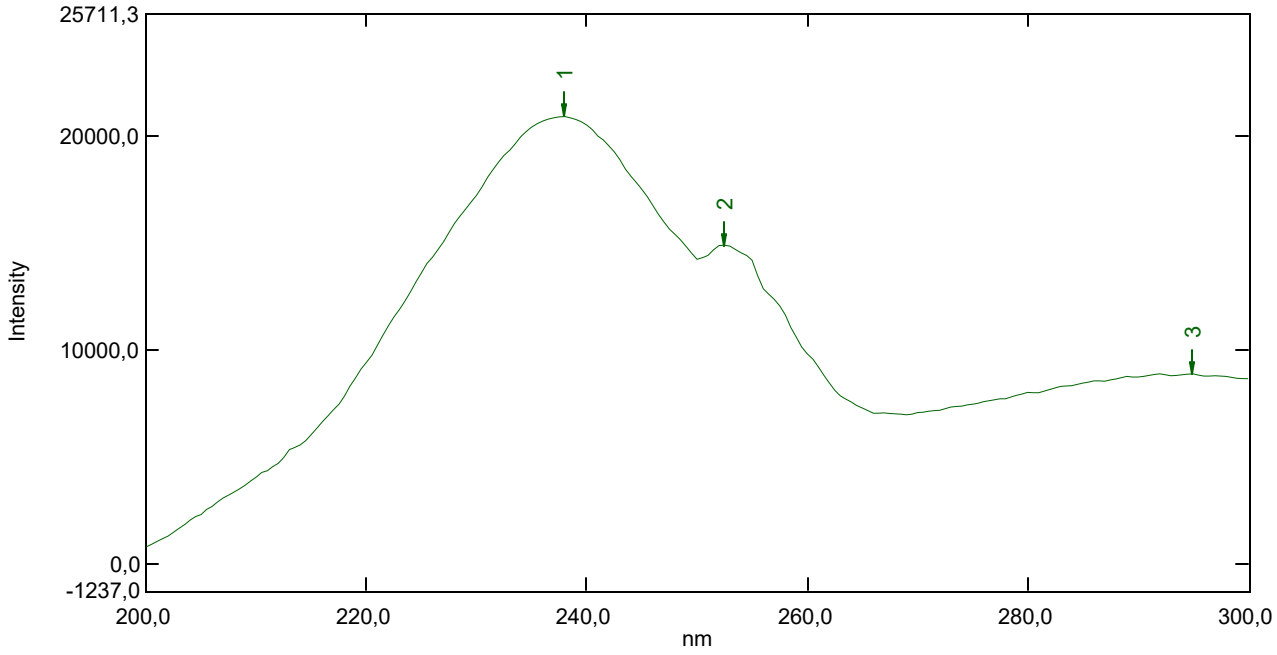
Threshold: 10,000
Number of Points: 5

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	238,0	20943,6	
2	↑	252,5	14878,6	
3	↑	292,0	8902,6	

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 15:30:44

File Name: Default Project - 1-21-2 - Repetibilidade Do Comprimento De Onda_006.fs2f -



Date/Time:	11/06/2024 15:29:33	[Measurement]	
Analyst:	System Administrator	Spectrum Type:	Excitation
Measurement Parameters:	Default Project - Repetibilidade Do Comprimento De Onda.fm2f	EX Wavelength Start:	200,0 nm
		EX Wavelength End:	300,0 nm
Sample Name:	Repetibilidade Do Comprimento De Onda - Rep. 3	EM Wavelength:	450,0 nm
		Data Interval:	0,5 nm
SampleID:	SampleID018	Scan Speed:	60 nm/min
Option:	Option		
Comment:		[Instrument]	
		EX Bandwidth:	5,0 nm
		EM Bandwidth:	5,0 nm
		Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

Threshold: 10,000

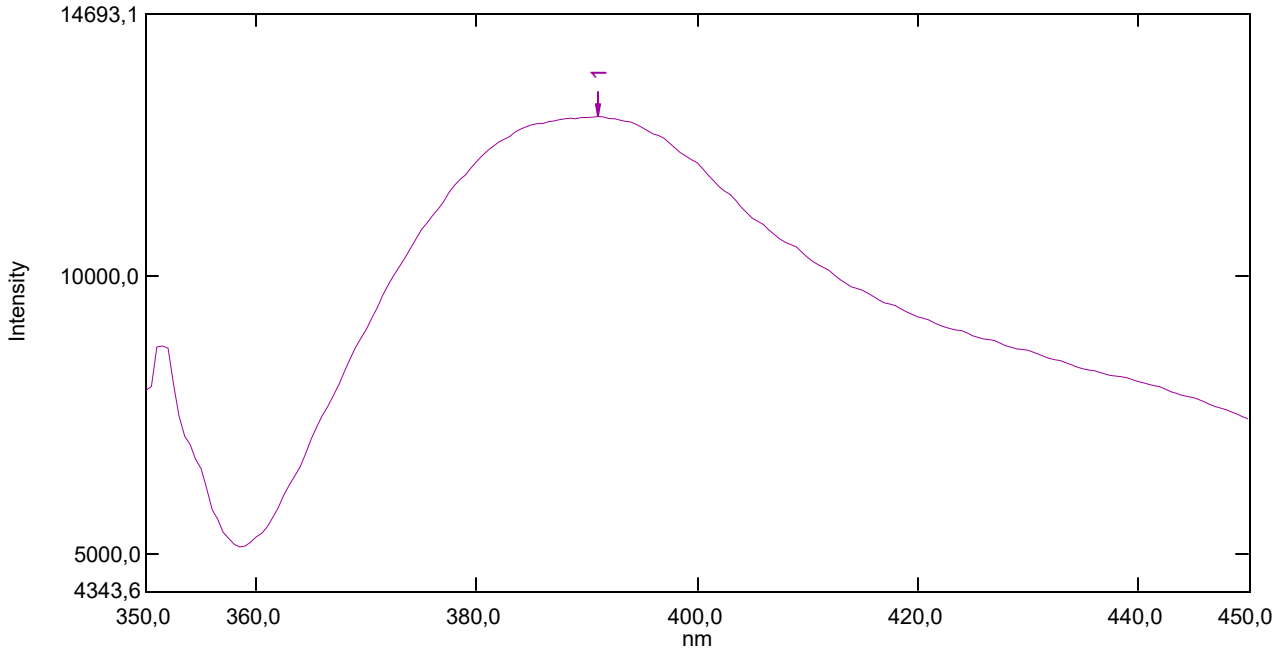
Number of Points: 5

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	238,0	20916,3	
2	↑	252,5	14894,9	
3	↑	295,0	8887,2	

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 15:35:17

File Name: Default Project - 1-22-2 - Repetibilidade Do Comprimento De Onda_007.fs2f -



Date/Time:	11/06/2024 15:34:28	[Measurement]	
Analyst:	System Administrator	Spectrum Type:	Emission
Measurement Parameters:	Default Project - Repetibilidade Do Comprimento De Onda.fm2f	EX Wavelength:	350,0 nm
		EM Wavelength Start:	350,0 nm
Sample Name:	Repetibilidade Do Comprimento De Onda - EM - Rep. 1	EM Wavelength End:	450,0 nm
		Data Interval:	0,5 nm
SampleID:	SampleID019	Scan Speed:	60 nm/min
Option:	Option		
Comment:		[Instrument]	
		EX Bandwidth:	5,0 nm
		EM Bandwidth:	5,0 nm
		Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

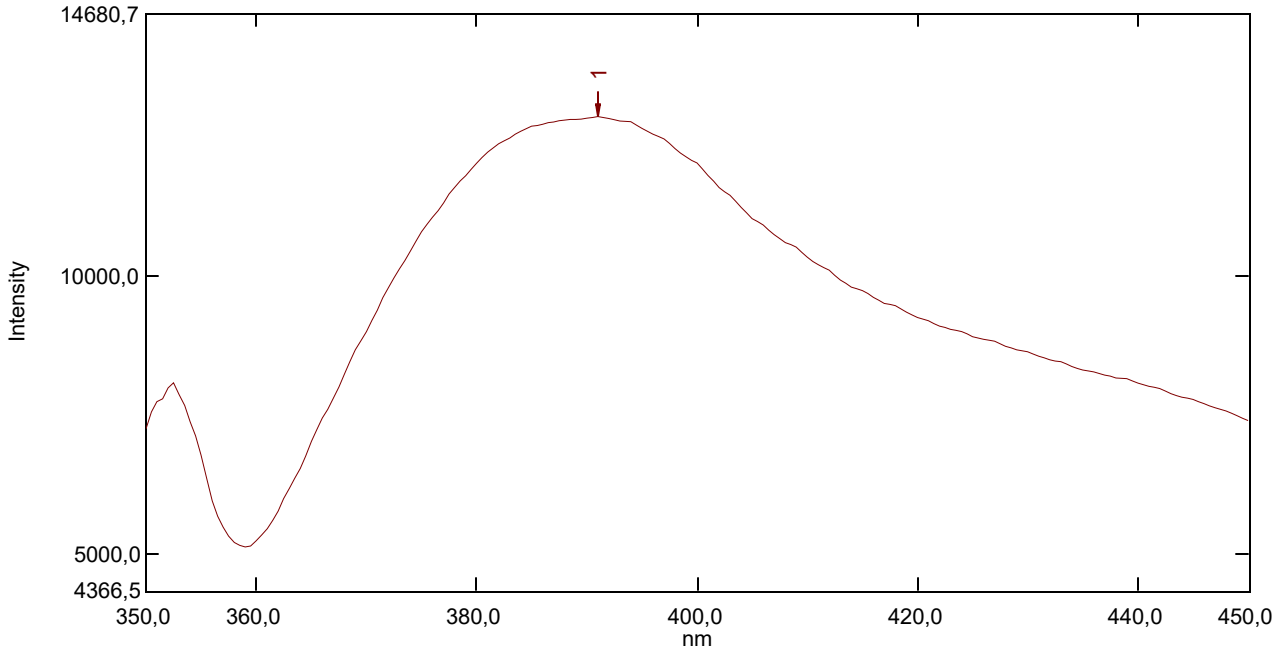
Threshold: 10,000
Number of Points: 5

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	391,0	12851,6	

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 15:38:51

File Name: Default Project - 1-23-2 - Repetibilidade Do Comprimento De Onda_008.fs2f -



Date/Time:	11/06/2024 15:37:11	[Measurement]	
Analyst:	System Administrator	Spectrum Type:	Emission
Measurement Parameters:	Default Project - Repetibilidade Do Comprimento De Onda.fm2f	EX Wavelength:	350,0 nm
		EM Wavelength Start:	350,0 nm
Sample Name:	Repetibilidade Do Comprimento De Onda - EM - Rep. 2	EM Wavelength End:	450,0 nm
		Data Interval:	0,5 nm
SampleID:	SampleID020	Scan Speed:	60 nm/min
Option:	Option		
Comment:		[Instrument]	
		EX Bandwidth:	5,0 nm
		EM Bandwidth:	5,0 nm
		Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

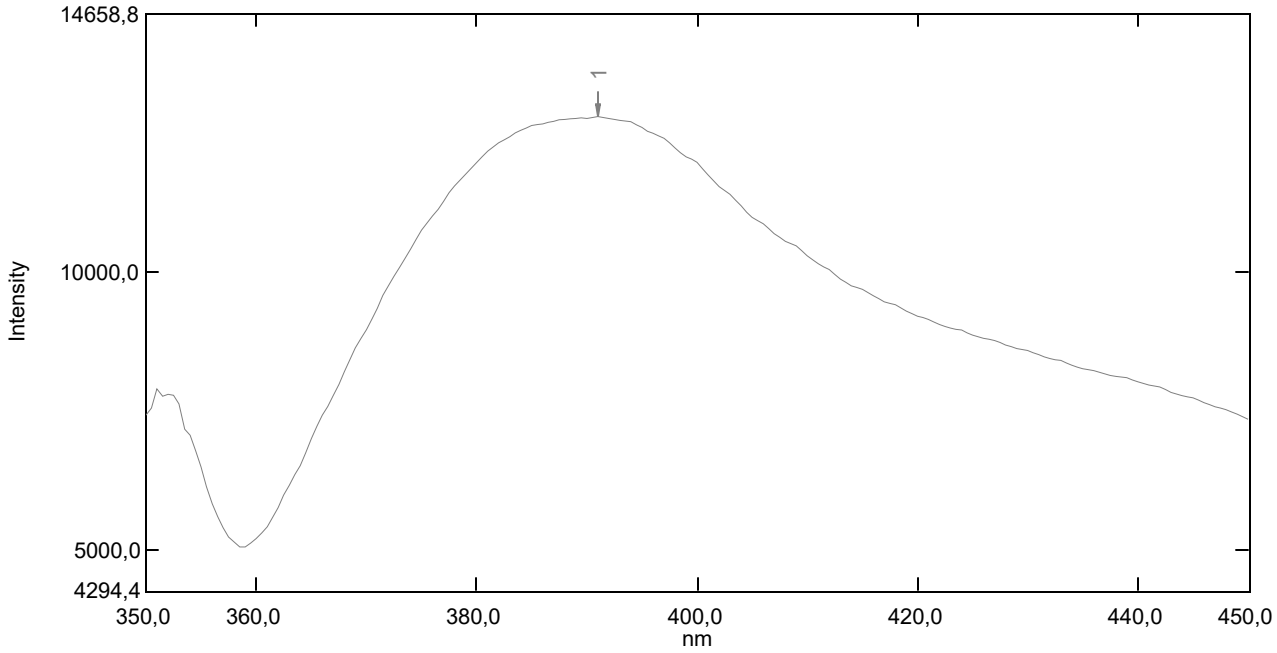
Threshold: 10,000
Number of Points: 10

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	391,0	12845,5	

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 15:41:47

File Name: Default Project - 1-24-2 - Repetibilidade Do Comprimento De Onda_009.fs2f -



Date/Time:	11/06/2024 15:40:43	[Measurement]	
Analyst:	System Administrator	Spectrum Type:	Emission
Measurement Parameters:	Default Project - Repetibilidade Do Comprimento De Onda.fm2f	EX Wavelength:	350,0 nm
		EM Wavelength Start:	350,0 nm
Sample Name:	Repetibilidade Do Comprimento De Onda - EM - Rep. 3	EM Wavelength End:	450,0 nm
		Data Interval:	0,5 nm
SampleID:	SampleID021	Scan Speed:	60 nm/min
Option:	Option		
Comment:		[Instrument]	
		EX Bandwidth:	5,0 nm
		EM Bandwidth:	5,0 nm
		Sensitivity:	Low

[Peak Pick Table]

Threshold: 10,000
Number of Points: 10

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	391,0	12814,6	

19.3.RESOLUÇÃO

- ***Método de teste:***

A resolução indica a capacidade de separar e medir picos de absorção adjacentes. A resolução depende da pureza da luz incidente na amostra. A resolução é geralmente definida como a largura de banda espectral (nm) da luz monocromática.

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo: Varredura do comprimento de onda
Modo Fotométrico: Emissão
Faixa de Leitura: 350 – 450 nm
Velocidade de Scan: 100 nm/min
Largura de Banda: 5 nm
Pontos de Coleta: 0.5 nm
Resposta: Rápida

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Colocar a cubeta com água no compartimento de amostra;
3. Iniciar a leitura do padrão;
4. Após a leitura, determinar a largura da meia altura do pico encontrado;
5. Preencher o formulário 7 - Resolução.

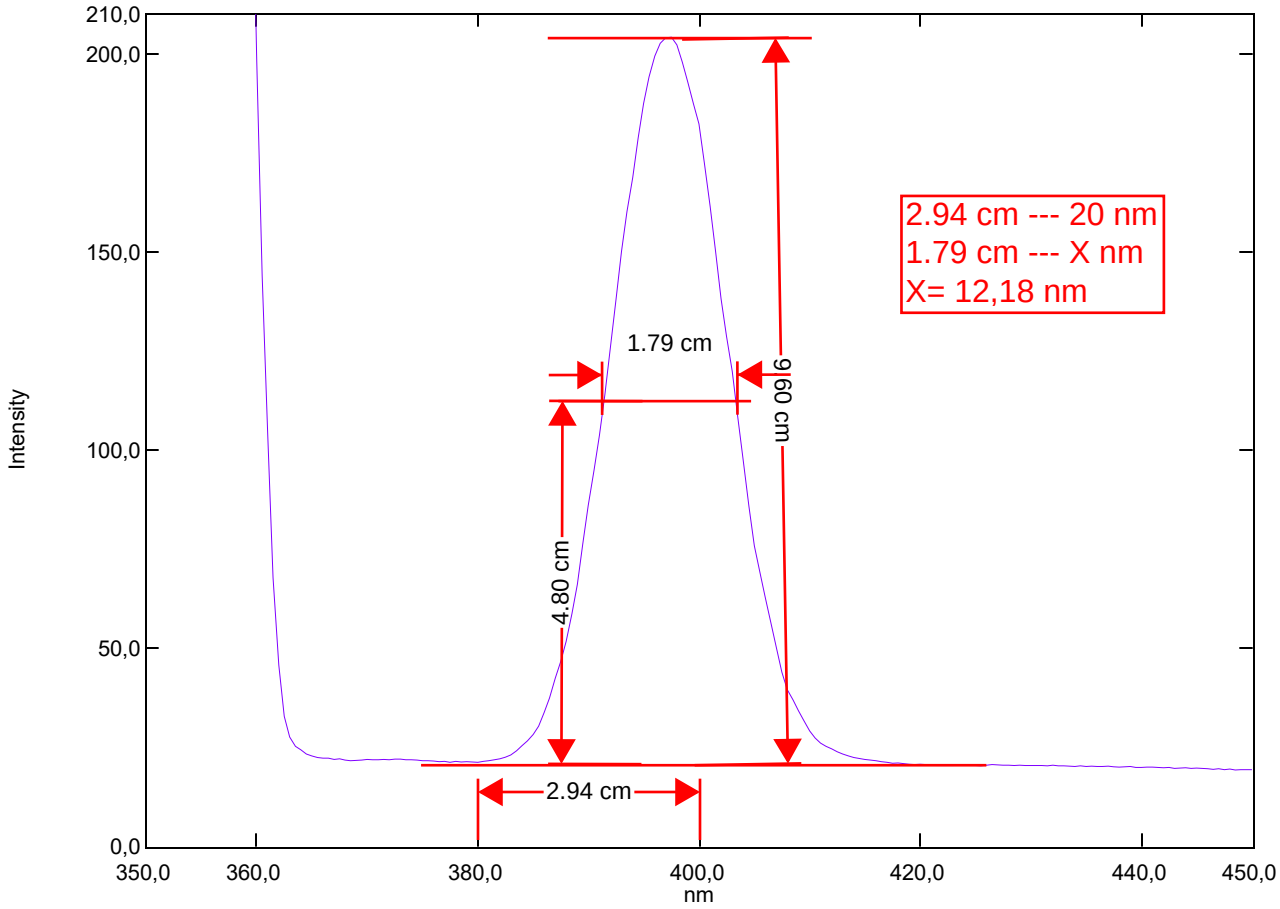
LARGURA OBTIDA (nm)	**LARGURA DE BANDA (nm)**	**CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)**	**RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)**
12,18	**5,0 nm**	**≤ 15,0 nm**	**APROVADO**
Comentários **N/A**			
Executor: **MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA** **Data:** **11/06/2024**			

Formulário 7 - Resolução.

Active Graph Report

Print Date: 11/06/2024 15:50:02

File Name: Default Project - 1-26-1 - Resolução_010.fs2f - CorrectionData



Software Information	
Software Name:	LabSolutions RF
Version:	1,17
Data Information	
Data is:	Modified
Measurement Parameters:	Default Project - Resolução.fm2f
Sample Name:	Resolução
SampleID:	SampleID023
Option:	Option
Analyst:	System Administrator
Date/Time:	11/06/2024 15:49:19
Comments:	
Instrument Information	
Instrument Name:	RF-6000
Instrument Type:	RF-6000 Series
Model (S/N):	RF-6000 (A40245400466SA)

[Measurement]	
Spectrum Type:	Emission
EX Wavelength:	350,0 nm
EM Wavelength Start:	350,0 nm
EM Wavelength End:	450,0 nm
Data Interval:	0,5 nm
Scan Speed:	60 nm/min
[Instrument]	
EX Bandwidth:	5,0 nm
EM Bandwidth:	5,0 nm
Sensitivity:	High
[Attachment]	
Attachment:	None
[Auto Print]	
Auto Print:	No
Report File:	

19.4.SENSIBILIDADE

- ***Método de teste:***

A sensibilidade mostra a relação entre o pico Raman da água e o ruído da linha de base da varredura do comprimento de onda. A sensibilidade demonstra que o equipamento é capaz de detectar pequenas variações na absorbância.

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo: Varredura do comprimento de onda
Modo Fotométrico: Emissão
Faixa de Leitura: 350 – 450 nm
Velocidade de Scan: 100 nm/min
Largura de Banda: 5 nm
Pontos de Coleta: 0.5 nm
Resposta: Rápida

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Colocar a cubeta com água ultra-pura no compartimento de amostra;
3. Iniciar a leitura;
4. Após a leitura, determinar a altura do pico Raman e a altura máxima da linha de base subsequente;
5. Preencher o formulário 8 - Sensibilidade.

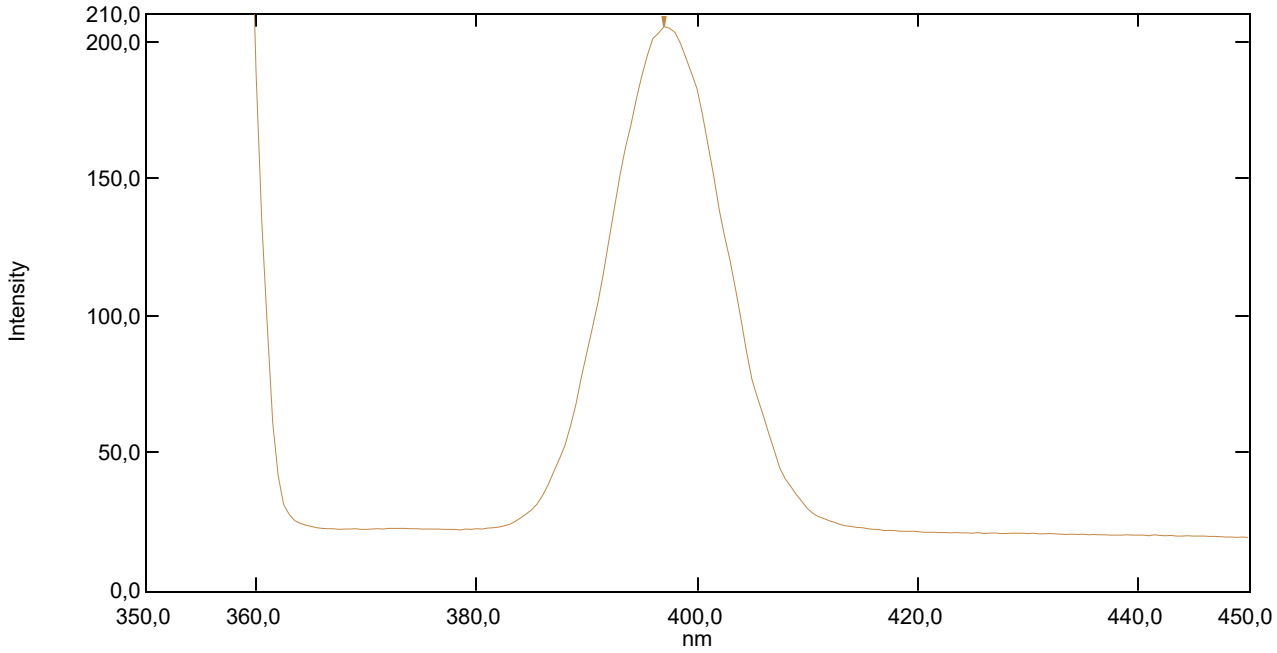
ALTURA DO PICO (A)	ALTURA DO RUÍDO (B)	VALOR ENCONTRADO (A/B)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (abs)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
205,4	0,1	2054,0	> 50 : 1	APROVADO
Comentários N/A				
Executor: MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA **Data:** 11/06/2024				

Formulário 8 - Sensibilidade.

Peak Pick Report

Print Date: 11/06/2024 16:03:40

File Name: Default Project - 1-27-4 - Sensibilidade_011.fs2f - CorrectionData



Date/Time:	11/06/2024 15:53:24
Analyst:	System Administrator
Measurement Parameters:	Default Project - Sensibilidade.fm2f
Sample Name:	Sensibilidade
SampleID:	SampleID024
Option:	Option
Comment:	

[Measurement]

Spectrum Type:	Emission
EX Wavelength:	350,0 nm
EM Wavelength Start:	350,0 nm
EM Wavelength End:	450,0 nm
Data Interval:	0,5 nm
Scan Speed:	60 nm/min

[Instrument]

EX Bandwidth:	5,0 nm
EM Bandwidth:	5,0 nm
Sensitivity:	High

[Peak Pick Table]

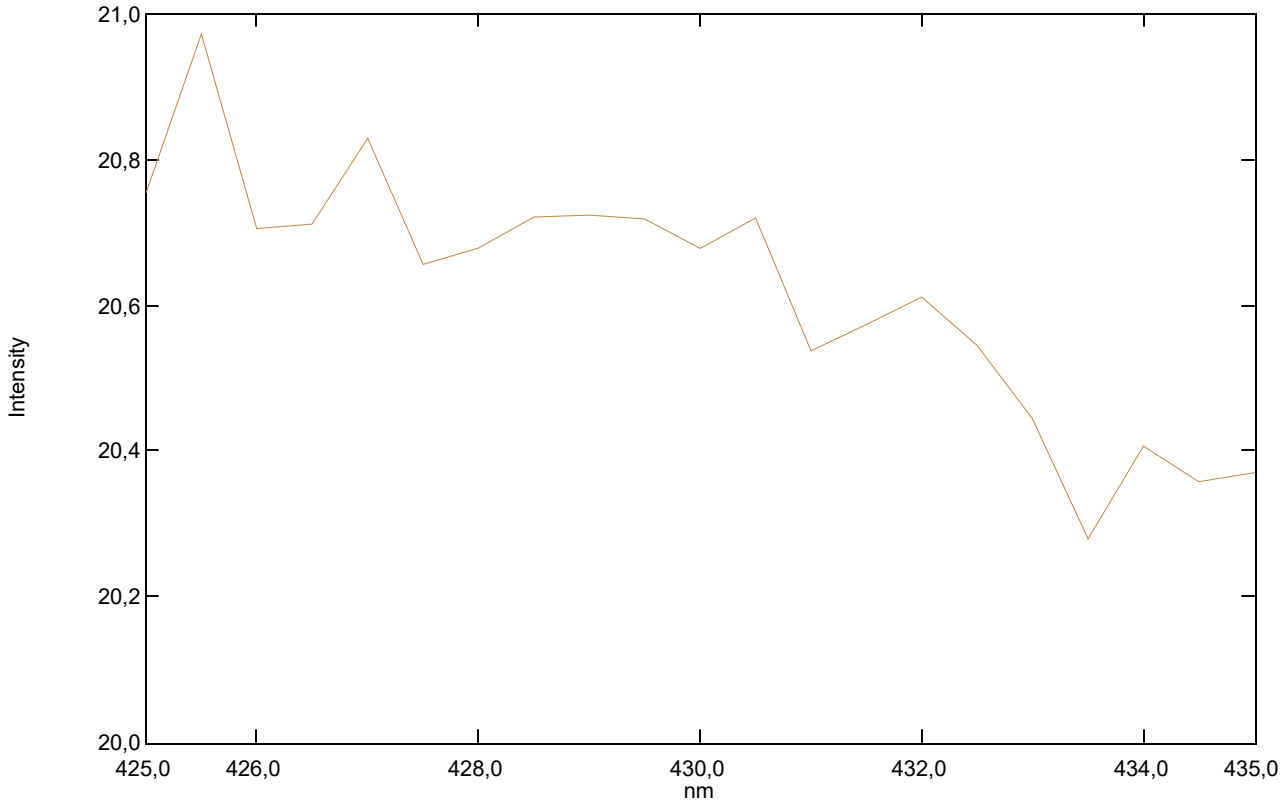
Threshold: 10,000
Number of Points: 10

No.	P/V	Wavelength n	Intensity	Description
1	↑	397,0	205,4	

Point Pick Report

Print Date: 11/06/2024 16:02:02

File Name: Default Project - 1-27-4 - Sensibilidade_011.fs2f - CorrectionData



Date/Time:	11/06/2024 15:53:24
Analyst:	System Administrator
Measurement Parameters:	Default Project - Sensibilidade.fm2f
Sample Name:	Sensibilidade
SampleID:	SampleID024
Option:	Option
Comment:	

[Measurement]

Spectrum Type:	Emission
EX Wavelength:	350,0 nm
EM Wavelength Start:	350,0 nm
EM Wavelength End:	450,0 nm
Data Interval:	0,5 nm
Scan Speed:	60 nm/min

[Instrument]

EX Bandwidth:	5,0 nm
EM Bandwidth:	5,0 nm
Sensitivity:	High

[Attachment]

Attachment:	None

[Point Pick Table]

No.	Wavelength n	Intensity	Description
1	431,0	20,5	
2	432,0	20,6	
3	426,5	20,7	
4	427,5	20,7	
5	433,5	20,3	
6	434,0	20,4	

19.5.ESTABILIDADE FOTOMÉTRICA

- ***Método de teste:***

Estabilidade fotométrica mostra a estabilidade da leitura durante um longo período de tempo próximo do nível zero de absorbância. A estabilidade de linha de base é geralmente definida como sendo a largura de variação, apresentada como uma unidade de absorbância quando o instrumento é submetido a funcionar sem mudança de parâmetros e sem amostra na câmara de amostra. Quando o valor é pequeno, a confiabilidade dos valores de medição é alta. Esta avaliação é importante quando várias amostras são medidas durante um período longo, como quando se usa um amostrador automático. Este teste deve ser realizado somente depois que o instrumento estiver ligado por mais de uma hora. Variações de temperatura ambiente devem ser reduzidas ao mínimo (+/- 5 °C).

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo:	Varredura por tempo
Modo Fotométrico:	Emissão e Excitação
Comprimento de Onda:	350 – 450 nm
Período:	300 seg
Largura de Banda:	5 nm
Pontos de Coleta:	0.5 seg
Resposta:	Lento

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Confirmar que não haja amostras na câmara de amostras;
3. Iniciar a leitura;
4. Após a leitura, determinar o ponto máximo e o mínimo dos dados coletados, calcular a diferença entre estes dois valores e dividir por dois o resultado encontrado;
5. Preencher o formulário 9 - Estabilidade Fotométrica.

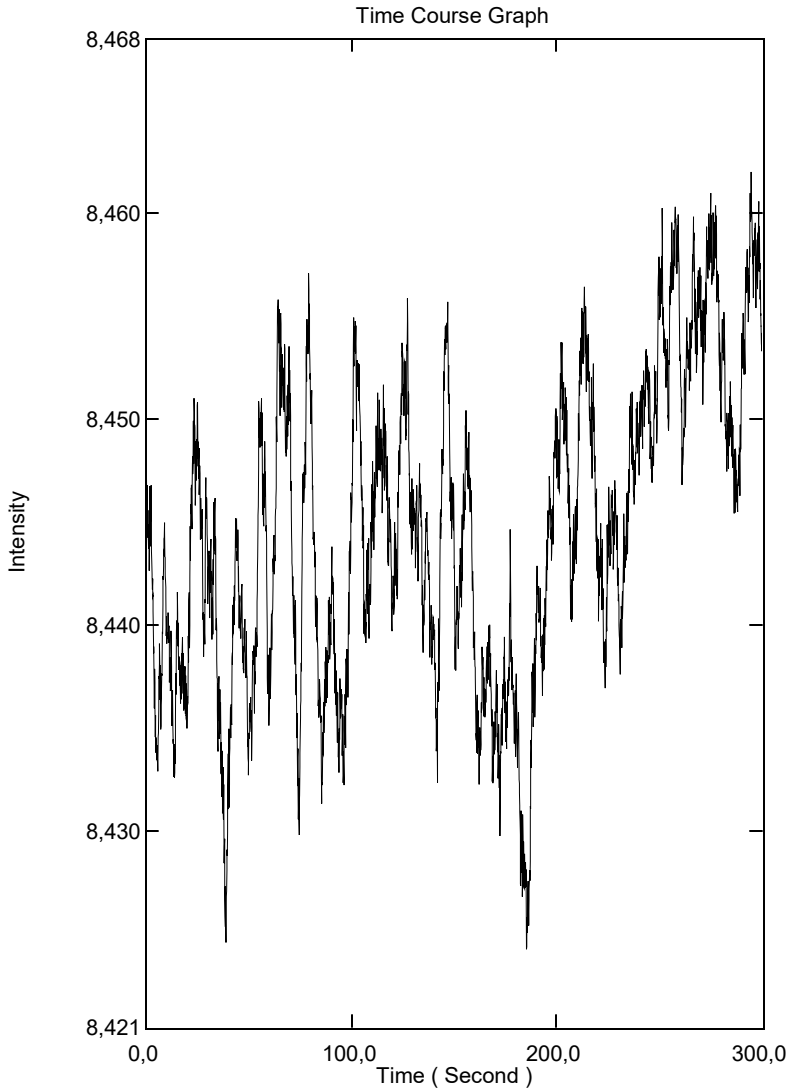
DIFERENÇA ENTRE O PONTO MÁXIMO E O PONTO MÍNIMO DA LINHA DE BASE				
VALOR DE ABS DO PICO MAIS ALTO E MAIS BAIXO ENCONTRADOS	**DIFERENÇA DOS VALORES DOS PICOS**	**DIVIDIR POR 2 A DIFERENÇA ENCONTRADA. VALOR OBTIDO**	**CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (abs)**	**RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)**
8,461	**0,036**	**0,018**	**< 0.5**	**APROVADO**
8,425				
Comentários **N/A**				
Executor: **MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA** **Data:** **11/06/2024**				

Formulário 9 - Estabilidade Fotométrica.

Point Pick Report

Print Date: 11/06/2024 16:20:10

File Name: Default Project - 1-28-2 - Estabilidade Fotométrica_001.fttc - RawData_WL1



Date/Time:	11/06/2024 16:16:12
Analyst:	System Administrator
Measurement Parameters:	Default Project - Estabilidade Fotométrica.fmtc
Sample Name:	Estabilidade Fotométrica
Sample ID:	SampleID
Option:	Option
Comment:	

[Measurement]

WL1:	EX350,0_EM450,0
EX Wavelength:	350,0 nm
EM Wanelength:	450,0 nm
Timing Mode:	Auto
Time Unit:	Second
Total Time:	300,0 s
Cycle Time:	0,10 s
Number of Readings:	3001
Record Events:	OFF

[Instrument]

EX Bandwidth:	5,0 nm
EM Bandwidth:	5,0 nm
Sensitivity:	Auto
Accumulation Time:	5 s

[Attachment]

Attachment:	None

[Point Pick Table]

No.	Time (Secon	Intensity	Description
1	294,8	8,461	
2	39,0	8,425	

20. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO ESPECTROFOTÔMETRO DE FLUORESCÊNCIA E ASSINATURAS DE APROVAÇÃO DESTE DOCUMENTO DE QUALIFICAÇÃO

TESTES REALIZADOS	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
19.1 Exatidão do Comprimento de Onda	APROVADO
19.2 Repetibilidade do Comprimento de Onda	APROVADO
19.3 Resolução	APROVADO
19.4 Sensibilidade	APROVADO
19.5 Estabilidade Fotométrica	APROVADO
Executor: MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA **Data:** 11/06/2024	

Formulário 10 - Resultados da Qualificação do Espectrofotômetro de Fluorescência.

21. ASSINATURAS

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

Aprovado por:	FABÍOLA SPIGARIOL.	**Assinatura:**
Empresa Contratada:	QPACK SOLUÇÕES ANÁLITICAS.	
Departamento:	DOCUMENTAÇÃO.	
Função:	ASSIST. DE QUALIDADE.	

Empresa Contratante:	-	
		Assinatura:
Aprovado por:		

Data:	Revisão	Itens:	REGISTO DE ALTERAÇÕES
07/05/2018	00	Todos	Elaboração do Documento.
11/12/2023	1.0	Assinatura	Ass. - Modificação na posição das assinaturas.