

Certificado

Documento de Qualificação

Empresa: LASA PESQUISAS LABORATORIAIS LTDA

Equipamento: TITULADOR KARL FISCHER

Fabricante: METROHM

Modelo: 915 KF TI-TOUCH **TAG:** D-EM-566

Período de Qualificação: 14/06/2024 **A** 14/06/2024

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

1. INTRODUÇÃO

Este procedimento de qualificação operacional de Tituladores, foi desenvolvido para o uso de especialistas treinados e qualificados para executar e revisar o conteúdo descrito nesta documentação, que verificará se o equipamento opera segundo suas especificações.

Muitos equipamentos de laboratórios, instrumentos e sistemas analíticos computadorizados, são utilizados dentro da indústria farmacêutica, alimentícia, laboratórios de prestação de serviços e entre outros. Estes sistemas são utilizados para a aquisição de dados e com isso assegurar que os produtos estão adequados para os seus propósitos. Com o crescimento, a sofisticação e a automatização de instrumentos analíticos, há uma crescente demanda para qualificar esses sistemas a fim de assegurar a confiabilidade dos seus dados.

Quando todos os procedimentos são executados e todos os itens são aprovados na inspeção, isto garante que o sistema vai operar de acordo com as condições para a qual foi designado.

Esta documentação exige três tipos de pessoas:

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

2. SIGLAS E DEFINIÇÕES

Abreviação	***Descrição***
ASTM	*American Society for Testing and Materials*
BPF	Boas Práticas de Fabricação
BPL	Boas Práticas de Laboratório
EP	*European Pharmacopeia*
JP	*Japanese Pharmacopeia*
KF	Karl Fisher
N/A	Não Aplicável
P/N	Part Number
QD	Qualificação de Desempenho
QI	Qualificação de Instalação
QO	Qualificação de Operação
USP	*United States Pharmacopeia*

3. OBJETIVO

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

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 ao cliente realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

Requerimentos	Verificação
O sistema deve ser instalado de acordo com as especificações do fabricante.	Qualificação de Instalação – Prestador de Serviços
Versão de firmware, ajustes e configurações são documentadas.	Logbook de registro de atividades – Cliente /Prestador de Serviços
O sistema cumpre os critérios de aceitação especificados.	QO – 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 – Cliente.

5. 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 ou ASTM, foram seguidos os limites propostos pelos fabricantes do Titulador.

Caso haja necessidade de mudança na documentação para qualquer teste ou limite diferente dos propostos neste protocolo, a alteração deverá ser solicitada ao técnico antes do início do serviço. A QPack reserva-se o direito de garantir a conformidade apenas com a variância originalmente proposta nos testes. As personalizações de limites dos testes podem sujeitar o sistema a limites que excedem o intervalo operacional típico. Estas alterações serão aplicadas ao protocolo, porém, com uma notificação que irá refletir esta situação.

Obs.: A QPack não será responsável por falhas de teste para limites com faixa mais estreita (mais exigentes ou desafiadores) do que os valores recomendados.

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 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.

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. 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 destes solventes e reagentes.

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.

8.2. QPack

Enviar um técnico treinado e qualificado para executar todos os procedimentos de qualificação.

Prover a cada técnico, um kit de qualificação adequado para execução do serviço, compatível com qualquer configuração do Titulador disponível.

Realizar a manutenção preventiva do instrumento antes da qualificação, 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.

9. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS

Balão volumétrico calibrado; Padrão de titulação de Karl Fisher; Balança analítica.

10. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO

Para completar o procedimento de qualificação operacional mencionados nesta documentação, é necessário certificar-se de ter os itens abaixo disponíveis para consulta:

- A especificação completa do instrumento a ser qualificado;
- Configuração do software de controle e aquisição de dados, quando aplicável;
- Os manuais de operação do instrumento.

11. 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 superior para a direita inferior 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, devem ser documentados no formulário “Lista de Desvios”, contida neste documento. O responsável pelo instrumento tem que dar aprovação documentada com seu aceite para qualquer adequação ou divergência no protocolo antes das assinaturas de aprovações finais. O teste em questão deverá ser novamente executado e anexado ao protocolo numerando a página conforme a página do teste que falhou, seguido de letras em ordem alfabética (ex.: Página 12A, Página 12B etc.).

Quando o valor ou campo não for aplicável ao modelo do equipamento, ou a função testada for inexistente, o mesmo deverá ser riscado com uma reta na diagonal total do campo da esquerda superior para a direita inferior.

Todos os resultados, relatórios, anexos, certificados de treinamento e dos padrões devem ser anexados ao final deste documento, e entregues ao cliente.

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 operacional, 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 Titulador descritos nesta documentação, os resultados obtidos assegurarão propriamente a qualificação e manutenção deste equipamento.

Informações coletadas durante o processo de qualificação deverão ser escritas nos formulários que oferecerão evidências para os órgãos regulatórios de que o Titulador opera

adequadamente.

14. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o proprietário ou responsável do Titulador siga estas diretrizes para determinar quando é necessário realizar a requalificação:

A periodicidade da requalificação deverá ser definida pelo cliente, baseando-se na frequência do uso, desgaste de peças, tubulações, elétrodos e/ou procedimentos internos.

Quando o equipamento for transferido do local onde foi qualificado.

Deve-se sempre requalificar após a substituição de componentes ou peças de maior importância como: placas de controle, placas de interface, placas amplificadoras e peças da parte mecânica.

É importante requalificar sempre que adicionar um acessório ou realizar alguma modificação ou atualização do hardware ou software.

15. 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.

16. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO QUALIFICADO

EQUIPAMENTO:	**TITULADOR KARL FISCHER**
MODELO:	**915 KF TI-TOUCH**
TAG:	**D-EM-566**
LOCAL INSTALADO:	**Sala Instrumental III**

IDENTIFICAÇÃO DOS ACESSÓRIOS		
DESCRIÇÃO	*NÚMERO DE SÉRIE*	*FABRICANTE*
915 KF TI-TOUCH	**1915001017572**	**METROHM**
BURETA 10mL 800 DOSINO	**1800004001602**	**METROHM**

Formulário 1 - Identificação do instrumento qualificado.

17. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE

EMPRESA CONTRATANTE:	**LASA PESQUISAS LABORATORIAIS LTDA**
ENDEREÇO:	**AVENIDA PROFESSOR BENEDICTO MONTENEGRO, N° 240 - ANDAR TERREO 1 ANDAR**
CONTATO DO DEPARTAMENTO:	**VANESSA SANTOS**

Formulário 2 - Identificação da empresa contratante.

18. IDENTIFICAÇÃO DO EXECUTOR E REVISOR

EXECUTOR:	**MATEUS CARREIRA LIMA**
FUNÇÃO:	**ENGENHEIRO DE MANUTENÇÃO**
EMPRESA:	**QPACK SOLUÇÕES ANÁLITICAS**
REVISOR:	**FABÍOLA SPIGARIOL**
FUNÇÃO:	**ASSIST. DE QUALIDADE**
ASSINATURA DIGITAL:	

Formulário 3 - Identificação do executor e revisor.

19. 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, ID, LOTE OU NÚMERO DE SÉRIE*	*DATA DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO*	*DATA DA PRÓXIMA CALIBRAÇÃO*	*ANEXO*
BALÃO VOLUMÉTRICO	**BV-01**	**17/05/2024**	**17/05/2029**	A1
PADRÃO DE KF: COMBITITRANT 5	**HX20204505**	**08/09/2022**	**30/09/2025**	A2
BALANÇA ANALÍTICA	**D-EM-730**	**02/05/2024**	**31/5/25**	A3
Executor: **MATEUS CARREIRA LIMA** Data: **14/06/2024**				

Formulário 4 – materiais utilizados no procedimento.

Artigo: 1.88005.1000 HX2020505
Nome: REAGENTE KF (1COMP... ...mgH2O/mL
Fab.: 08.09.2022
Val.: 30.09.2025
Procedencia: Alemanha
Reg. MS: Isento

PERIGO
FRASES DE PERIGO
Provoca irritacao a pele. Provoca lesoes oculares graves. Suspeito d
Pode prejudicar a fertilidade ou o feto. Provoca dano aos orgaos (Tir
repetida ou prolongada, se ingerido. Restrito ao uso por profissiona
FRASES DE PRECAUCAO
Obtenha instrucoes especificas antes de utilizacao. Usar protecao o
CONTATO COM A PELE: Lave com agua e sabao em abundancia. EM
Enxague cuidadosamente com agua durante varios minutos. No caso
contato, remova-as, se for facil. Continue enxaguando. Em caso de
medico.

CNPJ: 33.069.212/0008-50 SAC.: 0800-7278282 Qu

Pericolo. Provoca irritazione cutanea. Provoca gravi lesioni oculari. Sospettato di provoca
feto. Provoca danni agli organi (Tiroide) in caso di esposizione prolungata o ripetuta se inge
dell'uso. Proteggere gli occhi. IN CASO DI CONTATTO CON LA PELLE: lavare abbondant
DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere
farlo. Continuare a sciacquare. In caso di malessere, consultare un medico. • Uso ristretto
dall'aria e dall'umidità.

Gevaar. Veroorzaakt huidirritatie. Veroorzaakt ernstig oogletsel. Verdacht van het veroorza
het ongeboren kind schaden. Veroorzaakt schade aan organen (Schildklier) bij langdurige o
Alvorens te gebruiken de speciale aanwijzingen raadplegen. Oogbescherming dragen. BIJ C
water en zeep wassen. BIJ CONTACT MET DE OGEN: voorzichtig afspoelen met water ge
contactlenzen verwijderen, indien mogelijk; blijven spoelen. Bij onwel voelen een arts raadple
professionele gebruiker. | Tegen lucht en vochtigheid beschermen.

6010129

HX20204505
Lot

2025/09/30
min. shelf life (YYYY/MM/DD)

1 l

1 l = 1.19 kg

15°C 25°C

1.88005.1000

Supelco

Aquastar®

CombiTitrant 5

one-component reagent for volumetric Karl Fischer titration
(contains Iodine, Imidazole, 2-Methylimidazole)
(enthält Jod, Imidazol, 2-Methylimidazol)
(contiene Yodo, Imidazol, 2-Metilimidazol)
(contient Jode, Imidazole, Méthyl-2-imidazole)
(contém Iodo, Imidazole, 2-Metilimidazole)
(contiene Iodio, Imidazolo, 2-Metilimidazolo)
(bevat Jood, Imidazol, 2-Methylimidazol)

1 ml ≙ ca. 5 mg H_2O

Made in Germany

Merck KGaA, 64271 Darmstadt
Germany, Tel. +49(0)6151 72-2440
EMD Millipore Corporation
400 Summit Drive, Burlington MA 01803
USA, Tel. +1-978-715-4321
sigmaaldrich.com

© 2021


D-EM-730
sartorius


Calibração
NBR ISO/IEC
17025
CAL 0406
FIBRA
FONES:
(19) 3272-4117
Nº DO CERTIFICADO
FC - 163.24
DATA DE CALIBRAÇÃO
02 Maio 2024
VALIDADE DA CALIBRAÇÃO
31 Maio 2025
PREENCHIDO PELO CLIENTE

20. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

20.1. VERIFICAÇÃO DE FUNCIONAMENTO DO TITULADOR

Método de teste:

Este teste verifica e assegura o funcionamento das funções essenciais de um Titulador: inicialização do equipamento, funcionamento do agitador magnético, funcionamento da bomba de ar para enchimento e esvaziamento do frasco de titulação, reconhecimento da bureta utilizada e reconhecimento do elétrodo utilizado.

Procedimento do teste:

1. Ligar o equipamento e verificar a inicialização do sistema;
2. Ligar o agitador magnético e alterar a velocidade de rotação;
3. Pressionar os botões de esvaziamento e enchimento do frasco de titulação;
4. Retirar a bureta instalada e conectar novamente a bureta no equipamento;
5. Verificar o tipo de elétrodo instalado;
6. Preencher o Formulário 4 – Verificação de Funcionamento do Titulador.

O equipamento inicializa normalmente?	**SIM**
Ao iniciar o agitador magnético, o imã dentro do frasco de titulação começa a girar?	**SIM**
Ao diminuir ou aumentar a velocidade do agitador magnético, é percetível a mudança na velocidade de rotação do imã?	**SIM**
Ao pressionar o botão de esvaziamento, o líquido do frasco de titulação é enviado ao descarte?	**SIM**
Ao pressionar o botão de enchimento, é adicionado metanol ao frasco de titulação?	**SIM**
Ao retirar a bureta instalada, um aviso é mostrado no visor do equipamento?	**SIM**
Ao instalar a bureta, um aviso é mostrado no visor do equipamento?	**SIM**
O tipo de elétrodo utilizado é mostrado no visor do equipamento?	**SIM**
RESULTADO	**APROVADO**
Comentários:	
Executor: **MATEUS CARREIRA LIMA** Data: **14/06/2024**	

Formulário 5 – verificação de funcionamento do titulador.

20.2. EXATIDÃO DO VOLUME DAS BURETAS

Método de teste:

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

Parâmetros de leitura:

1. Número de leituras: 10 volumes diferentes Critério de aceitação: entre 98,0 e 102,0 %
2. Procedimento do teste:
3. Com o auxílio de um balão volumétrico calibrado, calcular a densidade da solução utilizada;
4. Coletar 10 volumes diferentes;
5. Pesar os volumes coletados e calcular o volume real dispensado;
6. Preencher o arquivo Anexo 1 – Calibração da Bureta para cada bureta utilizada neste equipamento.
7. Preencher o Formulário 5 – Calibração do Volume da Bureta.

Anexo 1 – Calibração da Bureta preenchido:	**SIM**
Volumes dentro do Critério de Aceitação (98 – 102%):	**SIM**
RESULTADO	**APROVADO**
Comentários:	
Executor: **MATEUS CARREIRA LIMA** Data: **14/06/2024**	

Formulário 6 – Exatidão do volume das buretas.

ANEXO DE CALIBRAÇÃO DO VOLUME DA BURETA

Referente ao Certificado Nº 275/24

Resultados obtidos no teste de exatidão e precisão do volume das buretas

Determinação da densidade do titulante

Titulante utilizado:	**Solução de Karl Fischer**
Volume da Bureta (mL):	10

Volume do balão volumétrico (mL)	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Diferença (g)	Densidade (g/mL)
10	**17,4048**	**28,9556**	**11,5508**	**1,155075**

Exatidão dos volumes da bureta

Volume (mL)		Peso (g)			Volume real (mL)	Exatidão (%)
Esperado	Registrado	Inicial	Final	Diferença		
1	1,000	50,0055	51,1750	1,1694	1,0124	**101,24**
2	2,000	51,1750	53,5232	2,3482	2,0330	**101,65**
3	3,000	53,5232	57,0487	3,5255	3,0522	**101,74**
4	4,000	57,0487	61,7446	4,6959	4,0655	**101,64**
5	5,000	61,7446	67,6202	5,8756	5,0867	**101,73**
6	6,000	67,6202	74,6701	7,0499	6,1034	**101,72**
7	7,000	74,6701	82,8937	8,2237	7,1196	**101,71**
8	8,000	82,8937	92,2970	9,4033	8,1408	**101,76**
9	9,000	92,2970	102,8763	10,5793	9,1590	**101,77**
10	10,000	102,8763	114,6335	11,7572	10,1787	**101,79**

Resultado da Qualificação:	**APROVADO**

Mateus Carmi Lima Date: 2024.06.14 14:24:02 -03'00'

Aprovação

Rua Ema Gazzi Magnusson, 138 - Comercial Vitória Martini - Indaiatuba / SP - CEP:13347-630

Site: www.qpack.com.br - Fone: 55 (19) 26601110

E-mail: qpack@qpack.com.br


D–EM–730
sartorius
0
T
Max 120 g
d=0.00001 g
G
+17.40480
g
0,0010 a 219,9999 g



D–EM–730

sartorius

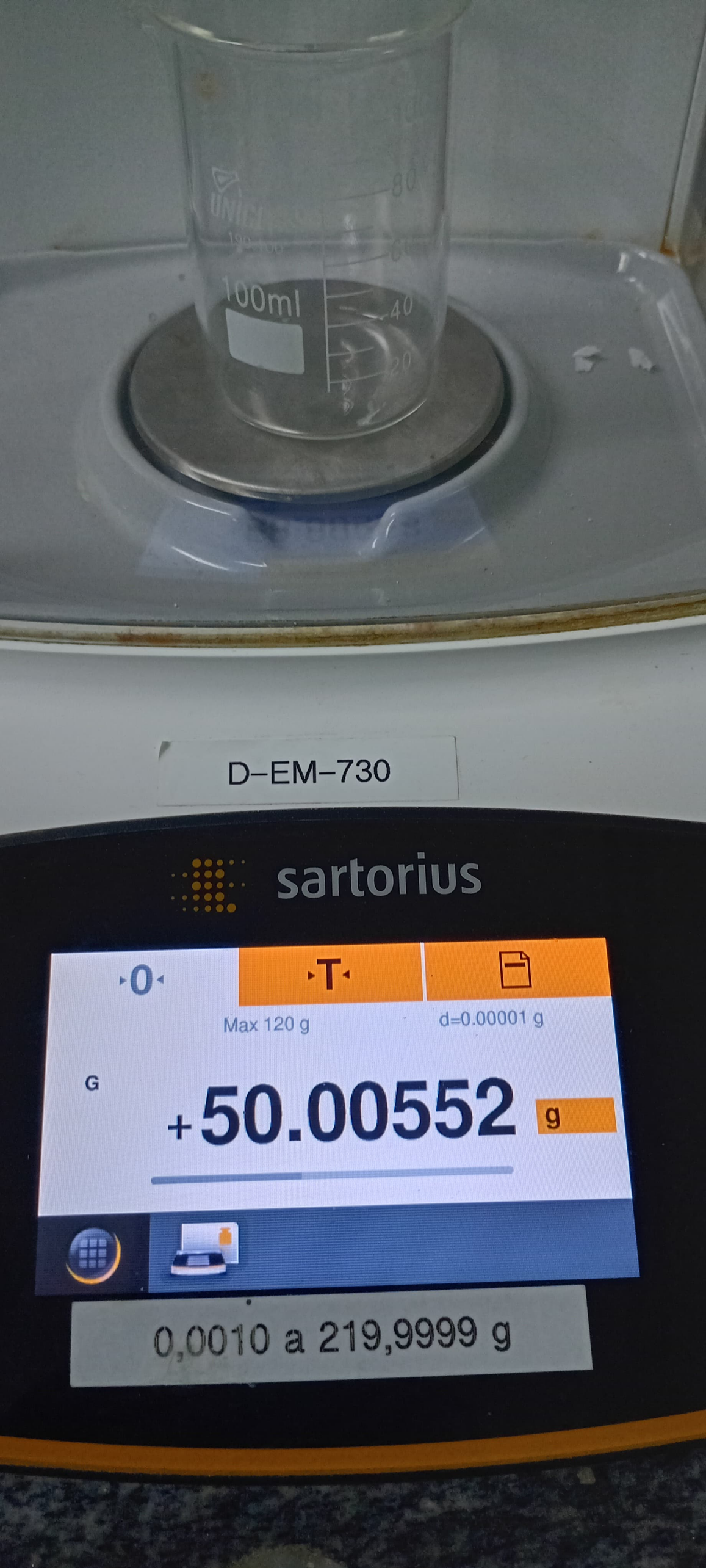
0 T

Max 120 g d=0.00001 g

G

+28.95555 g

0,0010 a 219,9999 g


100ml
D–EM–730
sartorius
0
T
Max 120 g
d=0.00001 g
G
+50.00552
g
0,0010 a 219,9999 g



D–EM–730

sartorius

0 T

Max 120 g d=0.00001 g

G

+51.17496 g

0,0010 a 219,9999 g



D–EM–730

sartorius

0 T

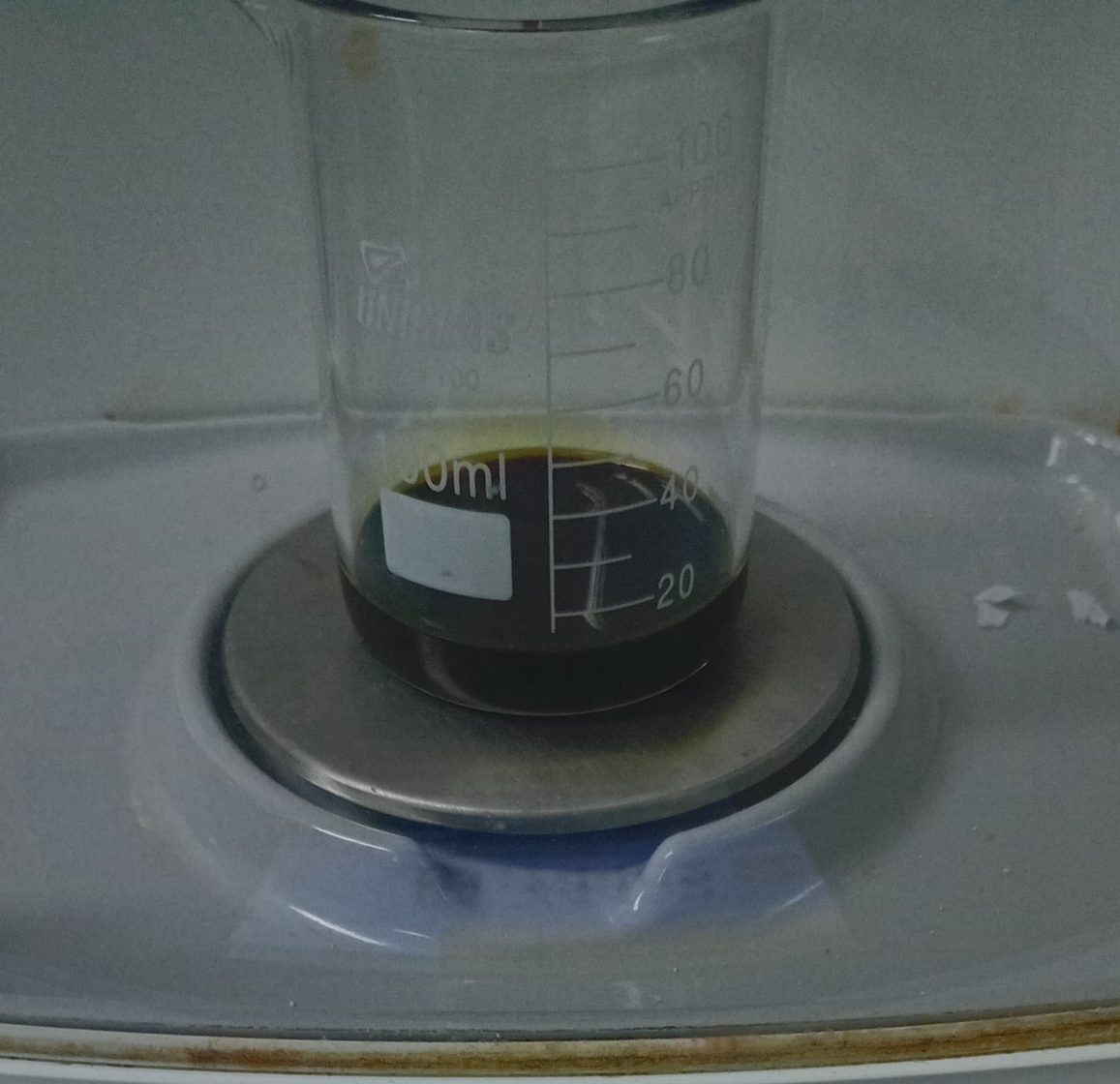
Max 120 g d=0.00001 g

G

+53.52319 g

0,0010 a 219,9999 g


60
20
D–EM–730
sartorius
0
T
Max 120 g
d=0.00001 g
G
+57.04869
g
0,0010 a 219,9999 g



D–EM–730

sartorius

0

T

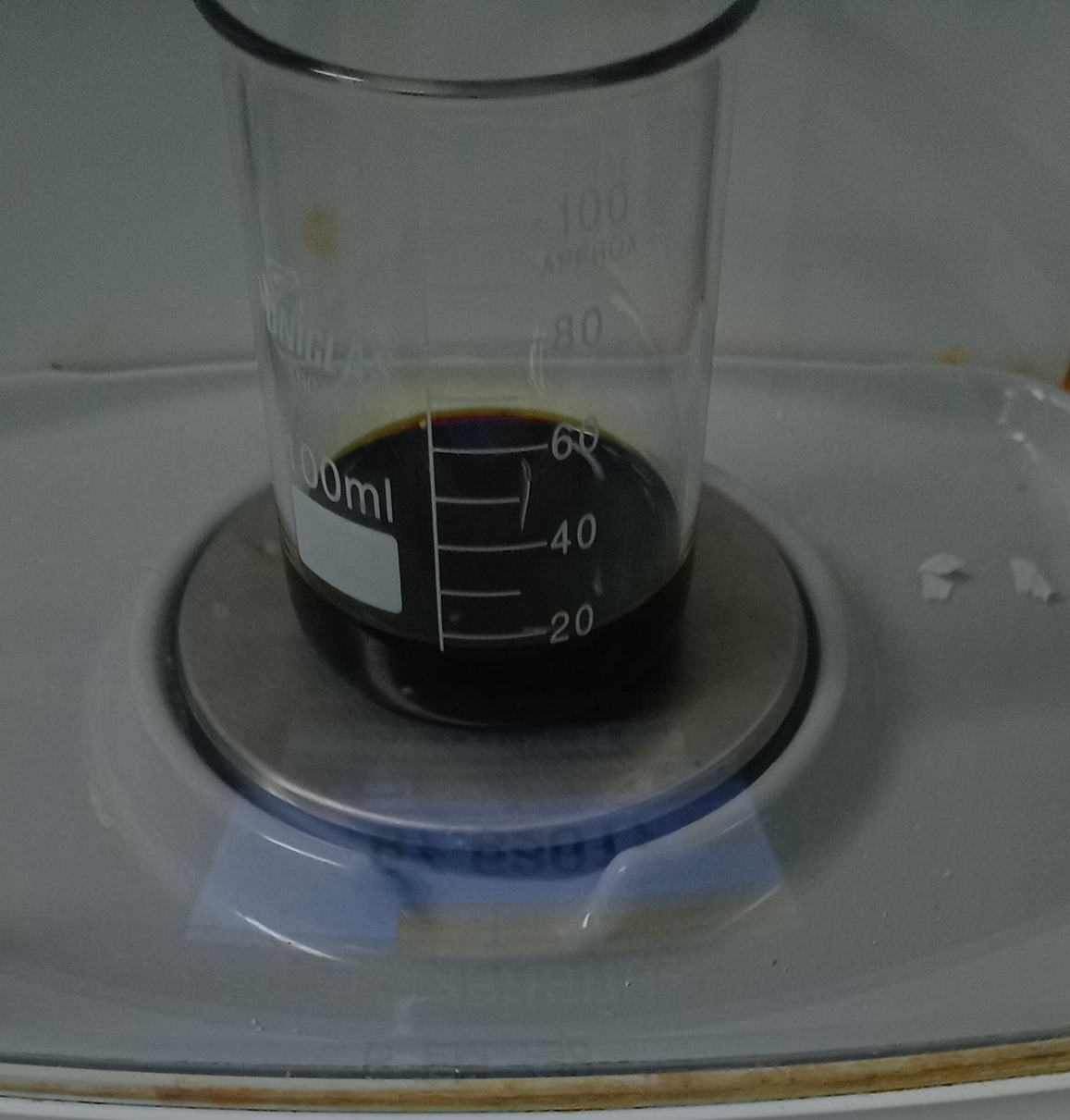
Max 120 g

d=0.00001 g

G

+61.74462 g

0,0010 a 219,9999 g



D–EM–730

sartorius

0

T

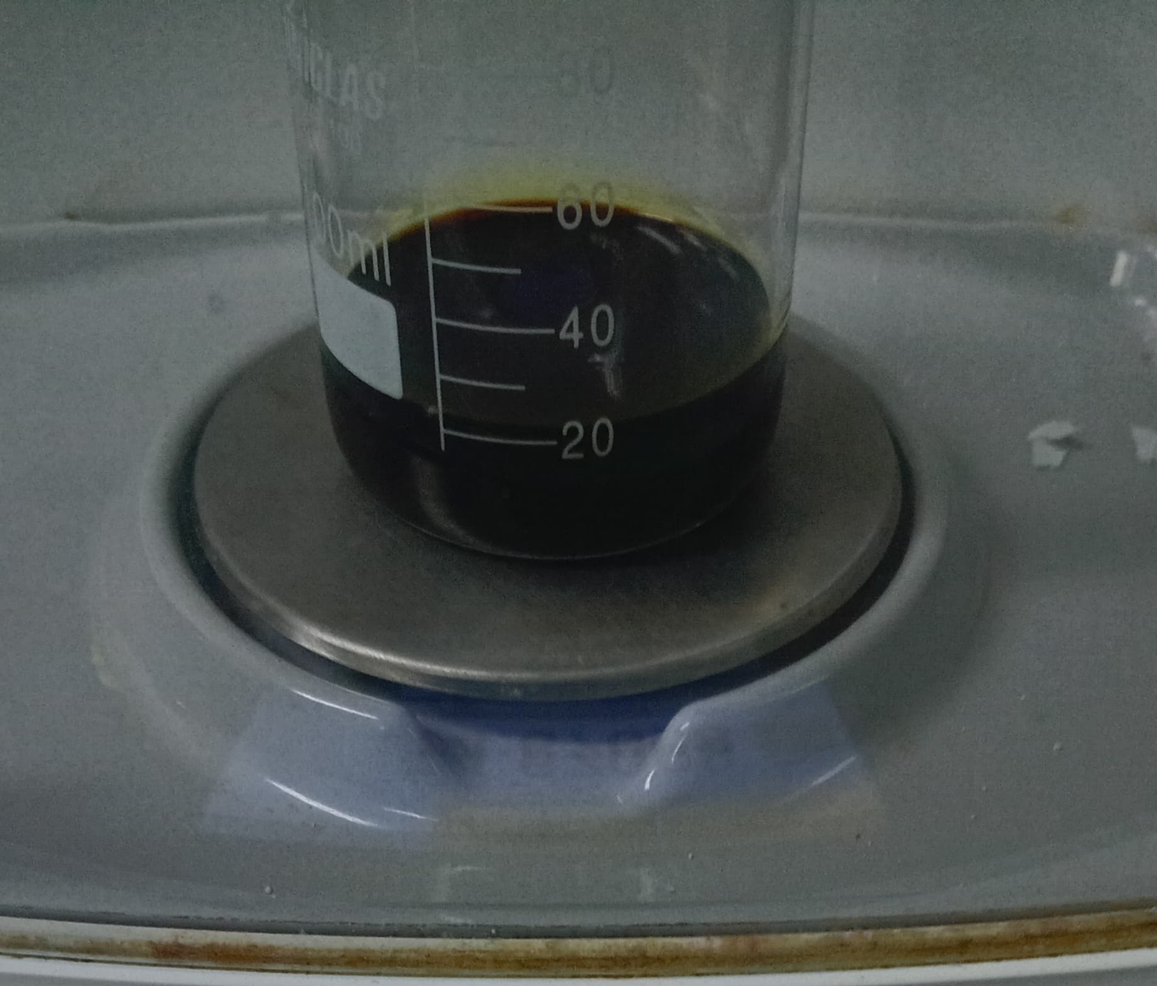
Max 120 g

d=0.00001 g

G

+67.62017 g

0,0010 a 219,9999 g



D–EM–730

sartorius

0

T

Max 120 g

d=0.00001 g

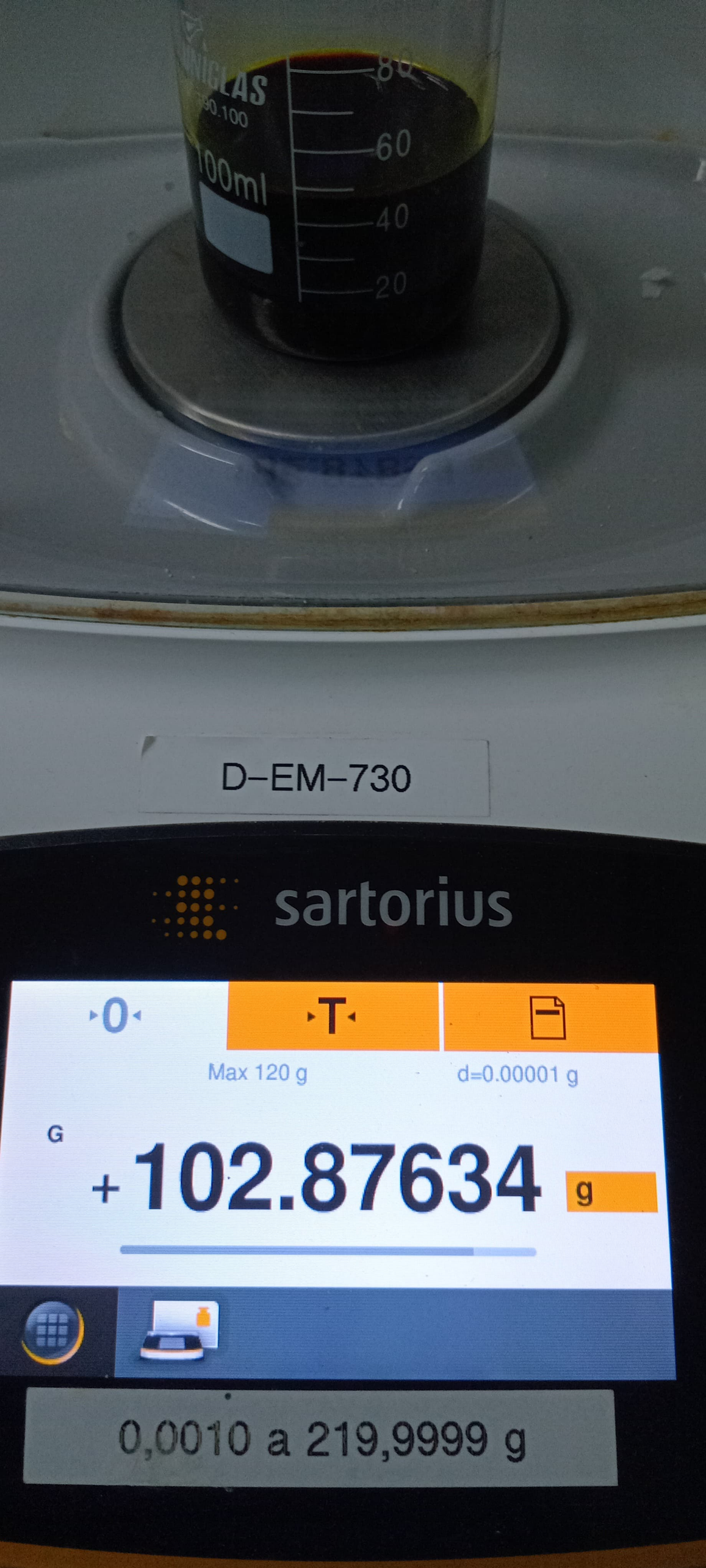
G

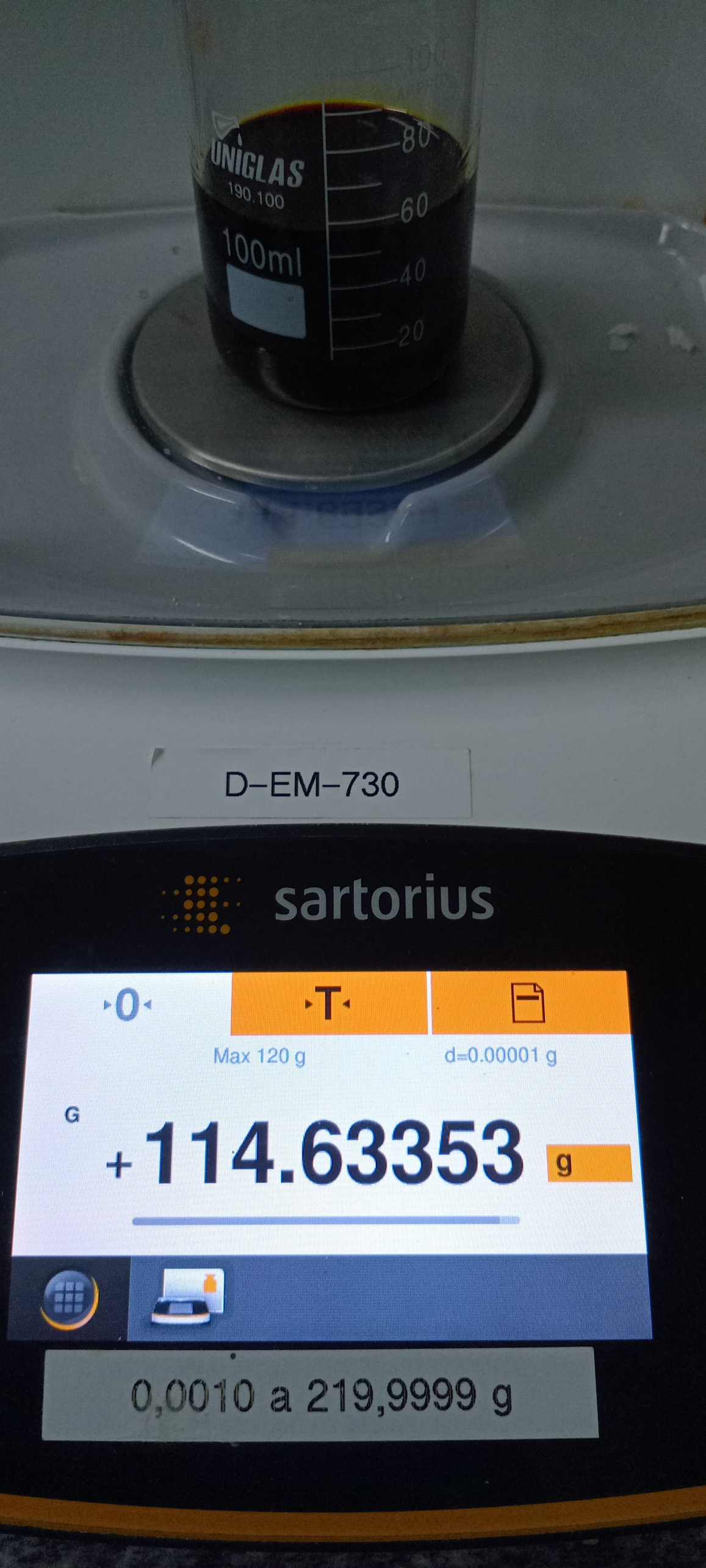
+ 74.67008 g

0,0010 a 219,9999 g


80
60
40
20
00ml
D–EM–730
sartorius
0
T
Max 120 g
d=0.00001 g
G
+82.89374
g
0,0010 a 219,9999 g


100ml
60
40
20
D–EM–730
sartorius
0
T
Max 120 g
d=0.00001 g
G
+92.29703
g
0,0010 a 219,9999 g


80
60
40
20
100ml
D-EM-730
sartorius
0
T
Max 120 g
d=0.00001 g
G
+ 102.87634
g
0,0010 a 219,9999 g


UNIGLAS
190.100
100ml
80
60
40
20
D–EM–730
sartorius
0
T
Max 120 g
d=0.00001 g
G
+114.63353
g
0,0010 a 219,9999 g

20.3. FATORAÇÃO DO TITULANTE

Método de teste:

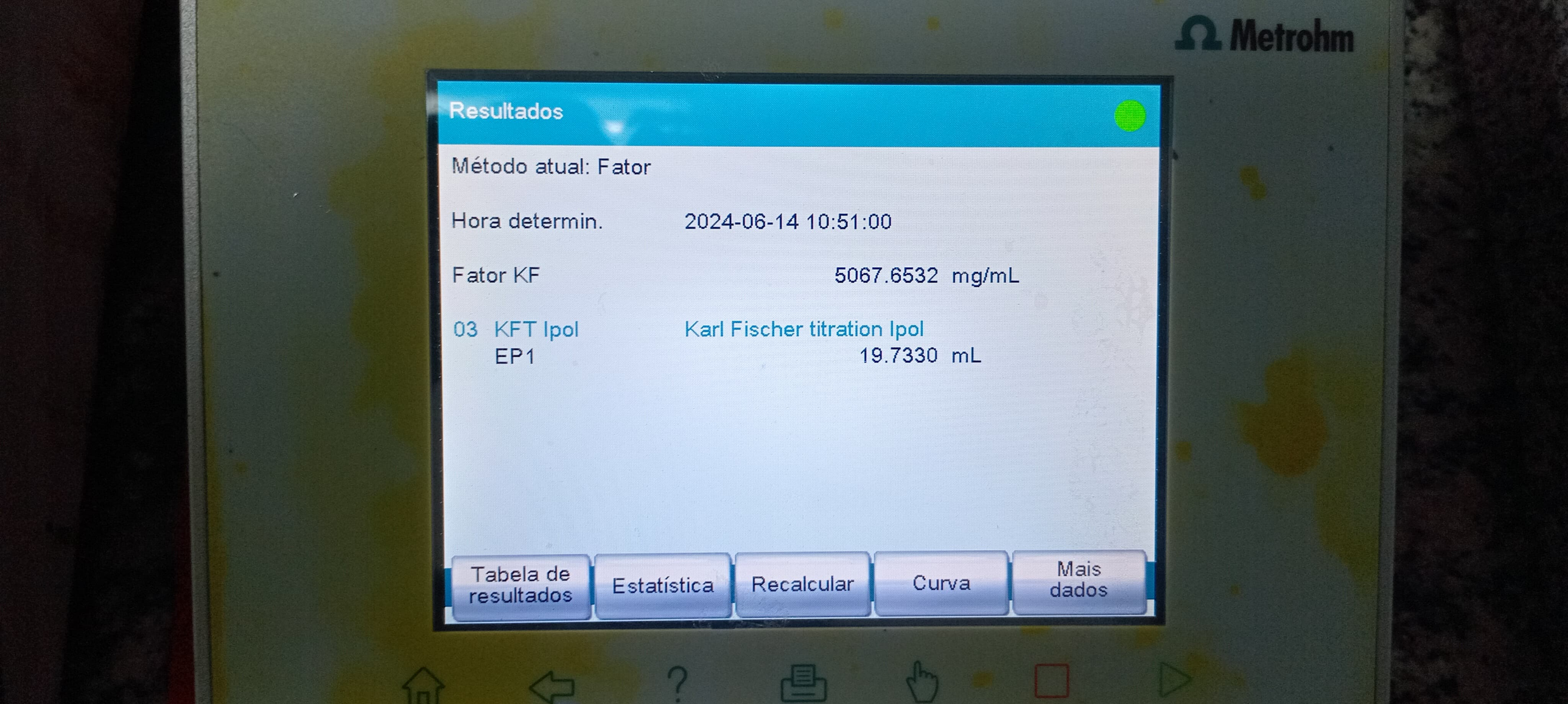
Esta seção tem como objetivo registar os parâmetros de execução e garantir a exatidão das leituras de repetibilidade a serem executadas neste relatório de qualificação.

Parâmetros de leitura:

1. Leitura: Titulação Karl Fisher Peso da Amostra: Aproximadamente 10 mg
2. Procedimento do teste:
3. Configurar os parâmetros de leitura;
4. Pesar em uma balança analítica 10 mg do padrão de titulação, aproximadamente;
5. Iniciar a análise de titulação;
6. Preencher o formulário 6 – Parâmetros de Método.

PARÂMETRO CONFIGURADO	VALOR ENCONTRADO	CÁLCULO/ RESULTADO
Tipo de Titulante	**CombiTitrant 5**	
Tipo de Amostra	**Padrão 1,0% Água**	
Massa da Amostra (m)	**0,100 g**	
Concentração de Água (C)	**100,0 %**	
Massa Absoluta de Água (mw)	**100,0 mg**	**mw = C × m**
Volume de Titulante (V)	**19,773 mL**	
Título da Solução (T)	**5067,6532 mg/mL**	**T = mw / V**
Critério de Aceitação do Titulante (mg/mL)	**Entre 4,0 e 6,0 g/mL**	**APROVADO**
Comentários:		
Executor: **MATEUS CARREIRA LIMA** Data: **14/06/2024**		

Formulário 7 – fatoração das buretas.


Metrohm
Resultados
Método atual: Fator
Hora determin. 2024-06-14 10:51:00
Fator KF 5067.6532 mg/mL
03 KFT Ipol Karl Fischer titration Ipol
EP1 19.7330 mL
Tabela de resultados
Estatística
Recalcular
Curva
Mais dados

20.4. REPETIBILIDADE DE LEITURA DO PADRÃO

Método de teste:

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

Parâmetros de leitura:

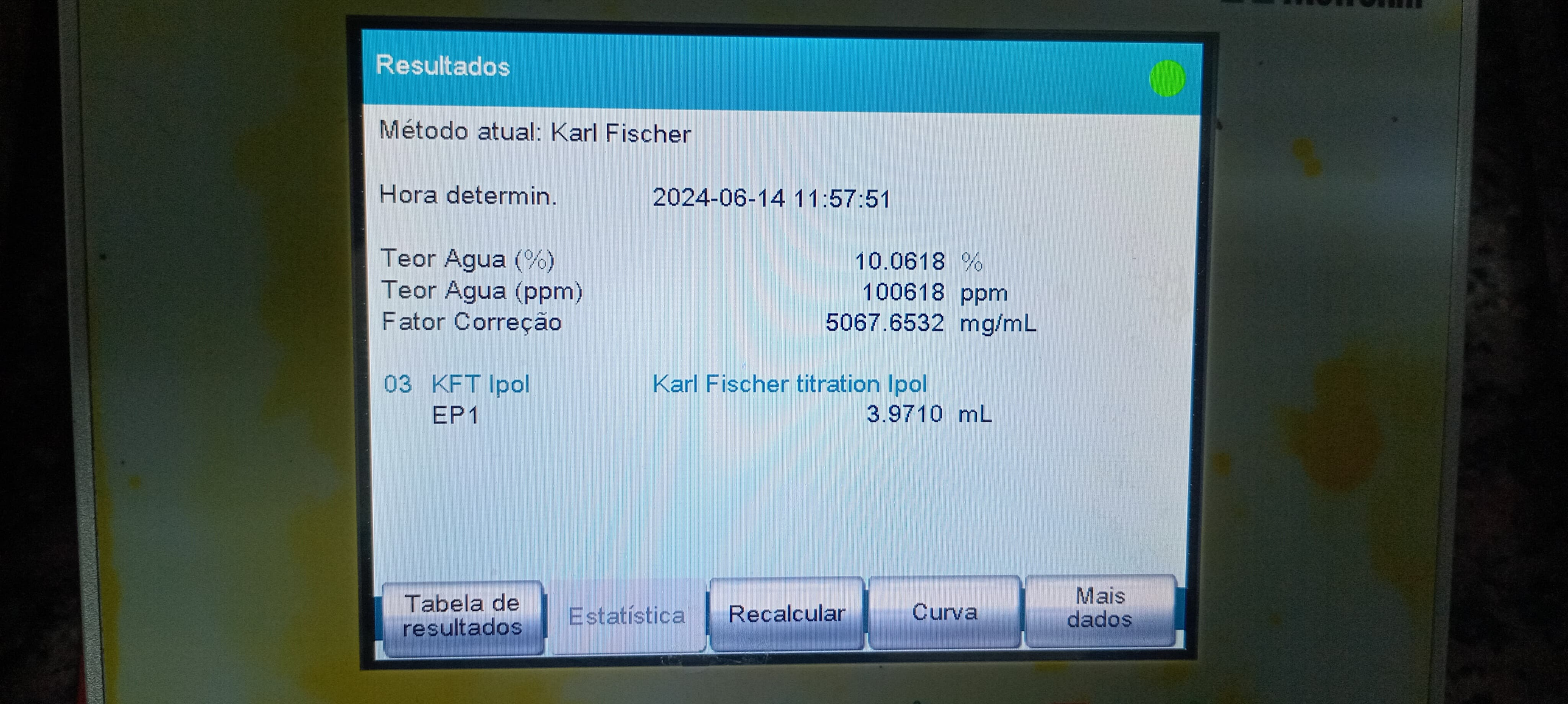
Número de leituras 5
Método de leitura: Titulação por Karl Fisher Peso da amostra 10 mg, aproximadamente

Procedimento do teste:

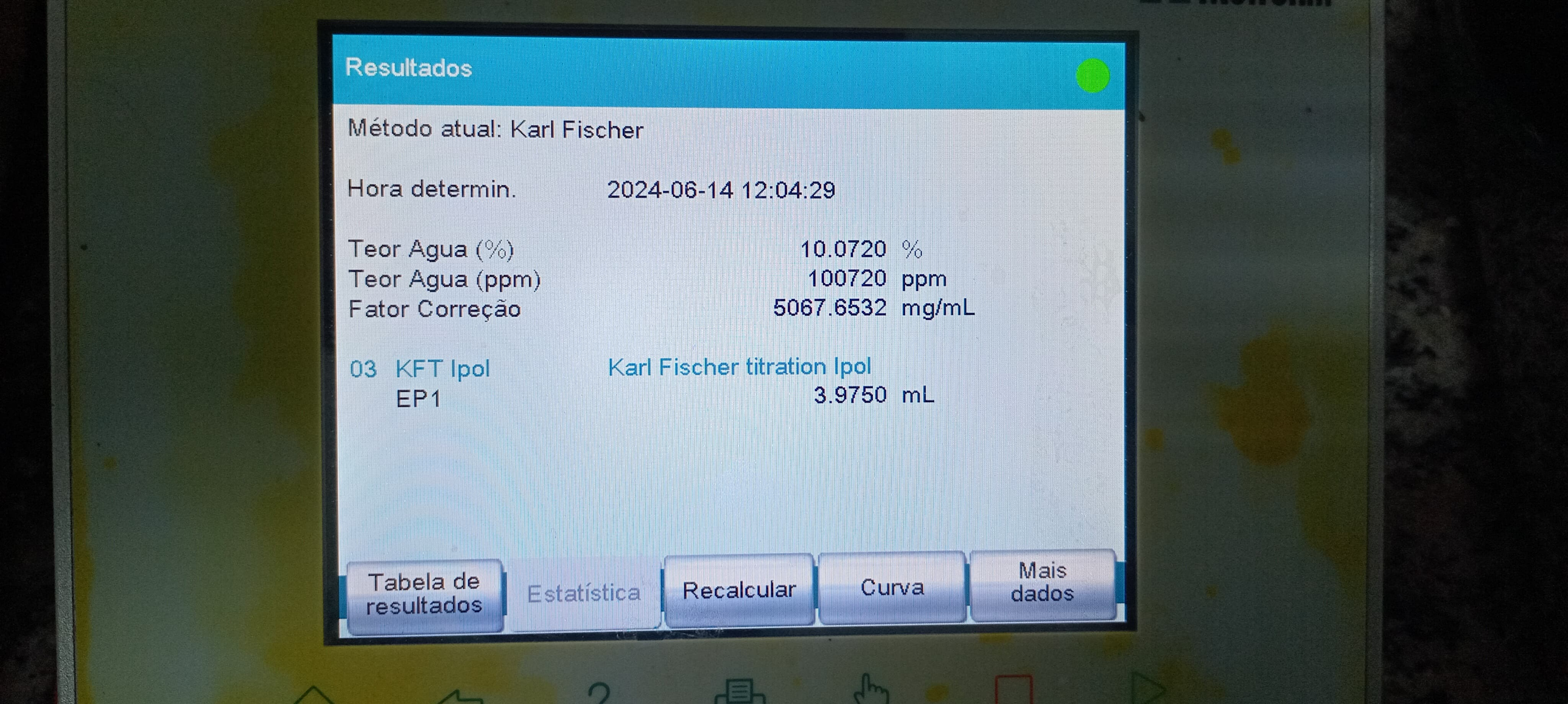
1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Aguardar a estabilização da solução titulante;
3. Realizar a pesagem do padrão;
4. Anotar o resultado de porcentagem de água da amostra;
5. Repetir os passos 2, 3 e 4 por mais quatro vezes;
6. Preencher o formulário 7 - Repetibilidade de Leitura do Padrão.

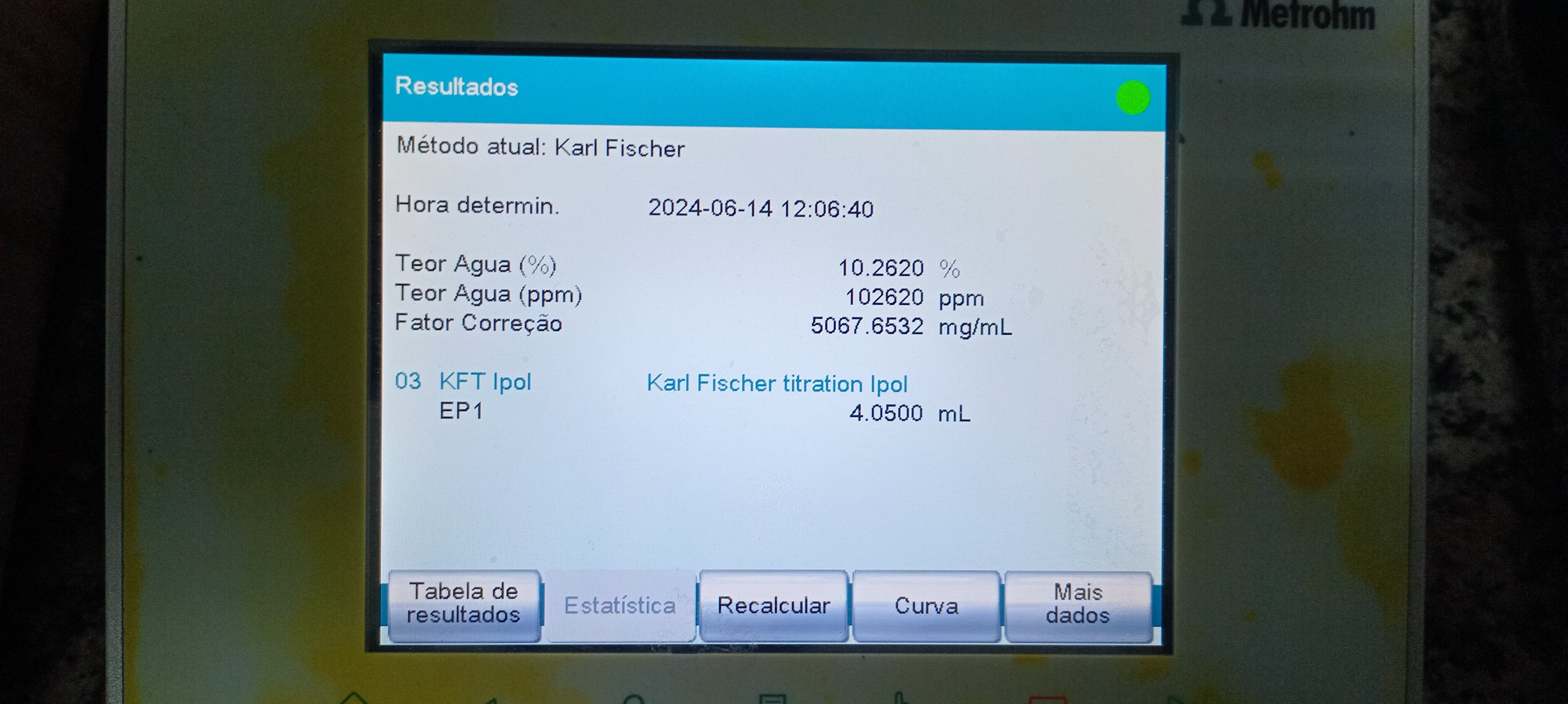
AMOSTRA	*PROPORÇÃO DE ÁGUA (%)*	*DESVIO PADRÃO RELATIVO (%)*	*CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%)*	*RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)*
1	10,1074	0,83	≤ 3.0	**APROVADO**
2	10,0618			
3	10,1834			
4	10,0720			
5	10,2620			
Comentários:				
Executor:	**MATEUS CARREIRA LIMA**			
Data:	**14/06/2024**			

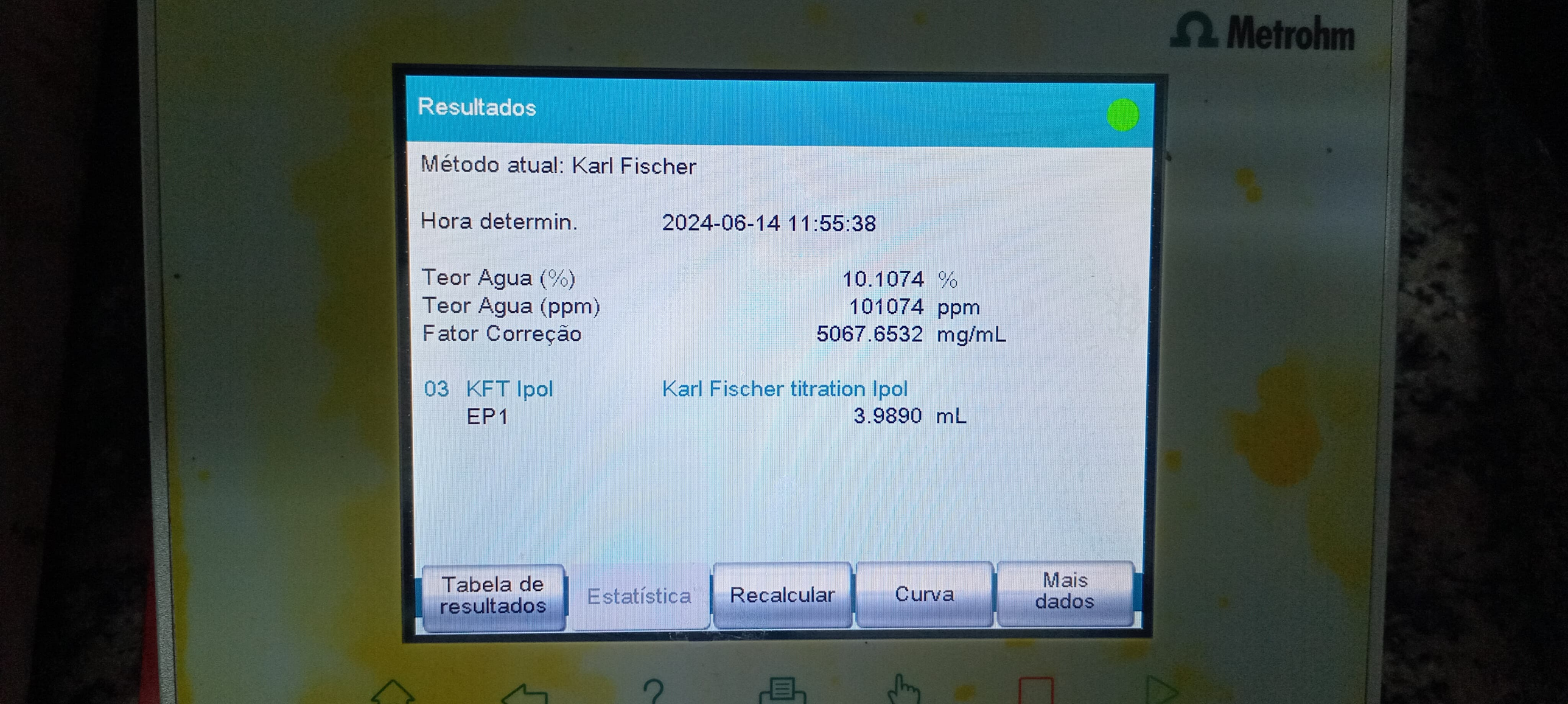
Formulário 8 – repetibilidade da leitura.


Resultados
Método atual: Karl Fischer
Hora determin. 2024-06-14 11:57:51
Teor Agua (%) 10.0618 %
Teor Agua (ppm) 100618 ppm
Fator Correção 5067.6532 mg/mL
03 KFT Ipol Karl Fischer titration Ipol
EP1 3.9710 mL
Tabela de resultados
Estatística
Recalcular
Curva
Mais dados


Metrohm
Resultados
Método atual: Karl Fischer
Hora determin. 2024-06-14 12:02:24
Teor Agua (%) 10.1834 %
Teor Agua (ppm) 101834 ppm
Fator Correção 5067.6532 mg/mL
03 KFT Ipol Karl Fischer titration Ipol
EP1 4.0190 mL
Tabela de resultados
Estatística
Recalcular
Curva
Mais dados


Resultados
Método atual: Karl Fischer
Hora determin. 2024-06-14 12:04:29
Teor Agua (%) 10.0720 %
Teor Agua (ppm) 100720 ppm
Fator Correção 5067.6532 mg/mL
03 KFT Ipol Karl Fischer titration Ipol
EP1 3.9750 mL
Tabela de resultados
Estatística
Recalcular
Curva
Mais dados


Metrohm
Resultados
Método atual: Karl Fischer
Hora determin. 2024-06-14 12:06:40
Teor Agua (%) 10.2620 %
Teor Agua (ppm) 102620 ppm
Fator Correção 5067.6532 mg/mL
03 KFT Ipol Karl Fischer titration Ipol
EP1 4.0500 mL
Tabela de resultados
Estatística
Recalcular
Curva
Mais dados


Metrohm
Resultados
Método atual: Karl Fischer
Hora determin. 2024-06-14 11:55:38
Teor Agua (%) 10.1074 %
Teor Agua (ppm) 101074 ppm
Fator Correção 5067.6532 mg/mL
03 KFT Ipol Karl Fischer titration Ipol
EP1 3.9890 mL
Tabela de resultados
Estatística
Recalcular
Curva
Mais dados

21. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO TITULADOR

TESTES REALIZADOS		RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
Item 20.1	*Verificação de Funcionamento do Titulador*	**APROVADO**
Item 20.2	*Exatidão do Volume das Buretas*	**APROVADO**
Item 20.3	*Fatoração do Titulante*	**APROVADO**
Item 20.4	*Repetibilidade do Leitura do Padrão*	**APROVADO**
Executor: **MATEUS CARREIRA LIMA** Data: **14/06/2024**		

Formulário 9 – Resultados da qualificação.

22. ASSINATURAS DE APROVAÇÃO DESTE DOCUMENTO DE QUALIFICAÇÃO

EMPRESA:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS**
APROVADO POR:	**FABÍOLA SPIGARIOL**
FUNÇÃO:	**ASSISTENTE DE QUALIDADE**
DEPARTAMENTO:	**DOCUMENTAÇÃO**

ASSINATURA DIGITAL

EMPRESA CONTRATANTE:	
APROVADO POR:	

ASSINATURA DIGITAL

Data:	Revisão:	Itens:	Registro de alteração:
18/04/2022	Rev. 01	Todos	Todos.
26/04/2024	Rev. 02	Todos	Layout, ortografia e assinaturas.
17/06/2024	Rev. 03	Todos	Layout e numeração.