18.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO

Nesta página preencher somente o número do certificado e o Item 18.6, para atualização dos parâmetros do padrão selecionado.

18.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS E/OU MATERIAIS UTILIZADOS

INSTRUMENTO OU MATERIAL UTILIZADO	TAG OU NÚMERO DE SÉRIE	DATA DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO	DATA DA PRÓXIMA CALIBRAÇÃO	Nº DO CERTIFICADO	ANEXO
PADRÃO ATR VALIDATION STANDARD	**ATR-04**	**23/11/2023**	**23/11/2028**	**J521/2023**	A1
					A2
					A3

Atualizar

Este arquivo não deve ser unido antes de imprimir em PDF. Preencha, salve como ATR e envie como anexo.

21.1. NÍVEL DE ENERGIA - ATR

DEFINIÇÃO: O teste de Nível de Energia do acessório de ATR (Reflectância Total Atenuada) consiste em medir a intensidade do sinal infravermelho captado pelo detector quando o compartimento de amostras/acessório está vazio. Esse teste envolve a coleta de um espectro de *background* que é comparado ao perfil obtido na instalação do acessório. A análise é realizada em pontos específicos de número de onda, garantindo que o acessório mantenha uma sensibilidade adequada e funcionando dentro dos parâmetros esperados.

IMPORTÂNCIA: Esse teste é essencial para verificar se o acessório de ATR está operando de maneira estável e precisa. A manutenção do nível de energia adequado assegura que o acessório não tenha degradação de componentes ópticos ou problemas de alinhamento que possam comprometer a qualidade dos dados. Realizar essa verificação periodicamente garante a confiabilidade dos resultados analíticos, prevenindo variações indesejadas e mantendo a consistência das leituras ao longo do tempo.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	VALOR DA INSTALAÇÃO (%T)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%)
3000	**7.0253**	> **60.00%**
2000	**0.90811**	
1600	**6.4853**	
700	**1.1393**	

21.2. EXATIDÃO DO NÚMERO DE ONDA - ATR

DEFINIÇÃO: O teste de Exatidão do Número de Onda em um acessório de ATR verifica a precisão dos números de onda medidos. No contexto do ATR, o teste verifica se as posições dos picos de absorção medidos, correspondem precisamente às referencias do padrão. Esse padrão de referência contém bandas de absorção certificadas em posições espectrais bem definidas, o que permite a comparação com os valores medidos, garantindo que a posição das bandas está dentro dos limites de aceitação.

IMPORTÂNCIA: A exatidão do número de onda é crucial para assegurar que o acessório de ATR está realizando medições precisas, o que impacta diretamente a qualidade das análises espectrais. Esse teste garante que o equipamento identifica corretamente os picos/vales dos materiais analisados, essencial para aplicações que requerem alta precisão, como controle de qualidade e análise de materiais específicos. A verificação periódica evita desvios nas leituras, proporcionando confiabilidade e consistência nos resultados obtidos.

POSIÇÃO ESPERADA (cm^{-1})	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})
2920.66	± **2.0**
2852.20	
965.198	

698.105	

21.3. RESOLUÇÃO - ATR

DEFINIÇÃO: O teste de Resolução em um acessório de ATR avalia a capacidade do instrumento, de distinguir entre picos e vales próximos em um espectro. Esse parâmetro é medido utilizando um padrão de referência que apresenta picos bem definidos, permitindo avaliar a clareza com que o acessório consegue separar bandas adjacentes. A resolução adequada assegura que o instrumento possa identificar e diferenciar de maneira precisa as absorções características de cada componente presente na amostra.

IMPORTÂNCIA: A verificação da resolução é fundamental para garantir que o acessório de ATR seja capaz de diferenciar com precisão entre picos e vales de absorção muito próximas, o que é essencial para a análise detalhada de compostos complexos. A resolução adequada permite identificar nuances espectrais, oferecendo dados mais ricos e confiáveis. Esse controle evita interpretações errôneas que poderiam ocorrer devido à incapacidade do equipamento de discernir detalhes finos, assegurando a qualidade e a precisão das análises.

CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)	
NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	> **5**
850	
870	

21.4. REPETIBILIDADE DO NÚMERO DE ONDA - ATR

DEFINIÇÃO: O teste de Repetibilidade do Número de Onda em um acessório de ATR verifica a consistência das medições de posições das bandas de absorção em leituras consecutivas. Utilizando o padrão, mede-se a posição das bandas em dois espectros sucessivos, avaliando se a posição das bandas específicas, permanece constante, dentro de uma margem de aceitação.

IMPORTÂNCIA: Este teste é crucial para confirmar a estabilidade do acessório de ATR, assegurando que ele fornece resultados confiáveis em leituras repetidas. A repetibilidade garante que o acessório não apresente variações internas que possam comprometer a precisão dos dados ao longo do tempo, essencial para análises que exigem alta consistência. Esse controle contribui para a confiabilidade dos resultados e para a segurança nos processos que dependem da exatidão espectral.

CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})
± **1.0**

21.5. REPETIBILIDADE FOTOMÉTRICA - ATR

DEFINIÇÃO: O teste de Repetibilidade Fotométrica em um acessório de ATR visa avaliar a consistência dos valores de transmitância (%T) para bandas específicas em leituras consecutivas. No contexto de espectroscopia, essa característica indica a capacidade do equipamento de reproduzir a intensidade da absorção nas mesmas bandas específicas em leituras repetidas, mantendo valores fotométricos constantes dentro de uma margem de erro aceitável.

IMPORTÂNCIA: Esse teste é fundamental para assegurar a estabilidade fotométrica do acessório de ATR, garantindo que a resposta de intensidade do equipamento permaneça estável ao longo do tempo. A repetibilidade fotométrica é essencial para análises precisas, pois pequenas variações de intensidade podem afetar a interpretação dos dados espectrais e levar a conclusões incorretas sobre a amostra. A verificação da repetibilidade fotométrica assegura que o acessório está apto a fornecer leituras consistentes e confiáveis, aumentando a confiabilidade dos resultados e a segurança nas análises.

CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)

± **0.5**

21.6. SENSIBILIDADE - ATR

DEFINIÇÃO: O teste de Sensibilidade no acessório de ATR mede a capacidade de detectar pequenas variações na transmitância (%T) em uma região espectral onde a presença de CO_2 e umidade não interferem nas leituras (próxima de 2200 cm^{-1}para cristais de ZnSe ou 2800 cm^{-1} para cristais de diamante). Utilizando o compartimento de amostras vazio, são coletadas leituras de *background* e da "amostra" (sem nenhum material inserido), permitindo que o equipamento acumule espectros por 1 minuto a 4 cm^{-1} de resolução. A sensibilidade é então calculada como a razão sinal-ruído, usando a diferença de transmitância entre o pico mais alto e o mais baixo na região.

IMPORTÂNCIA: A sensibilidade é essencial para determinar a capacidade do acessório de ATR de detectar sinais fracos e distinguir detalhes em concentrações extremamente baixas de substâncias. Um alto valor de sensibilidade, com baixo ruído de fundo, é crucial para assegurar que o equipamento possa capturar informações de amostras que produzem sinais pequenos, o que é particularmente importante em análises complexas onde precisão e confiabilidade são críticas. Validar a sensibilidade é fundamental para manter o desempenho do instrumento em conformidade com padrões analíticos rigorosos, garantindo a qualidade das análises e a segurança dos resultados.

CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO

> **1000** :1

22. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ATR

22.1. NÍVEL DE ENERGIA - ATR

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:	
Número 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 mn/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}.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	VALOR OBTIDO (%T)	VALOR DA INSTALAÇÃO (%T)	PROPORÇÃO (%)	RESULTADO
3000	**6.4444**	**7.0253**	**91.73%**	**APROVADO**
2000	**0.85755**	**0.90811**	**94.43%**	**APROVADO**
1600	**6.1495**	**6.4853**	**94.82%**	**APROVADO**
700	**1.1512**	**1.1393**	**101.04%**	**APROVADO**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO:			**> 60.00%**	

Comentários: **N/A**

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

22.2. EXATIDÃO DO NÚMERO DE ONDA - ATR

O padrão mais comum utilizado para a verificação da exatidão do número de onda é o padrão com bandas bem definidas e certificada. O método consiste na leitura do espectro a 2 cm-¹ de resolução, e deve ser verificada a posição das bandas de absorção, conforme coluna "POSIÇÃO ESPERADA".

Parâmetros de leitura:	
Número 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 mn/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 no compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Verificar a posição das seguintes bandas de absorção, conforme coluna "POSIÇÃO ESPERADA".

POSIÇÃO ESPERADA (cm^{-1})	POSIÇÃO OBTIDA (cm^{-1})	DIFERENÇA (cm^{-1})	RESULTADO
2920.66	**2919.61**	**1.050**	**APROVADO**
2852.20	**2850.94**	**1.260**	**APROVADO**
965.198	**965.30**	**0.102**	**APROVADO**
698.105	**698.08**	**0.025**	**APROVADO**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})		**± 2.0**	

Comentários: **N/A**

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

22.3. RESOLUÇÃO - ATR

O padrão 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 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}.

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	VALOR ENCONTRADO (%T)	DIFERENÇA DOS VALORES ENCONTRADOS (%T)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)	RESULTADO
850	**77.744**	**32.51400**	**> 5**	**APROVADO**
870	**45.23**			
Comentários: **N/A**				
Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**				

22.4. REPETIBILIDADE DO NÚMERO DE ONDA - ATR

O padrão a ser utilizado para a verificação da repetibilidade do número de onda é um padrão com bandas de absorbância certificada. O mesmo padrão deve se utilizados em 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, conforme coluna "NÚMERO DE ONDA".

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	1ª POSIÇÃO (cm^{-1})	2ª POSIÇÃO (cm^{-1})	DIFERENÇA (cm^{-1})	RESULTADO
2920.66	**2919.39**	**2919.40**	**0.010**	**APROVADO**
2852.20	**2850.92**	**2850.90**	**0.020**	**APROVADO**
965.198	**965.27**	**965.30**	**0.030**	**APROVADO**
698.105	**698.05**	**698.02**	**0.030**	**APROVADO**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})		± **1.0**		

Comentários: **N/A**

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

22.5. REPETIBILIDADE FOTOMÉTRICA - ATR

Este teste requer o uso de uma amostra, como o padrão de ATR, 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 compartimento de amostra;
5. Iniciar a leitura do padrão;
6. Repetir a leitura do espectro do *background* e do padrão;
7. Verificar a transmitância das seguintes bandas de absorção, conforme coluna "NÚMERO DE ONDA".

NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	1ª POSIÇÃO (%T)	2ª POSIÇÃO (%T)	DIFERENÇA (%T)	RESULTADO
2920.66	**57.06**	**57.11**	**0.0500**	**APROVADO**
2852.20	**67.92**	**67.99**	**0.0700**	**APROVADO**
965.198	**75.10**	**75.05**	**0.0500**	**APROVADO**
698.105	**65.78**	**65.73**	**0.0500**	**APROVADO**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)		± **0.5**		

Comentários: **N/A**

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

22.6. SENSIBILIDADE - ATR

O teste por leitura de amostra será realizado acumulando 48 espectros a 4 cm^{-1} em uma região onde nem o CO_2 e nem a humidade 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* %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. 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 e o menor pico;
6. O valor do sinal ruído é expresso como: 100/ (diferença de pico a pico): 1.

*Quando necessário será realizado o "Autoteste" do equipamento para aprovação do teste.

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	RESULTADO
100.01	**0.013000**	VALOR OBTIDO	**APROVADO**
99.997		**7692.30769**	
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO		**> 1000 :1**	
Método Utilizado:	☑ Por leitura de amostra	☐ Por Autoteste	
Comentários: **N/A**			
Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**			

Testes TMT os resultados são SELECIONÁVEIS, por favor, selecione se o teste foi APROVADO. Os resultados de ATR o PDF já atualiza sozinho.

Os resultados obtidos foram avaliados através do relatório de qualificação.

TESTES REALIZADOS	RESULTADO
20.1. Nível de energia - TMT	**APROVADO**
20.2. Exatidão do número de onda - TMT	**APROVADO**
20.3. Resolução - TMT	**APROVADO**
20.4. Repetibilidade do número de onda - TMT	**APROVADO**
20.5. Repetibilidade fotométrica - TMT	**APROVADO**
20.6. Sensibilidade - TMT	**APROVADO**
22.1. Nível de energia - ATR	**APROVADO**
22.2. Exatidão do número de onda - ATR	**APROVADO**
22.3. Resolução - ATR	**APROVADO**
22.4. Repetibilidade do número de onda - ATR	**APROVADO**
22.5. Repetibilidade fotométrica - ATR	**APROVADO**
22.6. Sensibilidade - ATR	**APROVADO**
Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**	

24. 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 Digital
Empresa Contratada:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA**	
Departamento:	**DOCUMENTAÇÃO**	
Função:	**ASSIST. DE QUALIDADE**	

Empresa Contratante:		
Aprovado por:		Assinatura Digital

25. HISTÓRICO DE REVISÕES			
DATA DE EFETIVIDADE:	***REVISÃO***	***ITENS***	***REGISTRO DE ALTERAÇÕES***
16/06/2025	00	Todos	Elaboração do Documento.