

QPack

Número:
395/26

Protocolo de Qualificação

Empresa: SANTISA LABORATORIO FARMACEUTICO S.A

Equipamento: ESPECTRÔMETRO FT/IR

Fabricante: PERKIN ELMER

Modelo: SPECTRUM ONE **TAG:** ESP-002

Período de Qualificação: 27/08/2026 **A** 27/08/2026

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

PROTOCOLO DE QUALIFICAÇÃO:	**395/26**
PERÍODO DA QUALIFICAÇÃO:	**27/08/2026** A **27/08/2026**

1. INTRODUÇÃO **3**
2. OBJETIVO **3**
3. SIGLAS E DEFINIÇÕES **3**
4. MODELO DE QUALIFICAÇÃO **4**
5. CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO **5**
6. TESTES ADICIONAIS **5**
7. DIREITOS RESERVADOS **5**
8. RESPONSABILIDADES **5**
8.1. CONTRATANTE 6
8.2. QPACK 6
9. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS **6**
10. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO **6**
11. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS **7**
12. MANUTENÇÃO PREVENTIVA **7**
13. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL **7**
13.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO 8
14. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO **8**
15. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO **8**
16. CÁLCULOS **9**
16.1. MÉDIA 9
16.2. DESVIO PADRÃO 9
16.3. COEFICIENTE DE VARIAÇÃO OU % DPR 10
16.4. % DESVIO 10
16.5. DESVIO 10
17. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS **11**
18. IDENTIFICAÇÕES **12**
18.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE 12
18.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA 12
18.3. IDENTIFICAÇÃO DO REVISOR 12
18.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO 13
18.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS 13
18.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS OU MATERIAIS UTILIZADOS 13
19. DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS ATR **14**
19.1. NÍVEL DE ENERGIA - ATR 14
19.2. EXATIDÃO DO NÚMERO DE ONDA - ATR 14
19.3. RESOLUÇÃO - ATR 15
19.4. REPETIBILIDADE DO NÚMERO DE ONDA - ATR 15
19.5. REPETIBILIDADE FOTOMÉTRICA - ATR 15

19.6. SENSIBILIDADE - ATR 16

20. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ATR 17

20.1. NÍVEL DE ENERGIA - ATR 17
20.2. EXATIDÃO DO NÚMERO DE ONDA - ATR 18
20.3. RESOLUÇÃO - ATR 19
20.4. REPETIBILIDADE DO NÚMERO DE ONDA -ATR 20
20.5. REPETIBILIDADE FOTOMÉTRICA - ATR 21
20.6. SENSIBILIDADE - ATR 22

21. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO EQUIPAMENTO 23

22. ASSINATURAS 24

23. HISTÓRICO DE REVISÕES 25

1. INTRODUÇÃO

Este protocolo foi elaborado para ser utilizado por indivíduos treinados, responsáveis por executar e revisar o conteúdo descrito nele, que verificará se o equipamento opera segundo suas especificações.

Dentro da indústria farmacêutica, alimentícia, laboratórios de prestação de serviços, entre outros, muitos equipamentos de laboratório, instrumentos e sistemas analíticos computadorizados são utilizados. Estes sistemas são usados para a aquisição de dados e assegurar que os produtos estão adequados para os seus propósitos. Com o crescimento, a sofisticação e a automatização de instrumentos analíticos, há uma crescente demanda para qualificação desses sistemas a fim de assegurar a confiabilidade dos seus dados.

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

Este protocolo exige três tipos de pessoas:

- ✓ ***QPACK***, especialista - Pessoa treinada e qualificada (como definido pela ***BPF*** e ***BPL*** e os órgãos reguladores) para executar os procedimentos de ***QUALIFICAÇÃO*** desta documentação;

- ✓ ***QPACK***, revisor - Pessoa treinada e qualificada (como definido pela ***BPF*** e ***BPL*** e os órgãos reguladores) para revisar e aprovar os testes realizados pelo especialista;

- ✓ ***CONTRATANTE***, um responsável treinado e qualificado (como definido pela ***BPF*** e ***BPL*** e os órgãos reguladores) para conferir e aprovar todos os testes realizados neste protocolo.

2. OBJETIVO

O objetivo deste protocolo é orientar sobre a estrutura, conceito e processo de ***QUALIFICAÇÃO*** para um ***FT-IR*** seguindo os procedimentos de qualidade da ***QPACK***.

3. 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
cm^{-1}	Número de Onda

EP	*European Pharmacopeia*
FT-IR	*Fourier Transform Infrared*
JP	*Japanese Pharmacopeia*
N/A	Não Aplicável
USP	*United States Pharmacopeia*

4. MODELO DE QUALIFICAÇÃO

A documentação de ***QUALIFICAÇÃO*** da ***QPACK*** baseia-se no modelo indicado na tabela abaixo.

Os princípios básicos de recomendações para ***QUALIFICAÇÃO*** estão de acordo com as diretrizes ***BPF*** e ***BPL*** atualmente aplicáveis. É recomendado a empresa ***CONTRATANTE*** realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

Requerimentos	*Verificação*
Durante o desenvolvimento do instrumento, todos os requerimentos devem ser atendidos.	***QD*** (**Q**ualificação de **D**esigner) - ***FABRICANTE***
O sistema deve ser fabricado e testado de acordo com as especificações.	Protocolo de aceitação interna - ***FABRICANTE***
O sistema deve ser instalado de acordo com as especificações do fabricante	***QI*** (**Q**ualificação de **I**nstalação) - Empresa ***CONTRATADA***, quando contratado
Versão de *firmware*, ajustes e configurações são documentadas	*Logbook* de registro de atividades - Empresa ***CONTRATANTE*** / Empresa ***CONTRATADA***
O sistema cumpre os critérios de aceitação especificados	***QO*** (**Q**ualificação **O**peracional) - Empresa ***CONTRATADA***
O usuário deverá ser treinado	Documentação de treinamento - Empresa ***CONTRATADA***
Documentos escritos para o bom funcionamento devem estar presentes	Instruções de operação - Empresa ***CONTRATANTE***
Execução de uma leitura de amostra da empresa ***CONTRATANTE*** de um método validado, para avaliação dos parâmetros de *System Suitability*	***QD*** (**Q**ualificação de **D**esempenho) - Empresa ***CONTRATANTE***

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*** e ***ASTM***, foram seguidos os limites propostos pelo fabricante do ***FT-IR***.

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

No caso de uma reprovação do teste, os resultados fora de especificação deverão ser anexados neste protocolo, além da entrada de uma justificativa do especialista indicando as causas da reprovação no documento Ordem de Serviço, e se existe a necessidade de uma ação corretiva.

Estas informações serão associadas, e disponibilizadas ao cliente para rastreabilidade do processo no site: cliente.qpack.com.br

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

6. TESTES ADICIONAIS

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

7. DIREITOS RESERVADOS

Este protocolo, desenvolvido por meio do Núcleo de Suporte Técnico da ***QPACK***, é totalmente protegido por direitos autorais e não pode ser utilizado ou reproduzido sem a concordância e autorização prévia dos detentores dos direitos.

As informações e procedimentos contidos neste protocolo estão sujeitas a mudanças sem notificação prévia, estando relacionadas especialmente com as definições dos órgãos competentes, não cabendo assim, nenhum tipo de responsabilidade para a ***QPACK***.

8. RESPONSABILIDADES

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

8.1. CONTRATANTE

- ✓ Aprovar os parâmetros e limites estipulados neste protocolo, antes da execução da ***QUALIFICAÇÃO*** do instrumento;
- ✓ A empresa ***CONTRATANTE*** se responsabiliza em prover boas condições para a realização do serviço, tais como temperatura controlada, rede elétrica estabilizada, espaço físico suficiente para realização do serviço, vidrarias, solventes diversos, reagentes, assim como local apropriado para o descarte deles;
- ✓ Conferir a etiqueta de ***QUALIFICAÇÃO*** do equipamento que será entregue no dia do encerramento do serviço;
- ✓ Conferir e assinar a Ordem de Serviço em formato eletrônico, do trabalho realizado;
- ✓ A empresa ***CONTRATANTE*** se responsabiliza por conferir e aprovar todo o protocolo entregue, aceitando assim, a ***QUALIFICAÇÃO*** do equipamento fornecida pela ***QPACK***.

8.2. QPACK

- ✓ Enviar um especialista treinado e qualificado para executar todos os procedimentos de qualificação;
- ✓ Prover a cada especialista, um kit de ***QUALIFICAÇÃO*** adequado para execução do serviço, compatível com qualquer configuração de ***FT-IR*** disponível;
- ✓ Realizar a manutenção preventiva do instrumento antes da ***QUALIFICAÇÃO*** dele, ***QUANDO CONTRATADA***;
- ✓ Preencher a Ordem de Serviço com desvios e recomendações para resolução de problemas, quando aplicável;
- ✓ Fornecer o certificado de ***QUALIFICAÇÃO*** ou de análise comprovando que os padrões e soluções de referência estão dentro da validade;
- ✓ Entregar para contratante todo protocolo pertinente à execução do serviço e o relatório final de ***QUALIFICAÇÃO***.

9. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS

- ✓ Padrão de ATR *(ATR Validation Standard).*

10. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO

Para completar o procedimento de ***QUALIFICAÇÃO*** mencionados neste protocolo, é necessário certificar-se de ter os itens abaixo disponíveis para consulta:

- ✓ A especificação completa do instrumento a ser qualificado;
- ✓ Configuração do *software* de controle e aquisição de dados (se aplicável);
- ✓ Os manuais de operação do instrumento.

11. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS

O especialista e o revisor devem usar as seguintes diretrizes para o preenchimento do protocolo:

- ✓ Este documento é composto por um caderno, correspondente ao acessório de amostragem ATR;
- ✓ Todos os itens dos formulários devem ser preenchidos (exceto o campo comentários que é opcional);
- ✓ As colunas de resultado devem ser preenchidas exclusivamente com: "***APROVADO***", "***REPROVADO***" ou "***N/A***";
- ✓ Quando o valor ou campo não for aplicável ao modelo do equipamento ou a função testada for inexistente, o campo deve ser riscado com uma linha diagonal da esquerda superior para a direita inferior. Caso a tabela tenha mais de quatro campos não aplicáveis, utilize a linha diagonal em todos eles. Se houver quatro ou menos campos não aplicáveis, preencha-os com "***N/A***";
- ✓ Todas as datas deverão ser preenchidas no formato ***DD/MM/AAAA***;
- ✓ Qualquer desvio a partir de um procedimento definido no protocolo e/ou resultados obtidos onde medidas corretivas forem necessárias, estas devem ser documentados no adendo "***LISTA DE DESVIOS***", o responsável pelo instrumento tem que dar aprovação documentada com seu aceite para qualquer adequação ou divergência no protocolo antes das assinaturas de aprovação final. O teste em questão deverá ser novamente executado e anexado ao protocolo numerando a página conforme a página do teste que falhou, seguido de letras em ordem alfabética (ex.: página 12A, página 12B etc.);
- ✓ Todos os resultados, espectros e demais evidências, devem ser anexados ao término de cada teste. Além disso, os relatórios, certificados de treinamento e dos padrões deverão ser incluídos ao final deste protocolo e entregues à contratante.

12. MANUTENÇÃO PREVENTIVA

Tem como objetivo assegurar que o equipamento esteja em boas condições e que possa ser operado com segurança dentro da rotina do laboratório.

Este procedimento torna-se de vital importância no processo de ***QUALIFICAÇÃO***, pois o sistema será verificado em seus pontos críticos, sofrendo ajustes quando necessário, e/ou substituição de peças de desgaste natural.

13. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL

Seguindo corretamente os procedimentos de ***QUALIFICAÇÃO*** do ***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 ***FT-IR*** opera adequadamente.

13.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o responsável do ***FT-IR*** siga estas diretrizes para determinar quando é necessário realizar a ***REQUALIFICAÇÃO***:

- ✓ A periodicidade da ***REQUALIFICAÇÃO*** deverá ser definida pelo ***CONTRATANTE***, baseando-se na frequência do uso, desgaste 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*.

14. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO

Antes de iniciar a ***QUALIFICAÇÃO*** operacional, certifique-se de que o especialista e o revisor tenham lido e entendido todas as partes deste documento de ***QUALIFICAÇÃO***. As páginas anteriores detalham os procedimentos de preenchimentos dos formulários.

Após completar cada procedimento de ***QUALIFICAÇÃO***, o especialista deve registrar todos os resultados obtidos no formulário correspondente.

Se o especialista não completar corretamente um procedimento desta documentação de ***QUALIFICAÇÃO***, ele não deverá continuar os testes até que o problema seja resolvido.

O especialista deverá documentar que ação foi tomada para corrigir o problema na seção de comentários do formulário correspondente.

Quando for executar os testes de ***QUALIFICAÇÃO***, o especialista deve seguir as ***BPL*** todo o tempo. Sempre usar óculos de segurança e roupas adequadas e tomar os devidos cuidados quando for manipular solventes.

15. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO

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

- ✓ Deverá ser preenchido o ***NÚMERO DO CERTIFICADO***;
- ✓ O ***MODELO*** do equipamento;
- ✓ ***NÚMERO DE SÉRIE*** do equipamento ou ***TAG***;
- ✓ Quem executou o serviço;
- ✓ Tipo de serviço realizado;
- ✓ A data atual da conclusão no formato ***DD/MM/AAAA***;
- ✓ Para o campo ***PRÓXIMA DATA*** consulte o responsável do laboratório

contratante, pois cada ***CONTRATANTE*** tem um cronograma definido que estipula a periodicidade dos serviços de qualificação.

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

16. CÁLCULOS

Esta seção inclui todos os cálculos e fórmulas para todos os testes disponíveis. Dependendo dos testes que foram executados na ***QUALIFICAÇÃO***, apenas os cálculos pertinentes a eles serão aplicados.

16.1. MÉDIA

A média aritmética simples é obtida dividindo-se a soma das observações pelo número delas. É um quociente geralmente representado pelo símbolo $\overline{X}$. Se tivermos uma série de n valores de uma variável x, a média aritmética simples será determinada pela expressão:

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_{med\,i}}{n}$$

$\overline{X}$

Onde:

$X_{med\,i}$ = *Valor amostral, leitura i-ésimo de n*

n = *Número total de leituras amostrais*

16.2. DESVIO PADRÃO

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

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

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

Onde:

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

X *med* = Valor médio amostral para n valores

n = Número total de leituras amostrais

16.3. COEFICIENTE DE VARIAÇÃO OU % DPR

O coeficiente de variação (C.V.) ou %DPR é uma medida de dispersão relativa, pois expressa a relação percentual do desvio padrão em relação à média.

É visto que o conceito estatístico de desvio padrão corresponde ao conceito matemático de distância, ou seja, a dispersão dos dados em relação à média de uma sequência. É chamado de dispersão absoluta o desvio padrão, e de dispersão relativa o coeficiente de variação que é a divisão entre o desvio padrão e a média. Assim o cálculo será determinado pela expressão:

$$CV\ ou\ \%\ DPR = \frac{DP\ x\ 100}{Média}$$

Onde:

DP = Desvio padrão para n valores

Média = Valor médio amostral para n valores

16.4. % 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:

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

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

16.5. DESVIO

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

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

Onde:

Xleit = Valor da leitura para X

Xprogr = Valor programado para X

17. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS

NORMA ABNT NBR ISO 9001:2015 – SISTEMAS DE GESTÃO DA QUALIDADE - REQUISITOS.

NORMA ABNT NBR ISO 17025:2017 – REQUISITOS GERAIS PARA A COMPETÊNCIA DE LABORATÓRIOS DE ENSAIO E CALIBRAÇÃO.

ASTM – AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL, VOL. 03.06.

USP – THE UNITED STATES PHARMACOPEIA, EDITION 43 (2022) <857> ULTRAVIOLET-VISIBLE SPECTROSCOPY.

EP – EUROPEAN PHARMACOPEIA, EDITION 11 (2023) <2.2.25> ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY ULTRAVIOLET AND VISIBLE.

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 <6.3.2> QUALIFICAÇÃO DE OPERAÇÃO.

BPL – BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO.

BPF – BOAS PRÁTICAS DE FABRICAÇÃO.

18. IDENTIFICAÇÕES

18.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE	
EMPRESA:	**SANTISA LABORATORIO FARMACEUTICO S.A**
ENDEREÇO:	**RUA MONSENHOR CLARO, 6-90, CENTRO, BAURU/SP - CEP: 17015-130**
CONTATO DO DEPARTAMENTO:	**LARISSA BRANCO**

18.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA	
ESPECIALISTA:	**RODOLFO DE SOUZA COSTA**
FUNÇÃO:	**ESPECIALISTA DE MANUTENÇÃO**
EMPRESA:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA**

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

18.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO

EQUIPAMENTO:	**ESPECTRÔMETRO FT/IR**
MODELO:	**SPECTRUM ONE**
NÚMERO DE SERIE:	**C72832**
SOFTWARE:	**SPECTRUM IR**
VERSÃO/ FIRMWARE:	**10.7.2.1630**
TAG:	**ESP-002**
LOCAL INSTALADO:	**CONTROLE DE QUALIDADE**

18.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS

DESCRIÇÃO / MODELO	NÚMERO DE SÉRIE	FABRICANTE
ATR	**PODL0411165**	**PERKIN ELMER**

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-05**	**08/01/2024**	**08/01/2029**	**J030/2024**	A1
					A2
					A3

Atualizar

19. DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS ATR

19.1. 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	**4.6110**	> **60.00%**
2000	**1.5526**	
1600	**6.0765**	
700	**1.4912**	

19.2. 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	

871.667	

19.3. 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})	
850	> **5.0**
870	

19.4. 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**

19.5. 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)

± **1.0**

19.6. 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

20. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ATR

20.1. 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	**4.611**	**4.6110**	**100.00%**	**APROVADO**
2000	**1.5526**	**1.5526**	**100.00%**	**APROVADO**
1600	**6.0765**	**6.0765**	**100.00%**	**APROVADO**
700	**1.4912**	**1.4912**	**100.00%**	**APROVADO**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO:			**> 60.00%**	

Comentários: **PRIMEIRA QUALIFICAÇÃO REALIZADA PELA QPACK.**

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

20.2. 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 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 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	**2921.93**	**1.270**	**APROVADO**
2852.20	**2852.53**	**0.330**	**APROVADO**
965.198	**965.26**	**0.062**	**APROVADO**
871.667	**872.56**	**0.893**	**APROVADO**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})		**± 2.0**	

Comentários: **N/A**

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

20.3. 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	**80.09**	**31.50000**	**> 5.0**	**APROVADO**
870	**48.59**			
Comentários: **N/A**				
Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**				

20.4. 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	**2921.40**	**2921.93**	**0.530**	**APROVADO**
2852.20	**2852.35**	**2852.42**	**0.070**	**APROVADO**
965.198	**965.28**	**965.07**	**0.210**	**APROVADO**
871.667	**872.52**	**872.64**	**0.120**	**APROVADO**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (cm^{-1})		± **1.0**		

Comentários: **N/A**

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

20.5. 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	**66.42**	**66.67**	**0.2500**	**APROVADO**
2852.20	**76.88**	**76.94**	**0.0600**	**APROVADO**
965.198	**72.06**	**71.45**	**0.6100**	**APROVADO**
871.667	**40.89**	**40.09**	**0.8000**	**APROVADO**
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (%T)		± **1.0**		

Comentários: **N/A**

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

20.6. 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
102.80	**0.040000**	VALOR OBTIDO	**APROVADO**
102.76		**2500.00000**	
CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO		**> 1000 :1**	
Método Utilizado:	☑ Por leitura de amostra	☐ Por Autoteste	
Comentários: **N/A**			
Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**			

21. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO EQUIPAMENTO - ATR

Os resultados obtidos foram avaliados através do relatório de qualificação.

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

22. 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:	**ANALISTA DE QUALIDADE**	

Empresa Contratante:	**SANTISA LABORATORIO FARMACEUTICO S.A**	
Aprovado por:		Assinatura Digital

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