

QPack

Certificado 449/25

Documento de Qualificação

Empresa: ANTIBIOTICOS DO BRASIL LTDA.

Equipamento: ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA

Fabricante: SHIMADZU

Modelo: AA-6701F **TAG:** EFAA-001

Período de Qualificação: 30/09/2025 **A** 01/10/2025

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

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO 3

2. OBJETIVO 3

3. SIGLAS E DEFINIÇÕES 3

4. MODELO DE QUALIFICAÇÃO 4

5. CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO 4

6. TESTES ADICIONAIS 5

7. DIREITOS RESERVADOS 5

8. RESPONSABILIDADES 5

8.1. CONTRATANTE 5
8.2. QPACK 6

9. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS 6

10. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO 6

11. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS 6

12. MANUTENÇÃO PREVENTIVA 7

13. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL 7

13.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO 7

14. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO 8

15. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO 8

16. CÁLCULOS 8

16.1. MÉDIA 8
16.2. DESVIO PADRÃO 9
16.3. COEFICIENTE DE VARIAÇÃO OU % DPR 9
16.4. % DESVIO 10
16.5. DESVIO 10
16.6. COEFICIENTE DE DETERMINAÇÃO (R^2) 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 QUALIFICADO 12
18.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS 13
18.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS OU MATERIAIS UTILIZADOS 13

19. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ESPECTRÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA 14

19.1. GANHO DE ENERGIA DAS LÂMPADAS DE CÁTODO OCO (HCL) 14
19.2. OTIMIZAÇÃO DO NEBULIZADOR 15
19.3. NÍVEL DE RUÍDO DO SISTEMA 17
19.4. ESTABILIDADE DA MATRIZ 17
19.5. PRECISÃO DAS LEITURAS 18
19.6. LINEARIDADE 19

20. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO EAA 21

21. ASSINATURAS..... 22

22. HISTÓRICO DE REVISÕES..... 23

CERTIFICADO DE QUALIFICAÇÃO:	**449/25**
PERÍODO DA QUALIFICAÇÃO:	**30/09/2025 A 01/10/2025**

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 - que é a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo ***BPF*** e ***BPL*** e os órgãos reguladores) para executar os procedimentos de qualificação desta documentação;

- ✓ ***QPack***, revisor - que é a pessoa treinada e qualificada (como definido pelo ***BPF*** e ***BPL*** e os órgãos reguladores) para revisar e aprovar os testes realizados pelo especialista;

- ✓ ***CONTRATANTE*** - um responsável treinado e qualificado (como definido pelo ***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 ***ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA***, seguindo os procedimentos de qualidade da ***QPack***.

3. 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	*Japonese Pharmacopoeia*
N/A	Não Aplicável
HCL	Hollow Cathod Lamps
USP	*United States Pharmacopeia*
λ	*Comprimento de Onda*
DPR	*Desvio Padrão Relativo*

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. Recomenda-se 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 Designer) - ***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 (**Qualificação de Instalação) - 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** (Qualificação Operacional) - 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 do cliente 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 têm como base as edições atuais da ***USP***, ***EP***, ***JP*** e ***ASTM***, que formam a base para a aceitação da qualificação. Para os parâmetros que

não estão especificados na ***USP***, ***EP***, ***JP*** e ***ASTM***, foram seguidos os limites propostos pelos fabricantes do ***ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA***.

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 incialmente 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 do ***ABSORÇÃO ATÔMICA*** 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 relatório final de qualificação.

9. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS

- ✓ Solução de referência de calibração do espectrofotômetro de absorção atômica nas concentrações: 1, 2, 3, 5 e 10 mg/l.
- ✓ Proveta Graduada de 10 mL (calibração RBC);
- ✓ Lâmpada de Cátodo Oco Elemento Cobre (Cu);
- ✓ Cronômetro (calibração RBC).

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;
- ✓ 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:

- ✓ 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 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.);
- ✓ Todos os espectros, relatórios e certificados de treinamento e dos padrões devem ser anexados ao final deste protocolo, e entregues a 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 ***ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA*** descritos nesta documentação, os resultados obtidos assegurarão propriamente a qualificação e manutenção deste equipamento.

Informações coletadas durante o processo de qualificação deverão ser escritas nos formulários que oferecerão evidências para os órgãos regulatórios de que o ***ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA*** opere adequadamente.

13.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

É sugerido que o responsável do ***ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA*** 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 peças 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;

- Peças da parte mecânica;

✓ 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*** do laboratório todo o tempo. Sempre usar óculos de segurança e roupas adequadas e tomar cuidado quando for manipular solventes.

15. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO

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

1. Deverá ser preenchido o número do certificado;
2. O modelo do equipamento;
3. Número de Série do equipamento ou TAG;
4. Quem executou o serviço;
5. Tipo de serviço realizado;
6. A data atual da conclusão no formato DD/MM/AAAA;
7. Para o campo próxima data consulte o responsável do laboratório contratante, pois cada companhia 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:

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

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:

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

Onde:

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

X med = Valor médio amostral para n valores.

n = Número total de leituras amostrais.

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:

$$\%\ Desvio = \left|\frac{(\mathrm{Vm}\ x\ 100)}{\mathrm{Vr}} - 100\right|$$

Onde:

Vm = Valor medido da leitura do padrão.

Vr = Valor real da leitura do padrão (valor de referência).

16.5. DESVIO

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

$$\boldsymbol{Desvio = (X_{max} - X_{min})}$$

Onde:

Xmax = Valor mais alto encontrado dentre as leituras.

Xmin = Valor mais baixo encontrado dentre as leituras.

16.6. COEFICIENTE DE DETERMINAÇÃO (R²)

O coeficiente de determinação, também chamado de R², é uma medida de ajustamento de um modelo estatístico linear generalizado, com a regressão linear, em relação aos valores observados. O R² varia entre 0 e 1 indicando, em porcentagem, o quanto o modelo consegue explicar os valores observados. Quanto maior o R², mais explicativo é o modelo, melhor ele se ajusta à amostra.

Assim o cálculo será determinado pela expressão:

$$R^2 = \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{(n\sum x^2 - (\sum X)^2)\ x\ (n\sum y^2 - (\sum Y)^2)}}$$

Onde:

- X = Valores de X
- Y = Valores de Y
- n = Número dos pares de observação

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.

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

ANVISA – AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA – MANUAL DE BOAS PRÁTICAS EM BIODISPONIBILIDADE / BIOEQUIVALÊNCIA. VOLUME II – MÓDULO 2.

USP – NF (852) ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA.

QUALIFICAÇÃO DE INSTRUMENTOS ANALÍTICOS (1058).

BPL – BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO.

BPF – BOAS PRÁTICAS DE FABRICAÇÃO.

18. IDENTIFICAÇÕES

18.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE	
EMPRESA:	ANTIBIOTICOS DO BRASIL LTDA.
ENDEREÇO:	RODOVIA SP-332, KM 135, ITAPAVUSSU, COSMOPOLIS/SP - CEP: 13151-350
CONTATO DO DEPARTAMENTO:	QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA.

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

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

18.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO QUALIFICADO	
EQUIPAMENTO:	ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA
MODELO:	AA-6701F
TAG:	EFAA-001
NÚMERO DE SÉRIE:	A304223400178
LOCAL INSTALADO:	LABORATÓRIO QUÍMICO

18.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS

DESCRIÇÃO / MODELO	*NÚMERO DE SÉRIE*	*FABRICANTE*
AUTOSAMPLER ASC6000	**A30313400595**	**SHIMADZU**

18.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS OU MATERIAIS UTILIZADOS

INSTRUMENTO OU MATERIAL UTILIZADO	*TAG, NÚMERO DE SÉRIE OU LOTE*	*DATA DA ÚLTIMA QUALIFICAÇÃO*	*DATA DA PRÓXIMA QUALIFICAÇÃO*	*Nº DO CERTIFICADO*	*ANEXO*
N/A	**N/A**				*A1*
N/A					*A2*
N/A					*A3*
PADRÃO: **COBRE 1000 ppm**	**F24G0299I**	**-/08/2024**	**-/08/2026**		*A4*
					A5

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

19. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA

19.1. GANHO DE ENERGIA DAS LÂMPADAS DE CÁTODO OCO (HCL)

Método do teste:

É necessário verificar se as lâmpadas que serão utilizadas estão alinhadas e que seu nível de energia atende o mínimo do ganho. Estes valores são resultados típicos apenas para uma lâmpada padrão de elemento único, com base nas condições operacionais padrão de cada lâmpada. Tanto as lâmpadas codificadas como as não codificadas devem fornecer o mesmo desempenho.

Parâmetros de leitura:

Modo:	Ganho e Energia
Fonte de luz:	Lâmpadas Cátodo Oco

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros para leitura de ganho e energia, conforme valor mediano das correntes (mA) especificadas pelo fabricante da lâmpada em questão;
2. Certificar-se de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Certificar-se de que a chama não esteja acesa;
4. Alinhar a lâmpada utilizada para um maior ganho de energia e registrar o maior valor obtido, no formulário;

POSIÇÃO DA LÂMPADA DE CÁTODO OCO	ELEMENTO	CORRENTE APLICADA (mA)	LÂMPADA HCL %	ENERGIA PMT (V)	
1	**POTÁSSIO**	**10**	**N/A**	**N/A**	***CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO < 10% (V)***
2	**SÓDIO**	**12**	**N/A**	**N/A**	
3	**CÁLCIO**	**10**	**N/A**	**N/A**	
4	**COBRE**	**6**	**N/A**	**N/A**	

RESULTADO:	**APROVADO**

Comentários:

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

19.2. OTIMIZAÇÃO DO NEBULIZADOR

Método do teste:

Verificar se a taxa de aspiração está adequada ao range normalizado, atendendo o mínimo necessário para uma pulverização eficiente na câmara de queima, evitando "gotejamento" na pérola de impacto e no Spoiler (quando existente). Garantindo dessa forma que a concentração da amostra aspirada (Sistema Venturi) seja pulverizada integralmente, fidelizando ganho e estabilidade analítica, obtendo-se o melhor valor de DPR%.

Parâmetros de leitura:

Modo:	Leitura de Absorbância
Unidade:	mg/l (ppm)
Comprimento de onda:	324,7 – 324,8 nm

Procedimento do teste:

1. Acender a chama de Ar-Acetileno;
2. Inserir o capilar do nebulizador em um *becker* contendo água ultra purificada e girar lentamente o nebulizador no sentido anti-horário, até que a água comece a borbulhar, (realizar lentamente, de forma que a chama não apague e interrompa o fluxo de aspiração);
3. Colocar e aspirar o padrão de cobre 5 mg/l (meio aquoso) e ir girando o nebulizador no sentido horário, visualizando no software a maior absorbância obtida, utilizando o comprimento de onda em 324,7 – 324, 8 nm, e anotar no formulário;
4. Após o ajuste de otimização do maior ganho em absorbância, utilizando padrão de 5 mg/l de Cobre, utilizar uma proveta de 10 ml, graduada e calibrada, e verificar se a taxa de aspiração fica entre 4 ml/min e 7 ml/min.

LÂMPADA DE CÁTODO OCO DE COBRE (Cu)	ABSORBÂNCIA (Abs)	FLUXO NEBULIZADOR (ml/min)	*CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO* *(4 a 7 ml/min)*
λ = 324,7 (8) nm	**0.3359**	**5.2**	
RESULTADO:			**APROVADO**

Comentários:

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

19.3. NÍVEL DE RUÍDO DO SISTEMA

Método do teste:

Verificar se as lâmpadas de Cátodo Oco de Cobre (Cu) está alinhadas e que seu nível de energia atende o mínimo necessário para uma análise sem a interferência.

Parâmetros de leitura:

Modo:	Leitura de Absorbância
Fonte de luz:	Lâmpada de Cátodo Oco de Cobre (Cu)
Comprimento de onda:	324,7 – 324,8 nm

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros para leitura de energia;
2. Certificar que a chama não está acesa;
3. Alinhar a lâmpada utilizada para uma maior absorbância em ganho de energia e registrar o melhor resultado;
4. Acender a chama de Ar-Acetileno e iniciar uma sequência de 10 leituras do branco (água ultra purificada);
5. Realizar a amostragem e visualização no gráfico sem aspirar a amostra ou branco, por 30 segundos.
6. Obter e registrar o maior e o menor valor em absorbância. Calcular a diferença de valores entre eles.

LEITURA	ABSORBÂNCIA (Abs)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO
MAIOR VALOR	0.0015	*< 0,01 Abs*
MENOR VALOR	-0.0007	
RUÍDO	0.0022 *Abs*	

RESULTADO:	**APROVADO**

Comentários:

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

19.4. ESTABILIDADE DA MATRIZ

Método do teste:

Antes das análises de qualificação operacional, é necessário verificar se as lâmpadas que serão utilizadas estão alinhadas e que seu nível de energia atende o mínimo necessário para uma análise sem a interferência de ruídos.

Parâmetros de leitura:

Modo:	Leitura de Absorbância
Fonte de luz:	Lâmpada de Cátodo Oco de Cobre (Cu)
Comprimento de onda:	324,7 – 324,8 nm

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros para leitura de energia;
2. Certificar-se de que a chama esteja apagada;
3. Alinhar a lâmpada utilizada para um maior ganho de energia e registrar o melhor resultado;
4. Acender a chama de Ar-Acetileno e iniciar uma sequência de 10 leituras do branco (água ultra purificada);
5. Realizar as leituras do branco.

LEITURA	*ABSORBÂNCIA (Abs)*	
1	-0.0009	***CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO*** ***< 0,01 Abs***
2	-0.0022	
3	-0.0036	
4	-0.0054	
5	0.0003	
6	-0.0007	
7	-0.0016	
8	-0.0021	
9	-0.0033	
10	-0.0044	
MÉDIA	-0.00239 Abs	

RESULTADO:	**APROVADO**

Comentários:
Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

19.5. PRECISÃO DAS LEITURAS

Método do teste:

A repetibilidade das leituras ópticas indica a variação dos valores medidos, quando uma amostra que possui uma absorbância apropriada é medida repetidamente.

Parâmetros de leitura:

Modo:	Leitura de Absorbância
Número de análises:	10
Tipo de solução Padrão:	Cobre / Matriz Aquosa
Concentração da Solução Padrão:	5 mg/l (ppm)
Comprimento de onda:	324,7 – 324,8 nm

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Certificar-se de que a chama de Ar-acetileno esteja acesa e otimizada;
3. Iniciar a leitura do branco;
4. Colocar a solução padrão no compartimento de amostra;
5. Iniciar as leituras da solução padrão com 10 replicatas com intervalo de 3 a 5 segundos.

ID do Padrão: COBRE 5 mg/L (ppm)

LEITURA	VALOR	
1	0.3495	CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO PRECISÃO: C.V. OU % DPR: ≤ 2% VARIAÇÃO DE ABSORBÂNCIA: ≤ 0,02
2	0.3505	
3	0.3523	
4	0.3513	
5	0.3471	
6	0.3465	
7	0.3492	
8	0.3477	
9	0.3481	
10	0.3475	
C.V. ou % DPR:	0.55	
VARIAÇÃO DE ABSORBÂNCIA ±:	0.0058	
RESULTADO:	APROVADO	
Comentários:		
Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA		

19.6. LINEARIDADE

Método do teste:

Checar a linearidade das leituras quando diferentes concentrações da solução padrão são analisadas. A linearidade das leituras afeta diretamente a criação de curvas de calibração e, consequentemente, a quantificação de amostras desconhecidas.

Parâmetros de leitura:

Modo:	Leitura de Absorbância
Número de pontos da curva:	05
Tipo de solução Padrão:	Cobre mg/l (ppm)
Tipo da Curva (método)	Não Linear (non-linear)

Comprimento de onda:	324,7 – 324,8 nm

Procedimento do teste:

1. Realizar a diluição da solução padrão nas seguintes concentrações: 1, 2, 3, 5 e 10 mg/l (ppm);
2. Configurar os parâmetros de leitura;
3. Certificar-se de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
4. Iniciar a leitura do branco;
5. Colocar as soluções no compartimento de amostra;
6. Iniciar as leituras dos padrões.

CONCENTRAÇÕES (ppm)	***ABSORBÂNCIA (Abs)***	***RESULTADOS***
1	**0.0538**	***CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO: $R^2 \geq 0.995$***
2	**0.1192**	
3	**0.1887**	***RESULTADO ENCONTRADO:*** **0.999087**
5	**0.3509**	
10	**0.6923**	
RESULTADO:		**APROVADO**

Comentários:

Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**

20. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO ABSORÇÃO ATÔMICA

TESTES REALIZADOS	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
19.1. Ganho de energia das lâmpadas de Cátodo Oco (HCL)	**APROVADO**
19.2. Otimização do nebulizador	**APROVADO**
19.3. Nível de ruído do sistema	**APROVADO**
19.4. Estabilidade da Matriz	**APROVADO**
19.5. Precisão das leituras	**APROVADO**
19.6. Linearidade	**APROVADO**
Especialista: **RODOLFO DE SOUZA COSTA**	

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 ANALÍTICAS LTDA**	
Departamento:	**DOCUMENTAÇÃO**	
Função:	**ASSIST. DE QUALIDADE**	

Empresa Contratante:	**ANTIBIOTICOS DO BRASIL LTDA.**	
		Assinatura
Aprovado por:		

22. HISTÓRICO DE REVISÕES

DATA DE EFETIVIDADE:	*REVISÃO*	*ITENS*	*REGISTO DE ALTERAÇÕES*
05/12/2024	*00*	Todos	*Elaboração do documento.*