Nº do Certificado:

473/24

Documento de Qualificação

EMPRESA: ECOLAB QUÍMICA LTDA

EQUIPAMENTO: ESPECTROFLUORÍMETRO

IDENTIFICAÇÃO: FLUO-003

MARCA: AGILENT

MODELO: CARY ECLIPSE

Nº DE SÉRIE: MY18250003

LOCAL INSTALADO: INSTRUMENTAÇÃO

Especialista responsável pelo serviço:

MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA

Data de Início: 25/10/2024
Data do Término: 25/10/2024
Próximo Data: --/10/2026

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

1. INTRODUÇÃO

Este procedimento operacional de qualificação do espectrofotômetro de fluorescência foi desenvolvido para o uso de pessoas treinadas para executar e revisar o conteúdo descrito nesta documentação, que verificará se o equipamento opera segundo suas especificações.

Dentro da indústria farmacêutica, alimentícia, laboratórios de prestação de serviços, entre outros, muitos equipamentos de laboratório, instrumentos e sistemas analíticos computadorizados são utilizados. Estes sistemas são usados para a aquisição de dados e assegurar que os produtos estão adequados para os seus propósitos. Com o crescimento, a sofisticação e a automatização de instrumentos analíticos, há uma crescente demanda para qualificar esses sistemas a fim de assegurar a confiabilidade dos seus dados. Quando todos os procedimentos são executados e todos os itens são aprovados na inspeção, isto garante que o sistema vai operar de acordo com as condições para a qual foi designado.

Esta documentação exige três tipos de pessoas:

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

2. SIGLAS E DEFINIÇÕES

Abreviação	Descrição
ASTM	*American Society for Testing and Materials*
BPF	Boas Práticas de Fabricação
BPL	Boas Práticas de Laboratório
EP	*European Pharmacopeia*
JP	*Japanese Pharmacopeia*
N/A	Não Aplicável
QD	Qualificação de Desempenho
QD	Qualificação de *Design*
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 espectrofotômetro de fluorescência, seguindo os procedimentos de qualidade da QPack.

3.1. Modelo de Qualificação

A documentação de qualificação da QPack baseia-se no modelo indicado na tabela abaixo. Os princípios básicos de recomendações para qualificação estão de acordo com as diretrizes BPF e BPL

atualmente aplicáveis, é recomendado ao cliente realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

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

3.2. Critério de Aceitação

Os parâmetros estabelecidos neste protocolo são com base nas edições atuais da USP, EP, JP e ASTM, que formam a base para a aceitação da qualificação. Para os parâmetros que não estão especificados na USP, EP, JP e ASTM, foram seguidos os limites propostos pelos fabricantes do espectrofotômetro de fluorescência.

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

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

3.3. Testes Adicionais

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

4. DIREITOS RESERVADOS

Este documento foi desenvolvido pela equipe de documentação da QPack Soluções Analíticas, e todo o seu conteúdo é de direito reservado, não podendo, portanto, ser usado ou reproduzido sem acordo e autorização prévia dos proprietários dos direitos.

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

5. RESPONSABILIDADES

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

5.1. Cliente

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

5.2. QPack

- ✓ Enviar um técnico treinado e qualificado para executar todos os procedimentos de qualificação;
- ✓ Prover a cada técnico, um kit de qualificação adequado para execução do serviço, compatível com qualquer configuração do espectrofotômetro de fluorescência disponível;
- ✓ Realizar a manutenção preventiva do instrumento antes da qualificação do mesmo, quando contratada;
- ✓ Preencher o relatório de desvios e recomendações para resolução de problemas quando aplicável;
- ✓ Fornecer o certificado de calibração ou de análise comprovando que os padrões e soluções de referência estão dentro da validade;
- ✓ Entregar para o cliente toda a documentação pertinente à execução do serviço, e relatório final de qualificação.

6. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO

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

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

- No caso de uma reprovação do teste, os resultados fora de especificação deverão ser impressos e anexados nesta documentação, além da entrada de uma justificativa do técnico indicando as causas da reprovação no formulário Relatório de Serviço, e se existe a necessidade de uma ação corretiva. Estas informações serão associadas, e disponibilizadas ao cliente para rastreabilidade do processo.

7. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS

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

- Todos os itens dos formulários devem ser preenchidos (exceto o campo *comentários* que é opcional, e deve se traçar uma linha diagonal da esquerda 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, estas devem ser documentados no formulário “Lista de Desvios”, contida neste documento. O responsável pelo instrumento tem que dar aprovação documentada com seu aceite para qualquer adequação ou divergência no protocolo antes das assinaturas de aprovações finais. O teste em questão deverá ser novamente executado e anexado ao protocolo numerando a página conforme a página do teste que falhou, seguido de letras em ordem alfabética (ex.: Página 12A, Página 12B, etc.).
- Se não houver espaço suficiente em uma seção de comentários, um formulário de comentários adicionais deve ser escrito em uma página adendo e identificados de acordo com as instruções mencionadas anteriormente.
- Quando o valor ou campo não for aplicável ao modelo do equipamento, ou a função testada for inexistente, o mesmo deverá ser riscado com uma reta na diagonal total do campo da esquerda superior para a direita inferior.
- Todos os espectros, relatórios, anexos, certificados de treinamento e dos padrões devem ser anexos ao final deste documento e entregues ao cliente.

8. MANUTENÇÃO PREVENTIVA

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

9. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL

Seguindo corretamente os procedimentos de qualificação do espectrofotômetro de fluorescência 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 fluorescência opera adequadamente.

10. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO

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

- A periodicidade da requalificação deverá ser definida pelo cliente, baseando-se na frequência do uso, desgaste de lâmpadas, unidade óptica, e/ou procedimentos internos;
- Quando o equipamento for transferido do local onde foi qualificado;
- Deve-se sempre requalificar após a substituição de componentes ou peças de maior importância como: placas de controle, placas de interface, placas amplificadoras, lâmpadas e peças da parte óptica;
- É importante requalificar sempre que adicionar um acessório ou realizar alguma modificação/atualização do *hardware* ou *software*.

11. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO

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

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



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

12. 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.

12.1. 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.*

12.2. 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.

12.3. 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.

12.4. % 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.

12.5. Desvio

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

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

Onde:

Xleit = Valor da leitura para X.

Xprogr = Valor programado para X.

12.6. Espectrofotometria derivada

A espectrofotometria derivada envolve a transformação dos espectros de absorção (ordem zero) em espectros de derivados de primeira, segunda ou superior ordem. Um espectro derivado de primeira ordem é um gráfico do gradiente da curva de absorção (taxa de alteração da absorbância com comprimento de onda, $d^2A / d\lambda^2$). O espectro derivado de segunda ordem em qualquer comprimento de onda Y está relacionado à concentração pela seguinte equação:

$$\frac{\boldsymbol{d^2A}}{\boldsymbol{d\lambda^2}} = \frac{\boldsymbol{d^2A_{1\ cm}^{1\ \%}}}{\boldsymbol{d\lambda^2}}\ \boldsymbol{x}\ \frac{\boldsymbol{c'b}}{\boldsymbol{10}} = \frac{\boldsymbol{d^2A_{\in}}}{\boldsymbol{d\lambda^2}}\ \boldsymbol{X}\ \frac{\boldsymbol{cb}}{\boldsymbol{10}}$$

0c '= concentração do soluto absorvente, em gramas por litro.

Aparelho. Use um espectrofotômetro que cumpra os requisitos prescritos acima e esteja equipado com um módulo de diferenciação de capacitores de resistência analógica ou um diferencial digital ou outros meios de produção de espectros derivados. Alguns métodos de produção de espectros de derivadas de segunda ordem produzem um deslocamento de comprimento de onda em relação ao espectro de ordem zero e isso deve ser levado em consideração, quando aplicável.

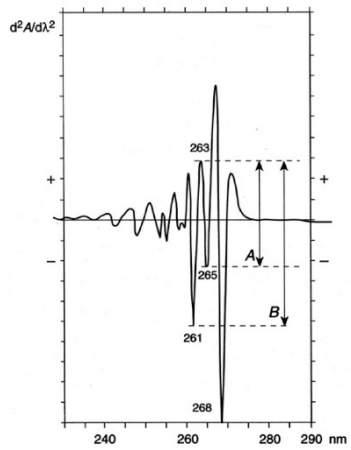


Figura 1

12.7. Espectro Raman da água

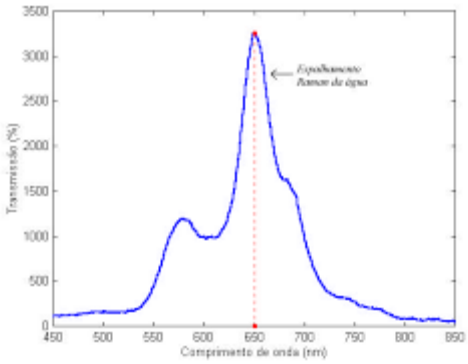


Figura 2

Em que pese a ocorrência de importantes bandas de fluorescência ao longo do espectro, o pico mais intenso deste espectro (excitado em 532 nm) tem outra natureza é decorrente da emissão Raman da água. O pico da emissão Raman está em 651nm (excitação em 532nm). O espalhamento Raman é um espalhamento inelástico da radiação por um material é transferido entre o quantum de radiação e o material, de tal forma que a luz espalhada contém fótons com energia menor ou maior que o da excitação.

13. REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS

- Norma ABNT NBR ISO 9001:2008 – Sistemas de gestão da qualidade.
- Norma ABNT NBR ISO 17025:2005 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- ASTM – *American Society for Testing and Material*.
- USP – *The United States Pharmacopeia*.
- EP – *European Pharmacopeia*..
- VAM – *Valid Analytical Measurement.*
- CVG – *Calibration and Validation Group.*
- ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária.

14. IDENTIFICAÇÃO DO SOLICITANTE

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

Nome da Empresa: **ECOLAB QUÍMICA LTDA**	
Endereço: **RODOVIA ÍNDIO TIBIRIÇÁ**	**N°**: **3201**
Bairro: RAFFO	**Cidade**: **SUZANO**
Estado: **SÃO PAULO**	**CEP**: **08655-000**
Responsável: MARIANE SILVA DE MIRANDA	
Cargo: TÉCNICA	
Departamento: **LABORATÓRIO**	

Formulário 1 - Identificação do Solicitante.

15. IDENTIFICAÇÃO DO EXECUTOR E DO REVISOR

Preencher o formulário 2 para identificar o Executor e o Revisor que executará e aprovará os procedimentos desta documentação de qualificação.

Executor:	**MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA**
Cargo:	**ENGENHEIRO DE MANUTENÇÃO**
Data:	**25/10/2024**
Revisor:	
Cargo:	
Assinatura Digital:_____	

Formulário 2 - Identificação do Executor e do Revisor.

16. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECTROFOTÔMETRO DE FLUORESCÊNCIA A SER QUALIFICADO

Preencher o formulário 3 identificando o instrumento a ser qualificado.

Nome ou TAG:	**FLUO-003**
Modelo:	**CARY ECLIPSE**
Número de Série:	**MY18250003**
Fabricante:	**AGILENT**
Acessório:	**N/A**
Número de Série:	**N/A**
Local Instalado:	**INSTRUMENTAÇÃO**

Formulário 3 - Identificação do Espectrofotômetro de Fluorescência.

17. 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.

EQUIPAMENTO OU MATERIAL UTILIZADO	TAG OU ID OU NÚMERO DE SÉRIE	DATA DA ÚLTIMA CALIBRAÇÃO	DATA DA PRÓXIMA CALIBRAÇÃO	ANEXO
PADRÃO DE SULFATO DE QUININA	**PD04.EDFL.01**	**26/01/2024**	**26/01/2025**	**A1**
Executor:	**MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA**			
Data:	**25/10/2024**			

Formulário 4 - Informações de Equipamentos e Materiais Utilizados.

18. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ESPECTROFOTÔMETRO DE FLUORESCÊNCIA

18.1.EXATIDÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA

- ***Método de teste:***

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

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo: Varredura do comprimento de onda
Modo Fotométrico: Excitação e Emissão
Faixa de Leitura: 539 – 545 nm e 257,5 – 263,5 nm
Velocidade de Scan: 40 nm/min
Largura de Banda: 1 nm
Pontos de Coleta: 0.1 nm
Resposta: Rápida

- ***Procedimento do teste:***

1. Configurar os parâmetros de leitura;
2. Verificar se o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Iniciar a varredura;
4. Após a leitura, determinar as posições dos picos encontrados;
5. Preencher o formulário 5 - Exatidão do Comprimento de Onda.

POSIÇÃO ESPERADA (nm)	POSIÇÃO OBTIDA (nm)	DIFERENÇA (nm)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
Excitação				
541,92	**541,86**	**0,06**	**± 1**	**APROVADO**
260,54	**260,79**	**0,25**	**± 1**	**APROVADO**
Emissão				
541,92	**542,16**	**0,24**	**± 1**	**APROVADO**
260,54	**260,78**	**0,24**	**± 1**	**APROVADO**
Comentários: N/A				
Executor: MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA **Data: 25/10/2024**				

Formulário 5 - Exatidão do Comprimento de Onda.

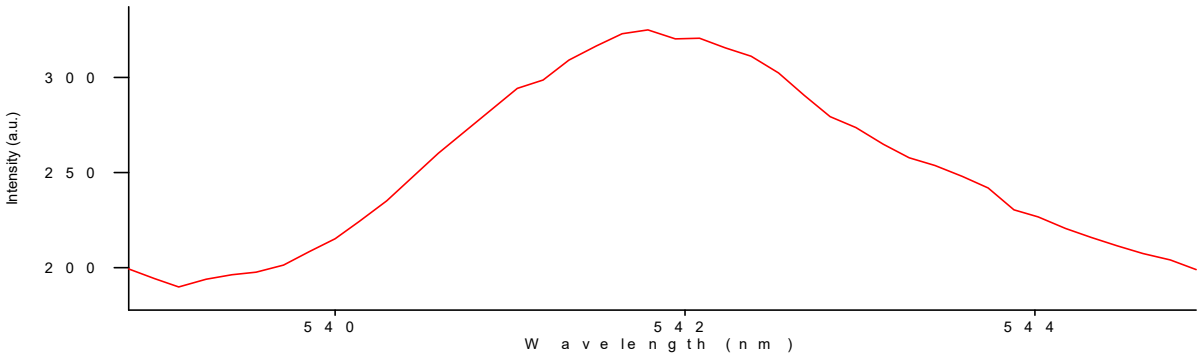
Eclipse Validation Report

Report time	25/10/2024 09:38:08
Batch file	25_10_2024 09;38;08.FBVO
Instrument	Eclipse
Instrument serial number	MY18250003
Software Version	1.2(146)
Firmware Version	2,12

Wavelength Accuracy Ex.Mono (Xe)

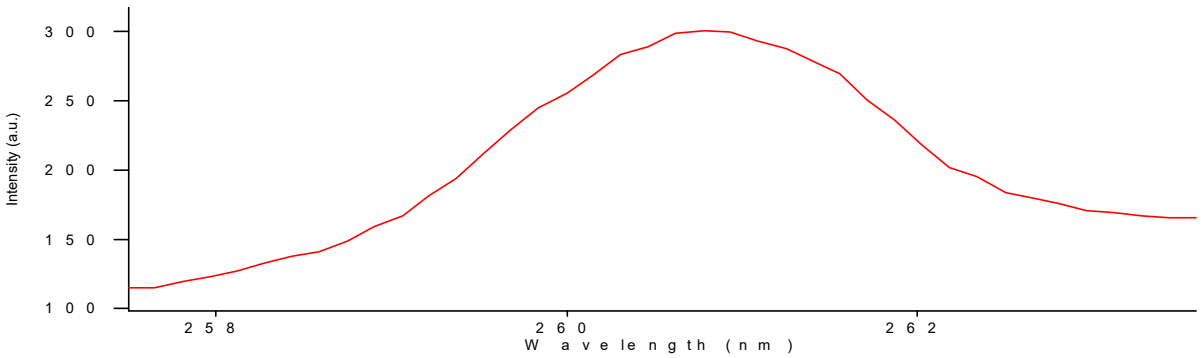
Instrument Parameters :

Scan mode	Excitation
Scan type	Fluorescence Excitation
Ex.Wavelength (nm)	541,92
Ex. Slit (nm)	1,5
Ex. Filter	Auto
Ave. time (s)	1,00000
Data interval (nm)	0,15
Tolerance of 541,92nm peak	±1,00nm
Tolerance of 260,54nm peak	±1,00nm
Ex. PMT (V)	840



541,92nm peak found at 541,86nm PASSED

Ex. PMT (V) 934



260,54nm peak found at 260,79nm PASSED

Wavelength Accuracy Ex.Mono (Xe) test Passed

Sequence completed

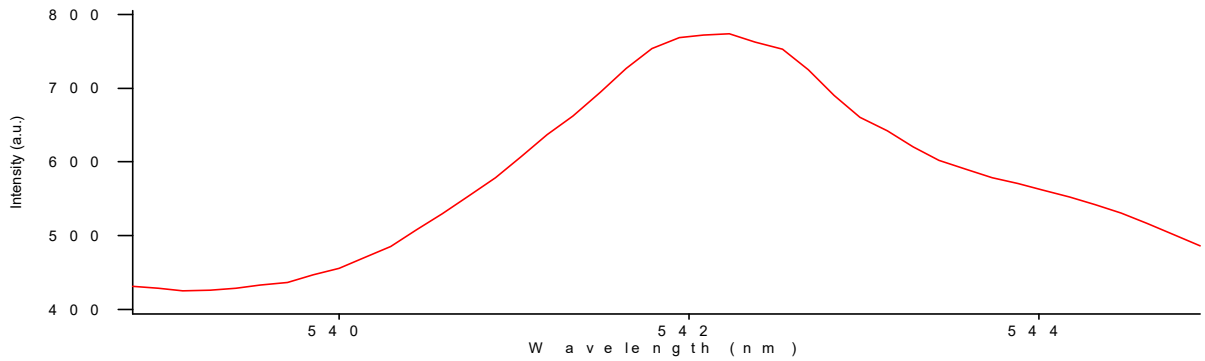
Eclipse Validation Report

Report time	25/10/2024 09:30:52
Batch file	25_10_2024 09;30;52.FBVO
Instrument	Eclipse
Instrument serial number	MY18250003
Software Version	1.2(146)
Firmware Version	2,12

Wavelength Accuracy Em.Mono (Xe)

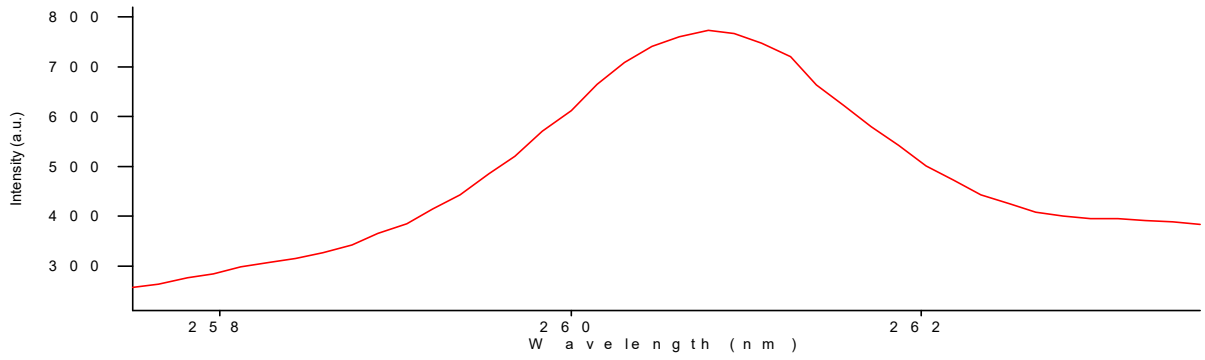
Instrument Parameters :

Scan mode	Emission
Scan type	Fluorescence Emission
Ex.Wavelength (nm)	0,00
Ex. Slit (nm)	5
Ex. Filter	Auto
Em.Wavelength (nm)	541,92
Em. Slit (nm)	1,5
Em. Filter	Auto
Ave. time (s)	1,00000
Data interval (nm)	0,15
Tolerance of 541,92nm peak	±1,00nm
Tolerance of 260,54nm peak	±1,00nm
Ex. PMT (V)	461
Em. PMT (V)	723



541,92nm peak found at 542,16nm PASSED

Ex. PMT (V)	461
Em. PMT (V)	858



260,54nm peak found at 260,78nm PASSED

Wavelength Accuracy Em.Mono (Xe) test Passed

18.2.REPETIBILIDADE DO COMPRIMENTO DE ONDA

- ***Método de teste:***

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

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo: Varredura do comprimento de onda
Modo Fotométrico: Absorbância
Faixa de Leitura: 539 – 545 nm
Velocidade de Scan: 40 nm/min
Largura de Banda: 1 nm
Pontos de Coleta: 0.1 nm
Resposta: Rápida

- ***Procedimento do teste:***

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

1ª POSIÇÃO (nm)	2ª POSIÇÃO (nm)	3ª POSIÇÃO (nm)	DIFERENÇA (nm)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
Excitação					
N/A	**N/A**	**N/A**	**0,12836**	**± 0.2**	**APROVADO**
Emissão					
N/A	**N/A**	**N/A**	**0,00354**	**± 0.2**	**APROVADO**
Comentários: N/A					
Executor: **MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA** **Data:** **25/10/2024**					

Formulário 6 - Repetibilidade do Comprimento de Onda.

Eclipse Validation Report

Report time	25/10/2024 09:52:51
Batch file	25_10_2024 09;52;51.FBVO
Instrument	Eclipse
Instrument serial number	MY18250003
Software Version	1.2(146)
Firmware Version	2,12

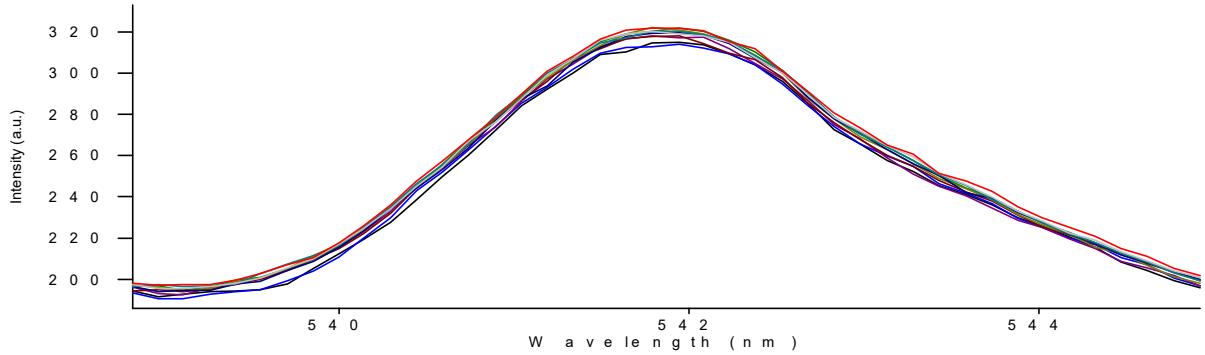
Wavelength Reproducibility Ex.Mono (Xe)

Instrument Parameters :

Scan mode	Excitation
Scan type	Fluorescence Excitation
Ex.Wavelength (nm)	538,92
Ex. Slit (nm)	1,5
Ex. Filter	Auto
Ave. time (s)	1,00000
Data interval (nm)	0,15

Maximum peak difference < 0,20000nm in 10 scans

Ex. PMT (V) 837



Maximum peak difference 0,12836nm < 0,20000nm PASSED

Wavelength Reproducibility Ex.Mono (Xe) test Passed

Sequence completed

Operator Signature :_____ **Date :** _____

Supervisor Signature :_____ **Date :** _____

Eclipse Validation Report

Report time	25/10/2024 09:43:57
Batch file	25_10_2024 09;43;57.FBVO
Instrument	Eclipse
Instrument serial number	MY18250003
Software Version	1.2(146)
Firmware Version	2,12

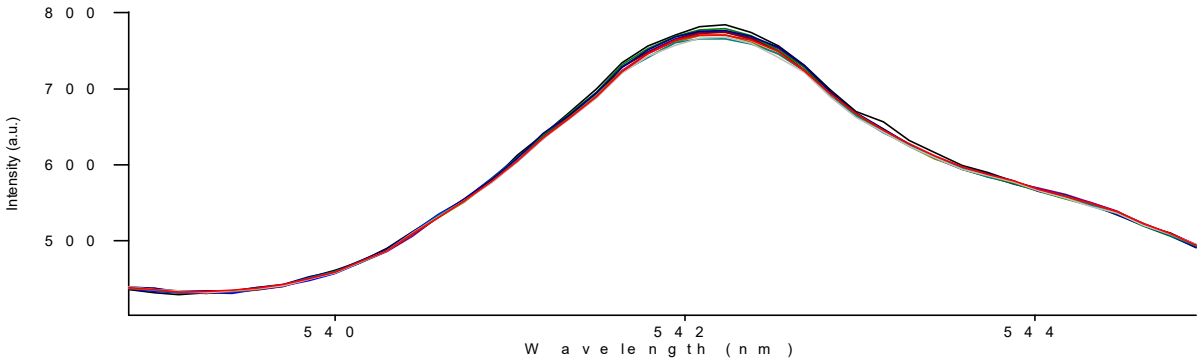
Wavelength Reproducibility Em.Mono (Xe)

Instrument Parameters :

Scan mode	Emission
Scan type	Fluorescence Emission
Ex.Wavelength (nm)	0,00
Ex. Slit (nm)	5
Ex. Filter	Auto
Em.Wavelength (nm)	538,92
Em. Slit (nm)	1,5
Em. Filter	Auto
Ave. time (s)	1,00000
Data interval (nm)	0,15

Maximum peak difference < 0,20000nm in 10 scans

Ex. PMT (V)	461
Em. PMT (V)	723



Maximum peak difference 0,00354nm < 0,20000nm PASSED

Wavelength Reproducibility Em.Mono (Xe) test Passed

Sequence completed

Operator Signature :_____ **Date :** _____

Supervisor Signature :_____ **Date :** _____

18.3.RESOLUÇÃO

- ***Método de teste:***

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

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo: Varredura do comprimento de onda
Modo Fotométrico: Absorbância
Faixa de Leitura: 250 – 395 nm
Velocidade de Scan: 40 nm/min
Largura de Banda: 1 nm
Pontos de Coleta: 0.1 nm
Resposta: Rápida

- ***Procedimento do teste:***

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

POSIÇÃO OBTIDA (nm)	LARGURA DE BANDA (nm)	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (nm)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
Excitação			
1,532	1,5 nm	Entre 1,30 e 2,05 nm	APROVADO
2,547	2,5 nm	Entre 2,25 e 2,80 nm	APROVADO
5,026	5,0 nm	Entre 4,90 e 5,80 nm	APROVADO
Emissão			
1,437	1,5 nm	Entre 0,75 e 1,60 nm	APROVADO
2,580	2,5 nm	Entre 2,00 e 2,75 nm	APROVADO
5,213	5,0 nm	Entre 4,50 e 5,50 nm	APROVADO
10,413	10,0 nm	Entre 9,70 e 11,00 nm	APROVADO
20,507	20,0 nm	Entre 19,00 e 22,00 nm	APROVADO
Comentários: N/A			
Executor: MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA **Data:** 25/10/2024			

Formulário 7 - Resolução.

Eclipse Validation Report

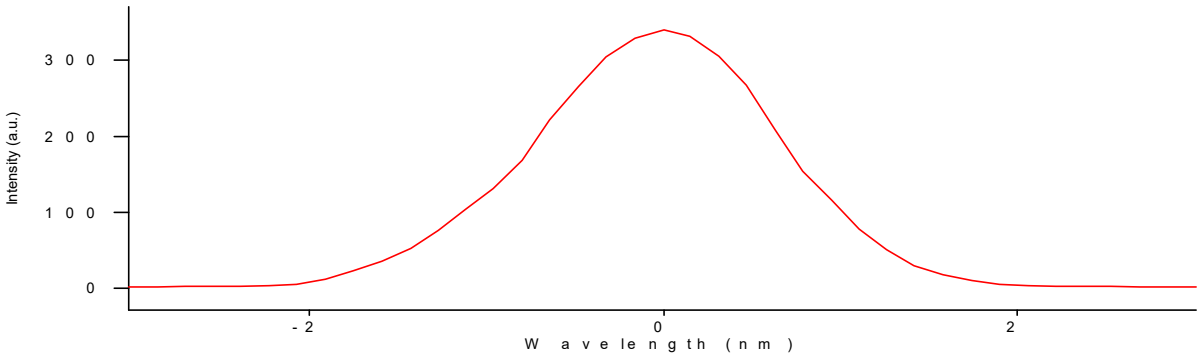
Report time	25/10/2024 10:07:05
Batch file	25_10_2024 10;07;05.FBVO
Instrument	Eclipse
Instrument serial number	MY18250003
Software Version	1.2(146)
Firmware Version	2,12

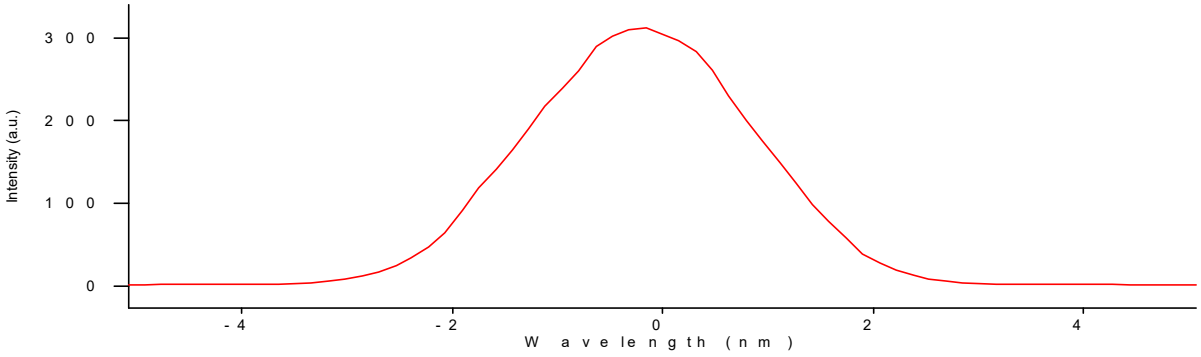
Spectral Bandwidth Accuracy Ex.Slit

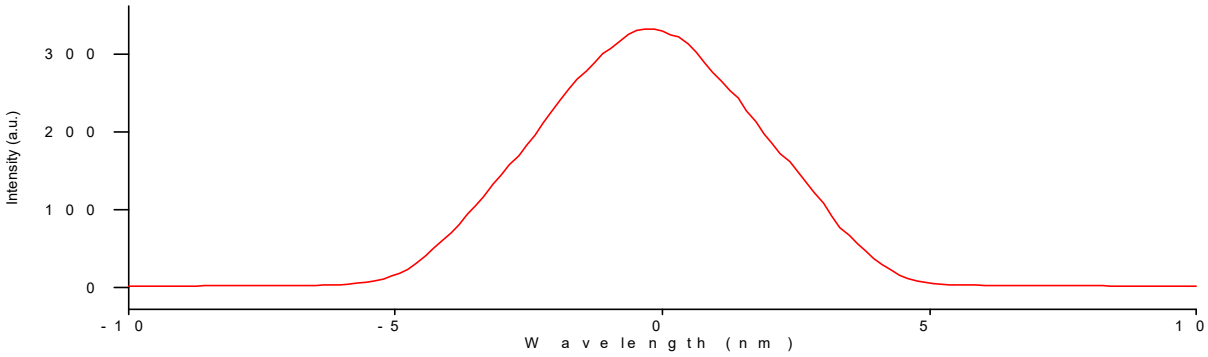
Instrument Parameters :

Scan mode	Excitation
Scan type	Fluorescence Excitation
Ex.Wavelength (nm)	350,00
Ex. Slit (nm)	1,5
Ex. Filter	250 - 395 nm
Ave. time (s)	1,00000
Data interval (nm)	0,15

Ex. Slit (nm): 1,5 Scan Range -3nm to 3nm
Ex. Slit (nm): 2,5 Scan Range -5nm to 5nm
Ex. Slit (nm): 5 Scan Range -10nm to 10nm







Ex. Slit (nm)	Ex. EHT (V)	Tolerance (nm)	Measured (nm)	Result
1,5	737	1,300 - 2,050	1,532	Passed
2,5	607	2,250 - 2,800	2,547	Passed
5	549	4,900 - 5,800	5,026	Passed

Spectral Bandwidth Accuracy Ex.Slit test Passed

Spectral Bandwidth Accuracy Em.Slit

Instrument Parameters :

Scan mode	Emission
Scan type	Fluorescence Emission
Ex.Wavelength (nm)	350,00
Ex. Slit (nm)	5
Ex. Filter	Auto
Em.Wavelength (nm)	400,00
Em. Slit (nm)	5
Em. Filter	Auto
Ave. time (s)	1,00000
Data interval (nm)	0,15

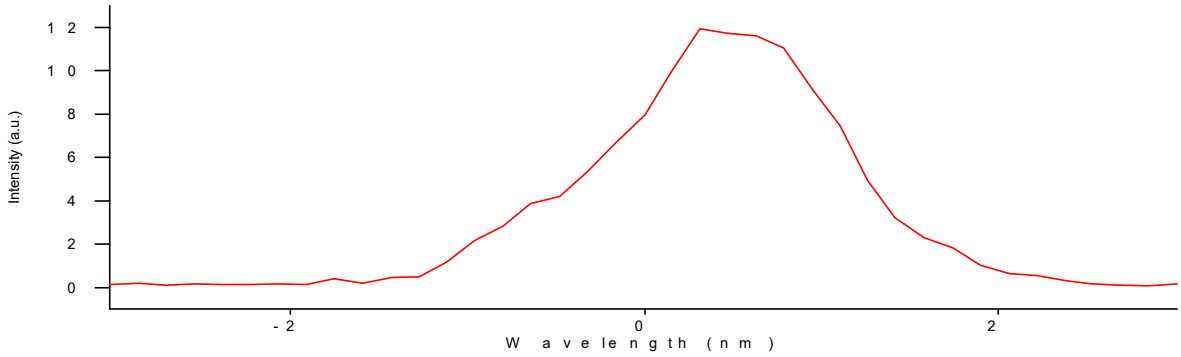
Ex. Slit (nm): 1,5 Scan Range -3nm to 3nm
Em. Slit (nm): 1,5 Ex. WL (nm) 350,00

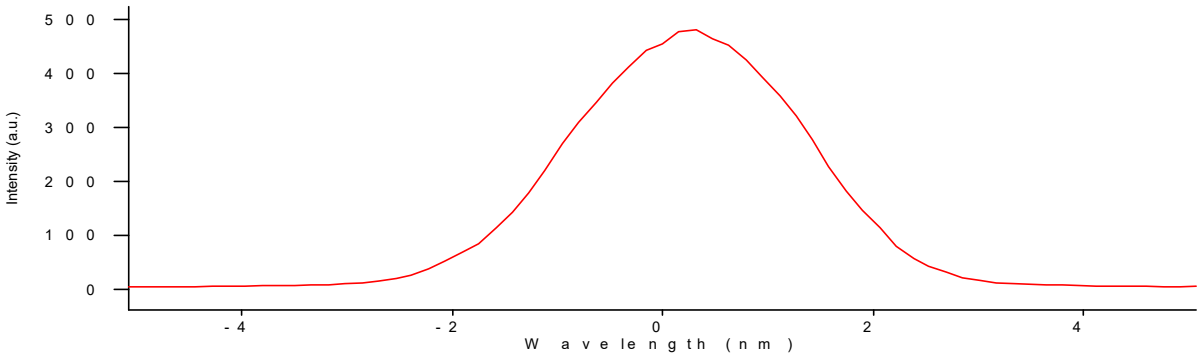
Ex. Slit (nm): 2,5 Scan Range -5nm to 5nm
Em. Slit (nm): 2,5 Ex. WL (nm) 350,00

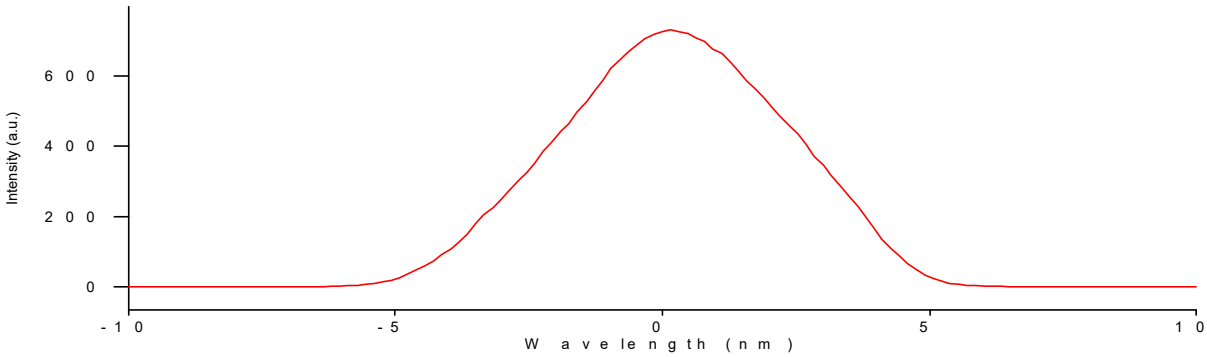
Ex. Slit (nm): 5 Scan Range -10nm to 10nm
Em. Slit (nm): 5 Ex. WL (nm) 800,00

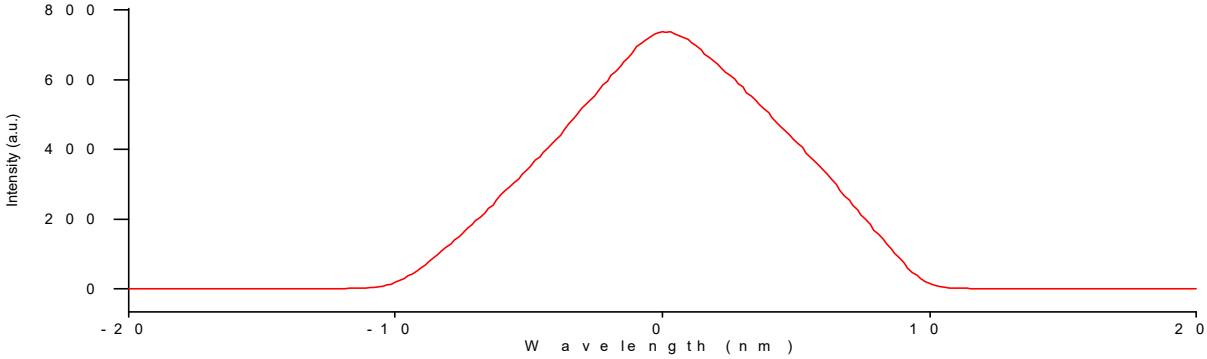
Ex. Slit (nm): 10 Scan Range -20nm to 20nm
Em. Slit (nm): 10 Ex. WL (nm) 850,00

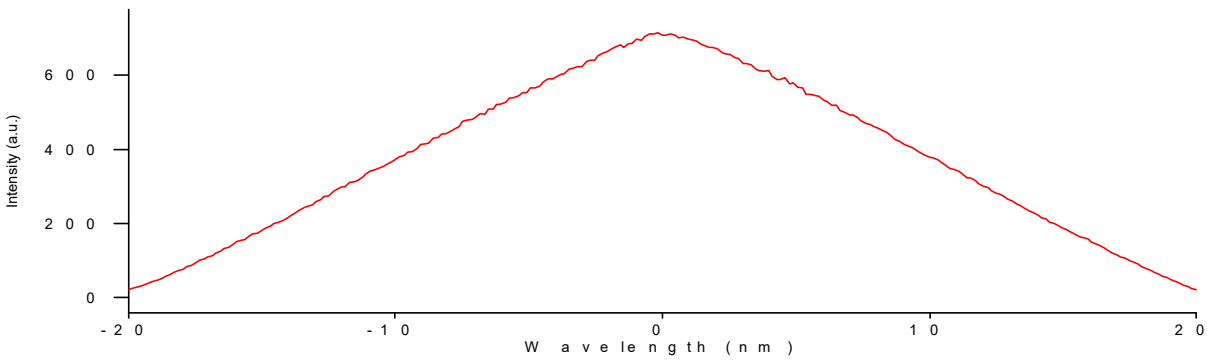
Ex. Slit (nm): 20 Scan Range -20nm to 20nm
Em. Slit (nm): 20 Ex. WL (nm) 900,00




Intensity (a.u.)
5 0 0
4 0 0
3 0 0
2 0 0
1 0 0
0
- 4
- 2
0
2
4
W a v e le n g th (n m)


Intensity (a.u.)
6 0 0
4 0 0
2 0 0
0
- 1 0
- 5
0
5
1 0
W a v e le n g th (n m)


Intensity (a.u.)
8 0 0
6 0 0
4 0 0
2 0 0
0
- 2 0
- 1 0
0
1 0
2 0
W a v e le n g th (n m)


Intensity (a.u.)
6 0 0
4 0 0
2 0 0
0
- 2 0
- 1 0
0
1 0
2 0
W a v e le n g th (n m)

Em. Slit (nm)	Ex. EHT (V)	Em. EHT (V)	Tolerance (nm)	Measured (nm)	Result
1,5	986	1000	0,750 - 1,600	1,437	Passed
2,5	772	1000	2,000 - 2,750	2,580	Passed
5	872	719	4,500 - 5,500	5,213	Passed
10	901	731	9,700 - 11,000	10,413	Passed
20	1000	754	19,000 - 22,00	20,507	Passed

Spectral Bandwidth Accuracy Em.Slit test Passed

Sequence completed

Operator Signature :_____ **Date :** _____

Supervisor Signature :_____ **Date :** _____

18.4.SENSIBILIDADE

- ***Método de teste:***

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

- ***Parâmetros de leitura:***

Modo: Varredura do comprimento de onda
Modo Fotométrico: Absorbância
Faixa de Leitura: 375 – 475 nm
Velocidade de Scan: 40 nm/min
Largura de Banda: 1 nm
Pontos de Coleta: 0.1 nm
Resposta: Rápida

- ***Procedimento do teste:***

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

VALOR ENCONTRADO	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (abs)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
350:1	> 200:1	APROVADO
Comentários: N/A		
Executor: MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA **Data:** 25/10/2024		

Formulário 8 - Sensibilidade.

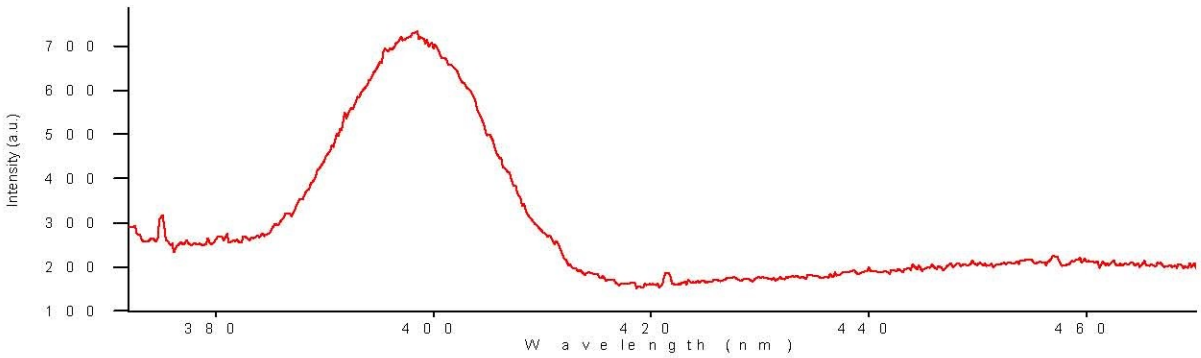
Eclipse Validation Report

Report time	25/10/2024 11:05:27
Batch file	25_10_2024 11;05;27.FBVO
Instrument	Eclipse
Instrument serial number	MY18250003
Software Version	1.2(146)
Firmware Version	2,12

Raman water Sensitivity Ex. 350 nm

Instrument Parameters :

Scan mode	Emission
Scan type	Fluorescence Emission
Ex.Wavelength (nm)	350,00
Ex. Slit (nm)	10
Ex. Filter	Auto
Em.Wavelength (nm)	372,00
Em. Slit (nm)	10
Em. Filter	Open
Ave. time (s)	1,00000
Data interval (nm)	0,20
Ex. PMT (V)	441
Em. PMT (V)	935



Tolerance for Raman water (Ex.350 nm) S/N test: > 200:1
The measured Raman water (Ex.350 nm) S/N: 350:1

Raman water Sensitivity Ex. 350 nm test Failed

Sequence completed

Operator Signature :_____ **Date :** _____

Supervisor Signature :_____ **Date :** _____

18.5.ESTABILIDADE FOTOMÉTRICA

- ***Método de teste:***

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

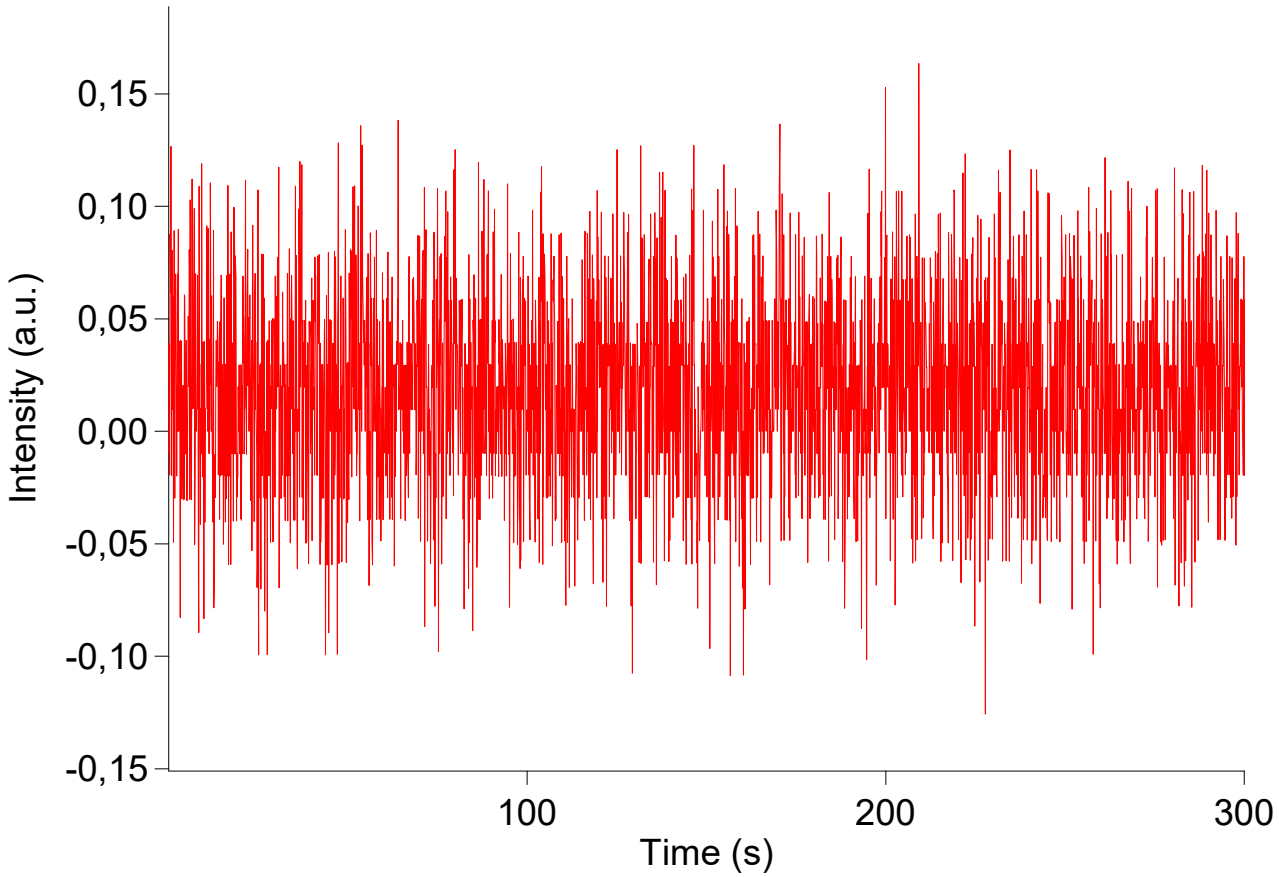
- ***Parâmetros de leitura:***

Modo:	Varredura por tempo
Modo Fotométrico:	Absorbância
Comprimento de Onda:	350 nm
Período:	300 seg
Largura de Banda:	1 nm
Pontos de Coleta:	5.0 seg
Resposta:	Lento

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

VALOR DE ABS DO PICO MAIS ALTO E MAIS BAIXO ENCONTRADOS	DIFERENÇA DOS VALORES DOS PICOS	DIVIDIR POR 2 A DIFERENÇA ENCONTRADA. VALOR OBTIDO	CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO (abs)	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
0,15	0,29	0,145	< 0.5	APROVADO
-0,14				
Comentários: N/A				
Executor: MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA **Data:** 25/10/2024				

Formulário 9 - Estabilidade Fotométrica.



Kinetics Report

Report Time: sex 25 out 11:18:27 AM 2024
Software version: 1.2(146)

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

TESTES REALIZADOS	RESULTADO (Aprovado) (Reprovado)
18.1 Exatidão do Comprimento de Onda	APROVADO
18.2 Repetibilidade do Comprimento de Onda	APROVADO
18.3 Resolução	APROVADO
18.4 Sensibilidade	APROVADO
18.5 Estabilidade Fotométrica	APROVADO

Executor: MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA

Data: 25/10/2024

Revisor: _____
Assinatura Digital

Cliente:

Empresa: _____

Nome: _____

Departamento: _____

Assinatura: _____ **Data:** _____

Formulário 10 - Resultados da Qualificação do Espectrofotômetro de Fluorescência.