ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO 2
2. OBJETIVO 2
3. SIGLAS E DEFINIÇÕES 2
4. MODELO DE QUALIFICAÇÃO 3
5. CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO 3
6. TESTES ADICIONAIS 4
7. DIREITOS RESERVADOS 4
8. RESPONSABILIDADES 4
8.1. CONTRATANTE 4
8.2. QPACK 5
9. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS NECESSÁRIOS 5
10. PRÉ-REQUISITOS PARA A QUALIFICAÇÃO 5
11. PREENCHIMENTO DOS FORMULÁRIOS 5
12. MANUTENÇÃO PREVENTIVA 6
13. QUALIFICAÇÃO OPERACIONAL 6
13.1. DIRETRIZES DA REQUALIFICAÇÃO 6
14. PROCEDIMENTO INICIAL DA QUALIFICAÇÃO 6
15. FINALIZAÇÃO DO SERVIÇO 7
16. CÁLCULOS 7
16.1. MÉDIA 7
16.2. DESVIO PADRÃO 7
16.3. COEFICIENTE DE VARIAÇÃO OU % DPR 8
16.4. % DESVIO 8
16.5. DESVIO 9
16.6. COEFICIENTE DE DETERMINAÇÃO (R^2) 9
***17.* REFERÊNCIAS NORMATIVAS E BIBLIOGRÁFICAS 10**
18. IDENTIFICAÇÕES 11
18.1. IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE 11
18.2. IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA 11
18.3. IDENTIFICAÇÃO DO REVISOR 11
18.4. IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO QUALIFICADO 11
18.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS 12
18.6. IDENTIFICAÇÃO DOS INSTRUMENTOS OU MATERIAIS UTILIZADOS 12
19. PROCEDIMENTO DE QUALIFICAÇÃO DO ESPECTRÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA 13
19.1. GANHO DE ENERGIA DAS LÂMPADAS DE CÁTODO OCO (HCL) 13
19.2. OTIMIZAÇÃO DO NEBULIZADOR 14
19.3. NÍVEL DE RUÍDO DO SISTEMA 15
19.4. EXATIDÃO DAS LEITURAS 16
19.5. LINEARIDADE 17
20. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO EAA 18

CERTIFICADO DE QUALIFICAÇÃO:	***Nº 483/24***
PERÍODO DA QUALIFICAÇÃO:	***28/10/2024 A 29/10/2024***

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	*Japanese Pharmacopoeia*
N/A	Não Aplicável
HCL	Hollow Cathod Lamps
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. Recomenda-se ao cliente realizar estas atividades de qualificação para todas as unidades instaladas no laboratório.

Requerimentos	*Verificação*
O sistema deve ser instalado de acordo com as especificações do fabricante	**Q**ualificação de **I**nstalação - 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	**Q**ualificação **O**peracional - 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*	**Q**ualificação de **D**esempenho - Cliente

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. À 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

- ✓ Soluções-Padrão de calibração do espectrofotômetro de absorção atômica;

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 executor 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:

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

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:

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

Onde:

Xmax = Valor mais alto encontrado dentre as leituras.

Xmin = Valor mais baixo encontrado dentre as leituras.

16.6. COEFICIENTE DE DETERMINAÇÃO (R^2)

O coeficiente de determinação, também chamado de R^2, é uma medida de ajustamento de um modelo estatístico linear generalizado, com a regressão linear, em relação aos valores observados. O R^2 varia entre 0 e 1 indicando, em porcentagem, o quanto o modelo consegue explicar os valores observados. Quanto maior o R^2, 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.

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

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

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:	**ANTIBIÓTICOS DO BRASIL LTDA.**
ENDEREÇO:	**RODOVIA SP-332, KM 135**
CONTATO DO DEPARTAMENTO:	**HELENA BEATRIZ SACCHI ARMELIM**

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:	**ASSIST. DE QUALIDADE**
EMPRESA:	**QPACK SOLUÇÕES ANALÍTICAS LTDA**

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

18.5. IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS E ACESSÓRIOS

DESCRIÇÃO / MODELO	*NÚMERO DE SÉRIE*	*FABRICANTE*
ESPECTROFOTÔMETRO AA-6701F	**A30423400178**	**SHIMADZU**
AUTOSAMPLER ASC-6000	**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*
-	-	-	-	-	*A1*
PADRÃO: ***Cobre 1000 ppm***	**F24G0299 H**	**-/08/2024**	**-/08/2026**		*A2*
					A3

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, conforme tabela. 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. Elas não são especificações garantidas como tal, mas foram emitidas como um guia para o desempenho típico.

Parâmetros de leitura:

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

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros para leitura de 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)	Critério de aceitação (V)
1	**Potássio (K)**	**10**	**N/A**	**N/A**	**400 mV**
2	**Sódio (Na)**	**12**	**N/A**	**N/A**	**400 mV**
3	**Cálcio (Ca)**	**10**	**N/A**	**N/A**	**400 mV**
4	**Cobre (Cu)**	**6**	**N/A**	**N/A**	**400 mV**

RESULTADO	

Comentários: A versão do software utilizada (Ver 2.31) não mostra a energia da lâmpada, apenas mostra se está conforme (OK) ou não. A lâmpada é ajustada automaticamente pelo software.

Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

19.2. OTIMIZAÇÃO DO NEBULIZADOR

Método do teste:

É necessário 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 RSD%.

Parâmetros de leitura:

Modo:	Leitura de Absorbância
Fonte de luz:	Lâmpadas Cátodo Oco

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 padrão de cobre 5mg/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 da taxa de aspiração, conferir com uma proveta de 10ml, graduada e calibrada com água ultra purificada, cronometrando e o valor obtido fica entre 4ml/min e 7ml/min.

LÂMPADA COBRE	**ABSORBÂNCIA**	**FLUXO NEBULIZADOR (mL/min)**	**Critério de aceitação (mL/min)**
Ã = 324,7nm	***324,57***	***5,96***	***4 a 7 mL/min***

RESULTADO	

Comentários:

Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

19.3. NÍVEL DE RUÍDO DO SISTEMA

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:	Lâmpadas Cátodo Oco
Comprimento de onda:	324,7 – 324,8 nm

Procedimento do teste:

1. Configurar os parâmetros para leitura de energia;
2. Certificar de que o compartimento de amostra se encontra vazio;
3. Alinhar a lâmpada utilizada para um maior ganho de energia e registrar o melhor resultado no formulário;
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)***	***CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO***
1	***0,0014***	***< 0,100 Abs***
2	***-0,0002***	
3	***0,0004***	
4	***-0,0001***	
5	***-0,0002***	
6	***0,0004***	***Média: -0,0035 Abs***
7	***-0,0003***	
8	***-0,0013***	
9	***-0,0013***	
10	***-0,0023***	
RESULTADO		APROVADO

Comentários:

Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

19.4. EXATIDÃO 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	Lâmpadas Cátodo Oco
Concentração da Solução Padrão	Cobre/Matriz Aquosa
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.

LEITURA	***ABSORBÂNCIA (Abs)***	***ID do Padrão: COBRE 5 mg/L (ppm)***
1	***0,3961***	**Critérios de Aceitação:** **Precisão: C.V. ou % DPR: 2%** **Variação de Absorbância: 0,05**
2	***0,3905***	
3	***0,3930***	
4	***0,3931***	***Resultados encontrados:***
5	***0,3884***	***C.V. ou % DPR: 0,88%***
6	***0,3873***	
7	***0,3891***	
8	***0,3873***	***Variação de Absorbância: 0,011***
9	***0,3850***	
10	***0,3874***	

RESULTADO	APROVADO

Comentários:

Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

19.5. 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)
Comprimento de onda:	324,7 – 324,8 nm

Procedimento do teste:

1. *Realizar a diluição da solução padrão nas seguintes concentrações (mg/l): 1, 2, 3 4 e 5*
2. *Configurar os parâmetros de leitura;*
3. *Certificar 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.*

LEITURA	***ABSORBÂNCIA (Abs)***	***ID do Padrão: COBRE 5 mg/L (ppm)***
1	***0,0825***	***Critérios de Aceitação $R^2 \geq 0.995$***
2	***0,1625***	
3	***0,2389***	***Resultado encontrado: 0,9997***
4	***0,3126***	
5	***0,3866***	

RESULTADO	APROVADO

Comentários:

Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA

20. RESULTADOS DA QUALIFICAÇÃO DO EAA

TESTES REALIZADOS	RESULTADO
19.1. Ganho de energia das lâmpadas de cátodo oco (HCL)	APROVADO
19.2. Otimização do nebulizador	APROVADO
19.3. Nível ruído do sistema	APROVADO
19.4. Exatidão das leituras	APROVADO
19.5. Linearidade	APROVADO
Especialista: RODOLFO DE SOUZA COSTA	

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

Empresa Contratante:		
		Assinatura
Aprovado por:		

HISTÓRICO DE REVISÕES			
DATA	*REVISÃO*	*ITENS*	*REGISTO DE ALTERAÇÕES*
23/10/2024	*00*	Todos	*Elaboração do documento.*