

6

Referências bibliográficas

- ALI, S. A., SAMAD, A., HUSSAINI, S. M. Voltammetric studies on some hypertensive drugs at platinum test electrode. **Journal of the Chemical Society of Pakistan.** v.14,1992. 257-262 p.
- ANTUNES, K.C.L, **Desenvolvimento de metodologias eletroanalíticas para a determinação de Zidovudina, Lamivudina e Zalcitabina.** PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2004. (Tese de Doutorado).
- BARD A. J., FAULKNER L. R. **Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications.** USA, John Wiley & Sons, 2.ed., 2001. 800p.
- BAREK, J. et al. Polarography and voltammetry at mercury electrodes. **Critical Reviews in Anal. Chem.** v.31, 2001. 291-309 p.
- BARTHUS, R. C., MAZO, L. H., POPPI, R. J. Determinação simultânea de NADH e ácido ascórbico usando voltametria de onda quadrada com eletrodo de carbono vítreo e calibração multivariada. **Eclet. Quím.** v.30, 2005. 51-58 p.
- BESSESEN, D. H. Update on obesity. **J Clin Endocrinol. Metab.** v.93, 2008. 2027-2034 p.
- BOND, A. M., O'HALLORAN. Validity of the Ilkovic and other standard direct and alternating current polarographic equations at short drop time. **J. Phys. Chem.** v. 77, 1973. 915-922 p.
- BRAY, G. A. Drug treatment of obesity. **Baillière's Clinical Endocrin. & Metabolism.** v.13, 1999. 131-148 p.
- BUCKETT, W. R.; THOMAS, P. C.; LUSCOMBE, G. P. The pharmacology of sibutramine hydrochloride (BTS 54 524), a new antidepressant which induces rapid noradrenergic down-regulation. **Prog Neuropsychopharmacol. Biol Psychiatry.** v.12, 1988. 575-84 p.
- BUDAVARI, S. (Ed.) **The Merck Index.** 13th ed. Rahway: Merck Research Laboratories. 2001.

- CABRAL, M. F. et al. Estudo do comportamento eletroquímico do herbicida ametrina utilizando a técnica de voltametria de onda quadrada. **Ecl. Quím.** v.28, 2003. 41-47 p.
- CALLE, E. E. et al. Body mass index and mortality in a prospective cohort of U. S adults. **The New England Journal of Medicine.** v. 341, 1999. 1097-1105 p.
- CARVALHO, L. M. *et al.* Voltammetric behavior of amfepramone (diethylpropion) at the hanging mercury drop electrode and its analytical determination in pharmaceutical formulations. **J. Braz. Chem. Soc.** v. 18, 2007. 789-796 p.
- CARVALHO, L. M. *et al.* Determinação voltamétrica de metais em águas e fluidos biológicos empregando mineralização de amostras com radiação ultravioleta. **Quím. Nova.** v.31, 2008. 1336-1342 p.
- CHRISTIAN, G. D.; O' REYLE, J. E. **Instrumental Analysis.** USA, Allyn and Bacon, Inc, 2.ed. 1986.
- DEL-FABRO, L. D. **Determinação de alumínio e ferro em fluidos pós-hemodiálise empregando voltametria e decomposição de amostras com radiação ultravioleta.** UFSM, Santa Maria, 2007. (Tese de Doutorado).
- DEWALD, T. *et al.* Pharmacological and surgical treatments for obesity. **American Heart Journal.** v.151, 2005. 604-624 p.
- DUNGCHAI, W. *et al.* Salmonella typhi determination using voltammetric amplification of nanoparticles: A highly sensitive strategy for metalloimmunoassay based on a copper-enhanced gold label. **Talanta.** v.17, 2008. 727-732 p.
- ERDEM, A., OZSOZ, M. Electrochemical DNA Biosensors Based on DNA-Drug Interactions. **Electroanalysis.** v.14, 2002. 965-974 p.
- ERDOGDU, G. Voltammetric determination of methidathion insecticide. **Journal of Analytical Chemistry.** v.61, 2006. 673-676 p.
- FERRI, T., FAVRO, G., FRASCONI, M. Selenium speciation in foods. Preliminary results in potatoes. **Microchemical Journal.** v. 85, 2007. 222-227 p.
- FORTES, R. C., GUIMARAES, N. G., HAACK, A. Orlistat e sibutramina : Bons coadjuvantes para perda e manutenção de peso. **Rev Bras Nutr Clin.** v.21, 2006. 244-251 p.
- GALLI, A. *et al.* Utilização de técnicas eletroanalíticas na determinação de pesticidas em alimentos. **Quím. Nova.** v.29, 2006. 105-112 p.
- GHICA, M. E., BRETT, A. M. O. Electrochemical Oxidation of Rutin. **Electroanalysis,** v.17, 2004. 313-318 p.

- GRABARCZYK, M. Ultrasensitive and sensitive determination of Cr (VI) in the presence of a high excess of Cr (III) in natural waters with a complicated matrix. **Electroanalysis**. v.20, 2008.1495-1498 p.
- HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora, 6.ed., 2005. 876p.
- HERZOG, G.; KAM, V., BERDUQUE, A., ARRIGAN, D. W. M. Detection of Food Additives by Voltammetry at the Liquid–Liquid Interface. **J. Agric. Food Chem.** v. 56, 2008. 4304-4310 p.
- HONEYCHURCH, K. C., HART, J. P., COWELL, D. C. Voltammetric Behavior and Trace Determination of Lead at a Mercury-Free Screen-Printed Carbon Electrode. **Electroanalysis**, v.12, 2000. 171-177 p.
- INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA E QUALIDADE INDUSTRIAL. **DOQ – CGCRE – 008**: orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos. 2007. Rev. 00.
- JIAN, Z.; NIANFA, G.; YING, Z. Method development and validation for the determination of five synthetic food colorants in alcoholic beverages by reversed-phase high performance liquid chromatography coupled with diode-array detector. **Analytical letters**. v. 40, 2007. 3080-3094 p.
- KOROKOLVAS, A., FRANÇA, F. F. A. C.; CUNHA, B. C. A. **Dicionário Terapêutico Guanabara**. Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 2007. 628p.
- LA-SCALEA, M. A., SILVA, H. S. R. C., FERREIRA, E. I. Redução voltamétrica de artemisinina e sua interação com grupo heme (hemina). **Rev. Bras. Cienc. Farm.** v.43, 2007. 371-383 p.
- LOCATELLI, C. Voltammetric methods for the simultaneous determination of trace metals in foods, plant tissues and soils. **Journal of the science of food and agriculture**. v.87, 2007. 305-312 p.
- LOPES, I. C. **Determinação do herbicida Paraquat sobre eletrodos de grafite pirolítico modificados com ftalocianina de cobalto utilizando voltametria de onda quadrada**. UFM, São Luiz, 2006. (Tese de Mestrado).
- LUQUE, C. A., REY, J. A. Sibutramine: A serotonin-norepinephrine reuptake-inhibitor for the treatment of obesity. **Annals of Pharmacotherapy**, v.33,1999. 968-978 p.

- MARTINS, L. F. S. **Controle de qualidade do cloridrato de sibutramina matéria prima e cápsulas em farmácias magistrais e avaliação preliminar da estabilidade.** UFRS, Porto Alegre, 2008. (Dissertação de Mestrado).
- MERCAN, H., INAM, R. Determination of the Fungicide Anilazine in Soil and River Water by Differential Pulse Polarography. **Clean-soil air water.** v.36, 2008. 913-919 p.
- MORITA, T., ASSUMPÇÃO, R. M. V. **Manual de soluções, reagentes e solventes.** São Paulo, Edgard Blücher, 2. ed., 1981. 627p.
- OKUMARA, L. L., STRADIOTTO, N, R. Simultaneous determination of neutral nitrogen compounds in gasoline and diesel by differential pulse voltammetry. **Talanta.** v.72, 2007. 1106-1113 p.
- OPYDO, J. The use of chloranilic acid for determination of molybdenum in soils by adsorptive stripping voltammetry. **Chemia Analityczna.** v.52, 2007. 1025-1035 p.
- ORGANIZAÇÃO PAN-AMERICANA DA SAÚDE. **Doenças crônico-degenerativas e obesidade: estratégia mundial sobre alimentação saudável, atividade física e saúde.** Brasília, 2003. 60 p. il. Disponível em: http://www.opas.org.br/sistema/arquivos/d_cronic.pdf
- OSTERYOUNG, J and J.J O'DEA. **Electroanal.** Chem. v.14, 1986. 209 p.
- PADWAL, R. S., MAJUMDAR, S. R. Drug treatments for obesity; orlistat, sibutramine and rimonabant. **Lancet.** v.369, 2007. 71-77 p.
- PARFITT, K. (Ed.). **Martindale – The complete drug reference.** 32. ed. London: Pharmaceutical Press, 1999. 2315 p.
- PESAVENTO, M., ALBERTI, G., BIESUZ, R. Analytical methods for determination of free metal ion concentration, labile species fraction and metal complexation capacity of environmental waters. A Review. **Anal. Chim. Acta,** v.631, 2009. 129-141 p.
- PETERS, D. G., HAYES, J. M., HIEFTJE, G. M. **Chemical Separations and Measurements: Theory and Practice of Analytical Chemistry.** USA: Saunders Company, p.431-450, 1974.
- QIONG, L., LIRONG, W., DANH, X., GUANGHAN, L. Determination of trace aluminum in foods by stripping voltammetry. **Food Chemistry.** v.97, 2006. 176-180 p.
- RADI, A., EL-RIES, M. A., KANDIL, S. Electrochemical study of the interaction of levofloxacin with DNA. **Analy. Chim. Acta,** v. 495, 2003. 61-67 p.

- RAYMUNDO, M. S., PAULA, M. M. S., FRANCO, C., FETT, R. Quantitative determination of the phenolic antioxidants using voltammetric techniques. **Food science and technol.** v.40, 2007. 1133-1139 p.
- RISSANEM A., PEKKARINEN T., HEINÄNEN T. Weight loss profile with sibutramine in obese patients with type 2 diabetes: a double-blind, placebo-controlled study. **Annual Meeting of the North American Association for study of Obesity.** 1999.
- YANOVSKI, S. Z., YANOVSKI, J. A. Obesity. **New England Journal of Medicine**, v. 346, 2002. 591-602 p.
- SANTOS, L. O. **Estudo comparativo entre as técnicas de voltametria em pulso diferencial, espectrofotometria no ultra violeta e visível e cromatografia líquida de alta eficiência como metodologias analíticas no doseamento da substância química paracetamol.** FIOCRUZ-RJ, Rio de Janeiro, 2003. (Dissertação de Mestrado)
- SAWYER, D. T.; SOBKOWIAK, A.; Jr, J. L. R. **Electrochemical for chemists.** New York: John Wiley & Sons, 2. ed., 1995. 505p.
- SOARES, A. F. Doença crônica degenerativas e obesidade: estratégia mundial sobre alimentação saudável, atividade física e saúde. Organização Pan Americana da Saúde/ Organização mundial da saúde- Brasília, 2003 60p.:il
- SOLOMONS, T. W. G; FRYHLE, C. B; **Química Orgânica.** Rio de Janeiro: LTC, 8. ed., 2005.
- SOUZA, D., MACHADO, S. A. S., AVACA, L. A. Voltametria de onda quadrada. Primeira parte: Aspectos teóricos. **Quím. Nova**, v.26, 2003. 81-89 p.
- SOUZA, S. V. C., JUNQUEIRA, R. G. A procedure to assess linearity by ordinary least squares method. **Anal. Chim. Acta**, v. 552, 2005. 25-35 p.
- TAKEUCHI, R. M., SANTOS, A. L., MEDEIROS, M. J., STRADIOTTO, N. R. Copper determination in ethanol fuel samples by anodic stripping voltammetry at a gold microelectrode. **Microchim. Acta.** v.164, 2009. 101-106 p.
- TAKEUCHI, R. M., SANTOS, A. L., PADILHA, P. M., STRADIOTTO, N. R. Copper determination in ethanol fuel by differential pulse anodic stripping voltammetry at a solid paraffin-based carbon paste electrode modified with 2-aminothiazole organofunctionalized silica. **Talanta.** v.71, 2007. 771-777 p.

- TYSZCZUK, K., KOROLCZUK, M. Adsorptive stripping voltammetric determination of trace concentrations of molybdenum at an in situ plated lead film electrode. **Anal. Chim. Acta.** v. 624, 2008. 232-237 p.
- VAZ, C. M. P. *et al.* Análise de pesticidas por técnicas eletroanalíticas. Empresa Brasileira de pesquisas agropecuárias. (EMBRAPA). São Carlos. 1996.
- WANG, J. **Analytical electrochemistry.** New Jersey, John Wiley & Sons, 3. ed. 2006, 262p.
- WANG, Z., WANG, Y., LUO, G. A selective voltammetric method for uric acid detection at β -cyclodextrin modified electrode incorporating carbon nanotubes. **Analyst**, v. 127, 2002. 1353 – 1358 p.
- WANG, R., CHAKRABARTI, C. Copper speciation by competing ligand exchange method using differential pulse anodic stripping voltammetry with ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) as competing ligand. **Anal. Chim. Acta.** v.614, 2008. 153-160 p.
- WORLD HEALTH ORGANIZATION. Obesity: presenting and managing the global epidemic. Report of a WHO Consultation on obesity. Geneva: WHO; 1998.
- ZANELLA, M. R. Obesidade como fator de risco cardiovascular. **Rev. Bras. Hipertens.**, v.7, 2000.127 p.
- ZHAO, H., ZHANG, Y., YUAN Z. Study on the electrochemical behavior of dopamine with poly(sulfosalicylic acid) modified glassy carbon electrode. **Anal. Chim. Acta.** v. 441, 2001. 117-122 p.

7 ANEXOS

ANEXO 1

Valores da concentração obtidos no limite de quantificação teórico de 1,8 mg L⁻¹.

Medição	Concentração (mg L ⁻¹)
1	1,8
2	1,9
3	1,9
4	1,8
5	1,6
6	1,7
7	1,8
8	1,8
9	1,6
10	1,7

ANEXO 2

Valores de F para $\alpha = 5\%$, segundo o número de graus de liberdade do numerador e do denominador

Nº de g. l. do denominador	Número de graus de liberdade do numerador								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	161	200	216	225	230	234	237	239	241
2	18,5	19,0	19,2	19,2	19,3	19,3	19,4	19,4	19,4
3	10,1	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90
12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80
13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30
25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28
26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12
60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04
120	3,92	3,07	2,68	2,45	2,29	2,17	2,09	2,02	1,96
∞	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88

(DIXON, 1969)

ANEXO 3

Valores de t , segundo os graus de liberdade e o valor de α

Graus de liberdade	10%	α 5%	1%
1	6,31	12,71	63,66
2	2,92	4,30	9,92
3	2,35	3,18	5,84
4	2,13	2,78	4,60
5	2,02	2,57	4,03
6	1,94	2,45	3,71
7	1,90	2,36	3,50
8	1,86	2,31	3,36
9	1,83	2,26	3,25
10	1,81	2,23	3,17
11	1,80	2,20	3,11
12	1,78	2,18	3,06
13	1,77	2,16	3,01
14	1,76	2,14	2,98
15	1,75	2,13	2,95
16	1,75	2,12	2,92
17	1,74	2,11	2,90
18	1,73	2,10	2,88
19	1,73	2,09	2,86
20	1,73	2,09	2,84
21	1,72	2,08	2,83
22	1,72	2,07	2,82
23	1,71	2,07	2,81
24	1,71	2,06	2,80
25	1,71	2,06	2,79
26	1,71	2,06	2,78
27	1,70	2,05	2,77
28	1,70	2,05	2,76
29	1,70	2,04	2,76
30	1,70	2,04	2,75
40	1,68	2,02	2,70
60	1,67	2,00	2,66
120	1,66	1,98	2,62
∞	1,64	1,96	2,58

DIXON, 1969)

ANEXO 4

Tabela de Cochran: Valores de G, segundo o número de determinações (k), o grau de liberdade (v) e $\alpha = 5\%$

ν k	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2	0.9985	0.9750	0.9392	0.9057	0.8772	0.8534	0.8332	0.8159	0.8010	0.7880
3	0.9669	0.8709	0.7977	0.7457	0.7071	0.6771	0.6530	0.6333	0.6167	0.6025
4	0.9065	0.7679	0.6841	0.6287	0.5895	0.5598	0.5365	0.5175	0.5017	0.4884
5	0.8412	0.6838	0.5981	0.5441	0.5065	0.4783	0.4564	0.4387	0.4241	0.4118
6	0.7808	0.6161	0.5321	0.4803	0.4447	0.4184	0.3990	0.3817	0.3682	0.3568
7	0.7271	0.5612	0.4800	0.4307	0.3974	0.3726	0.3535	0.3384	0.3259	0.3154
8	0.6798	0.5157	0.4377	0.3910	0.3595	0.3362	0.3185	0.3043	0.2926	0.2829
9	0.6385	0.4775	0.4027	0.3584	0.3286	0.3067	0.2901	0.2768	0.2659	0.2568
10	0.6020	0.4450	0.3733	0.3311	0.3029	0.2823	0.2666	0.2541	0.2439	0.2353
12	0.5410	0.3924	0.3264	0.2880	0.2624	0.2439	0.2299	0.2187	0.2098	0.2020
15	0.4709	0.3346	0.2758	0.2419	0.2195	0.2034	0.1911	0.1815	0.1736	0.1671
20	0.3894	0.2705	0.2205	0.1921	0.1735	0.1602	0.1501	0.1422	0.1357	0.1303
24	0.3434	0.2354	0.1907	0.1656	0.1493	0.1374	0.1286	0.1216	0.1160	0.1113
30	0.2929	0.1980	0.1593	0.1377	0.1237	0.1137	0.1061	0.1002	0.0958	0.0921
40	0.2370	0.1576	0.1259	0.1082	0.0968	0.0887	0.0827	0.0780	0.0745	0.0713
60	0.1737	0.1131	0.0895	0.0765	0.0682	0.0623	0.0583	0.0552	0.0520	0.0497
120	0.0998	0.0632	0.0495	0.0419	0.0371	0.0337	0.0312	0.0292	0.0279	0.0266
∞	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ν k	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2	0.9999	0.9950	0.9794	0.9586	0.9373	0.9172	0.8988	0.8823	0.8674	0.8539
3	0.9933	0.9423	0.8831	0.8335	0.7933	0.7606	0.7335	0.7107	0.6912	0.6743
4	0.9676	0.8643	0.7814	0.7212	0.6761	0.6410	0.6129	0.5897	0.5702	0.5536
5	0.9279	0.7885	0.6957	0.6329	0.5875	0.5531	0.5259	0.5037	0.4854	0.4697
6	0.8828	0.7218	0.6258	0.5635	0.5195	0.4866	0.4608	0.4401	0.4229	0.4084
7	0.8376	0.6644	0.5685	0.5080	0.4659	0.4347	0.4105	0.3911	0.3751	0.3616
8	0.7945	0.6152	0.5209	0.4627	0.4226	0.3932	0.3704	0.3522	0.3373	0.3248
9	0.7544	0.5727	0.4810	0.4251	0.3870	0.3592	0.3378	0.3207	0.3067	0.2950
10	0.7175	0.5358	0.4469	0.3934	0.3572	0.3308	0.3106	0.2945	0.2813	0.2704
12	0.6528	0.4751	0.3919	0.3428	0.3099	0.2861	0.2680	0.2535	0.2419	0.2320
15	0.5747	0.4069	0.3317	0.2882	0.2593	0.2386	0.2228	0.2104	0.2002	0.1918
20	0.4799	0.3297	0.2654	0.2288	0.2048	0.1877	0.1748	0.1646	0.1567	0.1501
24	0.4247	0.2871	0.2295	0.1970	0.1759	0.1608	0.1495	0.1406	0.1338	0.1283
30	0.3632	0.2412	0.1913	0.1635	0.1454	0.1327	0.1232	0.1157	0.1100	0.1054
40	0.2940	0.1915	0.1508	0.1281	0.1135	0.1033	0.0957	0.0898	0.0853	0.0816
60	0.2151	0.1371	0.1069	0.0902	0.0796	0.0722	0.0668	0.0625	0.0594	0.0567
120	0.1225	0.0759	0.0585	0.0489	0.0429	0.0387	0.0357	0.0334	0.0316	0.0302
∞	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

(Dixon, 1969)

ANEXO 5

Resultados obtidos das sete amostras analisadas para avaliação da repetitividade da sibutramina para o primeiro ponto da curva (adição de 250 µl do padrão 300 mg L⁻¹).

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média da concentração (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (s)	Variância (s ²)
1	13,0	300,9	296,5	5,0	25,0
	12,9	298,2			
	12,5	291,1			
	13,0	300,9			
	12,5	291,1			
2	13,5	310,0	308,4	5,7	32,3
	12,9	298,4			
	13,4	309,8			
	13,6	311,9			
	13,6	311,9			
3	12,8	297,0	297,0	2,8	7,8
	12,8	297,0			
	12,6	293,0			
	13,0	300,9			
	12,8	297,0			
4	12,9	299,0	299,0	4,6	21,2
	13,0	300,9			
	12,5	291,1			
	13,0	300,9			
	13,1	302,9			
5	13,1	302,9	298,6	3,5	12,5
	12,7	295,0			
	13,0	300,9			
	12,9	299,0			
	12,7	295,0			
6	13,3	306,8	300,2	3,8	14,5
	12,9	299,0			
	12,9	299,0			
	12,9	299,0			
	12,8	297,0			
7	12,9	299,0	300,2	3,0	8,9
	12,9	299,0			
	13,0	300,9			
	13,2	304,9			
	12,8	297,0			

ANEXO 6

Resultados obtidos das sete amostras analisadas para avaliação da repetitividade da sibutramina para o ponto central da curva (adição de 750 µl do padrão 300 mg L⁻¹).

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média da concentração (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (s)	Variância (s ²)
1	41,73	302,2	302,3	1,87	3,5
	41,81	302,8			
	42,15	305,1			
	41,41	300			
	41,62	301,5			
2	40,88	296,4	296,2	0,51	0,3
	40,8	295,9			
	40,77	295,7			
	40,96	297			
	40,85	296,2			
3	42,4	307,2	307,9	1,0	0,9
	42,7	308,9			
	42,5	307,5			
	42,4	306,9			
	42,7	308,9			
4	42,1	304,6	306,5	1,2	1,5
	42,5	307,4			
	42,5	307,6			
	42,4	306,8			
	42,3	306,1			
5	41,4	299,8	299,4	0,6	0,4
	41,3	299,2			
	41,2	298,6			
	41,4	300,2			
	41,3	299,3			
6	40,3	292,4	293,6	1,5	2,4
	40,6	294,2			
	40,7	295,0			
	40,2	291,6			
	40,7	294,9			
7	41,16	296,4	299,3	1,7	2,9
	41,5	300,6			
	41,3	299,5			
	41,4	300,2			
	41,4	300,0			

ANEXO 7

Resultados obtidos das sete amostras analisadas para avaliação da repetitividade da sibutramina para o último ponto da curva (adição de 1250 µl do padrão 300 mg L⁻¹).

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média da concentração (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (s)	Variância (s ²)
1	65,5	292,1	294,5	2,0	4,2
	65,6	292,6			
	66,2	295,1			
	66,6	296,9			
	66,3	295,6			
2	67,5	300,7	302,5	1,3	1,6
	67,8	302,0			
	68,3	304,2			
	67,9	302,5			
	68,0	302,9			
3	64,5	287,8	288,5	0,5	0,2
	64,8	289,1			
	64,7	288,7			
	64,6	288,3			
	64,7	288,7			
4	65,6	292,6	292,9	1,0	0,9
	65,4	291,7			
	65,6	292,6			
	65,9	293,9			
	65,9	293,9			
5	64,4	287,4	289,7	1,5	2,2
	64,8	289,1			
	64,9	290,0			
	65,2	290,9			
	65,2	290,9			
6	66,2	295,1	295,3	0,9	0,9
	66,4	296,0			
	66,1	294,7			
	66,0	294,3			
	66,5	296,4			
7	64,9	289,6	290,4	0,7	0,5
	65,0	290,0			
	65,0	290,0			
	65,3	291,3			
	65,2	290,8			

ANEXO 8

Resultados obtidos do primeiro dia de análise para sete soluções de sibutramina (300 mg L⁻¹) utilizando-se a curva analítica da sibutramina (Figura 13)

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média da concentração (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (s)	Variância (s ²)
1	41,7	302,2	302,3	1,9	3,5
	41,8	302,8			
	42,2	305,1			
	41,4	300,0			
	41,6	301,5			
2	40,9	296,4	296,2	0,5	0,3
	40,8	295,9			
	40,8	295,7			
	41,0	297,0			
	40,8	296,2			
3	42,4	307,2	307,9	1,0	0,9
	42,7	308,9			
	42,5	307,5			
	42,4	306,9			
	42,7	308,9			
4	42,1	304,6	306,5	1,2	1,5
	42,5	307,4			
	42,55	307,6			
	42,4	306,8			
	42,3	306,1			
5	41,4	299,8	299,4	0,6	0,4
	41,3	299,2			
	41,2	298,6			
	41,4	300,2			
	41,3	299,3			
6	40,3	292,4	293,6	1,5	2,4
	40,6	294,2			
	40,7	295,0			
	40,2	291,6			
	40,7	294,9			
7	41,2	296,4	299,3	1,7	2,9
	41,5	300,6			
	41,3	299,5			
	41,4	300,2			
	41,4	300,0			

ANEXO 9

Resultados obtidos do segundo dia de análise para sete soluções de sibutramina (300 mg L⁻¹) utilizando-se a curva analítica da sibutramina (Figura 13)

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média da concentração (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (s)	Variância (s ²)
1	42,8	309,6	308,9	0,7	0,5
	42,6	307,9			
	42,7	309,0			
	42,7	308,6			
	42,8	309,3			
2	40,5	293,5	294,8	1,4	1,9
	40,5	293,6			
	40,9	296,3			
	40,8	296,3			
	40,6	294,6			
3	42,1	304,6	304,1	1,8	3,2
	42,0	303,9			
	42,1	304,6			
	42,3	306,2			
	41,6	301,3			
4	41,8	302,8	303,2	1,4	2,0
	41,6	301,0			
	42,0	303,8			
	42,0	304,2			
	42,1	304,5			
5	40,8	296,0	297,3	1,1	1,2
	41,3	299,0			
	41,0	297,4			
	40,9	296,7			
	41,0	297,5			
6	40,1	291,1	292,2	2,0	3,8
	40,2	291,7			
	40,3	292,1			
	40,0	290,7			
	40,8	295,6			
7	41,7	302,0	301,8	0,9	0,9
	41,4	300,3			
	41,7	301,8			
	41,8	302,7			
	41,8	302,4			

ANEXO 10

Valores da concentração obtidos no limite de quantificação teórico de $1,1 \text{ mg L}^{-1}$ para a técnica de voltametria de onda quadrada

Leitura	Concentração (mg L^{-1})
1	1,0
2	0,9
3	1,1
4	1,2
5	1,2
6	1,1
7	1,3
8	0,9
9	1,2
10	1,0

ANEXO 11

Resultados obtidos das sete amostras analisadas para avaliação da repetitividade da sibutramina para o primeiro ponto da curva (adição de 250 µl do padrão 300 mg L⁻¹).

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média da concentração (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (S)	Variância (S ²)
1	30,0	311,1	308,7	2,0	4,1
	29,9	310,2			
	29,7	308,6			
	29,6	307,7			
	29,4	306,0			
2	29,7	308,6	309,9	1,7	3,0
	29,8	309,4			
	29,7	308,6			
	29,9	310,2			
	30,2	312,8			
3	28,4	297,5	298,4	1,1	1,1
	28,7	300,1			
	28,5	298,4			
	28,5	298,4			
	28,4	297,5			
4	28,2	295,8	297,7	3,7	1,9
	28,8	300,9			
	28,4	297,5			
	28,3	296,7			
	28,4	297,5			
5	29,0	302,6	303,6	1,1	1,2
	29,0	302,6			
	29,2	304,3			
	29,1	303,5			
	29,3	305,1			
6	28,5	298,4	300,2	2,2	4,8
	28,4	297,5			
	28,8	300,9			
	29,0	302,6			
	28,9	301,8			
7	28,6	299,2	297,0	2,1	4,2
	28,5	298,4			
	28,2	295,8			
	28,0	294,1			
	28,4	297,5			

ANEXO 12

Resultados obtidos das sete amostras analisadas para avaliação da repetitividade da sibutramina para o terceiro ponto da curva (adição de 750 µl do padrão 300 mg L⁻¹).

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média da concentração (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (S)	Variância (S ²)
1	95,7	303,7	302,8	1,2	1,4
	95,5	303,1			
	94,8	301,1			
	95,8	304,0			
	95,2	302,2			
2	93,3	296,6	299,1	2,0	4,0
	93,7	297,8			
	94,6	300,5			
	94,1	299,0			
	95,0	301,6			
3	96,7	306,7	307,5	0,8	0,7
	96,8	307,0			
	97,3	308,5			
	97,2	308,2			
	96,8	307,0			
4	92,8	295,1	296,0	0,7	0,5
	93,3	296,6			
	92,9	295,4			
	93,3	296,6			
	93,2	296,3			
5	93,4	296,9	297,2	1,7	3,0
	94,1	299,0			
	94,1	299,0			
	93,0	295,7			
	92,9	295,4			
6	94,5	300,2	299,2	1,5	2,1
	94,3	299,6			
	94,3	299,6			
	94,4	299,9			
	93,7	296,6			
7	93,6	297,5	298,1	0,8	0,6
	93,8	298,1			
	94,1	299,0			
	94,0	298,7			
	93,5	297,2			

ANEXO 13

Resultados obtidos das sete amostras analisadas para avaliação da repetitividade da sibutramina para o último ponto da curva (adição de 1250 µl do padrão 300 mg L⁻¹).

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média das concentrações (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (S)	Variância (S ²)
1	153,0	297,5	297,3	0,8	0,6
	153,3	298,0			
	152,8	297,1			
	152,2	296,0			
	153,1	297,7			
2	155,1	301,4	300,8	0,6	0,4
	154,9	301,0			
	154,3	299,9			
	155,0	301,2			
	154,7	300,7			
3	154,9	299,3	299,3	0,5	0,2
	153,7	298,8			
	154,4	300,1			
	154,0	299,3			
	153,9	299,2			
4	152,3	296,2	297,1	0,9	0,8
	153,2	297,8			
	152,9	297,3			
	153,3	298,0			
	152,2	296,0			
5	156,9	304,8	303,2	1,4	2,0
	156,5	304,0			
	156,1	303,3			
	155,9	302,9			
	154,9	301,0			
6	156,8	304,6	305,4	1,1	1,1
	157,9	306,6			
	157,6	306,1			
	157,3	305,5			
	156,5	304,0			
7	154,8	300,8	300,2	1,0	1,1
	155,2	301,6			
	154,3	299,9			
	154,0	299,3			
	153,9	299,2			

ANEXO 14

Resultados obtidos do primeiro dia da análise para as sete amostras utilizando-se a curva analítica da sibutramina (Figura 15)

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média conc. (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (S)	Variância (S ²)
1	95,7	303,7	302,8	1,2	1,4
	95,5	303,1			
	94,8	301,1			
	95,8	304,0			
	95,2	302,2			
2	93,3	296,6	299,1	2,0	4,0
	93,7	297,8			
	94,6	300,5			
	94,1	299,0			
	95,0	301,6			
3	96,7	306,7	307,5	0,8	0,7
	96,8	307,0			
	97,3	308,5			
	97,2	308,2			
	96,8	307,0			
4	92,8	295,1	296,0	0,7	0,5
	93,3	296,6			
	92,9	295,4			
	93,3	296,6			
	93,2	296,3			
5	93,4	296,9	297,2	1,7	3,0
	94,1	299,0			
	94,1	299,0			
	93,0	295,7			
	92,9	295,4			
6	94,5	300,2	299,2	1,5	2,1
	94,3	299,6			
	94,3	299,6			
	94,4	299,9			
	93,7	296,6			
7	93,6	297,5	298,1	0,8	0,6
	93,8	298,1			
	94,1	299,0			
	94,0	298,7			
	93,5	297,2			

ANEXO 15

Resultados obtidos do segundo dia da análise para as sete amostras utilizando-se a curva analítica da sibutramina (Figura 15)

Amostra	Corrente (nA)	Concentração (mg L ⁻¹)	Média conc. (mg L ⁻¹)	Desvio padrão (S)	Variância (S ²)
1	94,6	300,5	301,7	0,7	0,4
	95,1	301,9			
	95,1	301,9			
	95,1	301,9			
	95,2	302,2			
2	94,8	300,8	300,6	1,7	2,8
	95,0	301,6			
	94,5	300,2			
	93,7	298,1			
	95,3	302,5			
3	89,4	285,0	285,4	1	1
	89,7	285,9			
	90,0	286,8			
	89,3	284,7			
	89,2	284,4			
4	95,3	302,5	301,4	2,2	4,8
	95,8	304,0			
	93,8	298,1			
	94,7	300,8			
	95,0	301,6			
5	95,3	302,7	302,4	1,4	1,8
	94,7	300,8			
	95,9	304,3			
	95,3	302,7			
	94,9	301,4			
6	96,9	307,3	304,5	1,9	3,5
	95,9	304,3			
	95,4	302,8			
	95,4	302,8			
	96,2	305,2			
7	94,0	298,7	299,3	0,6	0,3
	94,4	299,9			
	94,4	299,9			
	94,1	299,0			
	94,1	299,0			

ANEXO 16

Resultados obtidos das análises das amostras de sibutramina do medicamento Biomag® por CLAE

Amostra	Área do pico (média de 3 leituras)	Concentração experimental (mg L ⁻¹)	Concentração de sibutramina (mg /cápsula)
1	11539190	293,4	14,7
2	11467845	291,6	14,6
3	11643549	296,0	14,8
4	12134291	307,4	15,4
5	11860904	301,5	15,1
6	12144286	308,7	15,4
7	12094138	307,5	15,4

ANEXO 17

Resultados obtidos das análises das amostras de sibutramina do medicamento Biomag® por DPV.

Amostra	Corrente (nA) (média 3 leituras)	Concentração experimental (mg L ⁻¹)	Concentração sibutramina (mg /cápsula)
1	22,8	301,5	15,1
2	21,8	287,9	14,4
3	21,8	288,6	14,4
4	23,1	305,7	15,3
5	22,2	293,2	14,7
6	23,1	305,0	15,2
7	22,7	300,8	15,0

ANEXO 18

Resultados obtidos das análises das amostras de GF-1[®] lote 16174 por CLAE

Solução	Área do pico (média de 3 leituras)	Concentração de sibutramina (mg L ⁻¹)
1	7252254	3704
2	6872100	3498
3	7066447	3598

ANEXO 19

Resultados obtidos das análises das amostras de GF-1[®] lote 16174 por DPV

Solução	Curva de adição padrão	Concentração de sibutramina (mg L ⁻¹)
1	$y = 0,8982x + 9,087$	4249,1
2	$y = 0,8226x + 8,1702$	4171,5
3	$y = 0,7851x + 7,709$	4124,0

ANEXO 20

Determinação do peso médio do medicamento Vazy® 10 mg (Lote 128734)

Cápsula	Peso médio (mg)	Cápsula	Peso médio (mg)
1	172,2	11	171,3
2	169,4	12	176,5
3	174,4	13	169,7
4	166,4	14	158,4
5	169,8	15	171,1
6	166,1	16	177,0
7	168,9	17	174,3
8	181,8	18	172,7
9	169,8	19	166,3
10	169,7	20	171,2

ANEXO 21

Determinação do peso médio das cápsulas do medicamento Sandoz® 15 mg (Lote 41748R)

Cápsula	Peso médio (mg)	Cápsula	Peso médio (mg)
1	227,3	11	229,2
2	233,7	12	225,0
3	221,9	13	230,6
4	233,8	14	228,4
5	229,8	15	231,8
6	221,8	16	232,2
7	224,4	17	232,8
8	225,4	18	227,6
9	229,7	19	241,4
10	226,6	20	235,6

ANEXO 22

Determinação do peso médio das cápsulas do medicamento Sandoz[®] 15 mg (Lote 43140)

Cápsula	Peso médio (mg)	Cápsula	Peso médio (mg)
1	223,5	11	225,5
2	225,7	12	224,4
3	224,6	13	226,8
4	224,3	14	223,7
5	223,9	15	222,9
6	227,6	16	223,4
7	224,5	17	222,3
8	221,9	18	226,1
9	223,8	19	223,7
10	227,2	20	224,5

ANEXO 23

Determinação do peso médio das cápsulas do medicamento Biomag[®] 10 mg (Lote 0705169A)

Cápsula	Peso médio (mg)	Cápsula	Peso médio (mg)
1	241,9	11	243,4
2	242,8	12	242,5
3	245,9	13	243,3
4	243,3	14	240,1
5	242,5	15	244,9
6	245,8	16	244,3
7	238,4	17	245,8
8	242,4	18	242,5
9	244,7	19	244,7
10	245,2	20	245,0

ANEXO 24Determinação do peso médio das cápsulas do medicamento Biomag[®] 15 mg Lote 0205844

Cápsula	Peso médio (mg)	Cápsula	Peso médio (mg)
1	233,8	11	234,2
2	238,7	12	238,3
3	239,9	13	235,0
4	241,0	14	235,0
5	236,0	15	236,3
6	238,7	16	237,7
7	236,0	17	232,0
8	234,8	18	235,9
9	240,1	19	235,7
10	236,0	20	236,6

ANEXO 25

Valores das concentrações (mg L^{-1}) de sibutramina encontradas para cada amostra analisada pela curva analítica da Figura 24 para o medicamento Vazy[®] do laboratório EMS Sigma Pharma cápsulas de 10 mg (lote 128734)

Amostra	Quantidade de amostra pesada (mg)	Média da corrente (nA)- 3 réplicas	Leitura através da curva analítica (mg L^{-1})	Conc.sibutr amina (mg L^{-1})	% em relação ao valor declarado
1	51,3	37,2	9,2	9,2	91,8
2	51,1	37,2	9,0	9,1	90,7
3	51,0	40,2	9,9	9,9	99,4
4	51,8	42,0	10,4	10,3	102,8
5	51,0	35,0	8,6	8,7	86,5
6	51,8	41,0	10,1	10,0	100,4
7	51,7	37,1	9,3	9,2	92,4
8	51,0	37,2	9,0	9,1	90,9
9	51,9	42,4	10,5	10,4	104,2
10	51,2	37,0	9,1	9,1	90,7

ANEXO 26

Valores das concentrações (mg L^{-1}) de sibutramina encontradas para cada amostra analisada pela curva analítica da Figura 21 para o medicamento Sandoz[®] do laboratório Novartis cápsulas de 15 mg (lote 41748R)

Amostra	Quantidade de amostra pesada (mg)	Média da corrente (nA) - 3 réplicas	Leitura através da curva anal. (mg L^{-1})	Concentração de sibutramina (mg L^{-1})	% em relação ao valor declarado
1	114,0	38,7	14,5	14,3	95,3
2	113,1	38,1	14,2	14,1	93,8
3	113,1	36,9	13,8	13,7	91,1
4	113,7	37,8	14,1	14,0	93,3
5	113,4	38,4	14,4	14,2	94,9
6	113,7	37,7	14,1	14,0	93,3
7	113,4	38,1	14,2	14,1	94,0
8	113,7	37,5	14,1	14,0	93,3
9	113,4	37,2	13,9	13,8	92,0
10	113,7	37,6	14,1	14,0	93,3

ANEXO 27

Valores das concentrações (mg L^{-1}) de sibutramina encontradas para cada amostra analisada pela curva analítica da Figura 21 para o medicamento Sandoz[®] do laboratório Novartis cápsulas de 15 mg (lote 43140)

Amostra	Quantidade de amostra pesada (mg)	Média da corrente (nA)- 3 réplicas	Leitura através da curva anal (mg L^{-1})	Conc. sibutramina (mg L^{-1})	% em relação ao valor declarado
1	112,9	38,1	14,2	14,1	94,1
2	113,4	37,2	14,0	13,8	92,2
3	113,2	37,1	13,9	13,8	92,0
4	117,7	36,8	14,4	13,7	91,4
5	113,1	39,4	14,3	14,2	94,7
6	115,5	38,4	14,4	14,0	93,2
7	112,1	36,4	13,5	13,5	90,3
8	114,2	37,9	14,2	14,0	93,3
9	113,7	37,4	14,0	13,8	91,9
10	113,1	37,1	13,9	13,8	91,8

ANEXO 28

Valores das concentrações (mg L^{-1}) de sibutramina encontradas para cada amostra analisada pela curva analítica da Figura 21 Biomag[®] do laboratório Aché cápsulas de 10 mg (lote 0705169A)

Amostra	Quantidade de amostra pesada (mg)	Média da corrente (nA)- 3 réplicas	Leitura através da curva analítica (mg L^{-1})	Concentração de sibutramina (mg L^{-1})	% em relação ao valor declarado
1	73,0	38,5	9,6	9,6	95,9
2	72,9	38,2	9,5	9,6	95,7
3	73,1	39,4	9,7	9,7	97,3
4	73,1	39,6	9,7	9,7	97,4
5	73,1	40,7	10,0	10,0	99,8
6	73,2	41,1	10,1	10,1	100,6
7	73,4	40,3	9,9	9,9	98,7
8	73,4	40,1	9,9	9,8	98,6
9	73,1	40,4	9,8	9,8	98,1
10	72,9	40,2	9,8	9,8	97,8

ANEXO 29

Valores das concentrações (mg L^{-1}) de sibutramina encontradas para cada amostra analisada pela curva analítica da Figura 21 para o medicamento Biomag[®] do laboratório Aché cápsulas de 15 mg (lote 0205844)

Amostra	Quantidade de amostra pesada (mg)	Média da corrente (nA)- 3 réplicas	Leitura através da curva analítica (mg L^{-1})	Concentração de sibutramina (mg L^{-1})	% em relação ao valor declarado
1	119,1	40,7	15,1	15,0	99,9
2	122,1	41,8	15,9	15,4	102,7
3	118,4	41,0	15,3	15,2	101,7
4	122,8	41,3	15,9	15,3	102,3
5	119,2	41,1	15,3	15,2	101,3
6	120,3	41,3	15,6	15,3	102,4
7	121,2	41,2	15,3	15,0	99,8
8	119,2	40,0	14,9	14,8	98,6
9	118,3	40,6	15,1	15,1	101,0
10	122,5	39,2	15,0	14,5	96,8

ANEXO 30

Valor das concentrações (mg L⁻¹) de sibutramina encontradas para cada amostra do medicamento Vazy® do laboratório EMS Sigma Pharma cápsulas de 10 mg (lote 128734) analisadas pela curva analítica da Figura 22.

Amostra	Quantidade de amostra pesada (mg)	Média da corrente (nA)- 3 replicatas	Leitura através da curva anal. (mg L ⁻¹)	Concentração sibutramina (mg L ⁻¹)	% em relação ao valor declarado
1	51,3	89,0	9,6	9,6	96,5
2	51,1	85,9	9,3	9,3	93,5
3	51,0	94,0	9,9	9,9	99,1
4	51,8	93,1	10,1	10,0	99,9
5	51,0	85,9	9,0	9,1	90,9
6	51,8	85,9	9,4	9,3	92,8
7	51,7	86,9	9,5	9,4	94,4
8	51,9	83,9	9,2	9,1	90,8
9	51,0	96,1	10,3	10,3	102,9
10	51,2	80,8	8,8	8,8	88,0

ANEXO 31

Valores das concentrações (mg L^{-1}) de sibutramina encontradas para cada amostra analisada para o medicamento Sandoz[®] do laboratório Novartis cápsulas de 15 mg (lote 41748R) pela curva analítica da Figura 22.

Amostra	Quantidade de amostra pesada (mg)	Média da corrente (nA)- 3 replicatas	Leitura através da curva anal. (mg L^{-1})	Concentração sibutramina (mg L^{-1})	% em relação ao valor declarado
1	114,0	89,9	14,7	14,5	96,6
2	113,1	89,6	14,6	14,5	96,5
3	113,1	91,0	14,8	14,7	98,0
4	113,7	87,6	14,4	14,2	95,0
5	113,4	89,0	14,6	14,4	96,1
6	113,7	86,9	14,2	14,1	93,8
7	113,4	88,4	14,5	14,3	95,4
8	113,7	87,5	14,5	14,2	95,0
9	113,4	87,4	14,3	14,1	93,9
10	113,7	89,2	14,6	14,4	96,0