

## Referências bibliográficas

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **ABNT ISO Guia 30**, Termos e definições relacionadas com materiais de referência. Primeira Edição, 2000.

ABNT. **Associação Brasileira de Normas Técnicas**. Disponível em: [http://www.abnt.org.br/m3.asp?cod\\_pagina=929](http://www.abnt.org.br/m3.asp?cod_pagina=929). Acesso em: 8 out. 2011a.

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR ISO/IEC 17043:2011** Avaliação de conformidade — Requisitos gerais para ensaios de proficiência. ABNT. Rio de Janeiro. 2011b.

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR ISO/IEC 17025:2005** Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração. Rio de Janeiro. 2005.

AHMED, S., KISHIKAWA, N., NAKASHIMA, K., KURODA, N. Determination of vitamin K homologues by high-performance liquid chromatography with on-line photoreactor and peroxyoxalate chemiluminescence detection. **Analytica Chimica Acta**, v. 591, p. 148-154, 2007.

ALVES, N.P., MORAES, D.N. Metrologia Química e a Utilização de Materiais de Referência em Medições Químicas. Disponível em: <http://www.quimlab.com.br/PDF-LA/Artigo%20Revista%20Anal%20EDtica.pdf>. Acesso em: 11 jan. 2012.

American Academy of Pediatrics. Committee on Nutrition. Vitamin K compounds and the water-soluble analogues: use in therapy and prophylaxis in pediatrics. **Pediatrics**, v.28, p. 501 –507, 1961.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução - RDC nº 4**, de 13 de janeiro de 2000. Regulamento de Procedimentos para o Registro de Medicamentos à Base de Vitaminas e ou Minerais em Dosagens Consideradas Seguras à Saúde.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RE nº 899 de 29 de maio de 2003a.** Guia para a Validação de Métodos Analíticos e Bioanalíticos.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RDC nº 210** de 4 de agosto de 2003b. Regulamento técnico das boas práticas para a fabricação de medicamento.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RDC nº 360**, de 23 de dezembro de 2003. Regulamento Técnico sobre Rotulagem Nutricional de Alimentos Embalados.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RDC nº 269**, de 22 de setembro de 2005. Regulamento Técnico sobre a Ingestão Diária Recomendada (IDR) de proteína, vitaminas e minerais.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RDC nº 302** de 13 de outubro de 2005. Dispõe sobre Regulamento Técnico para funcionamento de Laboratórios Clínicos.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Parecer Técnico nº 1, de 4 de janeiro de 2010.**

ANVISA. **Agência Nacional de Vigilância Sanitária.** Disponível em: <http://www.anvisa.gov.br/alimentos/comissoes/alimentarius.htm>. Acesso em: 20 dez. 2011a.

ANVISA. **Agência Nacional de Vigilância Sanitária.** Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br>. Acesso em: 20 dez. 2011b.

AZHARUDDIN, M.K., O'REILLY, D.St.J., GRAY, A., TALWAR, D. HPLC Method for Plasma Vitamin K1: Effect of Plasma Triglyceride and Acute-Phase Response on Circulating Concentrations. **Clinical Chemistry**, v. 53, n. 9, p. 1706-1713, 2007.

BALL, G.F.M. **Vitamins:Their Role in the Human Body.** Blackwell Publishing, 2004. 449p.

BEULENS, J.W., VANDER, A.D.L., GROBEE, D.E., SLUIJS, I., SPIJKERMAN, A.M., SCHOUW, Y.T. Dietary phylloquinone and menaquinones intakes and risk of type 2 diabetes. **Diabetes Care**, v. 33, n. 8, p. 1699-705, 2010.

BIPM. **Bureau International des Poids et Mesures**. Disponível em: <http://www.bipm.org/en/home>. Acesso em: 20 dez. 2011a.

BIPM. **Bureau International des Poids et Mesures**. Disponível em: <http://www.bipm.org/en/committees/>. Acesso em: 20 dez. 2011b.

BIPM. **Bureau International des Poids et Mesures**. Disponível em: [http://www.bipm.org/en/practical\\_info/useful\\_links/rmo.html](http://www.bipm.org/en/practical_info/useful_links/rmo.html). Acesso em: 20 dez. 2011c.

BIPM. **Bureau International des Poids et Mesures**. Disponível em: [http://www.bipm.org/exaleadkcdb/exakcdb.jsp?p=AppC&\\_q=VITAMIN](http://www.bipm.org/exaleadkcdb/exakcdb.jsp?p=AppC&_q=VITAMIN). Acesso em: 20 dez. 2011d.

BOMFIM, M.V. Avaliação sanitária de filmes de poliamida (nylon 6) em embalagens acondicionantes de alimentos gordurosos. Rio de Janeiro, 2008. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-graduação em Vigilância Sanitária. Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde. Fundação Oswaldo Cruz.

BOOTH, S.L., DAVIDSON, K.W., SADOWSKI, J.A. Evaluation of an HPLC Method for the Determination of Phylloquinone (Vitamin K1) in Various Food Matrices. **J. Agric. Food Chem**, v. 42, p. 295-300, 1994.

BRASIL. **Portaria SVS/MS nº 40**, de 13 de janeiro de 1998. Regulamento que estabelece normas para Níveis de Dosagens Diárias de Vitaminas e Minerais em Medicamentos.

BRITO, N.M., AMARANTE JUNIOR, O.P., POLESE, L., RIBEIRO, M.L. Validação de métodos analíticos: estratégia e discussão. **Pesticidas: R. Ecotoxicol. e Meio Ambiente**, Curitiba, v. 13, p. 129 146, jan/dez, 2003.

BROWN, M.B.; FORSYTHE, A.B. Robust tests for the equality of variances. **Journal of The American Statistical Association**. v.69, p. 364-67, 1974.

CANCALON, P.F. Vitamin Analysis by Capillary Electrophoresis. **CE Currents.** LC•GC Europe, March, 2003.

CARLIN, A., WALKER, W.A. Rapid development of vitamin K deficiency in an adolescent boy receiving total parenteral nutrition following bone marrow transplantation. **Nutrition Reviews**, New York, v. 49, n. 6, p.179-183, 1991.

CHENG, T. O. Green tea may inhibit warfarin. **International Journal of Cardiology**, v. 115, p. 236, 2007.

CHIEN, R. L.; BURGI, D. S. Field Amplified Sample Injection in High-Performance Capillary Electrophoresis. **Journal of Chromatography**, v. 559, p. 141-152, 1991.

CITAC. **Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry.** Disponível em: <http://www.citac.cc/>. Acesso em: 20 dez. 2011.

CODEX ALIMENTARIUS. **CAC/GL 10 – 1979 Advisory lists of nutrient compounds for use in foods for special dietary uses intended for infants and young children.** Disponível em: [www.codexalimentarius.net/.../CXG\\_010e.pdf](http://www.codexalimentarius.net/.../CXG_010e.pdf). Acesso em: 20 dez. 2011.

CODEX ALIMENTARIUS. **CAC/GL 54-2004 Guidelines on measurement uncertainty.** Disponível em: [www.codexalimentarius.net/.../CXG\\_054e.pdf](http://www.codexalimentarius.net/.../CXG_054e.pdf). Acesso em: 20 dez. 2011.

CODEX ALIMENTARIUS. **CAC/GL 55 – 2005 Guidelines for vitamin and mineral food supplements.** Disponível em: [www.codexalimentarius.net/.../cxg\\_055e.pdf](http://www.codexalimentarius.net/.../cxg_055e.pdf). Acesso em: 20 dez. 2011.

CODEX ALIMENTARIUS. **CAC/GL 59: Guidelines on estimation of uncertainty of results,** 2006. Disponível em: [www.codexalimentarius.net/.../cxg\\_059e.pdf](http://www.codexalimentarius.net/.../cxg_059e.pdf). Acesso em: 20 dez. 2011.

COLOMBARA, R.; TAVARES, M. F. M.; MASSARO, S. Determinação simultânea de ânions por eletroforese capilar: características e aplicações. **Química Nova**, v. 20, n. 5, p. 512–518. 1997.

COMBS Jr., G.F. **The Vitamins.** 3º Edição. Elsevier Academic Press, 2008. 603p.

CONMETRO. Conselho nacional de metrologia, normalização e qualidade industrial. **Diretrizes estratégicas para a metrologia brasileira 2008 - 2012.** Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/noticias/conteudo/diretrizesEstrategicas.pdf>. Acesso em: 02 dez. 2011.

COOK, K.K., MITCHELL, G.V., GRUNDEL, E., RADER, J.I. HPLC analysis for trans-vitamin K1 and dihydro-vitamin K1 in margarines and margarine-like products using the C30 stationary phase. **Food Chemistry**, v. 67, p. 79-88, 1999.

COSTA MONTEIRO, E. Biometrologia: Confiabilidade nas Biomedições e Repercussões Éticas. **Metrologia & Instrumentação**, v. 6, p. 6-12, 2007.

CUNHA, A. L. M. C., **Desenvolvimento e Validação de Método Fosforimétrico em Substrato de Celulose para Determinação de Pireno e Criseno.** Tese de Doutorado – Departamento de Química, PUC - Rio, Rio de Janeiro, 2007.

DAM, H. The discovery of vitamin K, its biological functions and therapeutical application. **Nobel Lecture**, December 12, 1946.

DEGANI, A.L.G., CASS, Q.B., VIEIRA, P.C. Cromatografia um breve ensaio. Química nova na escola. **Cromatografia**, n.7, maio, 1998.

DORES, S.M.C., PAIVA, S.A.R. Vitamina K: metabolismo e nutrição. **Rev. Nutr.**, Campinas, v. 14, n. 3, p. 207-218, set./dez., 2001.

DRAPER, N.R.; SMITH, H. **Applied regression analysis.** New York: Wiley. 706 p., 1998.

DURBIN, J.; WATSON, G.S. Testing for serial correlation in least squares regression. **Biometrika**, v.38, p. 159-78, 1951.

EURACHEM. **Guia EURACHEN/CITAC Determinando a incerteza na medição analítica 2º ed. (1º ed. Brasileira) 2002.** Disponível em:

<http://www.farmacia.ufmg.br/lato/Guia%20Eurachem%20QUAM2000%20Ver%20Bras.pdf>. Acesso em: 9 nov. 2011

EURACHEM. Disponível em: <http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides>. Acesso em: 20 dez. 2011.

EURACHEM. **Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd Edition (2000)**. Disponível em: <http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/quam>. Acesso em: 20 dez. 2011.

EURACHEM. **Traceability in Chemical Measurement (2003)**. Disponível em: <http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/trc>. Acesso em: 20 dez. 2011.

EURACHEM. **A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics**, 1998.

EURACHEM. **Terminology in Analytical Measurement: Introduction to VIM 3**. Disponível em: <http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/48-gdtam>. Acesso em: 20 dez. 2011.

EUROPEAN COMMISSION – Enterprise and Industry – Cosmetics. Commission Directive 2009/6/EC, of 4 february 2009. Disponível em: <http://ec.europa.eu/enterprise/cosmetics/cosing/index.cfm?fuseaction=search.results&directive=67&search>. Acesso em: 07 jan. 2010.

EUROPEAN COMMISSION – Enterprise and Industry – Cosmetics. **Opinion on Vitamin K<sub>1</sub> (Phytonadione)**. Disponível em: <http://ec.europa.eu/enterprise/cosmetics/cosing/index.cfm?fuseaction=search.details&id=82158>. Acesso em: 05 out. 2011.

FERLAND, G., SADOWSKY, J.A. The vitamin K<sub>1</sub> (phylloquinone) content of edible oils: effects of heating and light exposure. **J Agr Food Chem**, v.40, n. 10, p. 1869-1873, 1992.

FIGUEIREDO, R.C.P., NORTON, R.C., LAMOUNIER, J.A., LEÃO, E. Doença hemorrágica do recém-nascido na forma tardia: descrição de casos. **Journal de Pediatria**, v. 74, n. 1, p. 67-70, 1998.

FRAZIER, R.A., AMES, J.M., NURSTEN, R. M. A. **Capillary Electrophoresis for Food Analysis – Method Development**. Royal Society of Chemistry, 2000.

GALE, P.H., ARISON, B.H., TRENNER, N.R., PAGE, A.C.Jr, FOLKERS, K. Characterization of vitamin K9 (H) from *Mycobacterium phlei*. **Biochemistry**, v. 2, p. 200-203, jan/fev, 1962.

GHEDUZZI, D., BORALDI, F., ANNOVI, G., DEVICENZI, C.P., SCHURGERS, L.J., VERMEER, C., QUAGLINO, D., RONCHETTI, I.P. Matrix Gla protein is involved in elastic fiber calcification in the dermis of pseudoxanthoma elasticum patients. **Laboratory Investigation**, v. 87, n. 10, p. 998–1008, ago., 2007.

GIACOMI, L. Z. **Quantificação de vitamina A em concentrados polivitamínicos por cromatografia líquida de alta eficiência**. Santa Maria, 2006. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Medicina Veterinária. Universidade Federal de Santa Maria.

GIJSBER, B.L.M.G., JIE, K.G., VERMEER, C. Effect of food composition on vitamin K absorption in human volunteers. **British Journal of Nutrition**, v. 76, p. 223-229, 1996.

GREEN, J.P., DAM, H. Paper Chromatography of Vitamin K1 and Related Compounds with some Observations on Products of Ultra-violet Irradiation. **Acta Chemica Scandinavica**, n. 8, p. 1341-1346, 1954.

HEIGER, D. **High Performance Capillary Electrophoresis – An Introduction**, Hewlett – Packard, Publicação número 5968-9963E, 2000.

ICH. International conference on harmonisation of technical requirements for registration of pharmaceuticals for human use. **ICH - Q2(R1) Validation of analytical procedures: text and methodology**, 1994.

ICH. International Conference on Harmonisation of Technical Requirements for Registration of Pharmaceuticals for Human Use. **ICH Q2A Guideline Validation of analytical procedures: definitions and methodology**, 2005.

IEC. **International Electrotechnical Commission**. Disponível em: <http://www.iec.ch/>. Acesso em: 20 dez. 2011.

IFCC. International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine. **Handbook 2009- 2011**. Disponível em: [http://www.ifcc.org/ifccfiles/docs/publications/handbook/2010/Full\\_Book.pdf](http://www.ifcc.org/ifccfiles/docs/publications/handbook/2010/Full_Book.pdf). Acesso em: 20 dez. 2011.

ILAC. **International Laboratory Accreditation Cooperation**. Disponível em: <http://www.ilac.org/>. Acesso em: 20 dez. 2011.

INDYK, H.E., WOOLLARD, D.C. Vitamin K in Milk and Infant Formulas: Determination and Distribution of Phylloquinone and Menaquinone-4. **Analyst**, v. 122, p. 465–469, Maio, 1997.

INMETRO. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. **Guia para a expressão da incerteza de medição (3º ed. Brasileira)**, 2003.

INMETRO. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. **Orientação sobre validação de métodos analíticos**. DOQ-CGCRE-008 Revisão 04 – jul/2011a.

INMETRO. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. **Metrologia Científica e Industrial**. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/>. Acesso em: 5 jul. 2011b.

INMETRO. **Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia**. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/qualidade/comites/ccab.asp>. Acesso em: 20 dez. 2011c.

IPEM. Instituto de Pesos e Medidas do Estado de São Paulo. **Bureau Internacional de pesos e Medidas – BIPM**. Disponível em: <http://www.ipem.sp.gov.br/5mt/unidade.asp?vpro=bipm>. Acesso em: 20 dez. 2011.

ISO. International Organization for Standardization. Disponível em:  
<http://www.iso.org/iso/about.htm>. Acesso em: 20 dez. 2011.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 17129:2006** Milk powder -- Determination of soy and pea proteins using capillary electrophoresis in the presence of sodium dodecyl sulfate (SDS-CE) -- Screening method.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 17593:2007** Clinical laboratory testing and in vitro medical devices -- Requirements for in vitro monitoring systems for self-testing of oral anticoagulant therapy.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 21748:2010** Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 5725-1:1994** Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results - Part 1: General principles and definitions.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 5725-2:1994(1998)** Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results - Part 2: Basic method for the Determination of Repeatability and Reproducibility of a Standard Measurement Method.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 5725-3:1994(2001)** Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results - Part 3: Intermediate Measures of Precision of a Standard Measurement Method.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 5725-4:1994** Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results - Part 4: Basic Methods for the Determination of the Trueness of a Standard Measurement method.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 5725-5:1998** Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results -- Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 5725-6:1994(2001)** Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results - Part 6: Use in Practice of Accuracy Values.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO/IEC 17025:2005** General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.

IUPAC. União Internacional da Química Pura e Aplicada. **Harmonized guidelines for single laboratory validation of methods of Analysis.** Disponível em: <http://www.iupac.org/publications/pac/2002/pdf/7405x0835.pdf>. Acesso em: 12 mar. 2010.

IUPAC. União Internacional da Química Pura e Aplicada. **Terminology for analytical capillary electromigration techniques (IUPAC Recommendations 2003).** Disponível em: <http://old.iupac.org/publications/pac/2004/pdf/7602x0443.pdf>. Acesso em: 12 mar. 2010.

IUPAC. **União Internacional da Química Pura e Aplicada.** Disponível em: <http://old.iupac.org/general/about.html>. Acesso em: 20 dez. 2011a.

IUPAC. **União Internacional da Química Pura e Aplicada.** Disponível em: <http://www.iupac.org/publications/pac/2004/pdf/7602x0443.pdf>. Acesso em: 20 dez. 2011b.

JACOBSEN, B.K., DAM, H. Vitamin K in bacteria. **Biochimica et Biophysica Acta**, v. 40, p. 111-116, 1960.

JAKOB, E., ELMADFA, I. Rapid and simple HPLC analysis of vitamin K in food, tissues and blood. **Food Chemistry**, v. 68, p. 219-221, 2000.

JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data - **Guide to the expression of uncertainty in measurement (ISO GUM).** Disponível em: [http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM\\_100\\_2008\\_E.pdf](http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf). Acesso em: 20 dez. 2011.

JCGM 200:2012 **International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM)**. Disponível em: <http://www.bipm.org/en/publications/guides/vim.html>. Acesso em: 10 maio 2012.

Jornal Oficial da União Européia, 2009. Disponível em: <http://eur-lex.europa.eu/en/index.htm>). Acesso em: 10 set. 2011.

KHALEDI, M. G. **High-Performance Capillary Electrophoresis – Theory, Techniques, and Applications**. Chemical Analysis, v. 146, 1998.

KIENEN, V., COSTA, W.F., VISENTAINER, J.V., SOUZA, N.E., OLIVEIRA, C.C. Development of a green chromatographic method for determination of fat-soluble vitamins in food and pharmaceutical supplement. **Talanta**, v. 75, p. 141–146, 2008

KLACK, K., CARVALHO, J. F. Vitamina K: Metabolismo, Fontes e Interação com o Anticoagulante Varfarina. **Rev. Bras. Reumatol.**, v. 46, n.6, p. 398-406, 2006.

KOIVU, T.J., PIIRONEN, V.I., HENTTONEN, S.K., MATTILA, P.H. Determination of Phylloquinone in Vegetables, Fruits, and Berries by High-Performance Liquid Chromatography with Electrochemical Detection. **J. Agric. Food Chem.**, v. 45, p. 4644-4649, 1997.

LAMSON, D.W., PLAZA, S.M. The anticancer effects of vitamin K. **Alternative Medicine Review**, v. 8, n. 3, 2003.

LEÃO, D. Estatística para Metrologistas e Cálculo de Incerteza. 2007.

LEBRE, D.T. **Desenvolvimento de metodologia para a determinação de herbicidas e inseticidas em águas superficiais utilizando extração líquido-sólido e cromatografia líquida de alta eficiência**. São Paulo, 2000. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

LEVENE, H. Robust tests for equality of variances. In: OLKIN, I; GHURYE, S.G.; HOEFFDING, W.; MADOW, W.G.; MANN, H.B. (Ed.). **Contributions to probability and statistics**. Stanford University Press, 278-92, 1960.

LIU, Q., YANG, Y., HUANG, Y., PAN, C., NIE, Z., YAO, S. Separation of acidic and basic proteins by CE with CTAB additive and its applications in peptide and protein profiling. **Electrophoresis**, v. 30, p. 2151–2158, 2009.

MADDEN, U.A., STAHR, H.M. Reverse Phase Thin Layer Chromatography Assay of Vitamin K in Bovine Liver. **Journal of Liquid Chromatography**, v.16, n. 13, p. 2825-2834, 1993.

MAHAN, L.K.; ESCOTT-STUMP, S. **Krause Alimentos, Nutrição & Dietoterapia**. 11º Edição. São Paulo, Editora Roca, 2005. 1242p.

MAN PO, E.S., HO, J.W., GONG, B.Y. Simultaneous chromatographic analysis of eight fat-soluble vitamins in plasma. **J. Biochem. Biophys.Methods**, v. 34, p. 99–106, 1997.

MANDAJI, M. **Desenvolvimento de um novo método de pré-concentração em linha em eletroforese capilar através de gradientes térmico**. Porto Alegre, 2005. Tese de Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Biologia Celular e Molecular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

MARQUES, F.F.C. **Desenvolvimento de métodos analíticos espectroluminescentes e eletroforéticos para a determinação de alcalóides (beta-carbolinas, camptotecina e derivados) de interesse farmacológico**. Rio de Janeiro, 2009. Tese de Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-RIO).

MCKAY, D.L., BLUMBERG, J.B. The Role of Tea in Human Health: An Update. **Journal of the American College of Nutrition**, v. 21, n. 1, p. 1–13, 2002.

MELCHIOR, C. Nutrição e anticoagulantes orais – implicações clínicas. IMEN – Inst Met e Nutr, 2006.

MENDES, A., ROSÁRIO, P.P. **Metrologia & Incerteza de Medição**. São Paulo. Editora EPSE, 2005.

MIKKERS, F. E. P; EVERAEST, F. M.; VERHEGGEN, T. P. E. Concentration Distributions in Free Zone Electrophoresis. **Journal of Chromatography**, v. 169, p. 1 -10, 1979.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Portaria SVS/MS nº 32**, de 13 de janeiro de 1998. Regulamento técnico para fixação de identidade e qualidade de suplementos vitamínicos e ou de minerais.

MORAES, M.L.L., MORAES, S.L., PEREIRA, E.A., TAVARES, M.F.M. Estratégias de pré-concentração em eletroforese capilar (ce). Parte 1. Manipulação da velocidade eletroforética do analito. **Química Nova**, v. 32, n. 4, p. 1041-1046, 2009.

MOURÃO, D.M., SALES, N.S., COELHO, S.B., SANTANA, H.M.P. Biodisponibilidade de vitaminas lipossolúveis. **Rev. Nutr.**, Campinas, v. 18, n. 4, p. 529-539, jul./ago., 2005.

NEUE, D. U., *HPLC Columns: Theory, Technology, and Practice*, Wiley, 1997.

OIML. Organização Internacional de Metrologia Legal. **Introduction and Structures**. Disponível em: <http://www.oiml.org/about/presentation.html>. Acesso em: 4 jan. 2012.

OIML. Organização Internacional de Metrologia Legal.TC 16/SC 3: Pesticides and other pollutant toxic substances. **R 82: Gas chromatographic systems for measuring the pollution from pesticides and other toxic substances**. Disponível em: <http://www.oiml.org/tcsc/index.html>. Acesso em: 05 ago. 2011a.

OIML. Organização Internacional de Metrologia Legal. TC 16/SC 3: Pesticides and other pollutant toxic substances. **R 112: High performance liquid chromatographs for measurement of pesticides and other toxic substances**. Disponível em: <http://www.oiml.org/tc sc/index.html>. Acesso em: 05 ago. 2011b.

OPAS. **Organização Pan-Americana de Saúde**. Disponível em: <http://new.paho.org/bra/>. Acesso em: 20 dez. 2011.

ORSI, D.D., GIANNINI, G., GAGLIARDI, L., CARPANI, I., TONELLI, D. Identification and quantitation of vitamins K1 and K3 in cosmetic products for facial skin protection. **J.Cosmet.Sci.**, v. 59, p. 459-467, 2008.

OTLES, S., CAGINDI, O. Determination of vitamin K1 content in olive oil, chard and human plasma by RP-HPLC method with UV-Vis detection. **Food Chemistry**, v. 100, p. 1220–1222, 2007.

PAIXÃO, J.A.; STAMFORD, T.L.M. Vitaminas lipossolúveis em alimentos – uma abordagem analítica. **Química Nova**, v. 27, n. 1, p. 96-105, 2004.

PARONI, R., FAIONI, E.M., RAZZARI, C., FONTANA, G., CATTANEO, M. Determination of vitamin K1 in plasma by solid phase extraction and HPLC with fluorescence detection. **Journal of Chromatography B**, v. 877, p. 351–354, 2009.

PETRITZ, E., TRITTHART, T., WINTERSTEIGER, R. Determination of phylloquinone and cholecalciferol encapsulated in granulates formed by melt extrusion. **J. Biochem. Biophys.Methods**, v. 69, p. 101–112, 2006.

PIIRONEN, V., KOIVU, T. Quality of vitamin K analysis and food composition data in Finland. **Food Chemistry**, v. 68, p. 223-226, 2000.

PUCKETT, R.M., OFFRINGA, M. Prophylactic vitamin K for vitamin K deficiency bleeding in neonates. **Cochrane Database of Systematic Reviews** 2007, Issue 4. Art. N°.: CD002776.

PYELL, U. **Electrokinetic Chromatography, Theory, Instrumentation e Applications**. Wiley, 2006.

REGULAMENTO (CE) nº 1170/2009. **Listas de vitaminas, minerais e respectivas formas em que podem ser adicionados aos alimentos, incluindo suplementos alimentares**. Disponível em: <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2009:314:0036:0042:PT:PDF>. Acesso em: 10 set. 2011.

REGULAMENTO (CE) n° 953/2009. **Substâncias que podem ser adicionadas, para fins nutricionais específicos, aos gêneros alimentícios destinados a uma alimentação especial.** Disponível em: <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2009:269:0009:0019:PT:PDF>. Acesso em: 10 set. 2011.

RETO, M., FIGUEIRA, M.E., FILIPE, H.M., ALMEIDA, C.M.M. Analysis of vitamin K in green tea leafs and infusions by SPME-GC-FID. **Food Chemistry**, v. 100, p. 405–41, 2007.

RIBANI, M.; BOTTOLI, C.B.G.; COLLINS, C.H.; JARDIM, I.C.S.F.; MELO, L.F.C. Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. **Química Nova**, v. 27, n. 5, p. 771-780, 2004.

RODRIGUES, G.D., SILVA, L.H.M., SILVA, M.C.H. Alternativas verdes para o preparo de amostra e determinação de poluentes fenólicos em água. **Química Nova**, v. 33, n. 6, 2010.

ROMAGUERA, C., GRIMALT F., CONDE-SALAZAR, L. Occupational dermatitis from vitamin K3 sodiumbisulphate. **Contact Dermatitis**, v. 6, p. 355-6, 1980.

RUCKER, R.B., SUTTIE, J.W., MCCORMICK, D.B., MACHLIN, L.J. **Handbook of Vitamins**. 3º Edição. 2001.

RYAN, T.A.; JOINER, B.L. **Normal probability plots and tests for normality**. The States College: Pennsylvania State University, 15 p., 1976.

SADLER, J.E. K is for koagulation. **Nature**, v. 427, fev., 2004.

SANTOS, M. R., TAVARES, M.F.M., RUBIM, J.C. Implementação de um sistema de eletroforese capilar com detecção de fluorescência Induzida por laser. **Química Nova**, v. 23, n. 5, p. 585-589, 2000.

SBP. Sociedade Brasileira de Pediatria. **Manual de orientação para a alimentação do lactente, do pré-escolar, do escolar, do adolescente e na escola**. Departamento Científico de Nutrologia, 2008.

SHILS, M.E., OLSON, J.A., SHIKE, M., ROSS, A.C. **Tratado de Nutrição Moderna na Saúde e na Doença.** 9º Edição. Volume 1. São Paulo, Editora Manole Ltda, 2003.

SILVA, A.P., ALVES, M.C.C. Como iniciar a validação de métodos analíticos. Trabalho apresentado no ENQUALAB-2006 - Congresso e Feira da Qualidade em Metrologia Rede Metrológica do Estado de São Paulo (REMESP), São Paulo, 2006.

SILVA, S.M.C.S.; MURA, J.D.P. **Tratado de Alimentação, Nutrição & Dietoterapia.** São Paulo, Editora Roca, 2007. 1168p.

SKOOG, D. A., LEARY, J. J., **High-Performance liquid Chromatography In: Principles of Instrumental Analysis.** 4º Edição. Harcourt Brace College Publishers, Flórida, 1992, p. 628 - 669.

SKOOG, WEST, HOLLER, CROUCH. Fundamentos de Química Analítica. Tradução da 8º edição norte-americana. São Paulo. Editora Thomson, 2005.

SOMMERS, S., WILKINSON, S.M., PECKHAM, D., WILSON, C. Type IV hypersensitivity to vitamin K. **Contact Dermatitis**, v. 46, p. 94–96, 2002.

SOUZA, J.A., REYNOLDS, A.P., DELGADO, I.S., MARQUES, J.C., TEIXEIRA, L.M., JESUS, C.G. Estudo comparativo de diferentes métodos na avaliação de incertezas de medição em metrologia química. Metrologia e Inovação. 2º Conferência Nacional. 2007. Disponível em: [http://www.spmet.pt/II\\_conferencia/Incerezas\\_met\\_quim\\_JSousa\\_et\\_al.pdf](http://www.spmet.pt/II_conferencia/Incerezas_met_quim_JSousa_et_al.pdf). Acesso em: 13 out. 2010.

TAVARES, M. F. M. Eletroforese Capilar: Conceitos Básicos. **Química Nova**, v. 19, n. 2, p. 173–181, 1996.

TAVARES, M. F. M. Mecanismos de Separação em Eletroforese Capilar. **Química Nova**, v. 20, n. 5, p. 493–511, 1997.

TJORNELUND, J., HANSEN, S.H. Separation of neutral substances by non-aqueous capillaryelectrophoresis through interactions with cationic additives. **Journal of Chromatography A**, v. 792, p. 475–482, 1997.

TRIPLETT, D.A. Current recommendation for warfarin therapy – use and monitoring. **Med. Clin.of North Am.**, v. 82, n. 3, p. 601-11, 1998.

TURIEL, E.; FERNÁNDEZ, P. On-Line Concentration in Micellar Electrokinetic Chromatography for Triazine Determination in Water Samples: Evaluation of Three Different Stacking Modes. **Analyst**, v. 125, p. 1725-1731, 2000.

VAN KOETSVELD, E.E. A colorimetric method for the determination of vitamin K3 in fortified fodders. **Recueil des Travaux Chimiques des Pays-Bas**, v. 69, n. 10, p. 1217-1222, 1950.

VERMEER, C., HAMULYAK, K. Pathophysiology of vitamin K-deficiency and oral anticoagulants. **Thrombosis Haemostasis**, v.66, n.1, p.153-159, 1991.

WANG, L.Y., BATES, C.J., YAN, L., HARRINGTONB, D.J., SHEARER, M.J., PRENTICE, A. Determination of phylloquinone (vitamin K1) in plasma and serum by HPLC with fluorescence detection. **Clinica Chimica Acta**, v. 347, p. 199–207, 2004.

WEHMER, C.M., FROTA, M.N. Global metrology regulation for the free movement of goods: an effective strategy for international trade. IMEKO World Congress, Republic of Korea, 4p, 2012.

WHO, World Health Organization. **Human Vitamin and Mineral Requirements**, 2º ed., 2001.

WHO. World Health Organization. **Working for health. An Introduction to the World Health Organization 2007**. Disponível em: <http://www.who.int/about/role/en/index.html>. Acesso em: 20 dez. 2011.

WOOD, R. How to validate analytical methods. **Trends Anal. Chem.**, v. 18, p. 624-632, 1999.

YOSHIDA, M., JACQUES, P.F., MEIGS, J.B., SALTZMAN, E., SHEA, M.K., GUNDBERG, C., DAWSON-HUGHES, B., DALLAL, G., BOOTH, S.L. Effect of Vitamin K Supplementation on Insulin Resistance in Older Men and Women. **Diabetes care**, v. 31, n. 11, 2008.

ZAMARRENO, M.M.D., PEREZ, A.S., PEREZ, M.C.G., MORO, M.A.F., MENDEZ, J.H. Determination of Vitamins A, E and K1 in Milk by High-performance Liquid Chromatography With Dual Amperometric Detection. *Analyst*, v. 120, Out., 1995.

## Anexos

- I. Certificado da calibração da balança analítica.
- II. Certificado das soluções tampão.
- III. Rotulagem nutricional do suplemento vitamínico analisado.
- IV. Certificado da calibração da vidraria – balão volumétrico de 10 mL.
- V. Certificado da calibração da micropipeta 100 – 1000 µL.
- VI. Certificado da calibração da micropipeta 10 µL.
- VII. Tabela de Grubbs para 5% de significância.

## I. Certificado da calibração da balança analítica.



# SJS® Serviços Ltda

Rua: Dr. Nunes, 985, Olaria, Rio de Janeiro, RJ. Cep.: 21021-370  
 Tel.: (0xx21) 3867.0705 ou 3867.0805 / Fax: (0xx21) 3867.0650  
 CNPJ: 31.410.780/0001-71 / I.E.: 84.833.517  
[www.sjsservicos.com.br](http://www.sjsservicos.com.br)  
 e-mail: [sjs@sjsservicos.com.br](mailto:sjs@sjsservicos.com.br)



### CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DE BALANÇA Nº 0441/2011

LABORATÓRIO ACREDITADO NA ÁREA DE MASSA SOB O Nº 0418

SOLICITANTE: FACULDADES CATÓLICAS

ENDEREÇO: Rua Marquês de São Vicente 225, Prédio Cardeal Leme, sala 283, Gávea, Rio de Janeiro - RJ

CONTRATANTE: O mesmo

ENDEREÇO: O mesmo

#### DADOS DA BALANÇA:

FABRICANTE: Shimadzu

MODELO: AUW 220

NÚMERO DE SÉRIE: D 450012328

IDENTIFICAÇÃO: LEEA 035

PATRIMÔNIO: Não consta

FAIXA DE INDICAÇÃO: 82 g / 220 g

RESOLUÇÃO: 0,00001 g / 0,0001 g

LOCALIZAÇÃO: Laboratório de Equipamento

CLASSE DE EXATIDÃO: I

#### DADOS DA CALIBRAÇÃO:

Padrões utilizados: A calibração da balança foi realizada usando os seguintes padrões:

Identificação	Certificado	Calibração	Validade
BAR 001	PR-2887/09	25/9/2009	2 anos
JP 008	MA 196_07_10	28/7/2010	2 anos
TH 002	LV 2534/11	2/2/2011	2 anos

Condições ambientais: A calibração da balança foi realizada conforme as condições ambientais abaixo:

Temperatura inicial: 22,3 °C

Umidade inicial: 51 %

Pressão atmosférica inicial: 1024 hPa

Temperatura final: 22,1 °C

Umidade final: 51 %

Pressão atmosférica final: 1024 hPa

Procedimento: Calibração realizada através do método de comparação direta de massa a partir dos padrões de referência rastreados à RBC - Rede Brasileira de Calibração e o equipamento.

#### NOTAS:

- Este documento foi gerado de acordo com a IT 006 - Emissão de certificados de calibração.
- Os padrões de massa em duplidade são diferenciados com ponto nos de g e dobrar nos de mg. Para identificação será utilizado o sem ponto em g e duas dobras em mg.
- Os pesos de 20kg são usados na ordem crescente de sua numeração de identificação.
- A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k.
- O presente certificado de calibração atende aos requisitos da NBR ISO/IEC 17025:2005 e é válido apenas para o equipamento acima, não sendo extensivo a qualquer outro instrumento de medição, ainda que similar.
- Determinação da incerteza conforme ISO GUM.
- A atividade de ajuste e excentricidade não fazem parte do escopo da acreditação.
- Este certificado só poderá ser reproduzido na íntegra. A reprodução em partes requer autorização por escrita da SJS Serviços Ltda.
- Esta calibração não isenta o mesmo de controle metrológico estabelecido na legislação vigente.
- Não houve variação de temperatura superior a 2 °C, de umidade superior a 15 % ou de pressão atmosférica superior a 10 hPa entre as medições iniciais e finais.
- A validade da calibração é condicionada ao local da calibração.

Cópia Controlada

MC/LB  
 F32.1/6 30/06/2011  
 Página 1 de 2



# SJS® Serviços Ltda

Rua: Dr. Nunes, 985, Olaria, Rio de Janeiro, RJ. Cep.: 21021-370  
 Tel.: (0xx21) 3867.0705 ou 3867.0805/Fax. (0xx21) 3867.0650  
 CNPJ: 31.410.780/0001-71/I.E.: 84.833.517  
[www.sjsservicos.com.br](http://www.sjsservicos.com.br)  
 e-mail: [sjs@sjsservicos.com.br](mailto:sjs@sjsservicos.com.br)



## CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DE BALANÇA Nº 0441/2011

LABORATÓRIO ACREDITADO NA ÁREA DE MASSA SOB O Nº 0418

### EXCENTRICIDADE

3      4  
 1  
 2      5

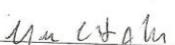
Massa utilizada : 100 g		
Indicação	Medição	Erro de medição
1	100,0001	-
2	100,0001	0,0000
3	100,0001	0,0000
4	100,0001	0,0000
5	100,0001	0,0000

### RESULTADO DA CALIBRAÇÃO

Valor nominal ( g )	Valor de referência ( g )	Valor de medição ( g )	Erro de medição ( g )	k	Incerteza expandida ± ( g )
0,001	0,000998	0,01000	0,00900	2,00	0,00001
0,1	0,100000	0,10000	0,00000	2,00	0,00001
0,5	0,500012	0,50001	0,00000	2,00	0,00002
1	0,999987	0,99999	0,00000	2,00	0,00003
10	10,000002	10,00000	0,00000	2,00	0,00004
20	20,000000	20,00000	0,00000	2,00	0,00004
50	49,999947	49,99995	0,00000	2,00	0,00010
100	100,00010	100,0001	0,00000	2,00	0,0002
150	150,000047	150,00000	0,00000	2,00	0,0002
220	220,000110	220,00000	-0,0001	2,00	0,0003

Indicação = valor de referência + erro de medição

**DATA DA CALIBRAÇÃO:** 19/9/2011

  
 Marcelo Costa  
 Executante da Calibração  
 Se encaminhado por e-mail dispensa assinatura

  
 Leandro Sampaio  
 Responsável Técnico  
 Se encaminhado por e-mail dispensa assinatura

## II. Certificado das soluções tampão.

**Certificate of Analysis**

**MERCK**

Your contact person:  
 Renata Beiro  
 Telephone: 55 11 3346 8620  
 Telefax: 55 11 3127 7377

Date of print: 17.03.2010

---

1.09435.1000	Buffer solution (citric acid/sodium hydroxide/hydrogen chloride), traceable to SRM from NIST and PTB pH 4.00 (20°C) CertiPUR®
Batch	HC960588

---

	Spec. Values	Batch Values
pH-value (20 °C)	3.99 - 4.01	4.00

*Measured with a combined glass electrode after 5-point calibration according to DIN 19268 (with an average measurement uncertainty +/- 0.01) with rebuffer solutions according to DIN 19266, prepared with primary reference materials at the accredited laboratory(DIN EN ISO/IEC 17025) DKD-K-14301.*

*Deviations of pH ( $\Delta$ pH) at various temperatures:*

	$\Delta$ pH
0 °C	+ 0.05
5 °C	+ 0.04
10 °C	+ 0.02
15 °C	+ 0.01
20 °C	+/- 0
25 °C	+ 0.01
30 °C	+ 0.01
35 °C	+ 0.01
40 °C	+ 0.01
50 °C	+/- 0

*Cópia Controlada*

Merck KGaA, Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt (Germany): +49 6151 72- 0      Page 1 of 2

## Certificate of Analysis

1.09435.1000 Buffer solution (citric acid/sodium hydroxide/hydrogen chloride), traceable to SRM from NIST and PTB pH 4.00 (20°C) CertiPUR®

Batch HC960588

*Traceable to primary reference materials from:  
NIST 189b, 188, 185h, 186 Ig, 186 Ilg, 187e  
PTB OX-01/06, TA-01/06, PHT-150/08, PHO-155/08, BO-148/08  
NIST: National Institute of Standards and Technology  
PTB: Physikalisch-Technische Bundesanstalt*

*Test date (DD.MM.YYYY): 23.11.2009  
Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 30.11.2012*

Dr. Stefan Frey

responsible laboratory manager quality control

*This document has been produced electronically and is valid without a signature*

• Cópia Controlada

**Merck KGaA, Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt (Germany): +49 6151 72- 0**  
SA-7 Anfo: 19865012 1975060 - 1094350000/000000 V. 979

Page 2 of 2



# Certificate of Analysis



Your contact person:

Renata Beiro  
 Telephone: 55 11 3346 8620  
 Telefax: 55 11 3127 7377

Date of print: 17.03.2010

1.09439.1000 Buffer solution (di-sodium hydrogen phosphate/potassium dihydrogen phosphate), traceable to SRM from NIST and PTB pH 7.00 (20°C) CertiPUR®

Batch HC960711

	Spec. Values	Batch Values
pH-value (20 °C)	6.99 - 7.01	7.00

*Measured with a combined glass electrode after 5-point calibration according to DIN 19268 (with an average measurement uncertainty +/-0.01) with ref.buffer solutions according to 19266, prepared with primary reference materials at the accredited laboratory(DIN EN ISO/IEC 17025)DKD-K-14301.*

*Deviations of pH ( $\Delta$ pH) at various temperatures:*

	$\Delta$ pH
0 °C	+ 0.13
5 °C	+ 0.07
10 °C	+ 0.05
15 °C	+ 0.02
20 °C	+/- 0
25 °C	- 0.02
30 °C	- 0.02
35 °C	- 0.04
40 °C	- 0.05
50 °C	- 0.05

*Cópia Controlada*

## Certificate of Analysis

1.09439.1000 Buffer solution (di-sodium hydrogen phosphate/potassium dihydrogen phosphate), traceable to SRM from NIST and PTB pH 7.00 (20°C) CertiPUR®

Batch HC960711

Traceable to primary reference materials from:  
NIST 189b, 188, 185h, 186 Ig, 186 IIg, 187e  
PTB Ox-01/06, TA-01/06, PHT-150/08, PHO-155/08, BO-148/08  
NIST: National Institute of Standards and Technology  
PTB: Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Test date (DD.MM.YYYY): 16.11.2009  
Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 30.11.2012

Dr. Stefan Frey

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature



III. Rotulagem nutricional do suplemento vitamínico analisado.

INFORMAÇÃO NUTRICIONAL		
Porção de 1 comprimido = 550 mg		
Quantidade por porção 0 Kcal = 0 Kj		% VD (*)
VALOR ENERGÉTICO	0 kcal	0
CARBOIDRATOS	0 g	0
PROTEÍNAS	0 g	0
GORDURAS TOTAIS	0 g	0
GORDURAS SATURADAS	0 g	0
GORDURAS TRANS	0 g	0
FIBRA ALIMENTAR	0 g	0
SÓDIO	0 mg	0
VITAMINA A	2,5 mg	50
VITAMINA C	27,5 mg	50
VITAMINA E	16,4 mg	50
VITAMINA D	1,25 mg	50
VITAMINA B1	0,99 mg	50
VITAMINA B2	0,72 mg	50
VITAMINA B6	0,80 mg	50
VITAMINA B12	1,32 mg	50
VITAMINA K	0,72 mg	50
ÁCIDO PANTOTÉNICO	3,70 mg	50
ÁCIDO FÓLICO	0,15 mg	50
BIOTINA	0,02 mg	50
MAGNÉSIO	131,0 mg	26
NIACINA	8,8 mg	50
MANGANÊS	3,2 mg	43
COBRE	1,7 mg	44
SELÊNIO	0,04 mg	50
CROMO	0,09 mg	35
MOLIBDÉNIO	0,05 mg	44
ZINCO	4,4 mg	50

% VD (\*) - Valores Diários com base em uma dieta de 2000 Kcal ou 8400 Kj. Seus valores diários podem ser maiores ou menores dependendo de suas necessidades energéticas.



7 897146 600019

#### IV. Certificado da calibração da vidraria – balão volumétrico de 10 mL.

 <b>Laboratório de Caracterização de Fluidos</b> Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea Rio de Janeiro, RJ 22453-900 <b>CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO nº VOL-009/07</b> <b>CAL 0108</b>	<b>LCF</b> Tel: (21) 3527-1173 Fax: (21) 3527-1165 e-mail: lcf@mec.puc-rio.br <a href="http://www.mec.puc-rio.br/prof/pmeides/pageshtmlcf.html">http://www.mec.puc-rio.br/prof/pmeides/pageshtmlcf.html</a>		
<b>DADOS DO CLIENTE</b>			
Nome: LEEA/Departamento de Química/PUC-Rio Endereço: Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea Rio de Janeiro, RJ 22451-900			
N° O.S.: 001/07			
Objeto: balão Tipo do objeto: volumétrico Fabricante: Quimex N° identificação: 9 Código Cliente: - Temp. de referência: 20°C Capacidade nominal: 10 mL Valor de uma divisão: -			
<b>DADOS DA CALIBRAÇÃO</b>			
Método: Segundo o Procedimento Interno PR-003 revisão 03, baseado na norma ABNT MB-3119, que consiste em determinar o peso do volume de água desionizada contido ou transferido.			
Dados Ambientais: Temp. 20,2°C Umidade 58% Pressão 762 mmHg Picômetro: n° ident. F523 n° cert. VOL-873/06 LCF/DEM/PUC-Rio Termômetro: n° ident. MT507P000271 - Sensor 01 n° cert. TE-2375/06 IFM Balança 1: n° ident. D2641118300117 n° cert. DIMCI 0674/2006 INMETRO Balança 2: n° ident. - n° cert. - - Higrômetro: n° ident. 21815 n° cert. LTR 1702/05 VISOMES Barômetro: n° ident. 0221 n° cert. DIMCI 0163/2005 INMETRO			
<b>RESULTADOS OBTIDOS</b>			
volume nominal (mL)	volume a 20°C (mL)	$U$ 10.050	$k$ 0.003
$U$ representa a incerteza expandida, e $k$ o fator de abrangência.			
Data da calibração: 09/01/07 Data da emissão: 18/01/07			
Assinatura Autorizada: <b>Paulo Roberto de Souza Mendes</b> <i>Gerente Técnico</i>			
<small>OBS: • Original c/ 01 cópia. • Este certificado atende aos requisitos de acreditação do Cgcre/Inmetro, que avaliou a competência de medição do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida. • Estes resultados se referem exclusivamente ao objeto descrito acima sob as condições especificadas, não sendo extensivos a quaisquer lotes. • Não é permitida sua reprodução parcial. • A incerteza expandida relatada corresponde a um nível da confiança de aproximadamente 95%.</small>			

Folha nº1/1

V. Certificado da calibração da micropipeta 10  $\mu\text{L}$ .

<p><b>Laboratório de Caracterização de Fluidos</b>      Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea      Rio de Janeiro, RJ 22451-900      DEM/PUC-RIO</p> <p><b>CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO n° MVO-038/10</b></p> <p><b>DADOS DO CLIENTE</b></p> <p>Nome: LEEA/Departamento de Química/PUC-Rio      Endereço: Rua Marquês de São Vicente, 225 - Gávea      Rio de Janeiro, RJ 22451-900</p> <p>Nº O.S.: 084/10</p> <p><b>IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO CALIBRADO</b></p> <p>Objeto: micropipeta      Tipo do objeto: deslocamento de ar      Fabricante: HT      Nº identificação: 948121444      Código Cliente: LEEA 070      Temp. de referência: 20°C      Capacidade nominal: 10 <math>\mu\text{L}</math>      Valor uma divisão: 0,1 <math>\mu\text{L}</math>      Fabricante das ponteiras: Plastibrand      Modo de pipetagem: normal</p> <p><b>DADOS DA CALIBRAÇÃO</b></p> <p>Método: Segundo o Procedimento Interno PR-006, baseado na norma ISO 8655, que consiste em determinar o peso do volume de água desionizada contido ou transferido.</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Dados Ambientais:</th> <th>Temp.</th> <th>20,7°C</th> <th>Umidade</th> <th>65%</th> <th>Pressão</th> <th>1027 hPa</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Picômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>PC-3</td> <td>nº cert.</td> <td>VOL-183/10</td> <td>LCF/PUC-Rio</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Termômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>TDS20001816 - S2</td> <td>nº cert.</td> <td>TE-1288/10</td> <td>IFM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Balança 1:</td> <td>nº ident.</td> <td>1122200582</td> <td>nº cert.</td> <td>20100350A</td> <td>EBM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Balança 2:</td> <td>nº ident.</td> <td>D2641116300117</td> <td>nº cert.</td> <td>20100349</td> <td>EBM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Termohigrômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>68784</td> <td>nº cert.</td> <td>LV-25176/09</td> <td>VISOMES</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Barômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>0221</td> <td>nº cert.</td> <td>PS-01-235/10</td> <td>SETTING</td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p><b>RESULTADOS OBTIDOS</b></p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>volume nominal (<math>\mu\text{L}</math>)</th> <th>volume a 20°C (<math>\mu\text{L}</math>)</th> <th><i>U</i> (<math>\mu\text{L}</math>)</th> <th><i>k</i></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>0,93</td> <td>0,03</td> <td>2,00</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>4,90</td> <td>0,08</td> <td>2,28</td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>9,97</td> <td>0,03</td> <td>2,01</td> </tr> </tbody> </table> <p><i>U</i> representa a incerteza expandida, e <i>k</i> o fator de abrangência.</p> <p>Data da calibração: 19/10/10      Data da emissão: 20/10/10</p> <p>Assinatura Autorizada: Paulo Roberto de Souza Mendes      Gerente Técnico</p> <p>OBS: • Original c/ 01 cópia. • Este certificado atende aos requisitos de acreditação da Cgcre/Inmetro, que avaliou a competência de medição do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida. • Estes resultados se referem exclusivamente ao objeto descrito acima sob as condições especificadas, não sendo extensivos a quaisquer lotes. • Não é permitida sua reprodução parcial. • A incerteza expandida relatada corresponde a um nível da confiança de aproximadamente 95%.</p>	Dados Ambientais:	Temp.	20,7°C	Umidade	65%	Pressão	1027 hPa	Picômetro:	nº ident.	PC-3	nº cert.	VOL-183/10	LCF/PUC-Rio		Termômetro:	nº ident.	TDS20001816 - S2	nº cert.	TE-1288/10	IFM		Balança 1:	nº ident.	1122200582	nº cert.	20100350A	EBM		Balança 2:	nº ident.	D2641116300117	nº cert.	20100349	EBM		Termohigrômetro:	nº ident.	68784	nº cert.	LV-25176/09	VISOMES		Barômetro:	nº ident.	0221	nº cert.	PS-01-235/10	SETTING		volume nominal ( $\mu\text{L}$ )	volume a 20°C ( $\mu\text{L}$ )	<i>U</i> ( $\mu\text{L}$ )	<i>k</i>	1	0,93	0,03	2,00	5	4,90	0,08	2,28	10	9,97	0,03	2,01	<p>Laboratório de Caracterização de Fluidos      Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea      Rio de Janeiro, RJ 22451-900      DEM/PUC-RIO</p> <p>Tel: (21) 3527-1173      Fax: (21) 3527-1979      e-mail: lcf@puc-rio.br</p> <p><b>CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO n° MVO-038/10</b></p> <p><b>DADOS DO CLIENTE</b></p> <p>Nome: LEEA/Departamento de Química/PUC-Rio      Endereço: Rua Marquês de São Vicente, 225 - Gávea      Rio de Janeiro, RJ 22451-900</p> <p>Nº O.S.: 084/10</p> <p><b>IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO CALIBRADO</b></p> <p>Objeto: micropipeta      Tipo do objeto: deslocamento de ar      Fabricante: HT      Nº identificação: 948121444      Código Cliente: LEEA 070      Temp. de referência: 20°C      Capacidade nominal: 10 <math>\mu\text{L}</math>      Valor uma divisão: 0,1 <math>\mu\text{L}</math>      Fabricante das ponteiras: Plastibrand      Modo de pipetagem: normal</p> <p><b>DADOS DA CALIBRAÇÃO</b></p> <p>Método: Segundo o Procedimento Interno PR-006, baseado na norma ISO 8655, que consiste em determinar o peso do volume de água desionizada contido ou transferido.</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Dados Ambientais:</th> <th>Temp.</th> <th>20,7°C</th> <th>Umidade</th> <th>65%</th> <th>Pressão</th> <th>1027 hPa</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Picômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>PC-3</td> <td>nº cert.</td> <td>VOL-183/10</td> <td>LCF/PUC-Rio</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Termômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>TDS20001816 - S2</td> <td>nº cert.</td> <td>TE-1288/10</td> <td>IFM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Balança 1:</td> <td>nº ident.</td> <td>1122200582</td> <td>nº cert.</td> <td>20100350A</td> <td>EBM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Balança 2:</td> <td>nº ident.</td> <td>D2641116300117</td> <td>nº cert.</td> <td>20100349</td> <td>EBM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Termohigrômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>68784</td> <td>nº cert.</td> <td>LV-25176/09</td> <td>VISOMES</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Barômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>0221</td> <td>nº cert.</td> <td>PS-01-235/10</td> <td>SETTING</td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p><b>RESULTADOS OBTIDOS</b></p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>volume nominal (<math>\mu\text{L}</math>)</th> <th>volume a 20°C (<math>\mu\text{L}</math>)</th> <th><i>U</i> (<math>\mu\text{L}</math>)</th> <th><i>k</i></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>0,93</td> <td>0,03</td> <td>2,00</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>4,90</td> <td>0,08</td> <td>2,28</td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>9,97</td> <td>0,03</td> <td>2,01</td> </tr> </tbody> </table> <p><i>U</i> representa a incerteza expandida, e <i>k</i> o fator de abrangência.</p> <p>Data da calibração: 19/10/10      Data da emissão: 20/10/10</p> <p>Assinatura Autorizada: Paulo Roberto de Souza Mendes      Gerente Técnico</p> <p>OBS: • Original c/ 01 cópia. • Este certificado atende aos requisitos de acreditação da Cgcre/Inmetro, que avaliou a competência de medição do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida. • Estes resultados se referem exclusivamente ao objeto descrito acima sob as condições especificadas, não sendo extensivos a quaisquer lotes. • Não é permitida sua reprodução parcial. • A incerteza expandida relatada corresponde a um nível da confiança de aproximadamente 95%.</p>	Dados Ambientais:	Temp.	20,7°C	Umidade	65%	Pressão	1027 hPa	Picômetro:	nº ident.	PC-3	nº cert.	VOL-183/10	LCF/PUC-Rio		Termômetro:	nº ident.	TDS20001816 - S2	nº cert.	TE-1288/10	IFM		Balança 1:	nº ident.	1122200582	nº cert.	20100350A	EBM		Balança 2:	nº ident.	D2641116300117	nº cert.	20100349	EBM		Termohigrômetro:	nº ident.	68784	nº cert.	LV-25176/09	VISOMES		Barômetro:	nº ident.	0221	nº cert.	PS-01-235/10	SETTING		volume nominal ( $\mu\text{L}$ )	volume a 20°C ( $\mu\text{L}$ )	<i>U</i> ( $\mu\text{L}$ )	<i>k</i>	1	0,93	0,03	2,00	5	4,90	0,08	2,28	10	9,97	0,03	2,01
Dados Ambientais:	Temp.	20,7°C	Umidade	65%	Pressão	1027 hPa																																																																																																																													
Picômetro:	nº ident.	PC-3	nº cert.	VOL-183/10	LCF/PUC-Rio																																																																																																																														
Termômetro:	nº ident.	TDS20001816 - S2	nº cert.	TE-1288/10	IFM																																																																																																																														
Balança 1:	nº ident.	1122200582	nº cert.	20100350A	EBM																																																																																																																														
Balança 2:	nº ident.	D2641116300117	nº cert.	20100349	EBM																																																																																																																														
Termohigrômetro:	nº ident.	68784	nº cert.	LV-25176/09	VISOMES																																																																																																																														
Barômetro:	nº ident.	0221	nº cert.	PS-01-235/10	SETTING																																																																																																																														
volume nominal ( $\mu\text{L}$ )	volume a 20°C ( $\mu\text{L}$ )	<i>U</i> ( $\mu\text{L}$ )	<i>k</i>																																																																																																																																
1	0,93	0,03	2,00																																																																																																																																
5	4,90	0,08	2,28																																																																																																																																
10	9,97	0,03	2,01																																																																																																																																
Dados Ambientais:	Temp.	20,7°C	Umidade	65%	Pressão	1027 hPa																																																																																																																													
Picômetro:	nº ident.	PC-3	nº cert.	VOL-183/10	LCF/PUC-Rio																																																																																																																														
Termômetro:	nº ident.	TDS20001816 - S2	nº cert.	TE-1288/10	IFM																																																																																																																														
Balança 1:	nº ident.	1122200582	nº cert.	20100350A	EBM																																																																																																																														
Balança 2:	nº ident.	D2641116300117	nº cert.	20100349	EBM																																																																																																																														
Termohigrômetro:	nº ident.	68784	nº cert.	LV-25176/09	VISOMES																																																																																																																														
Barômetro:	nº ident.	0221	nº cert.	PS-01-235/10	SETTING																																																																																																																														
volume nominal ( $\mu\text{L}$ )	volume a 20°C ( $\mu\text{L}$ )	<i>U</i> ( $\mu\text{L}$ )	<i>k</i>																																																																																																																																
1	0,93	0,03	2,00																																																																																																																																
5	4,90	0,08	2,28																																																																																																																																
10	9,97	0,03	2,01																																																																																																																																

## VI. Certificado da calibração da micropipeta 100 – 1000 µL.

	<b>Laboratório de Caracterização de Fluidos</b> <b>LCF</b> Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea Rio de Janeiro, RJ 22451-900 DEM/PUC-RIO	Tel: (21) 3527-1173 Fax: (21) 3527-1979 e-mail: lcf@puc-rio.br																																																	
<b>CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO nº MVO-036/10</b>																																																			
DADOS DO CLIENTE																																																			
Nome: LEEA/Departamento de Química/PUC-Rio Endereço: Rua Marquês de São Vicente, 225 - Gávea Rio de Janeiro, RJ 22451-900																																																			
Nº O.S.: 084/10																																																			
IDENTIFICAÇÃO DO INSTRUMENTO CALIBRADO																																																			
Objeto: micropipeta Tipo do objeto: deslocamento de ar Fabricante: HT Nº identificação: 948163964 Código Cliente: LEEA 072 Temp. de referência: 20°C Capacidade nominal: 1000 µL Valor uma divisão: 1 µL Fabricante das ponteiras: Plastibrand Modo de pipetagem: normal																																																			
																																																			
DADOS DA CALIBRAÇÃO																																																			
Método: Segundo o Procedimento Interno PR-006, baseado na norma ISO 8655, que consiste em determinar o peso do volume de água deionizada contido ou transferido.																																																			
Dados Ambientais: <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th></th> <th>Temp.</th> <th>20,7°C</th> <th>Umidade</th> <th>65%</th> <th>Pressão</th> <th>1027 hPa</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Picômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>PC-3</td> <td>nº cert.</td> <td>VOL-183/10</td> <td>LCF/PUC-Rio</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Termômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>TDS20001816 - S2</td> <td>nº cert.</td> <td>TE-1288/10</td> <td>IFM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Balança 1:</td> <td>nº ident.</td> <td>1122200582</td> <td>nº cert.</td> <td>20100350A</td> <td>EBM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Balança 2:</td> <td>nº ident.</td> <td>D2641118300117</td> <td>nº cert.</td> <td>20100349</td> <td>EBM</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Termohigrômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>68784</td> <td>nº cert.</td> <td>LV-25176/09</td> <td>VISOMES</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Barômetro:</td> <td>nº ident.</td> <td>0221</td> <td>nº cert.</td> <td>PS-01-235/10</td> <td>SETTING</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>				Temp.	20,7°C	Umidade	65%	Pressão	1027 hPa	Picômetro:	nº ident.	PC-3	nº cert.	VOL-183/10	LCF/PUC-Rio		Termômetro:	nº ident.	TDS20001816 - S2	nº cert.	TE-1288/10	IFM		Balança 1:	nº ident.	1122200582	nº cert.	20100350A	EBM		Balança 2:	nº ident.	D2641118300117	nº cert.	20100349	EBM		Termohigrômetro:	nº ident.	68784	nº cert.	LV-25176/09	VISOMES		Barômetro:	nº ident.	0221	nº cert.	PS-01-235/10	SETTING	
	Temp.	20,7°C	Umidade	65%	Pressão	1027 hPa																																													
Picômetro:	nº ident.	PC-3	nº cert.	VOL-183/10	LCF/PUC-Rio																																														
Termômetro:	nº ident.	TDS20001816 - S2	nº cert.	TE-1288/10	IFM																																														
Balança 1:	nº ident.	1122200582	nº cert.	20100350A	EBM																																														
Balança 2:	nº ident.	D2641118300117	nº cert.	20100349	EBM																																														
Termohigrômetro:	nº ident.	68784	nº cert.	LV-25176/09	VISOMES																																														
Barômetro:	nº ident.	0221	nº cert.	PS-01-235/10	SETTING																																														
RESULTADOS OBTIDOS																																																			
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>volume nominal (µL)</th> <th>volume a 20°C (µL)</th> <th>U (µL)</th> <th>k</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>100</td> <td>98,9</td> <td>0,6</td> <td>2,00</td> </tr> <tr> <td>500</td> <td>500,7</td> <td>0,9</td> <td>2,00</td> </tr> <tr> <td>1000</td> <td>1003</td> <td>2</td> <td>2,00</td> </tr> </tbody> </table>			volume nominal (µL)	volume a 20°C (µL)	U (µL)	k	100	98,9	0,6	2,00	500	500,7	0,9	2,00	1000	1003	2	2,00																																	
volume nominal (µL)	volume a 20°C (µL)	U (µL)	k																																																
100	98,9	0,6	2,00																																																
500	500,7	0,9	2,00																																																
1000	1003	2	2,00																																																
<small>U representa a incerteza expandida, e k o fator de abrangência.</small>																																																			
Data da calibração: 07/10/10 Data da emissão: 20/10/10																																																			
 Assinatura Autorizada: Paulo Roberto de Souza Mendes <small>Gerente Técnico</small>																																																			
<small>OBS: • Original c/ 01 cópia. • Este certificado atende aos requisitos de acreditação da Cgcre/Inmetro, que avaliou a competência de medição do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida. • Estes resultados se referem exclusivamente ao objeto descrito acima sob as condições especificadas, não sendo extensivos a quaisquer lotes. • Não é permitida sua reprodução parcial. • A incerteza expandida relatada corresponde a um nível da confiança de aproximadamente 95%.</small>																																																			

Folha nº1/1

VII. Tabela de Grubbs para 5% de significância.

<b>n</b>	<b>Gcrit 95 %</b>
3	1,154
4	1,481
5	1,715
6	1,887
7	2,020
8	2,127
9	2,215
10	2,290
11	2,355
12	2,412
14	2,507
16	2,586
18	2,652
20	2,708
50	3,128