

10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ISO/TR 10013*:Diretrizes para a documentação de sistema de gestão da qualidade. Rio de Janeiro, 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.*NBR 6023*:Informação e documentação – Referências – Elaboração. Rio de Janeiro, 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.*NBR ISO 9001/2000*: Sistemas de Gestão da Qualidade. Rio de Janeiro, 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.*NBR ISO/IEC 17025*: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaios e calibração. Rio de Janeiro, 2001.

ASSOCIATION OF RACING COMMISSIONERS INTERNATIONAL. Disponível em:<<http://www.arci.com/his.html>> Acesso em 16/01/2004.

BODE, Peter. Powering the performance by elimination of errors: Quality systems and management in analytical laboratories. In: INTERAMERICAN WORKSHOP ON METROLOGY IN CHEMISTRY, 1, 1997, Rio de Janeiro. *Proceedings*. Rio de Janeiro: Qualitymark, 1998. p.73-82.

BOOTH, N.H. Estimulantes. In: BOOTH, N.H.; MCDONALD, L.E. *Farmacologia e Terapêutica em Veterinária*. 6.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan,1992. cap.18, p.315-322.

BRASIL. Ministério da Agricultura, do Abastecimento e da Reforma Agrária. Secretaria de Desenvolvimento Rural. Departamento de Fiscalização e Fomento da Produção Animal. *Código nacional de corridas*, DFFPA, pp.60-65: Doping, 1996.

CHASIN, A.M. et al. *Validação de métodos cromatográficos em análises toxicológicas*. Rev. Farm. Bioquim., Univ. São Paulo, v.30, n.2, p.49-53, 1994.

CITAC/EURACHEM: *Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation*. Citac/ Eurachem, 2002.

DAVIS, L.E. Farmacologia veterinária: Introdução à disciplina. In: BOOTH, N.H.; MCDONALD, L.E. *Farmacologia e Terapêutica em Veterinária*. 6.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1992. cap.1, p. 2- 5.

EURACHEM: *The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics*. 1th.ed. Teddington, 1998. ISBN 0-948926-12-0.

FROTA, M.N. Capacitação profissional em metrologia. *Metrologia e Instrumentação*, São Paulo, ano 3, n.24, p.15, setembro. 2003.

HOUGHTON, E; CRONE, D.L. The approaches adopted by the racing industry to address endogenous substances and substances of dietary origin. In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 13, 2000, Cambridge. *Proceedings*. Cambridge, 2001. p.23-28.

HUBER, Ludwig. *Good Laboratory Practice and Current Good Manufacturing Practice*. Alemanha: Hewlett Packard, 1994. 152p.

INMETRO: *Norma nº NIT-DICLA-026*: Requisitos sobre participação dos laboratórios de ensaios em atividades de ensaio de proficiência. Inmetro. Rio de Janeiro, p.01- 04, 2003.

INMETRO: *Orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos*. Inmetro. Rio de Janeiro, Março 2003.

INMETRO: *Padrões e Unidades de medidas*: Referências Metrológicas da França e do Brasil. Inmetro. Rio de Janeiro: Qualitymark, p.20, 1999.

INMETRO: *Proposta de Termo de Referência*. Publicação disponível em:<[http://www.inmetro.gov.br / laboratorios/termoref.asp](http://www.inmetro.gov.br/laboratorios/termoref.asp)> Acesso em 04/12/2003.

INMETRO: *Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia*. Inmetro. Rio de Janeiro, 1995.

INTERNATIONAL FEDERATION OF HORSERACING AUTHORITIES. Disponível em:<<http://www.horseracingintfed.com/>> Acesso em 05/08/2003.

INTERNATIONAL LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION. Disponível em:<<http://www.compad.com.au/cms/ilac/>> Acesso em 16/02/2004.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION: *ISO/IEC WD2 17025*: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, 2003.

OLIVEIRA, E. C. *Incertezas em medições físicas e químicas*. Rio de Janeiro, p.21, [2002].

PFLEGER, K.; MAURER, H.H.; WEBER, A. *Mass Spectral and GC data of drugs, poisons, pesticides, pollutants and their metabolites*. 2.nd. Federal Republic of Germany: VCH, p.59, 1992.

RÍOS, A. et al. *Quality assurance of qualitative analysis in the framework of the European project*: Metrology of qualitative chemical analysis. Accreditation Quality Assurance (2003) 8: 68-77.

RODRIGUES, A. N. *Avaliação do desempenho do método de determinação de TPH (Total Hydrocarbon Petroleum) em areia por detecção no infravermelho*. Dissertação de Mestrado. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2003.

SALVADORI, M. C. *Aspectos gerais do doping no cavalo de esporte*. Cad.Téc.Esc.Vet., UFMG, n.19, p.77- 86, 1997.

SMITH, R.L. The zero tolerance approach to doping control in horseracing: A fading illusion? In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 13, 2000, Cambridge. *Proceedings*. Cambridge, 2001. p.9-14.

TARANTO, J. R. *Sangue e Raça* : O cavalo de corrida Brasileiro. Rio de Janeiro: Index, 1989.

THE ASSOCIATION OF OFFICIAL RACING CHEMISTS. Disponível em:<<http://sp.uconn.edu/~mchem1/aorchome/AORCHome.html>> Acesso em 16/01/2004.

THE PHARMACEUTICAL SOCIETY OF GREAT BRITAIN. *Clarke's Isolation and Identification of Drugs in pharmaceuticals, body fluids and post-mortem material*. 2th.ed.London, 1986. ISBN 0-85369-166-5.

- TOBIN, T. *Drugs and the performance horse*. Illinois: Charles C. Thomas, 1981.
- TOBIN, T.; SANS, R.A. *Doping em cavalos*, 1999. Disponível em: <<http://www.bichoonline.com.br/artigos>> Acesso em 27/01/2003.
- TOZZI, M. B. *Otimização de metodologia de análise de esteróides anabólicos utilizada no controle de dopagem de animais em competição: Identificação da Boldenona no fluido biológico dos animais*. Dissertação de Mestrado. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2002
- VALENTE SOARES, L.M. et al. *Como obter resultados confiáveis em cromatografia*. Rev. Inst. Adolfo Lutz, São Paulo, v.60, n.1, p.79-84, 2001.

11. BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR

Análise instrumental I Disponível em: <<http://alquimia.pessoal.bridge.com.br/alq/analise.htm>> Acesso em 05/08/2003.

Análise química quantitativa. Disponível em: <<http://www.analisequantitativa.kit.net/index.htm>> Acesso em 05/08/2003.

Análise química quantitativa. Disponível em: <<http://www.iqm.unicamp.br/sbq/dqa/Tec.htm>> Acesso em 02/08/2003.

BODE, Peter. *Quality Assurance and Quality Control in Research Development*. Curso prático – Análise diagnóstica de OGMs, Piracicaba, 2003.

Breve história da química analítica. Disponível em: <<http://www.labpesq.quimica.ufpb.br/laqa/historia.htm>> Acesso em 05/08/2003.

BROTTO, Nelson. *Introdução ao puro sangue*. São Paulo: Nobel, 1979.

CANADIAN EQUINE DRUG EVALUATION PROGRAM. *Analytical Methodology for detection and confirmation of drugs in equine body fluids: respiratory drugs*. Canadá, v 2, p.21-33, 1996.

CARVALHO, Ney O.R. (Ed.). *O Turfe no estado do Rio de Janeiro*. Rio de Janeiro, 1999.

CAVALCANTI, Rafael. *Foi dada a Partida*. Rio de Janeiro: Europa.

CHASIN, ALICE A da M. et al. *Validação de métodos em análises toxicológicas: uma abordagem geral*. Rev. Bras. de Toxicologia, São Paulo, v.11, n.1, p.1 – 6, 1998.

CHASIN, ALICE A da M. *Parâmetros de confiança analítica e a irrefutabilidade do Laudo Pericial em Toxicologia Forense*. Rev. Bras. de Toxicologia, São Paulo, v.14, n.1, p.15-21, 2001.

Consultoria em Estatística e Qualidade: O que é um ensaio de proficiência? Disponível em: <<http://www.estatcamp.com.br/ensaiosprof/index.hph>> Acesso em 04/12/2003.

Control Lab – Garantia da Qualidade de Resultados. Disponível em: <http://www.control-ab.com.br/lab_clinico_beneficio.htm> Acesso em 04/12/2003.

Conversor de medidas. Disponível em: <<http://www.aprendebrasil.com.br/conversor/si.asp>> Acesso em 30/11/2003.

CURRIE, L.A. *Detection and quantification capabilities and the evaluation of low-level data: Some international perspectives and continuing challenges*. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, v.245, n.1, 2000.

CURRIE, L.A. *Detection and quantification limits: origins and historical overview*. Analytica Chimica. Acta 391, 1999.

CURRIE, L.A. *Limits for Qualitative Detection and Quantitative determination: Application to Radiochemistry*. Analytical Chemistry, v.40, n.1, 1968.

CURRIE, L.A. *Nomenclature in Evaluation of Analytical Methods Including Detection and Quantification Capabilities* (IUPAC Recommendations 1995). Analytica Chimica. Acta 391, 1999.

Doping em cavalos e seus efeitos tóxicos. Disponível em:<<http://www.fmv.utl.pt/democ/sft/sem9798/g031.htm>> Acesso em 27/01/2003.

DUNNETT, N. Laboratory accreditation: Good, bad or inevitable? In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 11, 1996, Queensland. *Proceedings*. Queensland, 1996. p.215- 219.

DUNNETT, N; CHALMERS, P et al. A solid phase extraction method for general drug screening. In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 7, 1988, Kentucky. *Proceedings*. Kentucky, 1988. p.19-22.

ELLISON, S.L.R. *Uncertainties in qualitative testing and analysis: A Focus For Analytical Chemistry in Europe*. Accreditation Quality Assurance (2000) 5: 346-348.

Extração e identificação de cafeína. Disponível em:<<http://www.ufba.br/laqa/~euvelozo/cafeina.htm>> Acesso em 30/01/2003.

FEDERAÇÃO EQUESTRE INTERNACIONAL: *Controlo de Medicação: Análises para detecção de substâncias proibidas em competições.* Disponível em:<<http://www.equisport.pt/45-49/art482.htm>> Acesso em 27/01/2003.

FURTADO, JORGE. *O seu laboratório na internet.* Disponível em:<<http://www.jorgefurtado.com.br/pelm.htm>> Acesso em 04/12/2003.

GOMES, G.O. et al. Qualidade assegurada em laboratórios de P&D. *Metrologia e Instrumentação*, São Paulo, ano 2, n.10, p.15, fev. 2002.

HOUGHTON, E. Past, present and future of thresholds. In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 11, 1996, Queensland. *Proceedings*. Queensland, 1996. p.45.

INMETRO: *Guia para Laboratórios Químicos: Um auxílio à Organização e ao Credenciamento.* Rio de Janeiro: Interciência, 2000.

INTERNATIONAL LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION: *Accreditation Requirements and Operating Criteria for Horseracing Laboratories (ILAC-G7: 1996)*. ILAC, 1997.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION: *ISO/IEC DIS 17000: Conformity assessment – General vocabulary*, 2003.

LUCCHINI, Rosy. *Doping: onde tudo começou.* Disponível em:<<http://www.netesportes.com/saude/>> Acesso em 30/01/2003.

MACHADO, M.J do CANTO; FERREIRA, M.A.A. *Números ou resultados analíticos: Qual a fronteira?*, 1997. Disponível em:<http://www.igm.pt/edicoes_online/estudos/tomo39/artigo8.htm> Acesso em 05/08/2003.

MAGHUIN-ROGISTER, G. The establishment of maximum residue levels for drugs in the food industry. In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 13, 2000, Cambridge. *Proceedings*. Cambridge, 2001. p.15-16.

MESINA, S.G. *Doping Equino: un Engaño y un Abuso.* Disponível em:<<http://www.fecuestre.cl/fecuestre>> Acesso em 30/01/2003.

NIST Chemistry WebBook . Disponível em:<<http://webbook.nist.gov/cgi/cbook>> Acesso em 14/04/2004.

Oswaldo Cruz – *Premiação*. Disponível em:<http://www.lab-oswcruz.com.br/lab_premiacao.htm> Acesso em 04/12/2003.

PEDROSO, R.C. Dopagem por cafeína, diuréticos e esteróides anabólicos no esporte. In: OGA, Seizi. *Fundamentos de Toxicologia*. São Paulo: Atheneu, 1996. p.359-362.

PRATA, GIL. *A necessidade de medir é muito antiga e remonta à origem das civilizações*. Disponível em:<<http://si.no.sapo.pt.htm>> Acesso em 30/11/2003.

Programa de Ensaio de Proficiência. Disponível em:<http://www.sc.senai.br/downloads/PEP_2003.pdf> Acesso em 04/12/2003.

QUEIROZ-NETO, A.; TOBIN T. *Interpretação de resultados positivos para cocaína e cafeína em amostras de cavalos de corrida*. Rev. Bras. de Toxicologia, São Paulo, v.7, n.1/2, p.5-10, 1994.

Química analítica . Disponível em:<<http://www.quimica.analitica.hpg.com.br.htm>> Acesso em 05/08/2003.

Química analítica: Definição. Disponível em:<<http://www.iqm.unicamp.br/sbq/dqa/def.htm>> Acesso em 02/08/2003.

Química analítica no mundo moderno. Disponível em:<<http://www.iqm.unicamp.br/sbq/dqa/Moderno.htm>> Acesso em 02/08/2003.

SILVA, J.C. VAZ da; MAURÍCIO, S.G. *Contribuição para a melhoria dos conceitos da metrologia no ensino da física*, 1999. Disponível em:<<http://usuários.uninet.com.br/~mauguima/>> Acesso em 05/08/2003.

SILVERSTEIN, R.M.; BASSLER, G.C.; MORRIL, T.C. *Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos*. 5.ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1994.

SMITH, R.L. The zero tolerance approach to doping control in horseracing: A fading illusion? In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 13, 2000, Cambridge. *Proceedings*. Cambridge, 2001. p.9-14.

STANLEY, S.; TROPPEMANN, A.; SAMS, R. et al. Frequency distributions of pH values in post race urine from Standardbred and Thoroughbred horses. In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 11, 1996, Queensland. *Proceedings*. Queensland, 1996. p.442-444.

TAGLIAFERRO, F.S. *Metrologia em Química: Estudo da qualidade de cafés brasileiros*. Tese de Doutorado. Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA – USP), Piracicaba, 2003.

TAYLOR, B.N. *Guide for the use of the International System of Units (SI)*. NIST Special Publication, 1995.

TESSEROLLI, G.C. *Sistema Internacional de Unidades*, 1998. Disponível em:<<http://www.pr.gov.br/batebyte/edicoes/1998/bb82/unidade.htm>> Acesso em 30/11/2003.

THE ASSOCIATION OF OFFICIAL RACING CHEMISTS: *The International standard set in the context of Racing Chemistry: A guide to ISO/IEC 17025 – general requirements for the competence of testing and calibration laboratories*. Version 3.2, AORC, June 2004.

THE ASSOCIATION OF OFFICIAL RACING CHEMISTS: *An overview of Quality Assurance and Accreditation of Racing Laboratories*. ISO guide version 2.0, AORC ISO – Accreditation Committee, 2003.

THE ASSOCIATION OF OFFICIAL RACING CHEMISTS: *AORC Guidelines for the minimum criteria for identification by Chromatography and Mass Spectrometry*. ISO guide version 2.0, AORC ISO – Accreditation Committee, 2003.

THE EUROPEAN COMMISSION, DG JOINT RESEARCH CENTRE INSTITUTE FOR HEALTH AND CONSUMER PROTECTION FOOD PRODUCTS AND CONSUMER GOODS UNIT. *Validation of analytical methods for the identification and determination of genetically modified organisms (GMOs) in food and food ingredients*. Ispra, 2000.

THE MAXWELL H. GLUCK EQUINE RESEARCH CENTER. *Testing for Therapeutic Medications, Environmental and Dietary Substances in Racing Horses*. Kentucky, 1994. p.61-74.

Unidades e convenções: Sistema internacional de unidades. Disponível em:<http://www.chemkeys.com/bra/ag/uec_7/sidu_4/histor_8/histor_8.htm> Acesso em 30/11/2003.

VINE, J.H. The central role of mass spectrometry. In: INTERNACIONAL CONFERENCE OF RACING ANALYSTS AND VETERINARIANS, 11, 1996, Queensland. *Proceedings*. Queensland, 1996. p.151-157

ANEXOS

Anexo A

Relação das substâncias proibidas controladas pelo LAD/JCB subdivididas em “famílias” segundo as suas ações farmacológicas

Tabela A1. Substâncias proibidas relacionadas segundo suas ações farmacológicas.

ANTI-INFLAMATÓRIOS	ESTERÓIDES / ANABOLIZANTES	ANALGÉSICOS	ESTIMULANTES
Ác. Meclofenâmico	5 α -dihydrotestosterona	Ác. Flufenâmico (antiinflamatório)	Anfetamina
Ác. Niflúmico	17 α -estradiol	Ác. Salicílico	Cafeína
Alcinonida	17 β -estradiol	Ác. Tolfenâmico (antiinflamatório)	Efedrina
Benzidamina	Androstanediol	Butorfanol	Fentermina (anoréxico)
Betametasona	Androsterona	Dipirona	Heptaminol (cardíaco)
Carprofeno	Bolasterona	Ketoprofeno (antiinflamatório)	Metanfetamina
Celecoxib	Boldenona	Ketorolac	Metilfenidato
Dexametasona	Dihidroandrosterona	Paracetamol	Teobromina (cardíaco)
Diclofenaco	Epitestosterona	Pentazocine	Teofilina
Fenilbutazona (analgésico)	Estanozolol	Salicilamida	
Fenoprofeno (analgésico)	Estranediol		
Flunixinina	Estrenediol		
Hidrocortisona	Estrone		
Ibuprofeno	Metandriol		
Indometacina	Metiltestosterona		
Metilprednisolona	Nandrolona		
Naproxeno	Noretandrolona		
Nimesulide	Testosterona		
Oxifenilbutazona (analgésico)	Trembolona		
Tolmetin			
BENZODIAZEPÍNICOS (tranquilizantes)		BRONCODILADORES	
Acepromazina		Acebutolol	
Clorpromazina		Albuterol	
Diazepam (sedativo)		Clenbuterol	
Fentanila		Difilina	
Flunitrazepam (hipnótico)		Fenilpropanolamina	
Oxazepam		Fenspirida	
Promazina		Propranolol	
Propionilpromazina		Salbutamol	
		Terbutalina	
		Timolol	

ANESTÉSICOS LOCAIS	DIURÉTICOS	RELAXANTES MUSCULARES	ANTIARRITÍMICOS
Benzocaína	Ác. Etacrínico	Mefenesin	Procainamida
Bupivacaína	Bumetanida	Metocarbamol	
Lidocaína	Furosemida		
Mepivacaína	Hidroclorotiazida		
Procaína			
Tetracaína			
ANTIDEPRESSIVOS		ANTIMICROBIAL	
Imipramina		Trimetoprim	
ANTI-HISTAMÍNICOS	VASODILATADORES	ANSIOLÍTICOS	ALUCINÓGENOS
Ciproheptadine	Heptaminol	Hidroxizina	Bufotenina
Difenildramina	Isoxsuprina		
Pirilamina	Naftidrofuril		
Tripelenamina	Pentoxifilina		
BARBITÚRICOS (sedativos, hipnóticos)	CORTICOSTERÓIDES	SEDATIVOS	ADRENÉRGICOS
Amobarbital	Flumetasona (antiinflamatório)	Escopolamina	Mefentermina
Barbital	Fluocinolona (antiinflamatório)	Xilazina	
Butalbital	Prednisolona (antiinflamatório)		
Fenobarbital	Triancinolona		
Pentobarbital			
Secobarbital			
OPIÁCEOS (analgésicos, antitussígenos)			
Codeína			
Etilmorfina			
Hidromorfina (narcótico)			
Levorfanol (narcótico)			
Morfina (narcótico)			
Meperidina (narcótico)			
ANTI-COLINÉRGICO			
Atropina			

Anexo B – Formulário de procedimento de coleta e armazenagem de material biológico utilizado pelo LAD/JCB



JOCKEY CLUB BRASILEIRO
LABORATÓRIO ANTI DOPING

Formulário do procedimento de coleta e armazenagem de material biológico

URINA:

- 1- Vestir a luva esterilizada;
- 2- Forrar o recipiente de coleta com o saco plástico e coletar a urina;
- 3- Transferir a urina para dois frascos plásticos após romper os seus lacres (volume mínimo: 150mL – prova, 70 mL – contraprova). Fechar com as tampas (verificar se está bem vedado);
- 4- Preencher as etiquetas de prova e contraprova com os dados solicitados. Colar na frente dos frascos; preencher também a etiqueta maior (que ficará com o veterinário) e a tabela do formulário de remessa e recebimento de amostras;
- 5- Colocar o selo de segurança por cima de cada tampa, passando-o de um lado para o outro do frasco;
- 6- Inserir cada frasco dentro do malote correspondente (a-prova e b-contraprova). Fechar e lacrar com o lacre correspondente ao número da etiqueta;
- 7- Entregar, após o preenchimento, a etiqueta específica para o responsável do animal;
- 8- Colocar as amostras na posição vertical na caixa isopor contendo gelo reciclável;
- 9- Completar com as informações necessárias e assinar o formulário de remessa e recebimento de amostras; colocar uma via deste formulário no saco plástico, dentro da caixa isopor;
- 10- Fechar bem o isopor selando a tampa com fita gomada; rubricar a fita e enviar as amostras.

NOTAS:

Descartar o saco plástico utilizado para forrar o recipiente de coleta, após o uso. Repor o saco plástico a cada nova coleta.
Remeter para o laboratório também o material de coleta que **não** foi utilizado.

SANGUE:

- 1- Vestir a luva esterilizada;
- 2- Preencher as etiquetas de prova e contraprova com os dados solicitados. Colar na frente dos frascos; preencher também a etiqueta maior (que ficará com o veterinário) e a tabela do formulário de remessa e recebimento de amostras;
- 3- Colocar nos dois frascos, após romper os seus lacres, o anti-coagulante. Proporções: liquemine- 1mL / 100mL sangue, heparina- 5000 ui / 100mL de sangue total;
- 4- Coletar o sangue (volume mínimo = 100mL) e despejá-lo dentro de cada frasco já contendo o anti-coagulante. Fechar e agitar manualmente;
- 5- Prosseguir a partir do item 5 com os mesmos procedimentos realizados para urina.

NOTA: Após o uso, descartar a seringa e a agulha utilizadas na coleta.

Formulário do procedimento de coleta e armazenagem de material biológico

Data: 06/06/03 Folha 1/1

7.027/2003 V.00

Anexo C – Formulário de remessa e recebimento de amostras do LAD/JCB (verso do formulário)



Formulário de remessa e recebimento de amostras

A SER PREENCHIDO POR FUNCIONÁRIO DO LABORATÓRIO

Data da chegada ao Lab.: _____ Horário: _____

Condições da(s) amostra(s):

congelada(s): _____ resfriada(s): _____ temperatura ambiente: _____

armazenagem correta: _____ armazenagem incorreta: _____

Observações: _____

Responsável pelo recebimento: _____

Assinatura: _____

Formulário de remessa e recebimento de
amostras

Data: 13/10/03 Folha 2/2

7.036/2003 V.01

RUA BARTOLOMEU MITRE, 1314 - GÁVEA - RIO DE JANEIRO - BRASIL
CEP: 22431-000 TEL / FAX: 55 21 2294-8597
e-mail: jcblab@terra.com.br

Anexo D – Formulário de controle de temperatura das câmaras frigoríficas



Formulário de controle de temperatura

MÊS:		TEMP:°C					
1	2	3	4	5	6	7	8
9	10	11	12	13	14	15	16
17	18	19	20	21	22	23	24
25	26	27	28	29	30	31	

MÊS:		TEMP:°C					
1	2	3	4	5	6	7	8
9	10	11	12	13	14	15	16
17	18	19	20	21	22	23	24
25	26	27	28	29	30	31	

MÊS:		TEMP:°C					
1	2	3	4	5	6	7	8
9	10	11	12	13	14	15	16
17	18	19	20	21	22	23	24
25	26	27	28	29	30	31	

Formulário de controle de temperatura

Data: 11/09/03 Folha 1/1

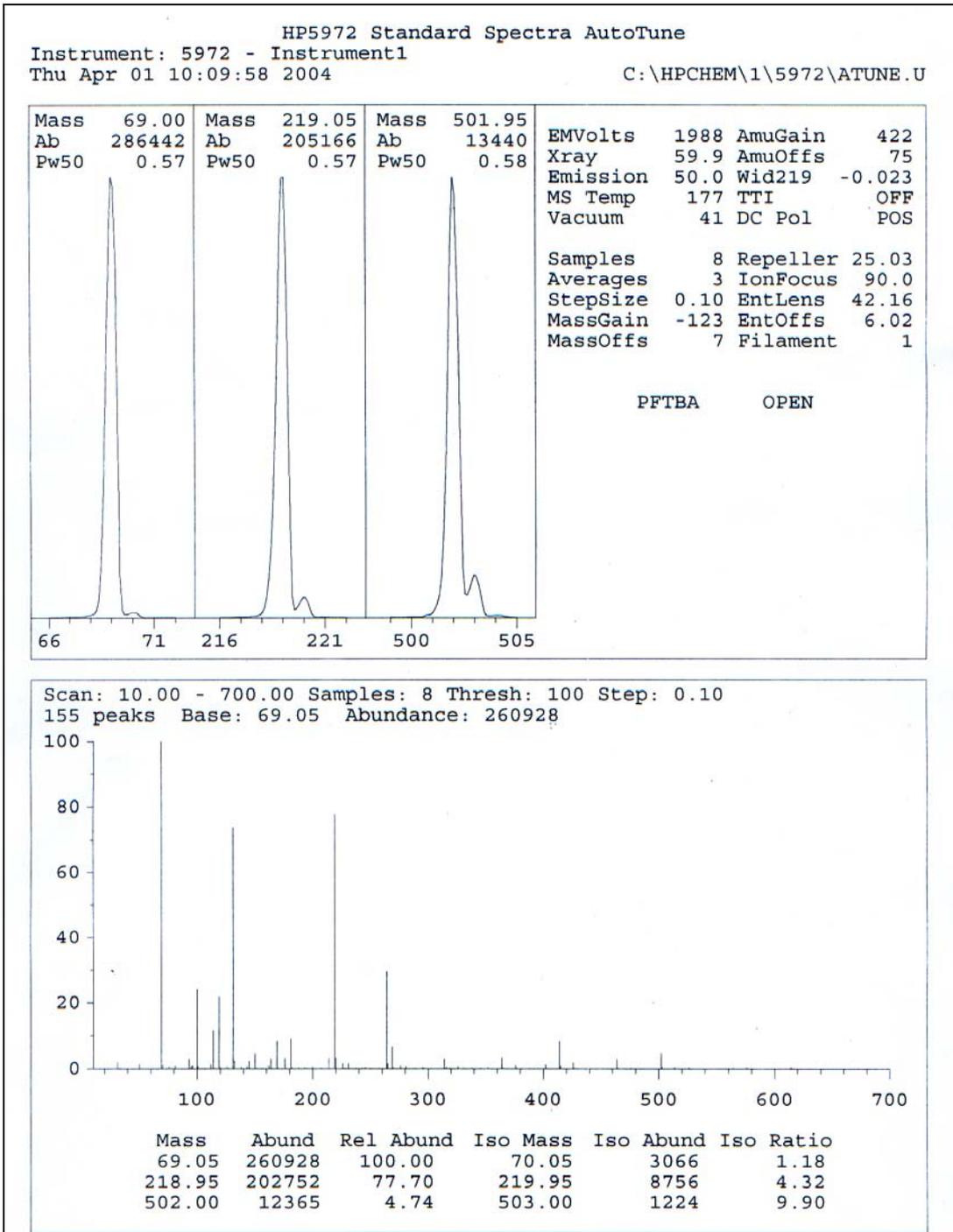
7.050/2003 V.00

Anexo E – Folha de acompanhamento de amostra com registro de códigos de barras

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0212158-CA

 <p>Jockey Club Brasileiro Laboratório Anti-Doping</p>		<p>Tipos e Siglas</p> <p>U - Urina UL - Urina Lasix S - Sangue SL - Sangue Lasix</p>		<p>Procedências e Siglas</p> <p>JCB Jockey Club Brasileiro JCRGS Jockey Club Rio Grande do Sul JCC Jockey Club de Campos</p>		<p>JCPARANA Jockey Club do Paraná CBH Confederação Brasileira de Hipismo</p>							
Documento nº: F06-A01/M01				Emitido em: 16/12/2003 às 14:13:23									
FOLHA DE ACOMPANHAMENTO DE AMOSTRA													
Coleta - Local / Data: JCB / _____		JCRGS / _____		JCC / _____		Outros _____							
Lotc: _____		Nº de amostras _____		JCPARANÁ / _____		CBH / _____							
Referente ao Período de 15/12/2003 até 15/12/2003													
Código de Barras	Nº Lab.	Procedência	pH	Temp. (°C)	Densidade	Cor amarelo		Extração Alcalina	Extração Ácida	Diuréticos	Elisa	Anabólicos	OBSERVAÇÕES
						claro	escuro						
022278	001U	JCB											
022299	002U	JCB											
022323	003U	JCB											
022298	004U	JCB											
022326	005U	JCB											
022328	006U	JCB											
022302	007U	JCB											
022315	008U	JCB											
022304	009U	JCB											
022279	010U	JCB											
022268	011U	JCB											
022069	012U	JCB											
022301	013U	JCB											
022322	014U	JCB											
020106	200U	PESQUISA											
020105	201U	PESQUISA											
020109	202U	PESQUISA											

Anexo F – Diagnóstico crítico do adequado funcionamento do espectrômetro de massas denominado Autotune



Anexo H – Formulário de registro de calibração realizada no próprio LAD/JCB referente à micro-pipetas (anverso do formulário)



Formulário de registro de calibração de micro-pipetas Eppendorf e Oxford Benchmate

Método 3.050

Descrição da pipeta

Tipo: _____ N° do LAD: _____

N° de série: _____ Volume: _____ Cor: _____

Descrição do procedimento de calibração

Volume de teste (Vo): _____

Temperatura do laboratório: _____ °C Temperatura da água bidestilada: _____ °C

1° Teste:

Massa de água (A) : _____ mg Volume de água = (A) / 0,9982 = _____ μL

2° Teste:

Massa de água (A) : _____ mg Volume de água = (A) / 0,9982 = _____ μL

3° Teste:

Massa de água (A) : _____ mg Volume de água = (A) / 0,9982 = _____ μL

4° Teste:

Massa de água (A) : _____ mg Volume de água = (A) / 0,9982 = _____ μL

5° Teste:

Massa de água (A) : _____ mg Volume de água = (A) / 0,9982 = _____ μL

6° Teste:

Massa de água (A) : _____ mg Volume de água = (A) / 0,9982 = _____ μL

Formulário de registro de calibração de micro-pipetas Eppendorf e Oxford Benchmate

Data: 10/03/04 Folha 1/2

7.069/2004 V.00

Anexo H – Formulário de registro de calibração realizada no próprio LAD/JCB referente à micro-pipetas (verso do formulário)



Formulário de registro de calibração de micro-pipetas Eppendorf e Oxford Benchmate

Método 3.050

7º Teste:

Massa de água (A) : _____ mg Volume de água = (A) / 0,9982 = _____ μ L

8º Teste:

Massa de água (A) : _____ mg Volume de água = (A) / 0,9982 = _____ μ L

Cálculos

Média do volume de água (Vm) = _____ μ L Volume teórico (Vo) = _____ μ L

$$E = \frac{V_m - V_o}{V_o} \times 100 = \text{_____} \%$$

RESULTADO

Aprovada ()

Recalibrar ()

Observações : _____

Data: / / .

Operador: _____

Formulário de registro de calibração de micro-pipetas Eppendorf e Oxford Benchmate

Data: 10/03/04 Folha 2/2

7.069/2004 V.00

Anexo I – Tabelas

Relacionam-se nesse anexo as tabelas que documentam os resultados experimentais referentes aos fatores críticos estudados para detecção da cafeína em amostras de fluidos biológicos (urina).

Tabela I-1. Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs).

Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs) para os valores obtidos da área do íon 194 para cada concentração indicada.

Rejeição = 5%					
Pontos	P4	P6	P8	P10	P12
	283664	308446	315150	621408	696737
	303569	358592	510905	727324	748306
	311573	433245	570616	787103	819295
	320264	438609	581013	795182	958502
	337826	448229	624053	801545	970774
	349088	448267	625235	805397	972732
	372957	478716	656885	814568	1001742
	392885	481240	695620	823792	1001840
	395583	507501	712107	826726	1008803
	395802	520385	714872	827424	1018675
	408987	539619	752795	837202	1027558
	462825	553491	766864	872555	1056693
	462990	566661	789616	875309	1106306
	467534	582445	810488	906673	1144933
	488541	599667	823345	933279	1230057
	499415	627025	863264	956312	1243371
	503879	651779	870958	958395	1249113
	511066	667482	952433	1045208	1255461
	539044	671523	1013269	1074267	1297578
	554656	801401	1045193	1127585	1342287
Média	418107	520154	734734	870863	1057538
Des.Pad.	84101	101674	175297	119837	178735
Texp(1)	1,599*	2,082*	2,394*	2,082*	2,019*
Texp(20)	1,624*	1,489*	1,771*	2,142*	1,593*
Ttabelado (Tt)	2.557	2.557	2.557	2.557	2.557

* Texp < Tt

Tabela I-2. Teste Q- Critério de Dixon.

Teste de rejeição de resultados (Teste Q- Critério de Dixon) para os valores obtidos da área do íon 194 para cada concentração indicada.

P4	r_d	P6	r_d	P8	r_d
283664	0,103	308446	0,253	315150	0,350
303569		358592		510905	
311573		433245		570616	
320264		438609		581013	
337826		448229		624053	
349088		448267		625235	
372957		478716		656885	
392885		481240		695620	
395583		507501		712107	
395802		520385		714872	
408987		539619		752795	
462825		553491		766864	
462990		566661		789616	
467534		582445		810488	
488541		599667		823345	
499415		627025		863264	
503879		651779		870958	
511066		667482		952433	
539044		671523		1013269	
554656	0,179	801401	0,364	1045193	0,195
P10	r_d		P12	r_d	
621408	0,327		696737	0,190	
727324			748306		
787103			819295		
795182			958502		
801545			970774		
805397			972732		
814568			1001742		
823792			1001840		
826726			1008803		
827424			1018675		
837202			1027558		
872555			1056693		
875309			1106306		
906673			1144933		
933279			1230057		
956312			1243371		
958395			1249113		
1045208			1255461		
1074267			1297578		
1127585	0,242		1342287	0,166	
Tabela-Coeficiente de Dixon r _c					
n=20	1%		5%		
	0,535		0,450		
Decisão					
Se r _d < r _c (5%) - aceito					
Se r _c (1%) > r _d > r _c (5%) -suspeito					
Se r _d > r _c (1%) - rejeitado					

Tabela I-3. Íons característicos da cafeína: Medições e Cálculos Estatísticos. Dados originais.

Cálculo da média, desvio padrão e coeficiente de variação do íon 194 e da razão entre os três íons característicos da cafeína (194, 109 e 67).

Amostras	Íon 194 (Área)	Íon 109 (Área)	Íon 67 (Área)	Razão 194/109	Razão 194/67	Razão 109/67	TR** Íon 194 (min)
01	511066	288742	245318	1,77	2,08	1,18	11,185
02	554656	354390	226500	1,57	2,45	1,56	11,185
03	372957	227800	145669	1,64	2,56	1,56	11,187
04	392885	220810	159727	1,78	2,46	1,38	11,184
05	503879	293559	223373	1,72	2,26	1,31	11,193
06	539044	335929	231219	1,60	2,33	1,45	11,193
07	467534	263968	187419	1,77	2,49	1,41	11,187
08	408987	263875	172638	1,55	2,37	1,53	11,182
09	462825	275744	190109	1,68	2,43	1,45	11,189
10	462990	284473	160174	1,63	2,89	1,78	11,194
11	337826	215016	117747	1,57	2,87	1,83	11,188
12	395802	237621	193152	1,67	2,05	1,23	11,191
13	283664	156526	87470	1,81	3,24	1,79	11,189
14	488541	253608	201672	1,93	2,42	1,26	11,192
15	303569	192591	147827	1,58	2,05	1,30	11,189
16	311573	163220	116400	1,91	2,68	1,40	11,187
17	395583	255340	118802	1,55	3,33	2,15	11,191
18	349088	183663	133696	1,90	2,61	1,37	11,192
19	320264	197549	154647	1,62	2,07	1,28	11,186
20	499415	305526	217270	1,63	2,30	1,41	11,186
MÉDIA P4	418107			1,68	2,44	1,45	11,189
D.PAD. P4	84101			0,12	0,36	0,24	0,003
CV (≤20%)	20			7	15	17	0,030 *
21	627025	331826	223795	1,89	2,80	1,48	11,185
22	667482	351802	257097	1,90	1,37	1,37	11,192
23	478716	248302	196527	1,93	1,26	1,26	11,187
24	671523	401441	248654	1,67	2,70	1,61	11,187
25	507501	303385	192155	1,67	2,64	1,58	11,186
26	448229	301438	213056	1,49	2,10	1,41	11,194
27	651779	397089	314462	1,64	2,07	1,26	11,185
28	438609	251163	178878	1,75	2,45	1,40	11,186
29	358592	200592	156354	1,79	2,29	1,28	11,194
30	801401	457738	246140	1,75	3,26	1,86	11,188
31	520385	277577	214340	1,87	2,43	1,30	11,185
32	433245	251931	181998	1,72	2,38	1,38	11,184
33	599667	368567	244397	1,63	2,45	1,51	11,192
34	566661	370434	253735	1,53	2,23	1,46	11,191
35	582445	282002	154067	2,07	3,78	1,83	11,195
36	448267	251477	180303	1,78	2,49	1,39	11,185
37	481240	286902	183868	1,68	2,62	1,56	11,189
38	308446	168497	125855	1,83	2,45	1,34	11,186
39	539619	289009	237847	1,87	2,27	1,22	11,188
40	553491	342887	258343	1,61	2,14	1,33	11,188
MÉDIA P6	546099			1,74	2,51	1,44	11,188
D.PAD. P6	107385			0,15	0,56	0,18	0,004
CV (≤20%)	20			8	20	12	0,031 *
41	656885	295494	229740	2,22	2,86	1,29	11,196
42	581013	352715	249124	1,65	2,33	1,42	11,192
43	712107	404759	250162	1,76	2,85	1,62	11,193
44	752795	443714	300939	1,70	2,50	1,47	11,186
45	952433	560365	352863	1,70	2,70	1,59	11,188

Tabela I-3 (continuação)

46	863264	481476	383882	1,79	2,25	1,25	11,188
47	695620	304880	251066	2,28	2,77	1,21	11,188
48	870958	512999	364254	1,70	2,39	1,41	11,184
49	823345	509228	304166	1,62	2,71	1,67	11,186
50	570616	338613	244991	1,69	2,33	1,38	11,194
51	625235	428276	281705	1,46	2,22	1,52	11,185
52	789616	429632	289248	1,84	2,73	1,49	11,186
53	766864	453376	317063	1,69	2,42	1,43	11,191
54	624053	435520	260158	1,43	2,40	1,67	11,181
55	315150	159268	137565	1,98	2,29	1,16	11,183
56	510905	306771	234570	1,67	2,18	1,31	11,190
57	714872	400057	281030	1,79	2,54	1,42	11,184
58	1013269	536119	333840	1,89	3,04	1,61	11,186
59	1045193	603093	362786	1,73	2,88	1,66	11,184
60	810488	524378	312750	1,55	2,59	1,68	11,191
MÉDIA P8	756817			1,73	2,57	1,48	11,188
D.PAD. P8	148798			0,21	0,25	0,15	0,004
CV (≤20%)	20			12	10	10	0,036 *
61	958395	608550	412932	1,57	2,32	1,47	11,187
62	814568	466439	336740	1,75	2,42	1,39	11,185
63	956312	668845	402375	1,43	2,38	1,66	11,201
64	872555	620633	457608	1,41	1,91	1,36	11,190
65	933279	631074	340346	1,48	2,74	1,85	11,185
66	1127585	681145	425795	1,66	2,65	1,60	11,192
67	875309	473769	259287	1,85	3,38	1,83	11,188
68	906673	486023	463440	1,87	1,96	1,05	11,185
69	795182	478837	339627	1,66	2,34	1,41	11,186
70	787103	512635	355884	1,54	2,21	1,44	11,192
71	1074267	691333	433046	1,55	2,48	1,60	11,188
72	827424	466969	328070	1,77	2,52	1,42	11,192
73	801545	416174	300354	1,93	2,67	1,39	11,194
74	1045208	653727	421921	1,60	2,48	1,55	11,193
75	621408	408925	280813	1,52	2,21	1,46	11,194
76	805397	452658	326432	1,78	2,47	1,39	11,194
77	826726	436814	239765	1,89	3,45	1,82	11,187
78	823792	532553	302157	1,55	2,73	1,76	11,191
79	727324	437085	278448	1,66	2,61	1,57	11,186
80	837202	513408	305369	1,63	2,74	1,68	11,191
MÉDIA P10	870863	531880	350520	1,64	2,48	1,52	11,190
D.PAD. P10	119837	96030	67839	0,16	0,38	0,20	0,004
CV (≤20%)	14			9	15	13	0,037
81	1008803	612576	419491	1,65	2,40	1,46	11,192
82	1106306	632830	388375	1,75	2,85	1,63	11,189
83	1056693	647780	414049	1,63	2,55	1,56	11,187
84	748306	409649	285145	1,83	2,62	1,44	11,191
85	1243371	696353	480936	1,79	2,59	1,45	11,194
86	1027558	611063	381962	1,68	2,69	1,60	11,187
87	1230057	760627	429873	1,62	2,86	1,77	11,185
88	1255461	744991	440376	1,69	2,85	1,69	11,185
89	1144933	600142	419671	1,91	2,73	1,43	11,194
90	1018675	596476	384419	1,71	2,65	1,55	11,187
91	1001742	572126	329447	1,75	3,04	1,74	11,185
92	819295	498372	312369	1,64	2,62	1,60	11,181
93	1249113	762333	461595	1,64	2,71	1,65	11,190

Tabela I-3 (continuação)

94	970774	556355	338057	1,74	2,87	1,65	11,188
95	972732	448369	307379	2,17	3,16	1,46	11,194
96	1001840	655053	350619	1,53	2,86	1,87	11,186
97	696737	384208	226368	1,81	3,08	1,70	11,186
98	958502	564423	367661	1,70	2,61	1,54	11,199
99	1297578	745329	469468	1,74	2,76	1,59	11,186
100	1342287	786481	509033	1,71	2,64	1,55	11,186
MÉDIA P12	1057538			1,72	2,74	1,59	11,188
D.PAD. P12	178735			0,13	0,19	0,12	0,004
CV ($\leq 20\%$)	17			8	7	8	0,038 *

* CV($\leq 2\%$)

** TR = tempo de retenção

Tabela I-4. Ions característicos da cafeína: Medições e Cálculos Estatísticos. Dados corrigidos.

Cálculo da média, desvio padrão e coeficiente de variação do íon 194 e da razão entre os três íons característicos da cafeína (194, 109 e 67).

Amostras	Íon 256 (Área) Diazepam	Fator de correção	Íon 194 corrigido (Área)	Íon 109 corrigido (Área)	Íon 67 corrigido (Área)	Razão 194/109	Razão 194/67	Razão 109/67
01	6557652	0,9501	537893	303899	258195	1,77	2,08	1,18
02	8589266	1,2445	445692	284769	182003	1,57	2,45	1,56
03	6550293	0,9491	392975	240027	153488	1,64	2,56	1,56
04	6526325	0,9456	415493	233516	168918	1,78	2,46	1,38
05	8105695	1,1744	429046	249961	190199	1,72	2,26	1,31
06	7636375	1,1064	487197	303618	208979	1,60	2,33	1,45
07	9862553	1,4290	327183	184727	131157	1,77	2,49	1,41
08	5513736	0,7989	511954	330308	216102	1,55	2,37	1,53
09	7311059	1,0593	436922	260311	179469	1,68	2,43	1,45
10	7238617	1,0488	441452	271239	152723	1,63	2,89	1,78
11	5650611	0,8187	412634	262629	143821	1,57	2,87	1,83
12	8238917	1,1937	331570	199059	161807	1,67	2,05	1,23
13	5843989	0,8467	335013	184861	103304	1,81	3,24	1,79
14	8367674	1,2124	402962	209183	166344	1,93	2,42	1,26
15	4647251	0,6733	450846	286027	219546	1,58	2,05	1,30
16	5716314	0,8282	376193	197072	140541	1,91	2,68	1,40
17	5841959	0,8464	467355	301667	140357	1,55	3,33	2,15
18	6480972	0,9390	371760	195591	142379	1,90	2,61	1,37
19	4113949	0,5961	537300	331424	259448	1,62	2,07	1,28
20	9244394	1,3394	372864	228106	162214	1,63	2,30	1,41
MÉDIA P4	6901880	1,000	424215	252900	174050	1,68	2,44	1,45
D.PAD.P4	1519399		63319	48101	41076	0,12	0,36	0,24
CV(≤20%)	22		15	19	24	7	15	17
21	5144600	0,9000	696703	368700	248664	1,89	2,80	1,48
22	5973399	1,0450	638752	336660	246031	1,90	1,37	1,37
23	5746892	1,0054	476167	246980	195481	1,93	1,26	1,26
24	7240694	1,2667	530146	316925	196304	1,67	2,70	1,61
25	4356799	0,7622	665861	398053	252115	1,67	2,64	1,58
26	5994993	1,0488	427391	287424	203151	1,49	2,10	1,41
27	8349815	1,4607	446209	271848	215281	1,64	2,07	1,26
28	4322907	0,7562	579984	332119	236535	1,75	2,45	1,40
29	3556663	0,6222	576331	322393	251293	1,79	2,29	1,28
30	7277655	1,2731	629467	359534	193333	1,75	3,26	1,86
31	3890810	0,6807	764538	407810	314904	1,87	2,43	1,30
32	3677838	0,6434	673373	391565	282871	1,72	2,38	1,38
33	7136151	1,2484	480353	295234	195770	1,63	2,45	1,51
34	6975496	1,2203	464368	303564	207931	1,53	2,23	1,46
35	6655300	1,1643	500267	242214	132329	2,07	3,78	1,83
36	5181096	0,9064	494572	277454	198928	1,78	2,49	1,39
37	5033680	0,8806	546500	325808	208802	1,68	2,62	1,56
38	3948621	0,6908	446527	243928	182196	1,83	2,45	1,34
39	8107344	1,4183	380472	203773	167700	1,87	2,27	1,22
40	5755089	1,0068	549760	340575	256601	1,61	2,14	1,33

Tabela I-4 (continuação)

MÉDIA P6	5716292	1,000	548387	313628	219311	1,74	2,51	1,44
D.PAD.P6	1490127		102794	56052	41931	0,15	0,56	0,18
CV($\leq 20\%$)	26		19	18	19	8	22	12
41	6209859	0,9337	703545	316483	246059	2,22	2,86	1,29
42	4871899	0,7325	793180	481515	340096	1,65	2,33	1,42
43	5655591	0,8503	837436	475995	294190	1,76	2,85	1,62
44	5880319	0,8841	851452	501864	340378	1,70	2,50	1,47
45	7779280	1,1696	814290	479088	301683	1,70	2,70	1,59
46	8208663	1,2342	699448	390109	311035	1,79	2,25	1,25
47	6566658	0,9873	704550	308794	254289	2,28	2,77	1,21
48	7519722	1,1306	770335	453731	322171	1,70	2,39	1,41
49	7881393	1,1850	694805	429728	256680	1,62	2,71	1,67
50	5873078	0,8830	646193	383462	277440	1,69	2,33	1,38
51	6020335	0,9052	690728	473137	311213	1,46	2,22	1,52
52	7461153	1,1218	703873	382979	257839	1,84	2,73	1,49
53	6656245	1,0008	766255	453016	316811	1,69	2,42	1,43
54	5235954	0,7872	792702	553218	330465	1,43	2,40	1,67
55	3447868	0,5184	607926	307229	265364	1,98	2,29	1,16
56	4739452	0,7126	716962	430497	329176	1,67	2,18	1,31
57	6103218	0,9176	779029	435960	306251	1,79	2,54	1,42
58	11102001	1,6692	607026	321177	199996	1,89	3,04	1,61
59	8817608	1,3258	788370	454902	273643	1,73	2,88	1,66
60	6988845	1,0508	771304	499026	297630	1,55	2,59	1,68
MÉDIA P8	6650957	1,000	736970	426596	291620	1,73	2,56	1,48
D.PAD.P8	1676699		70251	71130	36831	0,21	0,25	0,15
CV($\leq 20\%$)	25		10	17	13	12	10	10
61	5812112	0,7553	1268813	805656	546678	1,57	2,32	1,47
62	6334006	0,8232	989546	566635	409075	1,75	2,42	1,39
63	8297405	1,0783	886838	620255	373144	1,43	2,38	1,66
64	7714018	1,0025	870361	619072	456457	1,41	1,91	1,36
65	8495380	1,1041	845310	571590	308266	1,48	2,74	1,85
66	9478603	1,2318	915360	552946	345655	1,66	2,65	1,60
67	8372031	1,0880	804485	435435	238307	1,85	3,38	1,83
68	7686470	0,9989	907634	486538	463931	1,87	1,96	1,05
69	6252158	0,8125	978642	589312	417984	1,66	2,34	1,41
70	8244321	1,0714	734622	478454	332155	1,54	2,21	1,44
71	8614165	1,1195	959591	617535	386819	1,55	2,48	1,60
72	7704605	1,0013	826352	466364	327645	1,77	2,52	1,42
73	7070373	0,9189	872314	452918	326872	1,93	2,67	1,39
74	9408242	1,2227	854833	534657	345072	1,60	2,48	1,55
75	5973089	0,7763	800507	526783	361747	1,52	2,21	1,46
76	7611144	0,9892	814230	457623	330012	1,78	2,47	1,39
77	8515054	1,1066	747070	394727	216663	1,89	3,45	1,82
78	7873927	1,0233	805032	520426	295276	1,55	2,73	1,76
79	7107873	0,9237	787364	473166	301434	1,66	2,61	1,57
80	7327435	0,9523	879155	539135	320671	1,63	2,74	1,68
MÉDIA P10	7694621	1,000	877403	535461	355193	1,64	2,48	1,52
D.PAD.P10	1045071		115938	90816	76983	0,16	0,38	0,20

Tabela I-4 (continuação)

CV($\leq 20\%$)	14		13	17	22	9	15	13
81	7252619	1,1221	899044	545927	373850	1,65	2,40	1,46
82	6818688	1,0549	1048682	599868	368146	1,75	2,85	1,63
83	6829635	1,0566	1000048	613055	391853	1,63	2,55	1,56
84	5161795	0,7986	937018	512956	357054	1,83	2,62	1,44
85	8345631	1,2912	962966	539311	372475	1,79	2,59	1,45
86	6807235	1,0532	975674	580209	362676	1,68	2,69	1,60
87	7387771	1,1430	1076171	665469	376094	1,62	2,86	1,77
88	7569666	1,1711	1072003	636127	376025	1,69	2,85	1,69
89	8248863	1,2762	897130	470250	328840	1,91	2,73	1,43
90	5662112	0,8760	1162858	680901	438829	1,71	2,65	1,55
91	5878731	0,9095	1101391	629039	362219	1,75	3,04	1,74
92	4630097	0,7163	1143720	695717	436061	1,64	2,62	1,60
93	7000001	1,0830	1153381	703908	426219	1,64	2,71	1,65
94	6565278	1,0157	955728	547732	332817	1,74	2,87	1,65
95	6128393	0,9482	1025926	472888	324188	2,17	3,16	1,46
96	5830449	0,9021	1110620	726179	388689	1,53	2,86	1,87
97	3391772	0,5248	1327735	732165	431378	1,81	3,08	1,70
98	4770680	0,7381	1298620	764705	498123	1,70	2,61	1,54
99	7373914	1,1409	1137378	653310	411507	1,74	2,76	1,59
100	7617136	1,1785	1138998	667369	431940	1,71	2,64	1,55
MÉDIA P12	6463523	1,000	1071254	621854	389449	1,72	2,74	1,59
D.PAD.P12	1279823		119019	86375	44022	0,13	0,19	0,12
CV($\leq 20\%$)	20		11	14	11	8	7	8

Tabela I-5. Cálculo da exatidão para as cinco concentrações indicadas.

Amostras	Íon 194 (Area)	
A1	669551	$Exatidão = \left(1 - \left \frac{valor\ obtido - valor\ real}{valor\ real} \right \right) \times 100$
A2	632421	
A3	596523	99,02 (6 ng/mL)
MÉDIA A	632832	
B1	743437	
B2	466659	
B3	724003	
MÉDIA B	644700	
C1	523302	
C2	506147	
C3	516892	
MÉDIA C	515447	
MÉDIA P6	597659	
D.PAD.P6	71445	
CV(≤20%)	12	
Sol.metanólica (6ng/mL)	638157	
	545583	
MÉDIA	591870	
D1	761842	93,54 (8ng/mL)
D2	934563	
D3	881547	
MÉDIA D	859317	
E1	701425	
E2	754747	
E3	657786	
MÉDIA E	704653	
F1	1012336	
F2	684108	
F3	687146	
MÉDIA F	794530	
MÉDIA P8	786167	
D.PAD.P8	77671	
CV(≤20%)	10	

Tabela I-5 (continuação)

Sol.metanólica (8ng/mL)	790594	
	890307	
MÉDIA	840451	
G1	943029	
G2	862462	85,54 (12 ng/mL)
G3	859847	
MÉDIA G	888446	
H1	1390266	
H2	1433349	
H3	1127187	
MÉDIA H	1316934	
I1	1442784	
I2	1100305	
I3	976313	
MÉDIA I	1173134	
MÉDIA P12	1126171	
D.PAD.P12	218070	
CV(≤20%)	19	
Sol.metanólica (12ng/mL)	1341546	
	1291567	
MÉDIA	1316557	
J1	1844454	
J2	1841790	91,53 (18 ng/mL)
J3	1845334	
MÉDIA J	1843859	
L1	1896291	
L2	1845146	
L3	1316367	
MÉDIA L	1685935	
M1	1632959	
M2	1489554	
M3	1326808	
MÉDIA M	1483107	
MÉDIA P18	1670967	
D.PAD.P18	180841	
CV(≤20%)	11	

Tabela I-5 (continuação)

Sol.metanólica (18ng/mL)	1796278	
	1854868	
MÉDIA	1825573	
N1	2262997	
N2	2633329	92,81 (24 ng/mL)
N3	2679708	
MÉDIA N	2525345	
O1	2084232	
O2	2210234	
O3	2279852	
MÉDIA O	2191439	
P1	2411942	
P2	2430207	
P3	2417267	
MÉDIA P	2419805	
MÉDIA P24	2378863	
D.PAD.P24	170676	
CV(≤20%)	7	
Sol.metanólica (24ng/mL)	2591558	
	2534762	
MÉDIA	2563160	

Tabela I-6. Cálculo da exatidão para as cinco concentrações indicadas.

Cálculo da exatidão para as cinco concentrações indicadas subtraído o valor da área do íon 194 na amostra de “branco”.

Amostras	Íon 194 (Área)	Exatidão
A1	669551	$Exatidão = \left(1 - \left \frac{\text{valor obtido} - \text{valor real}}{\text{valor real}} \right \right) \times 100$
A2	632421	
A3	596523	
MÉDIA A	632832	
B1	743437	
B2	466659	
B3	724003	
MÉDIA B	644700	
C1	523302	
C2	506147	
C3	516892	
MÉDIA C	515447	
MÉDIA P6	597659	
BRANCO	109867	
MÉDIA P6	487792	
D.PAD.P6	71445	
CV(≤20%)	12	
Sol.metanólica (6ng/mL)	638157	
	545583	
MÉDIA	591870	
D1	761842	82,42 (6 ng/mL)
D2	934563	
D3	881547	
MÉDIA D	859317	
E1	701425	
E2	754747	
E3	657786	
MÉDIA E	704653	
F1	1012336	
F2	684108	
F3	687146	
MÉDIA F	794530	
MÉDIA P8	786167	
BRANCO	109867	
MÉDIA P8	676300	
D.PAD.P8	77671	
CV(≤20%)	10	
Sol.metanólica (8ng/mL)	790594	
	890307	
MÉDIA	840451	

Tabela I-6 (continuação)

G1	943029	77,19 (12 ng/mL)
G2	862462	
G3	859847	
MÉDIA G	888446	
H1	1390266	
H2	1433349	
H3	1127187	
MÉDIA H	1316934	
I1	1442784	
I2	1100305	
I3	976313	
MÉDIA I	1173134	
MÉDIA P12	1126171	
BRANCO	109867	
MÉDIA P12	1016304	
D.PAD.P12	218070	
CV($\leq 20\%$)	19	
Sol.metanólica (12ng/mL)	1341546	
	1291567	
MÉDIA	1316557	
J1	1844454	85,51 (18ng/mL)
J2	1841790	
J3	1845334	
MÉDIA J	1843859	
L1	1896291	
L2	1845146	
L3	1316367	
MÉDIA L	1685935	
M1	1632959	
M2	1489554	
M3	1326808	
MÉDIA M	1483107	
MÉDIA P18	1670967	
BRANCO	109867	
MÉDIA P18	1561100	
D.PAD.P18	180841	
CV($\leq 20\%$)	11	
Sol.metanólica (18ng/mL)	1796278	
	1854868	
MÉDIA	1825573	
N1	2262997	88,52 (24ng/mL)
N2	2633329	
N3	2679708	
MÉDIA N	2525345	
O1	2084232	

Tabela I-6 (continuação)

O2	2210234	
O3	2279852	
MÉDIA O	2191439	
P1	2411942	
P2	2430207	
P3	2417267	
MÉDIA P	2419805	
MÉDIA P24	2378863	
BRANCO	109867	
MÉDIA P24	2268996	
D.PAD.P24	170676	
CV($\leq 20\%$)	7	
Sol.metanólica (24ng/mL)	2591558	
	2534762	
MÉDIA	2563160	

Tabela I-7. Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs).

Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs) para os valores obtidos da área do íon 194 para cada concentração indicada no primeiro dia de análise.

Rejeição= 5%					
Pontos	P6	P8	P12	P18	P24
	466659	657786	859847	1316367	2084232
	506147	684108	862462	1326808	2210234
	516892	687146	943029	1489554	2262997
	523302	701425	976313	1632959	2279852
	596523	754747	1100305	1841790	2411942
	632421	761842	1127187	1844454	2417267
	669551	881547	1390266	1845146	2430207
	724003	934563	1433349	1845334	2633329
	743437	1012336	1442784	1896291	2679708
Média	597659	786167	1126171	1670967	2378863
Des.Pad.	100735	126360	240179	236995	193306
Texp(1)	1,300	1,016	1,109	1,496	1,524
Texp(9)	1,447	1,790	1,318	0,951	1,556
Ttabelado (Tt)	2.110	2.110	2.110	2.110	2.110

* Texp < Tt

Tabela I-8. Teste Q - Critério de Dixon.

Teste de rejeição de resultados (Teste Q- Critério de Dixon) para os valores obtidos da área do íon 194 para cada concentração indicada no primeiro dia de análise.

P6	r_d	P8	r_d	P12	r_d
466659	0,153	657786	0,095	859847	0,005
506147		684108		862462	
516892		687146		943029	
523302		701425		976313	
596523		754747		1100305	
632421		761842		1127187	
669551		881547		1390266	
724003		934563		1433349	
743437	0,082	1012336	0,237	1442784	0,016
P18	r_d		P24	r_d	
1316367	0,020		2084232	0,229	
1326808			2210234		
1489554			2262997		
1632959			2279852		
1841790			2411942		
1844454			2417267		
1845146			2430207		
1845334			2633329		
1896291	0,089		2679708	0,099	
Tabela-Coeficiente de Dixon r _c					
n=9	1%		5%		
	0,635		0,512		
Decisão					
Se r _d < r _c (5%) - aceito					
Se r _c (1%) > r _d > r _c (5%) -suspeito					
Se r _d > r _c (1%) - rejeitado					

Tabela I-9. Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs).

Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs) para os valores obtidos da área do íon 194 para cada concentração indicada no segundo dia de análise.

Rejeição= 5%					
Pontos	P6	P8	P12	P18	P24
	613826	749031	1030723	1381300	2231114
	615063	789667	1032067	1402495	2236925
	621674	834922	1322055	1453151	2273900
	629137	867043	1324173	1776080	2307424
	644846	872126	1326266	1828069	2352636
	676212	884144	1405778	1894076	2521915
	846063	913644	1463958	1909193	2612038
	875648	1021928	1504558	2060656	2638409
	881627	1061195	1584834	2139602	2784610
Média	711566	888189	1332712	1760514	2439886
Des.Pad.	119046	100682	192832	283945	203746
Texp(1)	0,821*	1,382*	1,566*	1,336*	1,025*
Texp(9)	1,429*	1,718*	1,307*	1,335*	1,692*
Ttabelado (Tt)	2.110	2.110	2.110	2.110	2.110

* Texp < Tt

Tabela I-10. Teste Q - Critério de Dixon.

Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs) para os valores obtidos da área do íon 194 para cada concentração indicada no segundo dia de análise.

P6	r_d	P8	r_d	P12	r_d
613826	0,005	749031	0,149	1030723	0,003
615063		789667		1032067	
621674		834922		1322055	
629137		867043		1324173	
644846		872126		1326266	
676212		884144		1405778	
846063		913644		1463958	
875648		1021928		1504558	
881627	0,022	1061195	0,145	1584834	0,145
P18	r_d		P24	r_d	
1381300	0,031		2231114	0,014	
1402495			2236925		
1453151			2273900		
1776080			2307424		
1828069			2352636		
1894076			2521915		
1909193			2612038		
2060656			2638409		
2139602	0,107		2784610	0,267	
Tabela-Coeficiente de Dixon r _c					
n=9	1%				5%
	0,635				0,512
Decisão					
Se r _d < r _c (5%) - aceito					
Se r _c (1%) > r _d > r _c (5%) -suspeito					
Se r _d > r _c (1%) - rejeitado					

Tabela I-11. Íons característicos da cafeína: Medições e Cálculos Estatísticos. Dados originais.

Cálculo da média, desvio padrão, coeficiente de variação do íon 194 e da razão entre os três íons característicos da cafeína (194, 109 e 67) primeiro dia de extração

Amostras	Íon 194 (Area)	Íon 109 (Area)	Íon 67 (Area)	Razão 194/109	Razão 194/67	Razão 109/67	TR** Íon 194 (min)
A1	669551	351120	365690	1,91	1,83	0,96	11,197
A2	632421	345129	287843	1,83	2,20	1,20	11,214
A3	596523	302315	252801	1,97	2,36	1,20	11,197
MÉDIA A	632832	332855	302111	1,90	2,09	1,10	11,203
B1	743437	338688	292561	2,20	2,54	1,16	11,192
B2	466659	241459	191311	1,93	2,44	1,26	11,194
B3	724003	346155	312923	2,09	2,31	1,11	11,192
MÉDIA B	644700	308767	265598	2,09	2,43	1,16	11,193
C1	523302	214038	183631	2,44	2,85	1,17	11,197
C2	506147	256802	169927	1,97	2,98	1,51	11,195
C3	516892	255841	175922	2,02	2,94	1,45	11,196
MÉDIA C	515447	242227	176493	2,13	2,92	1,37	11,196
MÉDIA P6	597659			2,03	2,41	1,19	11,197
D.PAD.P6	71445			0,1	0,4	0,1	0,005
CV(≤20%)	12			6	17	12	0,045*
D1	761842	344526	319420	2,21	2,39	1,08	11,192
D2	934563	394885	356390	2,37	2,62	1,11	11,190
D3	881547	433783	288093	2,03	3,06	1,51	11,191
MÉDIA D	859317	391065	321301	2,20	2,67	1,22	11,191
E1	701425	281370	288129	2,49	2,43	0,98	11,196
E2	754747	332053	302063	2,27	2,50	1,10	11,195
E3	657786	334972	251880	1,96	2,61	1,33	11,197
MÉDIA E	704653	316132	280691	2,23	2,51	1,13	11,196
F1	1012336	473445	327297	2,14	3,09	1,45	11,197
F2	684108	365623	217025	1,87	3,15	1,68	11,198
F3	687146	327374	223810	2,10	3,07	1,46	11,200
MÉDIA F	794530	388814	256044	2,04	3,10	1,52	11,198
MÉDIA P8	786167			2,15	2,75	1,28	11,195
D.PAD.P8	77671			0,1	0,3	0,2	0,004
CV(≤20%)	10			5	11	16	0,033*
G1	943029	464382	340029	2,03	2,77	1,37	11,199
G2	862462	423868	315362	2,03	2,73	1,34	11,202
G3	859847	503487	336370	1,71	2,56	1,50	11,200
MÉDIA G	888446	463912	330587	1,92	2,69	1,40	11,200
H1	1390266	673495	469098	2,06	2,96	1,44	11,196
H2	1433349	689650	489865	2,08	2,93	1,41	11,196
H3	1127187	557423	376073	2,02	3,00	1,48	11,198
MÉDIA H	1316934	640189	445012	2,06	2,96	1,44	11,197
I1	1442784	773277	480302	1,87	3,00	1,61	11,197
I2	1100305	553200	393576	1,99	2,80	1,41	11,198
I3	976313	269814	358438	3,62	2,72	0,75	11,196
MÉDIA I	1173134	532097	410772	2,20	2,86	1,30	11,197

Tabela I-11 (continuação)

MÉDIA P12	1126171			2,06	2,85	1,38	11,198
D.PAD.P12	218070			0,1	0,1	0,1	0,002
CV($\leq 20\%$)	19			7	5	5	0,018*
J1	1844454	881822	728785	2,09	2,53	1,21	11,195
J2	1841790	863461	666465	2,13	2,76	1,30	11,195
J3	1845334	900496	729306	2,05	2,53	1,23	11,214
MÉDIA J	1843859	881926	708185	2,09	2,60	1,25	11,201
L1	1896291	862089	683752	2,20	2,77	1,26	11,200
L2	1845146	899322	593770	2,05	3,11	1,51	11,200
L3	1316367	767357	448356	1,72	2,94	1,71	11,201
MÉDIA L	1685935	842923	575293	2,00	2,93	1,47	11,200
M1	1632959	756094	558721	2,16	2,92	1,35	11,201
M2	1489554	643318	497917	2,32	2,99	1,29	11,200
M3	1326808	749294	505064	1,77	2,63	1,48	11,201
MÉDIA M	1483107	716235	520567	2,07	2,85	1,38	11,201
MÉDIA P18	1670967			2,05	2,78	1,35	11,201
D.PAD.P18	180841			0,0	0,2	0,1	0,001
CV($\leq 20\%$)	11			2	6	8	0,005*
N1	2262997	1020389	757224	2,22	2,99	1,35	11,194
N2	2633329	1289326	948350	2,04	2,78	1,36	11,199
N3	2679708	1335034	937963	2,01	2,86	1,42	11,192
MÉDIA N	2525345	1214916	881179	2,08	2,87	1,38	11,195
O1	2084232	968707	770237	2,15	2,71	1,26	11,193
O2	2210234	1033065	726999	2,14	3,04	1,42	11,193
O3	2279852	1136859	761928	2,01	2,99	1,49	11,192
MÉDIA O	2191439	1046210	753055	2,09	2,91	1,39	11,193
P1	2411942	1120513	878163	2,15	2,75	1,28	11,185
P2	2430207	1265273	957128	1,92	2,54	1,32	11,200
P3	2417267	1108870	883891	2,18	2,73	1,25	11,184
MÉDIA P	2419805	1164885	906394	2,08	2,67	1,29	11,190
MÉDIA P24	2378863			2,08	2,81	1,35	11,192
D.PAD.P24	170676			0,0	0,1	0,1	0,003
CV($\leq 20\%$)	7			0	5	4	0,024*

* CV($\leq 2\%$)

** TR = tempo de retenção

Tabela I-12. Íons característicos da cafeína: Medições e Cálculos Estatísticos. Dados corrigidos.

Cálculo da média, desvio padrão, coeficiente de variação do íon 194 e da razão entre os três íons característicos da cafeína (194, 109 e 67) primeiro dia de extração.

Amostras	Íon 256 Diazepam (Área)	Fator de correção	Íon 194 corrigido (Área)	Íon 109 corrigido (Área)	Íon 67 corrigido (Área)	Razão 194/109	Razão 194/67	Razão 109/67
A1	9378815	1,1210	597255	313207	326204	1,91	1,83	0,96
A2	8253075	0,9865	641083	349856	291786	1,83	2,20	1,20
A3	7708365	0,9214	647424	328111	274372	1,97	2,36	1,20
MÉDIA A	8446752	1,0096	626790	329677	299227	1,90	2,09	1,10
B1	10619993	1,2694	585658	266808	230471	2,20	2,54	1,16
B2	7223016	0,8634	540512	279672	221587	1,93	2,44	1,26
B3	10373811	1,2400	583883	279162	252361	2,09	2,31	1,11
MÉDIA B	9405607	1,1243	573449	274643	236245	2,09	2,43	1,16
C1	6633089	0,7929	660025	269960	231608	2,44	2,85	1,17
C2	7288326	0,8712	580995	294778	195056	1,97	2,98	1,51
C3	7816553	0,9343	553233	273829	188291	2,02	2,94	1,45
MÉDIA C	7245989	0,8661	595128	279672	203777	2,13	2,92	1,37
MÉDIA P6	8366116	1,000	598456	294664	246416	2,03	2,41	1,19
D.PAD.P6			26826	30426	48531	0,1	0,4	0,1
CV(≤20%)			4	10	20	6	17	12
D1	8482583	0,9817	776048	350950	325376	2,21	2,39	1,08
D2	10069150	1,1653	801987	338867	305833	2,37	2,62	1,11
D3	9451767	1,0939	805906	396562	263373	2,03	3,06	1,51
MÉDIA D	9334500	1,0803	795453	362001	297422	2,20	2,67	1,22
E1	7526491	0,8710	805268	323026	330785	2,49	2,43	0,98
E2	7691222	0,8901	847926	373047	339355	2,27	2,50	1,10
E3	6932275	0,8023	819899	417527	313957	1,96	2,61	1,33
MÉDIA E	7383329	0,8545	824659	369971	328494	2,23	2,51	1,13
F1	11818694	1,3678	740128	346140	239290	2,14	3,09	1,45
F2	8177245	0,9464	722885	386348	229327	1,87	3,15	1,68
F3	7617378	0,8816	779463	371356	253878	2,10	3,07	1,46
MÉDIA F	9204439	1,0652	745873	365003	240364	2,04	3,10	1,52
MÉDIA P8	8640756	1,0000	788662	365658	288760	2,15	2,75	1,28
D.PAD.P8			39830	4025	44699	0,1	0,3	0,2
CV(≤20%)			5	1	15	5	11	16
G1	6807653	0,8143	1158069	570276	417566	2,03	2,77	1,37
G2	5991120	0,7166	1203480	591466	440056	2,03	2,73	1,34
G3	6116727	0,7317	1175192	688139	459732	1,71	2,56	1,50
MÉDIA G	6305167	0,7542	1177989	615101	438325	1,92	2,69	1,40
H1	10421007	1,2465	1115309	540296	376323	2,06	2,96	1,44
H2	10786626	1,2903	1110895	534503	379662	2,08	2,93	1,41
H3	8160951	0,9762	1154681	571019	385246	2,02	3,00	1,48
MÉDIA H	9789528	1,1710	1124628	546706	380029	2,06	2,96	1,44

Tabela I-12 (continuação)

I1	10911462	1,3052	1105415	592460	367992	1,87	3,00	1,61
I2	8405328	1,0054	1094373	550217	391454	1,99	2,80	1,41
I3	7639220	0,9138	1068432	295272	392258	3,62	2,72	0,75
MÉDIA I	8985337	1,0748	1091491	495066	382185	2,20	2,86	1,30
MÉDIA P12	8360010	1,0000	1131369	552291	400180	2,06	2,85	1,38
D.PAD.P12			43641	60212	33052	0,1	0,1	0,1
CV(≤20%)			4	11	8	7	5	5
J1	11448713	1,1728	1572690	751893	621405	2,09	2,53	1,21
J2	11348657	1,1626	1584264	742729	573277	2,13	2,76	1,30
J3	11404022	1,1682	1579606	770825	624286	2,05	2,53	1,23
MÉDIA J	11400464	1,1679	1578837	755165	606396	2,09	2,60	1,25
L1	10588833	1,0847	1748191	794760	630351	2,20	2,77	1,26
L2	10532115	1,0789	1710201	833550	550344	2,05	3,11	1,51
L3	7780360	0,7970	1651617	962786	562542	1,72	2,94	1,71
MÉDIA L	9633769	0,9869	1708348	854129	582941	2,00	2,93	1,47
M1	9190329	0,9415	1734507	803113	593466	2,16	2,92	1,35
M2	8284468	0,8487	1755188	758042	586711	2,32	2,99	1,29
M3	7279114	0,7457	1779350	1004860	677329	1,77	2,63	1,48
MÉDIA M	8251304	0,8453	1754615	847354	615866	2,07	2,85	1,38
MÉDIA P18	9761846	1,000	1680600	818883	601734	2,05	2,78	1,35
D.PAD.P18			91115	55285	16950	0,0	0,2	0,1
CV(≤20%)			5	7	3	2	6	8
N1	9169174	1,0285	2200383	992156	736273	2,22	2,99	1,35
N2	10065616	1,1290	2332434	1142002	839987	2,04	2,78	1,36
N3	10149936	1,1385	2353795	1172664	823886	2,01	2,86	1,42
MÉDIA N	9794909	1,0986	2298607	1105835	802063	2,08	2,87	1,38
O1	9049517	1,0150	2053360	954359	758828	2,15	2,71	1,26
O2	9373469	1,0514	2102241	982589	691477	2,14	3,04	1,42
O3	9617393	1,0787	2113459	1053886	706319	2,01	2,99	1,49
MÉDIA O	9346793	1,0484	2090313	997932	718304	2,09	2,91	1,39
P1	7463885	0,8372	2881021	1338433	1048950	2,15	2,75	1,28
P2	7871072	0,8829	2752668	1433161	1084128	1,92	2,54	1,32
P3	7479218	0,8389	2881462	1321810	1053627	2,18	2,73	1,25
MÉDIA P	7604725	0,8530	2836883	1365665	1062620	2,08	2,67	1,29
MÉDIA P24	8915476	1,000	2408601	1156477	860996	2,08	2,81	1,35
D.PAD.P24			385248	189025	179564	0,0	0,1	0,1
CV(≤20%)			16	16	21	0	5	4

Tabela I-13. Íons característicos da cafeína: Medições e Cálculos Estatísticos. Dados originais.

Cálculo da média, desvio padrão, coeficiente de variação do íon 194 e da razão entre os três íons característicos da cafeína (194, 109 e 67) segundo dia de extração

Amostras	Íon 194 (Area)	Íon 109 (Area)	Íon 67 (Area)	Razão 194/109	Razão 194/67	Razão 109/67	TR** Íon 194 (min)
A1	881627	504942	346170	1,75	2,55	1,46	11,197
A2	875648	421772	398880	2,08	2,20	1,06	11,195
A3	846063	447563	363851	1,89	2,33	1,23	11,196
MÉDIA A	867779	458092	369634	1,89	2,35	1,24	11,196
B1	644846	305676	221164	2,11	2,92	1,38	11,199
B2	676212	282528	241080	2,39	2,80	1,17	11,198
B3	615063	348890	236227	1,76	2,60	1,48	11,197
MÉDIA B	645374	312365	232824	2,07	2,77	1,34	11,198
C1	629137	360993	276682	1,74	2,27	1,30	11,198
C2	621674	325033	265751	1,91	2,34	1,22	11,197
C3	613826	311240	309674	1,97	1,98	1,01	11,194
MÉDIA C	621546	332422	284036	1,87	2,19	1,17	11,196
MÉDIA P6	711566			1,94	2,41	1,24	11,197
D.PAD.P6	135808			0,1	0,3	0,1	0,001
CV(≤20%)	19			6	13	7	0,010*
D1	872126	421070	312064	2,07	2,79	1,35	11,194
D2	913644	427218	328516	2,14	2,78	1,30	11,192
D3	867043	433041	342777	2,00	2,53	1,26	11,193
MÉDIA D	884271	427110	327786	2,07	2,70	1,30	11,193
E1	834922	458348	374901	1,82	2,23	1,22	11,193
E2	749031	380551	333990	1,97	2,24	1,14	11,192
E3	789667	394396	322358	2,00	2,45	1,22	11,191
MÉDIA E	791207	411098	343750	1,92	2,30	1,20	11,192
F1	1061195	562443	405550	1,89	2,62	1,39	11,190
F2	1021928	519585	368740	1,97	2,77	1,41	11,190
F3	884144	472341	357478	1,87	2,47	1,32	11,188
MÉDIA F	989089	518123	377256	1,91	2,62	1,37	11,189
MÉDIA P8	888189			1,96	2,54	1,29	11,191
D.PAD.P8	98999			0,1	0,2	0,1	0,002
CV(≤20%)	11			5	8	7	0,017*
G1	1584834	703960	568502	2,25	2,79	1,24	11,187
G2	1504558	724616	526944	2,08	2,86	1,38	11,187
G3	1405778	696125	518107	2,02	2,71	1,34	11,187
MÉDIA G	1498390	708234	537851	2,12	2,79	1,32	11,187
H1	1324173	663333	515980	2,00	2,57	1,29	11,187
H2	1322055	626807	531559	2,11	2,49	1,18	11,187
H3	1326266	594629	521579	2,23	2,54	1,14	11,188
MÉDIA H	1324165	628256	523039	2,11	2,53	1,20	11,187
I1	1463958	690167	633706	2,12	2,31	1,09	11,188
I2	1032067	507014	524317	2,04	1,97	0,97	11,198
I3	1030723	502022	396404	2,05	2,60	1,27	11,196
MÉDIA I	1175583	566401	518142	2,08	2,27	1,09	11,194

Tabela I-13 (continuação)

MÉDIA P12	1332712			2,10	2,53	1,21	11,189
D.PAD.P12	161573			0,0	0,3	0,1	0,004
CV($\leq 20\%$)	12			1	10	9	0,035*
J1	1453151	815564	555805	1,78	2,61	1,47	11,207
J2	1402495	680200	525999	2,06	2,67	1,29	11,190
J3	1381300	680483	503859	2,03	2,74	1,35	11,191
MÉDIA J	1412315	725416	528554	1,95	2,67	1,37	11,196
L1	2139602	980659	726434	2,18	2,95	1,35	11,191
L2	1828069	898491	720530	2,03	2,54	1,25	11,190
L3	1776080	896569	672536	1,98	2,64	1,33	11,190
MÉDIA L	1914584	925240	706500	2,07	2,71	1,31	11,190
M1	2060656	1012499	760783	2,04	2,71	1,33	11,190
M2	1909193	957335	716901	1,99	2,66	1,34	11,190
M3	1894076	946629	719841	2,00	2,63	1,32	11,189
MÉDIA M	1954642	972154	732508	2,01	2,67	1,33	11,190
MÉDIA P18	1760514			2,01	2,68	1,33	11,192
D.PAD.P18	302213			0,1	0,0	0,0	0,003
CV($\leq 20\%$)	17			3	1	2	0,031*
N1	2352636	1142065	877634	2,06	2,68	1,30	11,188
N2	2273900	1153249	800788	1,97	2,84	1,44	11,188
N3	2231114	1083489	937963	2,06	2,38	1,16	11,187
MÉDIA N	2285883	1126268	872128	2,03	2,62	1,29	11,188
O1	2784610	1372230	978884	2,03	2,84	1,40	11,187
O2	2638409	1578070	1019982	1,67	2,59	1,55	11,186
O3	2612038	1203182	907818	2,17	2,88	1,33	11,186
MÉDIA O	2678352	1384494	968895	1,93	2,76	1,43	11,186
P1	2521915	1230495	900215	2,05	2,80	1,37	11,184
P2	2307424	1077753	829201	2,14	2,78	1,30	11,184
P3	2236925	1081149	815170	2,07	2,74	1,33	11,184
MÉDIA P	2355421	1129799	848195	2,08	2,78	1,33	11,184
MÉDIA P24	2439886			2,01	2,72	1,35	11,186
D.PAD.P24	209425			0,1	0,1	0,1	0,002
CV($\leq 20\%$)	9			4	3	5	0,017*

* CV($\leq 2\%$)

** TR = tempo de retenção

Tabela I-14. Íons característicos da cafeína: Medições e Cálculos Estatísticos. Dados corrigidos.

Cálculo da média, desvio padrão, coeficiente de variação do íon 194 e da razão entre os três íons característicos da cafeína (194, 109 e 67) segundo dia de extração.

Amostras	Íon 256 Diazepam (Área)	Fator de correção	Íon 194 corrigido (Área)	Íon 109 corrigido (Área)	Íon 67 corrigido (Área)	Razão 194/109	Razão 194/67	Razão 109/67
A1	9647797	1,2053	731461	418936	287207	1,75	2,55	1,46
A2	10112371	1,2633	693124	333856	315736	2,08	2,20	1,06
A3	9992171	1,2483	677762	358533	291473	1,89	2,33	1,23
MÉDIA A	9917446	1,2390	700396	369732	298336	1,89	2,35	1,24
B1	6806063	0,8503	758393	359501	260107	2,11	2,92	1,38
B2	7005142	0,8752	772681	322834	275473	2,39	2,80	1,17
B3	6814347	0,8513	722486	409825	277485	1,76	2,60	1,48
MÉDIA B	6875184	0,8589	751383	363674	271067	2,07	2,77	1,34
C1	7388552	0,9230	681585	391087	299748	1,74	2,27	1,30
C2	7190006	0,8982	692098	361853	295856	1,91	2,34	1,22
C3	7084052	0,8850	693582	351680	349911	1,97	1,98	1,01
MÉDIA C	7220870	0,9021	688998	368497	314860	1,87	2,19	1,17
MÉDIA P6	8004500	1,0000	713592	367301	294754	1,94	2,41	1,24
D.PAD.P6			33220	3202	22115	0,1	0,3	0,1
CV(≤20%)			5	1	8	6	13	7
D1	7559350	0,9404	927359	447737	331827	2,07	2,79	1,35
D2	7607992	0,9465	965295	451370	347088	2,14	2,78	1,30
D3	7448982	0,9267	935614	467289	369886	2,00	2,53	1,26
MÉDIA D	7538775	0,9379	942839	455399	349496	2,07	2,70	1,30
E1	7887875	0,9813	850823	467077	382041	1,82	2,23	1,22
E2	7724440	0,9610	779446	396003	347552	1,97	2,24	1,14
E3	7708239	0,9590	823459	411273	336153	2,00	2,45	1,22
MÉDIA E	7773518	0,9671	818136	425090	355449	1,92	2,30	1,20
F1	8636812	1,0745	987631	523454	377437	1,89	2,62	1,39
F2	9235857	1,1490	889398	452202	320920	1,97	2,77	1,41
F3	8533304	1,0616	832835	444930	336733	1,87	2,47	1,32
MÉDIA F	8801991	1,0950	903249	473157	344515	1,91	2,62	1,37
MÉDIA P8	8038095	1,0000	888075	451215	349820	1,96	2,54	1,29
D.PAD.P8			63722	24305	5474	0,1	0,2	0,1
CV(≤20%)			7	5	2	5	8	7
G1	11096409	1,2345	1283814	570251	460522	2,25	2,79	1,24
G2	10373041	1,1540	1303778	627918	456624	2,08	2,86	1,38
G3	10077935	1,1212	1253851	620893	462114	2,02	2,71	1,34
MÉDIA G	10515795	1,1699	1280807	605390	459749	2,12	2,79	1,32

Tabela I-14 (continuação)

H1	9579009	1,0657	1242582	622460	484187	2,00	2,57	1,29
H2	8280424	0,9212	1435151	680428	577032	2,11	2,49	1,18
H3	7807794	0,8686	1526874	684571	600472	2,23	2,54	1,14
MÉDIA H	8555742	0,9518	1391186	660055	549512	2,11	2,53	1,20
I1	11240183	1,2505	1170728	551927	506775	2,12	2,31	1,09
I2	6184779	0,6881	1499977	736880	762027	2,04	1,97	0,97
I3	6259450	0,6964	1480153	720920	569249	2,05	2,60	1,27
MÉDIA I	7894804	0,8783	1338482	644887	589941	2,08	2,27	1,09
MÉDIA P12	8988780	1,0000	1336825	636777	533067	2,10	2,53	1,21
D.PAD.P12			55208	28220	66636	0,0	0,3	0,1
CV(≤20%)			4	4	13	1	10	9
J1	6901740	0,8019	1812101	1017020	693097	1,78	2,61	1,47
J2	5801453	0,6741	2080630	1009090	780330	2,06	2,67	1,29
J3	6263811	0,7278	1897927	934994	692310	2,03	2,74	1,35
MÉDIA J	6322335	0,7346	1922580	987506	719519	1,95	2,67	1,37
L1	10713104	1,2448	1718889	787831	583594	2,18	2,95	1,35
L2	7850649	0,9122	2004090	985005	789908	2,03	2,54	1,25
L3	7698009	0,8944	1985703	1002387	751913	1,98	2,64	1,33
MÉDIA L	8753921	1,0171	1882357	909666	694608	2,07	2,71	1,31
M1	10669489	1,2397	1662234	816735	613688	2,04	2,71	1,33
M2	9756892	1,1337	1684103	844467	632380	1,99	2,66	1,34
M3	11804004	1,3715	1381015	690209	524853	2,00	2,63	1,32
MÉDIA M	10743462	1,2483	1565861	778791	586811	2,01	2,67	1,33
MÉDIA P18	8606572	1,0000	1790266	891988	666980	2,01	2,68	1,33
D.PAD.P18			195378	105474	70536	0,1	0,0	0,0
CV(≤20%)			11	12	11	3	1	2
N1	7460176	0,9169	2565881	1245583	957184	2,06	2,68	1,30
N2	7169708	0,8812	2580482	1308737	908755	1,97	2,84	1,44
N3	6874288	0,8449	2640736	1282412	1110168	2,06	2,38	1,16
MÉDIA N	7168057	0,8810	2594678	1278413	989942	2,03	2,62	1,29
O1	9637463	1,1845	2350891	1158497	826417	2,03	2,84	1,40
O2	9150038	1,1246	2346119	1403247	906986	1,67	2,59	1,55
O3	8854034	1,0882	2400320	1105659	834235	2,17	2,88	1,33
MÉDIA O	9213845	1,1324	2365145	1222591	855592	1,93	2,76	1,43
P1	7549765	0,9279	2717865	1326103	970161	2,05	2,80	1,37
P2	9841096	1,2095	1907721	891059	685563	2,14	2,78	1,30
P3	6690795	0,8223	2720223	1314736	991291	2,07	2,74	1,33
MÉDIA P	8027219	0,9866	2387451	1145162	859729	2,08	2,78	1,33
MÉDIA P24	8136374	1,0000	2449091	1215388	901754	2,01	2,72	1,35
D.PAD.P24			126574	66917	76401	0,1	0,1	0,1
CV(≤20%)			5	6	8	4	3	5

Tabela I-15. Cálculo da recuperação.

Cálculo da recuperação para a concentração de 6ng/mL (Limite de detecção)- primeiro dia de análise.

Cálculo da recuperação para a concentração de 6ng/mL					
Primeiro dia de análise					
Amostras	Íon 194 (Area)	Íon 194 (Area)*	Íon 256 Diazepam (Area)	Fator de correção	Íon 194 corrigido (Área)
A1	669551	559684	9378815	1,1210	499251
A2	632421	522554	8253075	0,9865	529711
A3	596523	486656	7708365	0,9214	528182
MÉDIA A	632832	522965	8446752	1,0096	517972
B1	743437	633570	10619993	1,2694	499108
B2	466659	356792	7223016	0,8634	413257
B3	724003	614136	10373811	1,2400	495279
MÉDIA B	644700	534833	9405607	1,1243	475724
C1	523302	413435	6633089	0,7929	521453
C2	506147	396280	7288326	0,8712	454881
C3	516892	407025	7816553	0,9343	435642
MÉDIA C	515447	405580	7245989	0,8661	468277
MÉDIA P6	597659	487792	8366116	1,0000	487324
D.PAD.P6	71445	71445			26802
CV(≤20%)	12	15			5
R11	625261	515394	4698160	0,6979	738467
R12	323286	213419	2998144	0,4454	479182
R13	617243	507376	5318886	0,7901	642139
MÉDIA R1	521930	412063	4338397	0,6445	639372
R21	737108	627241	9204057	1,3673	458749
R22	673305	563438	8946282	1,3290	423958
R23	794292	684425	9506842	1,4123	484629
MÉDIA R2	734902	625035	9219060	1,3695	456391
R31	820269	710402	8553436	1,2706	559092
R32	615262	505395	6120270	0,9092	555879
R33	661445	551578	6174934	0,9173	601304
MÉDIA R3	698992	589125	6949547	1,0324	570651
R41	700081	590214	6425634	0,9545	618320
R42	595002	485135	6286416	0,9339	519492
R43	627595	517728	6546377	0,9725	532378
MÉDIA R4	640893	531026	6419476	0,9536	556847
MÉDIA R	649179	539312	6731620	1,0000	555815
D.PAD.R	93257	93257			75472
CV(≤20%)	14	17			14

* Área do íon 194 subtraído a respectiva no "branco"

Tabela I-16. Cálculo da recuperação.

Cálculo da recuperação para a concentração de 6ng/mL (Limite de detecção)- segundo dia de análise.

Cálculo da recuperação para a concentração de 6ng/mL					
Segundo dia de análise					
Amostras	Íon 194 (Area)	Íon 256 Diazepam (Área)	Fator de correção	Íon 194 corrigido (Área)	
A1	665967	5033082	0,8315	800924	
A2	697112	5260270	0,8690	802171	
A3	551133	4721213	0,7800	706603	
MÉDIA A	638071	5004855	0,8268	771702	
B1	649796	6746303	1,1145	583020	
B2	660487	6494459	1,0729	615593	
B3	664884	6753290	1,1157	595941	
MÉDIA B	658389	6664684	1,1010	597965	
C1	524406	6051694	0,9998	524522	
C2	558107	5767731	0,9529	585713	
C3	635484	7649200	1,2637	502876	
MÉDIA C	572666	6489542	1,0721	534146	
MÉDIA P6	623042	6053027	1,0000	634604	Recuperação do analito:
D.PAD.P6	44794			122944	$R_{ecan} = 92$
CV(≤20%)	7			19	$\mu R_{ecan} = 25$
R11	529257	4548582	0,8679	609790	
R12	574381	4521180	0,8627	665791	
R13	527103	4448162	0,8488	621018	
MÉDIA R1	543580	4505975	0,8598	632214	Cálculo da Incerteza combinada:
R21	784552	5115536	0,9761	803748	
R22	853742	5757548	1,0986	777103	$\mu R_{ecan} = \{(\mu R_{ecA})^2 + (\mu R_{ecB})^2 + (\mu R_{ecC})^2\}^{1/2}$
R23	790972	5418782	1,0340	764978	onde:
MÉDIA R2	809755	5430622	1,0362	781436	$\mu R_{ecA} = R_{ecA} * ((\mu A)^2 + \mu(\check{Y}r)^2)^{1/2}$
R31	881291	7265816	1,3864	635659	$\mu R_{ecB} = R_{ecB} * ((\mu B)^2 + \mu(\check{Y}r)^2)^{1/2}$
R32	738049	6053495	1,1551	638952	$\mu R_{ecC} = R_{ecC} * ((\mu C)^2 + \mu(\check{Y}r)^2)^{1/2}$
R33	829051	7437115	1,4191	584206	
MÉDIA R3	816130	6918809	1,3202	618184	$\mu A = CV (A)$
R41	629824	4284357	0,8175	770412	$\mu B = CV (B)$
R42	540441	4141519	0,7903	683877	$\mu C = CV (C)$
R43	572689	3896324	0,7435	770288	$\mu \check{Y}r = CV (R)$
MÉDIA R4	580985	4107400	0,7838	741288	
MÉDIA REC	687613	5240701	1,0000	693281	
D.PAD.REC	128243			74305	
CV(≤20%)	19			11	

Tabela I-17. Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs).

Teste de rejeição de resultados (Teste de Grubbs) para os valores obtidos da área do íon 194 para cada concentração indicada.

Rejeição= 5%					
Pontos	P6	P8	P12	P18	P24
	372180	592299	838963	982986	1330183
	420541	593876	876076	1027545	1655606
	437892	611737	880203	1259655	1858678
	462867	697086	919494	1447874	2065466
	550713	745692	1078219	1507474	2085592
	613838	751854	1107743	1516378	2249533
	625673	781141	1225867	1605160	2414903
	633542	816923	1239632	1827933	2503645
	689608	994792	1406696	1846983	2931199
Média	534095	731711	1063655	1446888	2121645
Des.Pad.	113212	129201	199130	309219	477083
Texp(1)	1,430*	1,079*	1,128*	1,500*	1,659*
Texp(9)	1,374*	2,036*	1,723*	1,294*	1,697*
Ttabelado (Tt)	2.110	2.110	2.110	2.110	2.110

* Texp < Tt

Tabela I-18. Teste Q- Critério de Dixon.

Teste de rejeição de resultados (Teste Q- Critério de Dixon) para os valores obtidos da área do íon 194 para cada concentração indicada.

P6	r_d	P8	r_d	P12	r_d
372180	0,185	592299	0,007	838963	0,093
420541		593876		876076	
437892		611737		880203	
462867		697086		919494	
550713		745692		1078219	
613838		751854		1107743	
625673		781141		1225867	
633542		816923		1239632	
689608	0,208	994792	0,444	1406696	0,315
P18	r_d		P24	r_d	
982986	0,053		1330183	0,277	
1027545			1655606		
1259655			1858678		
1447874			2065466		
1507474			2085592		
1516378			2249533		
1605160			2414903		
1827933			2503645		
1846983	0,023		2931199	0,335	
		Tabela-Coeficiente de Dixon r _c			
n=9		1%		5%	
		0,635		0,512	
Decisão Se $r_d < r_c$ (5%) - aceito Se r_c (1%) > $r_d > r_c$ (5%) -suspeito Se $r_d > r_c$ (1%) - rejeitado					

Tabela I-19. Íons característicos da cafeína: Medições e Cálculos Estatísticos. Dados originais.

Cálculo da média, desvio padrão e coeficiente de variação do íon 194 e da razão entre os três íons característicos da cafeína (194, 109 e 67) nas concentrações indicadas.

Amostras	Íon 194 (Area)	Íon 109 (Area)	Íon 67 (Area)	Razão 194/109	Razão 194/67	Razão 109/67	TR** Íon 194 (min)
A1	633542	393408	207313	1,61	3,06	1,90	11,183
A2	372180	234640	171473	1,59	2,17	1,37	11,195
A3	437892	200019	195621	2,19	2,24	1,02	11,194
MÉDIA A	481205	276022	191469	1,74	2,51	1,44	11,191
B1	420541	235411	135560	1,79	3,10	1,74	11,195
B2	689608	339563	196962	2,03	3,50	1,72	11,182
B3	462867	279335	125988	1,66	3,67	2,22	11,193
MÉDIA B	524339	284770	152837	1,84	3,43	1,86	11,190
C1	625673	422990	221980	1,48	2,82	1,91	11,174
C2	550713	323968	102875	1,70	5,35	3,15	11,172
C3	613838	458041	231813	1,34	2,65	1,98	11,173
MÉDIA C	596741	401666	185556	1,49	3,22	2,16	11,173
MÉDIA P6	534095			1,66	3,02	1,82	11,185
D.PAD.P6	58383			0,2	0,5	0,4	0,010
CV(≤20%)	11			11	16	20	0,090*
D1	994792	478448	305787	2,08	3,25	1,56	11,172
D2	751854	474142	291576	1,59	2,58	1,63	11,176
D3	697086	374436	165675	1,86	4,21	2,26	11,179
MÉDIA D	814577	442342	254346	1,84	3,20	1,74	11,176
E1	611737	430647	208935	1,42	2,93	2,06	11,170
E2	593876	275084	201329	2,16	2,95	1,37	11,171
E3	592299	302045	240174	1,96	2,47	1,26	11,170
MÉDIA E	599304	335925	216813	1,78	2,76	1,55	11,170
F1	745692	301168	293978	2,48	2,54	1,02	11,157
F2	781141	464238	241675	1,68	3,23	1,92	11,160
F3	816923	525154	309627	1,56	2,64	1,70	11,160
MÉDIA F	781252	430187	281760	1,82	2,77	1,53	11,159
MÉDIA P8	731711			1,82	2,92	1,61	11,168
D.PAD.P8	115872			0,0	0,3	0,1	0,009
CV(≤20%)	16			2	9	7	0,076*
G1	1406696	782001	530973	1,80	2,65	1,47	11,152
G2	1078219	608019	393115	1,77	2,74	1,55	11,150
G3	919494	470141	444569	1,96	2,07	1,06	11,161
MÉDIA G	1134803	620054	456219	1,83	2,49	1,36	11,154
H1	1239632	631739	345010	1,96	3,59	1,83	11,164
H2	1107743	633714	337212	1,75	3,29	1,88	11,167
H3	880203	453703	261994	1,94	3,36	1,73	11,164
MÉDIA H	1075859	573052	314739	1,88	3,42	1,82	11,165
I1	1225867	609274	419558	2,01	2,92	1,45	11,159
I2	876076	457792	283318	1,91	3,09	1,62	11,150
I3	838963	530245	329110	1,58	2,55	1,61	11,171
MÉDIA I	980302	532437	343995	1,84	2,85	1,55	11,160

Tabela I-19 (continuação)

MÉDIA P12	1063655			1,85	2,86	1,55	11,160
D.PAD.P12	77970			0,0	0,5	0,2	0,005
CV($\leq 20\%$)	7			1	16	15	0,048*
J1	1827933	969585	687157	1,89	2,66	1,41	11,152
J2	1259655	722476	528362	1,74	2,38	1,37	11,158
J3	1507474	744903	570290	2,02	2,64	1,31	11,156
MÉDIA J	1531687	812321	595270	1,89	2,57	1,36	11,155
L1	1516378	862220	593963	1,76	2,55	1,45	11,155
L2	1027545	644450	367346	1,59	2,80	1,75	11,166
L3	982986	617561	354015	1,59	2,78	1,74	11,163
MÉDIA L	1175636	708077	438441	1,66	2,68	1,61	11,161
M1	1447874	777997	419341	1,86	3,45	1,86	11,149
M2	1605160	905931	522050	1,77	3,07	1,74	11,149
M3	1846983	1045770	559136	1,77	3,30	1,87	11,153
MÉDIA M	1633339	909899	500176	1,80	3,27	1,82	11,150
MÉDIA P18	1446888			1,79	2,83	1,58	11,156
D.PAD.P18	240346			0,1	0,4	0,2	0,006
CV($\leq 20\%$)	17			6	13	14	0,049*
N1	2414903	1270395	732432	1,90	3,30	1,73	11,155
N2	2249533	1136863	691475	1,98	3,25	1,64	11,157
N3	1858678	954404	546773	1,95	3,40	1,75	11,161
MÉDIA N	2174371	1120554	656893	1,94	3,31	1,71	11,158
O1	2085592	1033999	690552	2,02	3,02	1,50	11,153
O2	2931199	1491196	842796	1,97	3,48	1,77	11,151
O3	1330183	685289	418063	1,94	3,18	1,64	11,169
MÉDIA O	2115658	1070161	650470	1,98	3,25	1,65	11,158
P1	2503645	1299717	820639	1,93	3,05	1,58	11,152
P2	1655606	856776	449435	1,93	3,68	1,91	11,164
P3	2065466	997661	670510	2,07	3,08	1,49	11,155
MÉDIA P	2074906	1051385	646861	1,97	3,21	1,63	11,157
MÉDIA P24	2121645			1,96	3,26	1,66	11,157
D.PAD.P24	50002			0,0	0,1	0,0	0,000
CV($\leq 20\%$)	2			1	2	3	0,003*

* CV($\leq 2\%$)

** TR = tempo de retenção

Tabela I-20. Íons característicos da cafeína: Medições e Cálculos Estatísticos. Dados corrigidos.

Cálculo da média, desvio padrão e coeficiente de variação do íon 194 e da razão entre os três íons característicos da cafeína (194, 109 e 67) nas concentrações indicadas.

Amostras	Íon 256 Diazepam (Área)	Fator de correção	Íon 194 corrigido (Área)	Íon 109 corrigido (Área)	Íon 67 corrigido (Área)	Razão 194/109	Razão 194/67	Razão 109/67
A1	9589429	1,1444	553619	343779	181160	1,61	3,06	1,90
A2	6001437	0,7162	519669	327624	239425	1,59	2,17	1,37
A3	6279208	0,7493	584374	266929	261059	2,19	2,24	1,02
MÉDIA A	7290025	0,8700	553133	317281	220089	1,74	2,51	1,44
B1	6354817	0,7584	554541	310422	178755	1,79	3,10	1,74
B2	10929722	1,3043	528715	260339	151009	2,03	3,50	1,72
B3	6754015	0,8060	574279	346571	156313	1,66	3,67	2,22
MÉDIA B	8012851	0,9562	548344	297807	159834	1,84	3,43	1,86
C1	10126434	1,2084	517749	350028	183690	1,48	2,82	1,91
C2	9745652	1,1630	473525	278561	88456	1,70	5,35	3,15
C3	9636623	1,1500	533774	398298	201577	1,34	2,65	1,98
MÉDIA C	9836236	1,1738	508377	342188	158079	1,49	3,22	2,16
MÉDIA P6	8379704	1,000	536618	319092	179334	1,66	3,02	1,82
D.PAD.P6			24574	22246	35306	0,2	0,5	0,4
CV(≤20%)			5	7	20	11	16	20
D1	11200573	1,3966	712276	342571	218945	2,08	3,25	1,56
D2	8455299	1,0543	713117	449713	276553	1,59	2,58	1,63
D3	6938266	0,8652	805734	432795	191497	1,86	4,21	2,26
MÉDIA D	8864713	1,1054	736926	400175	230100	1,84	3,20	1,74
E1	6729918	0,8392	728972	513178	248976	1,42	2,93	2,06
E2	6917325	0,8625	688515	318921	233413	2,16	2,95	1,37
E3	6239265	0,7780	761314	388235	308709	1,96	2,47	1,26
MÉDIA E	6628836	0,8266	725047	406407	262303	1,78	2,76	1,55
F1	8391082	1,0463	712685	287837	280965	2,48	2,54	1,02
F2	8600606	1,0724	728377	432880	225351	1,68	3,23	1,92
F3	8704622	1,0854	752640	483830	285263	1,56	2,64	1,70
MÉDIA F	8565437	1,0681	731472	402776	263807	1,82	2,77	1,53
MÉDIA P8	8019662	1,0000	731148	403119	252070	1,82	2,92	1,61
D.PAD.P8			5946	3131	19041	0,0	0,3	0,1
CV(≤20%)			1	1	8	2	9	7
G1	12669854	1,5249	922466	512811	348195	1,80	2,65	1,47
G2	8975623	1,0803	998077	562826	363895	1,77	2,74	1,55
G3	6444246	0,7756	1185491	606146	573177	1,96	2,07	1,06
MÉDIA G	9363241	1,1270	1006968	550205	404826	1,83	2,49	1,36
H1	9848350	1,1853	1045805	532961	291065	1,96	3,59	1,83
H2	8376802	1,0082	1098708	628545	334462	1,75	3,29	1,88
H3	6449567	0,7763	1133897	584470	337507	1,94	3,36	1,73

Tabela I-20 (continuação)

MÉDIA H	8224906	0,9899	1086791	578875	317937	1,88	3,42	1,82
I1	9980932	1,2013	1020455	507181	349255	2,01	2,92	1,45
I2	6092280	0,7333	1194768	624324	386381	1,91	3,09	1,62
I3	5938651	0,7148	1173752	741840	460442	1,58	2,55	1,61
MÉDIA I	7337288	0,8831	1110058	602912	389528	1,84	2,85	1,55
MÉDIA P12	8308478	1,0000	1067939	577331	370764	1,85	2,86	1,55
D.PAD.P12			54069	26388	46385	0,0	0,5	0,2
CV($\leq 20\%$)			5	5	13	1	16	15
J1	11418391	1,1859	1541370	817584	579432	1,89	2,66	1,41
J2	7613999	0,7908	1592907	913613	668144	1,74	2,38	1,37
J3	8682637	0,9018	1671667	826037	632406	2,02	2,64	1,31
MÉDIA J	9238342	0,9595	1596348	846614	620399	1,89	2,57	1,36
L1	9968657	1,0353	1464611	832785	573686	1,76	2,55	1,45
L2	5258727	0,5462	1881360	1179941	672584	1,59	2,80	1,75
L3	5386072	0,5594	1757223	1103975	632850	1,59	2,78	1,74
MÉDIA L	6871152	0,7136	1647385	992208	614375	1,66	2,68	1,61
M1	10654403	1,1066	1308438	703073	378957	1,86	3,45	1,86
M2	12713695	1,3204	1215621	686080	395359	1,77	3,07	1,74
M3	14958518	1,5536	1188847	673130	359899	1,77	3,30	1,87
MÉDIA M	12775539	1,3269	1230974	685750	376960	1,80	3,27	1,82
MÉDIA P18	9628344	1,0000	1491569	841524	537245	1,79	2,83	1,58
D.PAD.P18	2971451		227120	153292	138844	0,1	0,4	0,2
CV($\leq 20\%$)			15	18	26	6	13	14
N1	11275464	1,2496	1932560	1016652	586139	1,90	3,30	1,73
N2	10552178	1,1694	1923615	972151	591292	1,98	3,25	1,64
N3	8294199	0,9192	2022076	1038307	594840	1,95	3,40	1,75
MÉDIA N	10040614	1,1127	1954075	1007025	590340	1,94	3,31	1,71
O1	7979330	0,8843	2358472	1169288	780904	2,02	3,02	1,50
O2	12111744	1,3423	2183768	1110953	627890	1,97	3,48	1,77
O3	4630757	0,5132	2591954	1335333	814625	1,94	3,18	1,64
MÉDIA O	8240610	0,9133	2316615	1171811	712256	1,98	3,25	1,65
P1	10925476	1,2108	2067760	1073436	677766	1,93	3,05	1,58
P2	6769761	0,7502	2206742	1141989	599048	1,93	3,68	1,91
P3	8671243	0,9610	2149337	1038172	697737	2,07	3,08	1,49
MÉDIA P	8788827	0,9740	2130273	1079440	664122	1,97	3,21	1,63
MÉDIA P24	9023350	1,0000	2133654	1086092	655573	1,96	3,26	1,66
D.PAD.P24			181294	82594	61406	0,0	0,1	0,0
CV($\leq 20\%$)			8	8	9	1	2	3