



Programa de Ensaio de Proficiência para determinação de iodo em sal

Relatório do Programa de Ensaio de Proficiência

iodo em sal

Rodada 02 – NOVEMBRO – 2016

ORGANIZAÇÃO

Instituto Adolfo Lutz

Centro de Alimentos

Núcleo de Química, Física e Sensorial

Centro de Materiais de Referência

Página na internet: www.ial.sp.gov.br

COORDENAÇÃO

Coordenador Técnico: Márcia Regina Pennacino do Amaral Mello

Coordenador Técnico Substituto: Regina Sorrentino Minazzi Rodrigues

Endereço: Avenida Doutor Arnaldo, nº 355 – Pacaembú

São Paulo – SP – CEP: 01246-000

Tel: (11) 3068-2936

E-mail: provedor_alimentos@ial.sp.gov.br

EQUIPE TÉCNICA

Marcia Regina Pennacino do Amaral Mello - Pesquisadora Científica - IAL (Centro de Alimentos)

Regina Sorrentino Minazzi Rodrigues - Diretora Técnica I - IAL (Centro de Alimentos)

Nelson Dias Aranha - Pesquisador Científico - IAL (Centro de Alimentos)

Lucile Tiemi Abe Matsumoto - Pesquisadora Científica - IAL (Centro de Alimentos)

Jamila Barbosa - Técnica de Laboratório (Centro de Alimentos)

Josefa Estela da Conceição Reis - Auxiliar de Laboratório - IAL (Centro de Alimentos)

Deise Aparecida Pinatti Marsiglia - Diretora Técnica II - IAL (Centro de Alimentos)

Camila Cardoso de Oliveira - Pesquisadora Científica - IAL (Centro de Materiais de Referência)

AUTORIZAÇÃO PARA EMISSÃO

Marcia Regina P. A. Mello

(14/02/2017)

Márcia Regina Pennacino do Amaral Mello
Coordenadora do PEP Iodo em sal

APOIO: Gerência de Laboratórios de Saúde Pública/Agência Nacional de Vigilância Sanitária/ Ministério da Saúde (GELAS/ANVISA/MS)



SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	3
2.	OBJETIVOS	4
3.	ESCOPO	4
4.	SERVIÇOS SUBCONTRATADOS.....	4
5.	PARTICIPAÇÃO	4
6.	CONFIDENCIALIDADE	4
7.	ITEM DE ENSAIO	5
8.	TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE	6
	7.1 Homogeneidade	6
	7.2 Estabilidade	6
9.	ANÁLISE DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS LABORATÓRIOS.....	8
10.	DECLARAÇÃO DA INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO.....	14
11.	ATENDIMENTO AO PARTICIPANTE, RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES	14
12.	USO DOS RESULTADOS PELAS PARTES INTERESSADAS.....	14
13.	INFORMAÇÕES ADICIONAIS.....	16
14.	REFERÊNCIAS	17
	ANEXOS	18
	Anexo A – Relação dos laboratórios participantes	18
	Anexo B – Informações individuais dos laboratórios sobre detalhes dos métodos analíticos utilizados.....	20

1. INTRODUÇÃO

O Instituto Adolfo Lutz (IAL) tem contribuído com a promoção da saúde da população com geração de conhecimento, além de produção de bens e serviços no âmbito de sua competência. O IAL busca a melhoria contínua deste serviço com rigor científico, estabelece como prioridade a qualidade e cumpre com os critérios descritos na ABNT NBR ISO/IEC 17025 Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração e ABNT NBR ISO/IEC 17043 Avaliação de conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência, conforme os requisitos aceitos internacionalmente para provedores de comparação interlaboratorial.

Alguns aspectos desta atividade têm como base o Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência de Laboratórios Analíticos (Químicos) - IUPAC/ISO/AOAC, a norma ISO 13528 *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, e os Guias ABNT ISO Guia 34 Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência e ABNT ISO Guia 35 Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação.

O Provedor do Programa de Ensaio de Proficiência para Iodo em Sal (PEP Iodo) tem como finalidade oferecer uma ferramenta metrológica para a avaliação de desempenho dos laboratórios, possibilitando: adoção de ações corretivas e/ou preventivas, quando necessário; avaliação da eficiência de controles internos; uso dos resultados no trabalho de validação ou de verificação do método de análise; padronização das atividades frente ao mercado e reconhecimento da confiabilidade dos resultados de ensaios, em nível nacional e internacional.

O iodo é um micronutriente essencial ao equilíbrio da glândula tireóide, desempenhando um papel único na prevenção dos Distúrbios por Deficiência de Iodo (DDI). O sal tem sido utilizado como veículo para aumentar a ingestão deste micronutriente pela população brasileira visando prevenir as DDIs.

A prática de iodação do sal tem sido recomendada como principal medida de saúde pública por ter uma aplicação segura e apresentar uma relação custo-benefício satisfatória. Assim sendo, o monitoramento dos teores de iodo no sal visa verificar se a iodação está sendo realizada de forma segura e controlada, capaz de fornecer a quantidade adequada de iodo para a população não oferecendo riscos. O monitoramento do teor de iodo no sal destinado ao consumo humano é fundamental para a efetividade e sustentabilidade dos programas que objetivam a eliminação dos DDIs. Os resultados obtidos pelo laboratório precisam ser confiáveis e seguros para que possam dar subsídio aos programas de monitoramento.

Atualmente, a legislação que regulamenta a adição de iodo no sal é a Resolução RDC nº 23/13 que reduziu a faixa de iodação do sal para 15 a 45 mg de iodo por kg de sal, substituindo a Resolução RDC nº130/03 que estabelecia a faixa de 20 a 60 mg de iodo por kg de sal, devido à baixa incidência do bócio e à alta excreção urinária de iodo no país. Esse cenário demonstra a

importância de um controle analítico cada vez mais eficiente e com resultados confiáveis dos teores de iodo no sal comercializado em todo o país.

2. OBJETIVOS

- Contribuir para o aumento da confiança nos resultados das medições dos laboratórios que analisam Iodo em sal;
- Permitir a avaliação do desempenho do laboratório participante na realização do ensaio proposto;
- Propiciar subsídios aos laboratórios para a identificação e solução de problemas;
- Contribuir para a melhoria contínua das técnicas de medição de cada laboratório;
- Auxiliar no processo de avaliação para a acreditação dos laboratórios participantes.

3. ESCOPO

Determinação quantitativa de iodo em sal, na faixa de concentração de 15 e 45 mg de iodo por kg de sal, abrangendo os níveis de concentrações das amostras de sal em consonância com a regulamentação atual.

4. SERVIÇOS SUBCONTRATADOS

Foram subcontratados os serviços para as atividades de: produção, iodação e homogeneização de um lote de sal refinado-extra.

5. PARTICIPAÇÃO

Este programa foi destinado a laboratórios públicos e privados, legalmente constituídos, que realizam o ensaio de iodo em sal. Os participantes utilizaram o método analítico de sua escolha, preferencialmente o método empregado em sua rotina. A participação no PEP - Iodo em Sal foi gratuita.

6. CONFIDENCIALIDADE

Todas as informações relacionadas aos laboratórios participantes foram tratadas de forma confidencial. Cada laboratório foi identificado com um código numérico aleatório segundo a ordem de retorno dos formulários de registro de resultados ao provedor.

Em circunstâncias excepcionais, por solicitação de autoridades regulamentadoras ou de acreditação, o provedor poderá fornecer os resultados diretamente a estas autoridades. Nestes casos, esta ação será notificada por escrito aos laboratórios envolvidos. O laboratório enviará um acordo também por escrito, conforme previamente descrito no protocolo do PEP.

O provedor poderá divulgar os resultados do programa em eventos e revistas científicas, respeitando-se a confidencialidade de cada laboratório participante.

7. ITEM DE ENSAIO

Os itens de ensaio foram preparados a partir de trinta e cinco quilogramas de sal refinado-extra, fortificado com iodato de potássio, homogeneizado por 1 hora, para garantir a perfeita distribuição e homogeneidade do analito nesta matriz. Esta atividade foi realizada por empresa sub contratada. O laboratório do Núcleo de Química, Física e Sensorial (NQSA), do IAL, homogeneizou o lote recebido por mais 30 minutos, sendo responsável pelo acondicionamento nas embalagens, testes de homogeneidade e de estabilidade e avaliação de desempenho dos participantes.

Foi enviado para cada laboratório participante do programa um frasco de vidro âmbar contendo aproximadamente 90 g de sal, com batoque e tampa rosqueável, acondicionado em embalagem aluminizada, selada à vácuo. A embalagem aluminizada contendo o item de ensaio foi devidamente identificada, trazendo no rótulo as seguintes informações: nome do PEP, rodada/ano e identificação numérica aleatória de 4 dígitos, conforme apresentado na Figura 1.

O processo resultou em um lote de 330 itens de ensaio que foram armazenados em três temperaturas: temperatura de referência (≤ -15 °C), temperatura ambiente (25 ± 2 °C) e temperatura alta, simulando transporte (42 ± 2 °C).

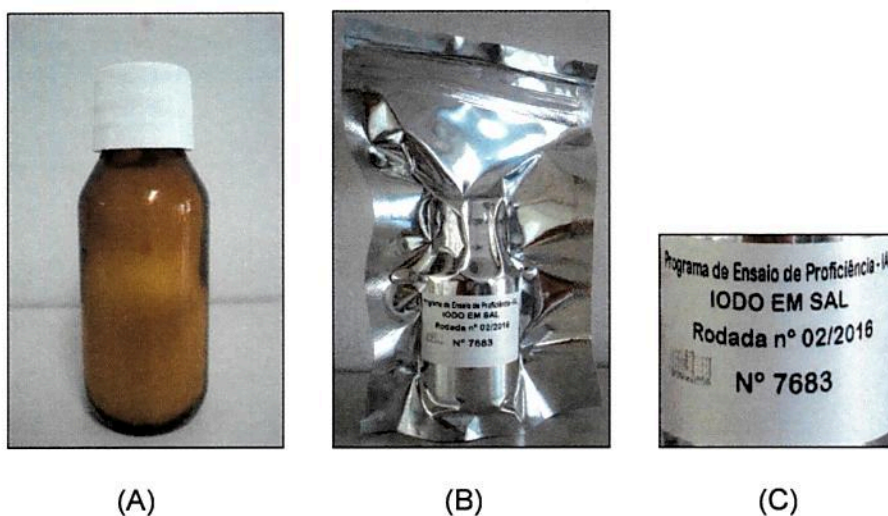


Figura 1. (A) Item de ensaio do PEP Iodo Rodada 02/2016. (B) Embalagem aluminizada contendo o item de ensaio. (C) Destaque da identificação do item de ensaio.

8. TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

Com o objetivo de verificar se os itens de ensaio eram adequadamente homogêneos e estáveis para a característica a ser determinada, foram realizados estudos no laboratório do Núcleo de Química, Física e Sensorial, do Centro de Alimentos, do Instituto Adolfo Lutz.

As determinações de iodo foram realizadas por titulação volumétrica, com solução de tiosulfato de sódio 0,005 M, segundo a Técnica 383/IV - Determinação de iodo na forma de iodato, descrita em Métodos físico-químicos para análise de alimentos, 4ª edição, Instituto Adolfo Lutz, 2005, utilizando titulador automático.

A avaliação estatística foi realizada pelo Centro de Materiais de Referência do IAL.

8.1 Homogeneidade

Para avaliar a homogeneidade, 16 frascos foram selecionados utilizando amostragem aleatória estratificada de um lote contendo 330 frascos; foram preparadas e analisadas 3 replicatas de cada frasco. Os ensaios foram realizados em ordem aleatória, em condições de repetibilidade e os resultados foram avaliados por meio da análise de variância - fator único (ANOVA), com 95% de confiança. A Tabela 1 apresenta os resultados da ANOVA.

Tabela 1. ANOVA para avaliar os dados de homogeneidade entre frascos.

Fonte da variação	Graus de liberdade (gl)	Soma dos Quadrados (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Estatística F	Valor de p
Entre frascos	15	0,814	0,054	0,735	0,732
Resíduos	32	2,361	0,074		

De acordo com a ANOVA, os itens de ensaio se apresentaram suficientemente homogêneos quanto aos teores de iodo (valor de $p = 0,732$).

8.2 Estabilidade

Para avaliar a estabilidade dos itens de ensaio durante o transporte, foi realizado um estudo clássico de curta duração em que o material candidato foi submetido às temperaturas ambiente (25 ± 2 °C) e alta (42 ± 2 °C). Para esta avaliação foram selecionados aleatoriamente três frascos e submetidos às temperaturas (ambiente e alta) por 3, 6, 9 e 12 dias, totalizando 12 frascos para cada temperatura. Para fins de controle, o mesmo foi feito na temperatura de referência (≤ -15 °C). Três frascos dos ensaios de homogeneidade foram selecionados aleatoriamente como referência

para o tempo inicial 0 (frascos 49, 186 e 261). Após o período de armazenamento nas temperaturas citadas, as amostras foram analisadas em triplicata de acordo com o método de determinação de iodo adicionado na forma de iodato, o mesmo utilizado para o estudo de homogeneidade.

A análise de regressão linear simples foi realizada para detectar possível tendência do iodo no sal em função do tempo em que os itens de ensaio foram submetidos às temperaturas de, aproximadamente, -15 °C, 25 °C e 42 °C. Os coeficientes angulares das retas de regressão foram testados quanto à significância estatística por meio do teste t com 95% de confiança para cada temperatura. Os resultados são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Resultados dos estudos de estabilidade durante o transporte para determinação de iodo em sal.

Temperatura	Média	Coefficiente angular (inclinação)	Erro padrão	Estatística t	Valor de p
≤ -15 °C (referência)	29,54	-0,0002	0,0080	-0,023	0,982
25°C	29,57	0,0009	0,0089	0,102	0,919
42°C	29,58	-0,0006	0,0091	-0,062	0,951

As inclinações das retas de regressão não mostraram significância estatística (valor de p = 0,919 e p = 0,951 para temperatura ambiente e alta, respectivamente). Desse modo, a concentração de iodo no sal se manteve constante independente do n° de dias em que os frascos foram submetidos às temperaturas teste. Concluiu-se que, os itens de ensaio poderiam ser enviados em temperatura ambiente.

A avaliação da estabilidade dos itens de ensaio durante a rodada foi realizada da mesma forma que a avaliação da estabilidade de curta duração (transporte), por um período de 41 dias, ou seja, o prazo de duração da rodada. Os resultados são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Resultados dos estudos de estabilidade durante a rodada para determinação de iodo em sal.

Temperatura	Média	Coefficiente angular (inclinação)	Erro padrão	Estatística t	Valor de p
≤ -15 °C (referência)	29,54	-0,0003	0,0023	-0,153	0,879
25°C	29,57	0,00006	0,0023	0,024	0,981
42°C	29,58	-0,0007	0,0025	-0,298	0,766

As inclinações das retas de regressão não mostraram significância estatística (valor de $p = 0,981$ e $p = 0,766$ para temperatura ambiente e alta, respectivamente). Portanto, a concentração de iodo no sal se manteve, independentemente do nº de dias em que os frascos foram submetidos às temperaturas teste. De qualquer forma, foi solicitado aos participantes que armazenassem os itens de ensaio na temperatura de referência até a data da análise do material.

Com base nos testes realizados, os itens de ensaio foram considerados suficientemente estáveis para a finalidade deste programa.

Os testes estatísticos realizados para avaliar a homogeneidade e a estabilidade dos itens de ensaio foram aqueles descritos no ABNT ISO Guia 35.

Os pressupostos para aplicação da ANOVA e da regressão linear simples foram avaliados. Verificou-se que os dados seguiam a distribuição de Gauss; não foram detectados valores discrepantes e foi observada homogeneidade das variâncias.

9. ANÁLISE DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS PARTICIPANTES

A lista dos laboratórios participantes que enviaram os resultados à coordenação do programa está apresentada no Anexo A (Relação dos laboratórios participantes).

Os resultados das 3 replicatas realizadas pelos 44 laboratórios participantes da Rodada 02/2016 do PEP iodo em sal estão relacionados no Quadro 1, juntamente com o valor médio das análises, desvio padrão e coeficiente de variação (CV).

Quadro 1. Resultados individuais e estatísticas dos laboratórios participantes do PEP Iodo – Rodada 02/2016.

Código dos Laboratórios	Técnica Analítica	Replicatas (mg/kg)			Média (mg/kg)	Desvio Padrão (mg/kg)	CV (%)
		1	2	3			
1	Titulometria	32,60	31,31	32,17	32,03	0,66	2,1
2	Titulometria	30,70	30,70	30,70	30,70	0,00	0,0
3	Titulometria	40,43	40,27	40,57	40,42	0,15	0,4
4	Titulometria	28,86	28,86	28,31	28,68	0,32	1,1
5	Titulometria	29,00	29,02	29,01	29,01	0,01	0,0
6	Titulometria	27,24	27,92	26,83	27,33	0,55	2,0
7	Titulometria	26,56	27,59	26,45	26,87	0,63	2,3
8	Titulometria	32,58	32,59	32,05	32,41	0,31	1,0
9	Titulometria	30,90	29,83	29,83	30,19	0,62	2,0

10	Titulometria	31,39	31,38	31,38	31,38	0,01	0,0
11	Titulometria	33,89	34,70	33,83	34,14	0,49	1,4
12	Titulometria	37,00	38,07	37,52	37,53	0,54	1,4
13	Titulometria	40,72	40,19	41,78	40,90	0,81	2,0
14	Titulometria	46,55	46,55	48,67	47,26	1,22	2,6
15	Titulometria	29,61	29,60	29,59	29,60	0,01	0,0
16	Titulometria	29,93	29,94	29,86	29,91	0,04	0,1
17	Titulometria	29,89	30,83	29,78	30,17	0,58	1,9
18	Titulometria	31,56	30,47	30,46	30,83	0,63	2,0
19	Titulometria	29,09	29,09	29,62	29,27	0,31	1,0
20	Titulometria	33,45	33,45	33,45	33,45	0,00	0,0
21	Titulometria	31,92	32,01	31,94	31,96	0,05	0,1
22	Titulometria	32,39	32,39	32,39	32,39	0,00	0,0
23	Titulometria	29,16	29,40	29,37	29,31	0,13	0,4
24	Titulometria	31,83	31,20	32,36	31,80	0,58	1,8
25	Titulometria	26,77	28,71	27,80	27,76	0,97	3,5
26	Titulometria	29,06	29,06	29,06	29,06	0,00	0,0
27	Titulometria	28,58	28,38	28,52	28,49	0,10	0,4
28	Titulometria	29,05	28,86	28,89	28,93	0,10	0,4
29	Titulometria	30,94	30,94	30,94	30,94	0,00	0,0
30	Titulometria	31,84	31,88	31,83	31,85	0,03	0,1
31	Titulometria	29,59	29,36	29,36	29,44	0,13	0,5
32	Titulometria	31,30	31,82	31,83	31,65	0,30	1,0
33	Titulometria	29,81	29,81	29,79	29,80	0,01	0,0
34	Titulometria	29,67	30,21	30,21	30,03	0,31	1,0
35	Titulometria	38,81	39,23	38,79	38,94	0,25	0,6
36	Titulometria	31,67	32,85	32,85	32,46	0,68	2,1
37	Titulometria	29,10	29,10	29,10	29,10	0,00	0,0
38	Titulometria	35,61	35,08	35,57	35,42	0,30	0,8
39	Titulometria	17,17	17,02	16,99	17,06	0,10	0,6
40	Titulometria	29,44	29,44	29,99	29,62	0,32	1,1
41	Titulometria	28,77	28,77	28,77	28,77	0,00	0,0
42	Titulometria	35,34	36,37	34,10	35,27	1,14	3,2
43	Titulometria	29,74	29,74	29,74	29,74	0,00	0,0
44	Titulometria	37,13	34,79	35,93	35,95	1,17	3,3

Os valores médios situados fora do intervalo entre Q_1-3IQ e Q_3+3IQ foram considerados discrepantes extremos (resultados médios dos laboratórios 39 e 14). Os valores médios situados entre $Q_1-1,5IQ$ e Q_1-3IQ e entre $Q_3+1,5IQ$ e Q_3+3IQ foram considerados suspeitos de serem *outliers* (resultados médios dos laboratórios 12, 35, 3 e 13).

Q_1 = primeiro quartil, ou seja, o valor que separa um quarto (ou 25%) dos dados ordenados;

Q_3 = terceiro quartil, ou seja, o valor que separa três quartos (ou 75%) dos dados ordenados;

IQ = intervalo interquartil (Q_3-Q_1).

O desempenho de cada laboratório foi avaliado segundo o índice z , calculado de acordo com a Equação 1.

$$z = \frac{x_i - X}{s^*} \quad \text{(Equação 1)}$$

Onde:

x_i = média dos valores relatados pelo participante i ;

X = valor designado (média robusta dos resultados estatisticamente válidos)

s^* = desvio padrão para avaliação de proficiência (desvio padrão robusto dos resultados estatisticamente válidos)

Os resultados dos laboratórios 3, 12, 13, 14, 35 e 39 foram previamente excluídos do cálculo do valor designado e do desvio de proficiência por serem considerados *outliers* suspeitos ou extremos. A média robusta e o desvio padrão robusto foram calculados de acordo com o algoritmo A, como descrito na ISO 13528. A incerteza padrão do valor designado foi estimada por meio da Equação 2.

$$u_X = \frac{1,25 \cdot s^*}{\sqrt{p}} \quad \text{(Equação 2)}$$

Onde:

s^* = desvio padrão para avaliação de proficiência (desvio padrão robusto dos resultados estatisticamente válidos)

p = o número de laboratórios participantes da rodada que não apresentaram resultados discrepantes.

No Quadro 2 é apresentada a avaliação estatística que caracteriza os itens de ensaio.

Quadro 2. Resumo da avaliação estatística do item de ensaio

Valor designado* (X , mg/kg)	30,64
Incerteza padrão do valor designado* (u_x , mg/kg)	0,44
Desvio padrão para avaliação de proficiência* (s^* , mg/kg)	2,19
Incerteza/desvio	0,20
CV(%)	7 %
Mínimo (mg/kg)	17,06
Máximo (mg/kg)	47,26
Amplitude (mg/kg)	30,20
N° de laboratórios	44

*Valor obtido a partir de 38 resultados considerados estatisticamente válidos.

O desempenho dos laboratórios foi avaliado de acordo com a seguinte classificação:

Se $|z| \leq 2$, o laboratório tem um desempenho satisfatório;

Se $2 < |z| < 3$, o laboratório tem um desempenho questionável;

Se $|z| \geq 3$, o laboratório tem um desempenho insatisfatório.

As avaliações de desempenho, expressas através do índice z , dos 44 laboratórios participantes são apresentadas no Quadro 3 e o gráfico com os resultados do índice z e posição do laboratório frente ao intervalo de aceitação é apresentado na Figura 2.

Quadro 3. Valores do índice z obtidos pelos laboratórios participantes do PEP - Iodo em Sal.

Código dos Laboratórios	Índice z	Interpretação do índice z
1	0,6	desempenho satisfatório
2	0,0	desempenho satisfatório
3*	4,5	<u>desempenho insatisfatório</u>
4	-0,9	desempenho satisfatório
5	-0,7	desempenho satisfatório
6	-1,5	desempenho satisfatório
7	-1,7	desempenho satisfatório
8	0,8	desempenho satisfatório
9	-0,2	desempenho satisfatório

10	0,3	desempenho satisfatório
11	1,6	desempenho satisfatório
12*	3,1	<u>desempenho insatisfatório</u>
13*	4,7	<u>desempenho insatisfatório</u>
14*	7,6	<u>desempenho insatisfatório</u>
15	-0,5	desempenho satisfatório
16	-0,3	desempenho satisfatório
17	-0,2	desempenho satisfatório
18	0,1	desempenho satisfatório
19	-0,6	desempenho satisfatório
20	1,3	desempenho satisfatório
21	0,6	desempenho satisfatório
22	0,8	desempenho satisfatório
23	-0,6	desempenho satisfatório
24	0,5	desempenho satisfatório
25	-1,3	desempenho satisfatório
26	-0,7	desempenho satisfatório
27	-1,0	desempenho satisfatório
28	-0,8	desempenho satisfatório
29	0,1	desempenho satisfatório
30	0,6	desempenho satisfatório
31	-0,6	desempenho satisfatório
32	0,5	desempenho satisfatório
33	-0,4	desempenho satisfatório
34	-0,3	desempenho satisfatório
35*	3,8	<u>desempenho insatisfatório</u>
36	0,8	desempenho satisfatório
37	-0,7	desempenho satisfatório
38	2,2	<u>desempenho questionável</u>
39*	-6,2	<u>desempenho insatisfatório</u>
40	-0,5	desempenho satisfatório
41	-0,9	desempenho satisfatório
42	2,1	<u>desempenho questionável</u>
43	-0,4	desempenho satisfatório
44	2,4	<u>desempenho questionável</u>

*Laboratórios que não apresentaram resultados estatisticamente válidos.

Os laboratórios 39, 12, 35, 3, 13 e 14 apresentaram desempenho insatisfatório. Os laboratórios 38, 42 e 44, apresentaram desempenho questionável e os demais apresentaram desempenho satisfatório.

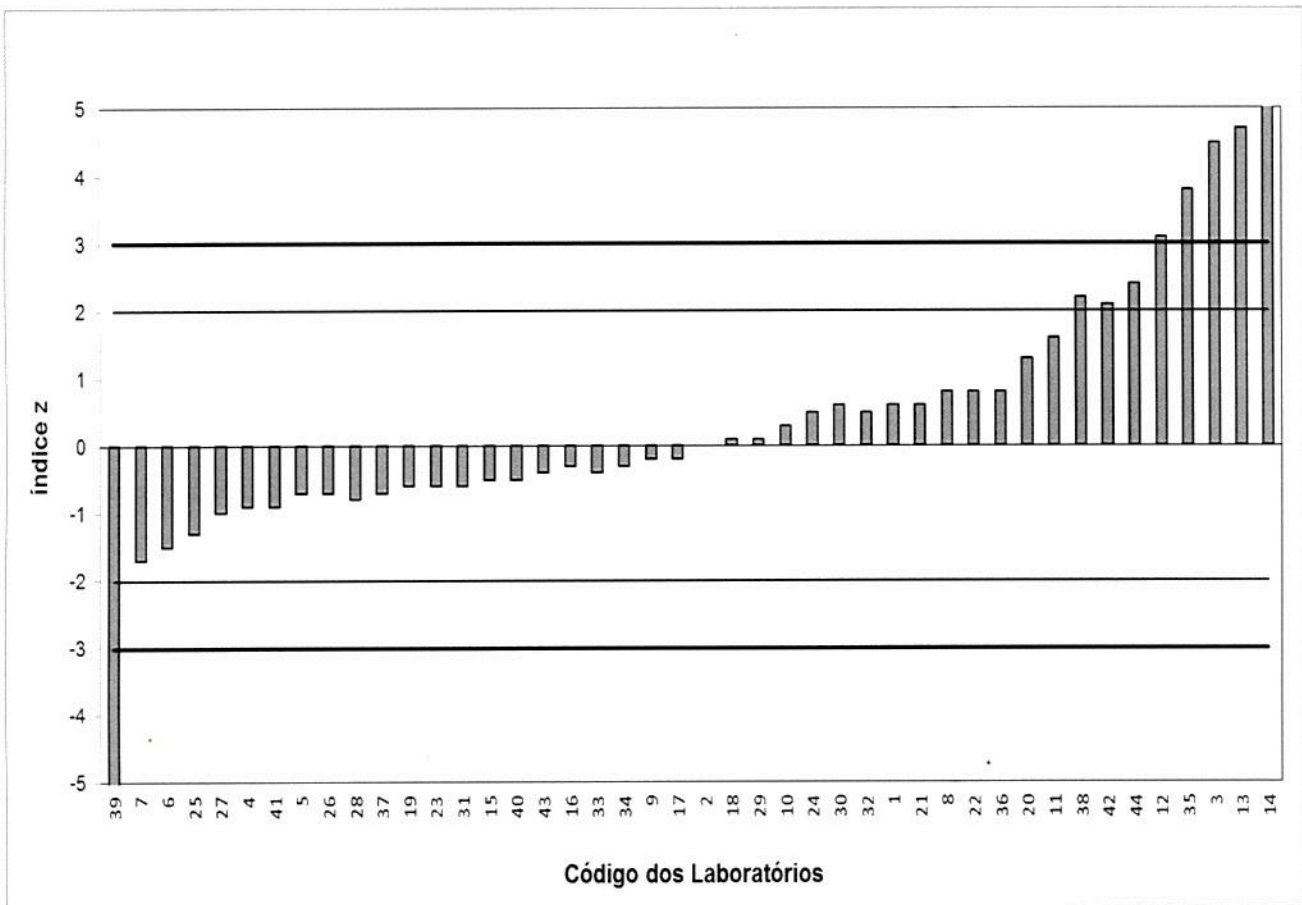


Figura 2. Gráfico de desempenho dos laboratórios participantes do PEP Iodo em Sal, segundo índice z.

Por meio da análise do Quadro 3 e da Figura 2, verifica-se que nesta rodada, para um total de quarenta e quatro laboratórios que reportaram seus resultados, 35 apresentaram desempenho satisfatório (79%), 3 desempenho questionável (7%), e 6 apresentaram desempenho insatisfatório (14%). O percentual de laboratórios que obtiveram desempenho questionável ou insatisfatório evidencia a necessidade de investigação das causas e tomada de ações corretivas.

Sugere-se a estes laboratórios que tiveram desempenho questionável e insatisfatório, que verifiquem ao menos os seguintes itens: treinamento do analista; calibração de equipamentos e vidrarias; composição e concentração dos reagentes; validação da metodologia analítica. Após efetuar todas as verificações e ações corretivas, preventivas ou de melhoria pertinentes, recomenda-se a participação em outras rodadas de PEP com a mesma matriz.

9. DECLARAÇÃO DA INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO

A incerteza padrão do valor designado foi estimada em 0,44 mg/kg.

O valor foi obtido a partir da Equação 2, descrita no item 8.

10. ATENDIMENTO AO PARTICIPANTE, RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES

O provedor do PEP - Iodo em Sal compromete-se a corrigir prontamente qualquer equívoco que tenha cometido. O laboratório participante que tiver dúvidas ou contestações quanto ao tratamento estatístico ou avaliação de seu desempenho, bem como considerações e sugestões para o aprimoramento do trabalho desenvolvido, poderá preencher o formulário de sugestões, esclarecimentos e apelações (encaminhado por email) e enviar à coordenação do programa, para o email: provedor_alimentos@ial.sp.gov.br. As apelações serão avaliadas no período estabelecido no cronograma do Protocolo do PEP Iodo em Sal e, quando pertinentes, incluídas no relatório, mantendo a confidencialidade dos mesmos.

O provedor busca a avaliação dos participantes, tanto positiva quanto negativa, com o objetivo de aperfeiçoar o sistema de gestão do Programa e os serviços prestados aos clientes.

11. USO DOS RESULTADOS PELAS PARTES INTERESSADAS

A coordenação informa que é responsabilidade dos participantes assegurarem-se de que sejam fornecidas todas as informações apropriadas aos organismos de acreditação, organismos reguladores e outras partes interessadas que tenham objetivo de avaliar os participantes de acordo com a sua competência.

12. INFORMAÇÕES ADICIONAIS

Além dos resultados, foram requisitadas aos participantes informações, tais como: método/técnica, referência, massa de amostra, acidificação utilizada, modificações, método rotineiro ou esporádico, validação, acreditação, limite de quantificação (LQ), incerteza expandida (U), exatidão e participações anteriores em outros PEPs ou PCIs. O sumário das respostas está apresentado no Anexo B (Informações individuais dos laboratórios sobre detalhes dos métodos analíticos utilizados).

Por meio das informações fornecidas pelos laboratórios observa-se que 35 (78 %) utilizaram o método descrito pelo Instituto Adolfo Lutz nos Métodos físico-químicos para análise de alimentos, 4ª ed. (2005); 4 (9 %) citaram o método descrito nas Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz, 3ª ed. (1985); 3 (7 %) citaram Procedimentos Operacionais Padronizados internos do INCQS/FIOCRUZ; 1 (2 %) referenciou o Programa de Combate ao Bócio Endêmico (INAN/MS, 1989) e 2 (4%) não citaram a metodologia utilizada.

A maioria dos laboratórios, 39 (89 %) utilizou ácido sulfúrico para acidificação da solução contendo a amostra, como determinam as metodologias. Vinte e oito laboratórios (64 %) utilizaram a concentração de 0,5M e 7 (16 %), a concentração de 1N, entretanto, as duas concentrações são equivalentes. Um laboratório (2 %) empregou a concentração de 2N, mas utilizou apenas metade do volume, equivalendo ao anterior. Dois laboratórios (4 %) descrevem ter utilizado concentração de 1M, o dobro da concentração necessária para reduzir o pH da solução próximo a 2, sendo dispensável a utilização de uma concentração maior, embora não afete o desempenho do método. Outro laboratório utilizou uma solução 0,1 M, concentração cinco vezes menor do que a preconizada na técnica empregada.

Apenas um laboratório utilizou ácido fosfórico na acidificação da solução porque empregou a técnica da determinação de iodo na forma de iodeto. A metodologia utilizada para este fim necessita, a princípio, de outros reagentes para oxidar o iodeto para iodato, que será então quantificado como tal.

Os laboratórios que modificaram as concentrações do ácido sulfúrico ou utilizaram outro ácido não demonstraram terem seus resultados comprometidos, pois apresentaram desempenho satisfatório, situando-se dentro da faixa de $|z| \leq 2$.

Quanto ao uso de método validado, seis laboratórios (14 %) descreveram ter utilizado metodologia validada, sendo que apenas 3 apresentaram alguns dos parâmetros de validação requisitados no Formulário de registro de resultados (LQ; Exatidão em % de Recuperação ou Incerteza de medição), enquanto que os outros 3 não apresentaram nenhum dos parâmetros de validação. Outros três laboratórios reportaram não ter metodologia validada, porém um deles apresentou todos os parâmetros requisitados no Formulário de registro de resultados (LQ; Exatidão em % de Recuperação e Incerteza de medição); outro laboratório apresentou apenas o Limite de Quantificação e o terceiro apenas a Incerteza de medição. Constatou-se que um dos laboratórios que declarou ter metodologia validada (sem apresentar os parâmetros) e outro que apresentou apenas o valor da incerteza de medição tiveram desempenho insatisfatório, situando-se na faixa de $|z| \geq 3$.

Todos os demais 35 (80 %) laboratórios não relataram ter metodologia validada e nenhum notificou ter o ensaio acreditado. Tendo em vista o percentual de laboratórios que não possuem metodologia validada, verifica-se a necessidade de futuro treinamento que inclua as etapas de validação desta metodologia visando cumprir os requisitos da ISO /IEC 17025:2005.

Quanto à introdução de modificações nos métodos referenciados, nenhum laboratório alegou alteração no método, porém um laboratório participante descreveu uso de metade da quantidade de amostra (5 g) e metade do volume de ácido sulfúrico 0,5 M, não especificado no método referenciado pelo participante. No entanto, o mesmo apresentou desempenho satisfatório, próximo aos demais laboratórios que utilizaram metodologia sem alteração.

Dos 44 laboratórios participantes, 38 (87%) realizam a determinação de iodo em sal na sua rotina de trabalho; 5 laboratórios (11%) esporadicamente e um laboratório (2%) não descreveu a frequência da utilização desta metodologia. Entre os seis laboratórios que apresentaram desempenho insatisfatório, um utilizou este método esporadicamente.

Trinta e quatro (77 %) laboratórios informaram a participação em Programas de Ensaio de Proficiência, sendo 2 (4 %) no PEP - Rodada 3/2003 do Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde (INCQS) e 32 (73 %) participaram do PEP Rodada 01/2014 (IAL). Em 2014, apenas um laboratório havia notificado a participação em Rodada de Programas de Ensaio de Proficiência, demonstrando um significativo aumento da participação. Assim, a oferta de Programas de Comparação Interlaboratorial de Iodo em Sal, propicia uma ferramenta para garantir a confiabilidade dos resultados que subsidiam os Programas Nacionais de Monitoramento de Iodo em Sal.



Figura 3. Laboratórios participantes por Estado na 2ª Rodada do PEP – Iodo/ 2016.

13.REFERÊNCIAS

ABNT ISO Guia 34. Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. 2012. 41p.

ABNT ISO Guia 35. Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação. 2012. 73 p.

ABNT NBR ISO/IEC 17025. Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005. 20p.

ABNT NBR ISO/IEC 17043. Avaliação de conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência. Rio de Janeiro, 2011. 46p.

Brasil. Ministério da Saúde. Resolução RDC nº130, 26 de maio de 2003. Estabelece a iodinação do sal considerado próprio para consumo. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil. Brasília, DF, 28 mai 2003. Seção 1, nº101-E.p.48.

Brasil. Ministério da Saúde. Resolução RDC nº23, 24 de abril de 2013. Dispõe sobre teor de iodo no sal destinado a consumo humano. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil. Brasília, DF, 25 abr 2013. Seção 1, nº79-E.p.55.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos, 4 ed. Brasília: ANVISA/MS, 2005, p. 721-722.

ISO 13528. Statistical methods for use in proficiency testing by Interlaboratorial comparisons. Geneva, Switzerland (2005).

THOMPSON, M., et al. IUPAC/ISO/AOAC. Protocolo internacional harmonizado para ensaios de proficiência de laboratórios analíticos (químicos). Pure Appl. Chem., v.78, n.1, p.105-196, 2006. Versão traduzida. Disponível em: www.inmetro.gov.br/credenciamento/CT/ProtocoloHarmonizado.pdf.

ANEXOS

Anexo A. Relação dos laboratórios participantes

COVISA/PMSP – Coordenação de Vigilância em Saúde – Secretaria da Saúde do Município de São Paulo – Laboratório de Controle de Qualidade em Saúde

Food Intelligence – Laboratório de Físico-Química – São Paulo

Hidrolabor – Laboratório de Bromatologia – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Araçatuba – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Bauru – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Campinas – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Marília – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Presidente Prudente – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Ribeirão Preto – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Rio Claro – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Santo André – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Santos – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de São José Do Rio Preto – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Sorocaba – Laboratório Físico-químico – São Paulo

IAL – Centro de Laboratório Regional de Taubaté – Laboratório Físico-químico – São Paulo

ITAL – Instituto de Tecnologia de Alimentos – IG/CCQA – Campinas - SP

Lacen AL – Laboratório de Saúde Pública de Alagoas

Lacen AM – Laboratório de Saúde Pública do Amazonas

Lacen AP – Laboratório de Saúde Pública do Amapá

Lacen CE – Laboratório de Saúde Pública do Ceará

Lacen DF – Laboratório de Saúde Pública do Distrito Federal

Lacen ES – Laboratório de Saúde Pública do Espírito Santo

Lacen GO – Laboratório de Saúde Pública de Goiás

Lacen MA – Laboratório de Saúde Pública do Maranhão

Lacen MT – Laboratório de Saúde Pública do Mato Grosso

Lacen MS – Laboratório de Saúde Pública do Mato Grosso do Sul

Lacen MG – Laboratório de Saúde Pública de Minas Gerais

Lacen PA – Laboratório de Saúde Pública da Pará

Lacen PB – Laboratório de Saúde Pública da Paraíba

Lacen PR – Laboratório de Saúde Pública da Paraná

Lacen PE – Laboratório de Saúde Pública de Pernambuco

Lacen PI – Laboratório de Saúde Pública da Piauí

Lacen RJ – Laboratório de Saúde Pública do Rio de Janeiro

Lacen RN – Laboratório de Saúde Pública do Rio Grande do Norte

Lacen RS – Laboratório de Saúde Pública de Rio Grande do Sul

Lacen RR – Laboratório de Saúde Pública de Roraima

Lacen SC – Laboratório de Saúde Pública de Santa Catarina

Lacen SE – Laboratório de Saúde Pública da Sergipe

Lacen TO – Laboratório de Saúde Pública do Tocantins

LCP Laboratório de Controle de Produtos do Município do Rio de Janeiro – Setor de Físico-química – Rio de Janeiro

Norte Salineira S.A. – Controle de Qualidade – Rio Grande do Norte

Refinaria Nacional de Sal S.A. – Controle de Qualidade – Rio de Janeiro

REFISA – Controle de Qualidade – Santa Catarina

TECPAR – Instituto de Tecnologia do Paraná – Centro de Tecnologia em Saúde e Meio Ambiente
- Laboratório de Alimentos – Paraná

Anexo B.

Quadro 1. Informações individuais dos laboratórios sobre detalhes dos métodos analíticos utilizados.

Código laboratório	Técnica	Referência	Vol./ Conc. ácido sulfúrico	Metodologia rotina	Metodologia esporádica	Participação em PEP anterior	Comentário
01	Titulação	1	-	X	-	X	-
02	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	-	X	X	-
03	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-
04	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-
05	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-
06	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-
07	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-
08	Titulação	3	1M	X	-	X	-
09	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	-	-
10	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-
11	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-
12	Titulação	-	1 N	X	-	X	-
13	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M		X	-	Método validado
14	Titulação	4	5 mL/ 1 N	X	-	X	-
15	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-
16	Titulação	1	2 mL/ 2 N	X	-	-	-
17	Titulação	1	-	X	-	X	LQ = 0,5 mg/kg
18	Titulação	1	2,5 mL/ 0,5 M	X	-	X	Utilizou 5 g amostra
19	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	Método validado
20	Titulação	1	1 N	X	-	X	-
21	Titulação	2	5 mL/ 1 M	X	-	X	-
22	Titulação	1	1 N	X	-	-	Método validado
23	Titulação	1	Ácido fosfórico	X	-	-	Técnica para Iodeto
24	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X	-	X	-

25	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M				X	X	-
26	Titulação	-	0,5 M	X			-	-	-
27	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	-	Método validado Incerteza= 0,07 mg/kg
28	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	X	-
29	Titulação	3	5 mL/ 1 N	X			-	X	Método validado LQ=5,0 mg/kg Exatidão=97%
30	Titulação	2	-	-			-	-	-
31	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	X	-
32	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	X	-
33	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	X	Método validado Incerteza= 0,03 mg/kg
34	Titulação	2	5 mL/ 0,5 M	-			X	X	-
35	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	X	Incerteza= 0,51 mg/kg
36	Titulação	2	5 mL/ 1 N	X			-	X	-
37	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	-			X	-	-
38	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	X	-
39	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	X	-
40	Titulação	1	5 mL/ 0,5 M	X			-	X	-
41	Titulação	1	5 mL/ 0,1 M	X			-	X	-
42	Titulação	1	0,5 M	X			-	-	-
43	Titulação	1,3	5 mL/ 1 N	X			-	X	LQ = 2,0 mg/kg Exatidão = 95,6% Incerteza= 0,40 mg/kg
44	Titulação	1	-	X			-	X	-

1 Métodos físico-químicos para análise de alimentos, 4ª ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2005, p.721-22 (Técnica 383/IV).

2 Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz - v.1- Métodos Químicos e Físicos para análise de alimentos., 3ª ed. São Paulo: IMESP, 1985, p.288.

3 Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde- INCQS/FIOCRUZ - POP 65.3120.053 - Determinação de Iodo em Sal. Rio de Janeiro; 2010.

4 Ministério da Saúde . Instituto Nacional de Alimentação e Nutrição (INAN). Programa de Combate ao Bócio Endêmico. Brasília; 1989.