



GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO  
SECRETARIA DE ESTADO DA SAÚDE  
COORDENADORIA DE CONTROLE DE DOENÇAS  
INSTITUTO ADOLFO LUTZ



---

**Relatório Final do Programa de Ensaio de Proficiência - PEP IODO**

**IODO EM SAL**

**Rodada 01 – Junho – 2014**

**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](http://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 – Cerqueira César

São Paulo – SP – CEP: 01246-902

Tel: (11) 3068-2936 / 2933

E-mail: [provedor\\_alimentos@ial.sp.gov.br](mailto:provedor_alimentos@ial.sp.gov.br)



SECRETARIA DE ESTADO  
DA SAÚDE DE SÃO PAULO



**APOIO**

Gerência Geral de Laboratórios de Saúde Pública/Agência Nacional de Vigilância Sanitária/ Ministério da Saúde (GGLAS/ANVISA/MS)



**BRASIL**

## **EQUIPE TÉCNICA**

Márcia Regina Pennacino do Amaral Mello – Pesquisadora Científica – IAL (Centro de Alimentos)

Maria Auxiliadora de Brito Rodas– Pesquisadora Científica – IAL (Centro de Alimentos)

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

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

Jamila Barbosa – Bolsista CNPQ (Centro de Alimentos)

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

Alice M. Sakuma – Diretora Técnica II – IAL (Centro de Materiais de Referência)

Miriam Solange Fernandes Caruso– Pesquisadora Científica - IAL (Centro de Materiais de Referência)

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

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO .....	4
2.	OBJETIVOS .....	5
3.	ESCOPO .....	5
4.	PARTICIPAÇÃO .....	5
5.	CONFIDENCIALIDADE .....	5
6.	ITEM DE ENSAIO .....	5
7.	TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE .....	6
	7.1 Homogeneidade .....	6
	7.2 Estabilidade .....	7
8.	ANÁLISE DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS LABORATÓRIOS.....	7
9.	COMENTÁRIOS GERAIS E SUGESTÕES.....	12
10.	RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES – ATENDIMENTO AO PARTICIPANTE .....	13
11.	REFERÊNCIAS .....	14
	ANEXOS .....	15
	Anexo A – Relação dos laboratórios participantes .....	15
	Anexo B – Informações individuais dos laboratórios sobre detalhes dos métodos analíticos utilizados.....	17

## 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. Teve também por base o IUPAC/ISO/AOAC Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência de Laboratórios Analíticos (Químicos) e ISO 13528 (*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*).

O Provedor do Programa de Ensaio de Proficiência para iodo em sal (PEP Iodo em Sal) tem o objetivo de oferecer uma ferramenta metrológica para a avaliação de desempenho de laboratórios visando a melhoria da confiabilidade dos resultados.

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 para consumo humano 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.

A atual legislação que regulamenta a adição de iodo no sal é a Resolução RDC nº 23 de 24 de abril de 2013, que estabelece a faixa de iodação do sal entre 15 a 45 mg de iodo por kg de sal. Esta Resolução reduziu a faixa de iodação anteriormente estabelecida pela Resolução RDC nº130 de 26 de maio de 2003, que era 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. Com a alteração do teor de iodo, as indústrias salineiras terão de se adaptar a uma nova faixa, o que impõe um desafio ao processamento do sal. 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.

O PEP para Iodo em Sal do Instituto Adolfo Lutz é utilizado como ferramenta que possibilita a auto-avaliação de desempenho dos laboratórios participantes e propõe as seguintes ações para a análise crítica do seu desempenho a cada rodada:

- comparação dos resultados com os demais laboratórios participantes;
- identificação de erros analíticos ou tendências;

- identificação das causas dos resultados insatisfatórios;
- identificação da necessidade de treinamentos contínuos dos analistas;
- implantação de alterações nos procedimentos analíticos, entre outras ações corretivas.

## **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;
- Contribuir para a melhoria contínua dos procedimentos de medição de cada laboratório;
- Auxiliar no processo de avaliação para a acreditação junto a Coordenação Geral de Acreditação (CGCRE/INMETRO).

## **3. ESCOPO**

Determinação quantitativa de iodo em sal, cuja faixa de concentração situa-se entre 15 e 45 mg de iodo por kg de sal, abrangendo os níveis de concentrações dos ensaios dos laboratórios que atuam na área analítica de alimentos.

## **4. 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.

## **5. CONFIDENCIALIDADE**

Todas as informações fornecidas pelo laboratório participante foram tratadas de forma confidencial. Cada laboratório foi identificado com um código numérico segundo a ordem de retorno dos formulários de registro de resultados ao provedor.

O IAL, provedor do PEP - Iodo em Sal, tem o compromisso de manter a confidencialidade de informações específicas dos laboratórios, incluindo identificação, resultados e desempenhos.

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

## **6. ITEM DE ENSAIO**

Foram adquiridos no mercado nacional 8 kg de sal comum refinado iodado, de mesmo lote de fabricação, que foram homogeneizados por 30 minutos, em homogeneizador em Y, 28 rpm.

Cinquenta gramas de sal homogeneizado foram transferidos para frascos de polipropileno, com tampa rosqueável, tipo Falcon. O processo resultou em um lote de 161 itens de ensaio que foram armazenados a temperatura ambiente, aproximadamente 25°C.

Cada frasco foi devidamente identificado com um rótulo contendo as seguintes informações: nome do PEP, rodada/ano e identificação numérica aleatória de 4 dígitos, conforme demonstrado na Figura 1.



Figura 1. (A) Alguns dos itens de ensaio produzidos. (B) Item de ensaio do PEP - Iodo - detalhes do rótulo.

## 7. 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 (NQSA), do Centro de Alimentos (CALI), do Instituto Adolfo Lutz (IAL).

As determinações de iodo foram realizadas 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.

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

### 7.1 Homogeneidade

Para compor o estudo de homogeneidade entre frascos, seguiu-se amostragem aleatória estratificada, a partir da divisão do lote em 12 estratos de 14 unidades cada, sendo realizado o sorteio de uma unidade em cada estrato, perfazendo um total de 12 unidades. Em cada frasco foi realizada análise em duplicata, em ordem aleatória, sob condições de repetibilidade.

A avaliação estatística dos resultados de homogeneidade entre frascos seguiu os critérios estabelecidos no Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência de Laboratórios Analíticos (Químicos) da IUPAC/ISO/AOAC.

A normalidade dos dados foi verificada pelo teste de Shapiro-Wilk, com 95% de confiança, não foi verificada a presença de valores discrepantes ou *outliers*, tendências, descontinuidade ou algum outro efeito sistemático.

Os itens de ensaio se apresentaram suficientemente homogêneos quanto aos teores de iodo.

## 7.2 Estabilidade

Para avaliar a estabilidade dos itens de ensaio foi conduzido um estudo de estabilidade clássico de curta duração em temperatura de, aproximadamente, 42°C e 25°C, visando garantir a estabilidade durante transporte sob temperatura mais elevada e armazenamento sob temperatura ambiente. Os itens de ensaio foram avaliados semanalmente, sendo selecionados aleatoriamente 3 frascos, analisados em duplicata em condições de repetibilidade. Os itens de ensaio armazenados a temperatura ambiente continuaram a ser avaliados semanalmente até o término da rodada.

Na avaliação estatística, inicialmente, verificou-se a normalidade dos dados pelo teste de Shapiro-Wilk com 95% de confiança, não foi verificada a presença de valores discrepantes por meio dos testes de Grubbs, com 95% de confiança.

Verificou-se que o material é estável na temperatura de 42°C por 7 dias, teste estatísticos aplicados. As variâncias dos resultados obtidos na data da produção e no término da rodada foram consideradas homogêneas segundo o Teste F e as médias dos resultados foram consideradas estatisticamente equivalentes de acordo com o teste t-Student. Os testes estatísticos foram realizados utilizando a ferramenta Análise de Dados no Microsoft Excel 2010.

Os itens de ensaio foram considerados suficientemente estáveis para a finalidade deste programa.

## 8. ANÁLISE DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS LABORATÓRIOS

A lista dos laboratórios que enviaram os resultados à coordenação do programa está apresentada no Anexo A (Relação dos laboratórios participantes). O Quadro 1 apresenta os resultados de iodo (mg/kg) em sal para as três replicatas, valor médio das análises, desvio padrão e coeficiente de variação em porcentagem (CV) dos laboratórios participantes do PEP Iodo em Sal.

**Quadro 1.** Resultados individuais e estatísticas dos laboratórios participantes do PEP - Iodo em Sal – Rodada 01/2014.

Código dos Laboratórios	Técnica Analítica	Replicatas			Média Iodo (mg/kg)	Desvio Padrão (mg/kg)	CV (%)
		1	2	3			
1	Titulométrica	27,09	25,72	26,80	26,54	0,72	2,7%
2	Titulométrica	24,86	24,86	24,86	24,86	0,00	0,0%
3	Titulométrica	32,05	32,05	32,05	32,05	0,00	0,0%
4	Titulométrica	24,67	24,67	24,70	24,68	0,02	0,1%
5	Titulométrica	29,60	29,60	30,66	29,95	0,61	2,0%
6	Titulométrica	26,02	26,02	26,02	26,02	0,00	0,0%
7	Titulométrica	26,32	26,31	26,32	26,32	0,01	0,0%
8	Titulométrica	26,37	26,15	26,15	26,22	0,13	0,5%

9	Titulométrica	26,56	26,56	26,56	26,56	0,00	0,0%
10	Titulométrica	27,48	26,97	26,96	27,14	0,30	1,1%
11	Titulométrica	25,88	23,17	25,30	24,78	1,43	5,8%
12	Titulométrica	25,43	25,43	25,14	25,33	0,17	0,7%
13	Titulométrica	25,26	25,46	25,28	25,33	0,11	0,4%
14	Titulométrica	21,80	21,80	21,80	21,80	0,00	0,0%
15	Titulométrica	27,79	30,08	27,21	28,36	1,52	5,4%
16	Titulométrica	25,53	25,58	25,00	25,37	0,32	1,3%
17	Titulométrica	27,17	27,17	27,17	27,17	0,00	0,0%
18	Titulométrica	25,85	25,84	25,85	25,85	0,01	0,0%
19	Titulométrica	23,28	23,28	23,28	23,28	0,00	0,0%
20	Titulométrica	27,30	27,30	27,30	27,30	0,00	0,0%
21	Titulométrica	26,83	26,83	26,83	26,83	0,00	0,0%
22	Titulométrica	25,17	25,39	25,06	25,21	0,17	0,7%
23	Titulométrica	25,597	25,575	25,608	25,59	0,02	0,1%
24	Titulométrica	24,77	24,79	24,26	24,61	0,30	1,2%
25	Titulométrica	24,88	24,88	24,88	24,88	0,00	0,0%
26	Titulométrica	25,61	25,82	25,38	25,60	0,22	0,9%
27	Titulométrica	26,79	26,61	26,59	26,66	0,11	0,4%
28	Titulométrica	22,33	22,22	22,33	22,29	0,06	0,3%
29	Titulométrica	24,46	25,04	24,45	24,65	0,34	1,4%
30	Titulométrica	25,11	25,11	25,11	25,11	0,00	0,0%
31	Titulométrica	27,77	27,20	27,20	27,39	0,33	1,2%
32	Titulométrica	39,553	35,277	40,622	38,48	2,83	7,3%
33	Titulométrica	25,88	25,46	25,71	25,68	0,21	0,8%
34	Titulométrica	24,77	24,71	24,75	24,74	0,03	0,1%

O valor designado foi obtido por consenso entre os resultados médios considerados estatisticamente válidos apresentados pelos participantes, ou seja, resultados médios que se situavam dentro da faixa de 50% da mediana.

O tratamento estatístico adotado para determinar o valor designado ( $X$ ) foi a média robusta calculada de acordo com o algoritmo A, descrito na norma ISO 13528:2005, e a incerteza padrão do valor designado foi estimada por meio da Equação 1.

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



Onde:  $s^*$  é o desvio padrão robusto, adotado para avaliação de proficiência, calculado de acordo com o Algoritmo A, descrito na norma ISO 13528:2005, e  $p$  é o número de laboratórios participantes da rodada que apresentaram resultados estatisticamente válidos.

O Quadro 2 apresenta a avaliação estatística que caracteriza o item de ensaio.

**Quadro 2.** Resumo da avaliação estatística do item de ensaio

Valor designado* ( $X$ , mg/kg)	25,73
Incerteza do valor designado* ( $u_x$ , mg/kg)	0,27
Desvio padrão de proficiência* ( $s^*$ , mg/kg)	1,16
CV(%)	4,5 %
Mínimo	21,80
Q1	24,87
Q3	26,79
Máximo	38,48
IQ	1,92
Amplitude	16,68
Nº de laboratórios	34

\* Valor obtido a partir de 30 resultados considerados estatisticamente válidos

O desempenho de cada laboratório foi avaliado segundo o índice  $z$ , calculado de acordo com a Equação 2.

$$z = \frac{x_i - X}{s^*} \quad \text{(Equação 2)}$$

Onde:  $x_i$  = média dos valores relatados pelo participante  $i$ ;  $X$  = valor designado (média robusta calculada de acordo com o algoritmo A, como descrito na ISO13528);  $s^*$  = desvio padrão para avaliação de proficiência (desvio padrão robusto calculado de acordo com o algoritmo A, como descrito na ISO13528).

Os resultados dos laboratórios 3, 5, 14 e 32 foram previamente excluídos do cálculo do valor designado e do desvio de proficiência por serem considerados *outliers* suspeitos ou extremos, mas foram considerados para fins de avaliação de desempenho.

Os valores médios que estiveram no intervalo de  $Q3+1,5IQ$  e  $Q3+3IQ$  e no intervalo  $Q1-1,5IQ$  e  $Q1-3IQ$ , são considerados suspeitos de serem *outliers* (resultados médios dos laboratórios 3, 5 e 14).

Os valores médios maiores que  $Q3+3IQ$  e menores que  $Q1-3IQ$  são considerados *outliers* extremos (resultados médios do laboratório 32).

Q1 = primeiro quartil, ou seja, o valor que separa um quarto (ou 25%) dos dados ordenados;

Q3 = terceiro quartil, ou seja, o valor que separa três quartos (ou 75%) dos dados ordenados;

IQ = intervalo interquartil (Q3-Q1).

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.

O Quadro 3 apresenta as respectivas avaliações de desempenho expressas através do índice z, dos 34 laboratórios participantes e a Figura 2 apresenta gráfico com os resultados do índice z e posição do laboratório frente ao intervalo de aceitação.

**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	0,695	desempenho satisfatório
2	-0,750	desempenho satisfatório
3*	5,448	desempenho insatisfatório
4	-0,905	desempenho satisfatório
5*	3,641	desempenho insatisfatório
6	0,250	desempenho satisfatório
7	0,506	desempenho satisfatório
8	0,425	desempenho satisfatório
9	0,716	desempenho satisfatório
10	1,213	desempenho satisfatório
11	-0,816	desempenho satisfatório
12	-0,342	desempenho satisfatório
13	-0,342	desempenho satisfatório
14*	-3,388	desempenho insatisfatório
15	2,267	desempenho questionável
16	-0,310	desempenho satisfatório
17	1,241	desempenho satisfatório
18	0,101	desempenho satisfatório
19	-2,112	desempenho questionável
20	1,353	desempenho satisfatório
21	0,948	desempenho satisfatório
22	-0,451	desempenho satisfatório
23	-0,118	desempenho satisfatório
24	-0,968	desempenho satisfatório
25	-0,733	desempenho satisfatório
26	-0,109	desempenho satisfatório
27	0,805	desempenho satisfatório
28	-2,963	desempenho questionável
29	-0,931	desempenho satisfatório
30	-0,534	desempenho satisfatório
31	1,431	desempenho satisfatório

32*	10,995	desempenho insatisfatório
33	-0,040	desempenho satisfatório
34	-0,851	desempenho satisfatório

\*Laboratórios que apresentaram resultados considerados estatisticamente inválidos.

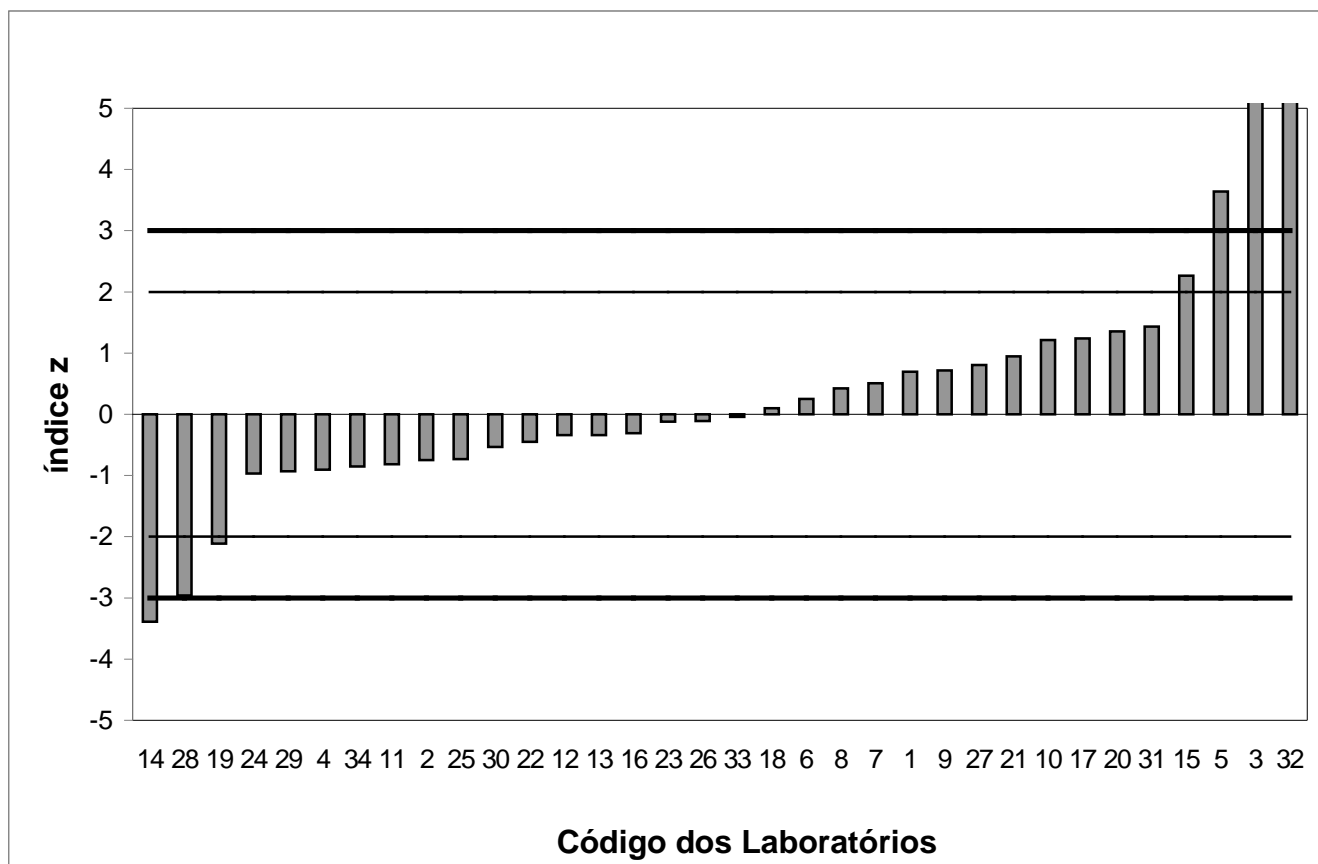


Figura 2. Gráfico de desempenho dos laboratórios participantes - PEP Iodo em Sal, segundo índice z.

Por meio da análise do Quadro 3 e da Figura 2, verifica-se que nesta rodada, para um total de trinta e quatro laboratórios que reportaram seus resultados, 27 apresentaram desempenho satisfatório (79%), 3 desempenho questionável (9%), e 4 apresentaram desempenho insatisfatório (12%). 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 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, se possível, na mesma faixa de trabalho, organizadas, principalmente, por provedor que atenda aos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043.

## 9. COMENTÁRIOS GERAIS E SUGESTÕES

Algumas informações adicionais, além dos resultados, foram requisitadas aos participantes, tais como: limite de quantificação (LQ), incerteza expandida (U), exatidão, método/técnica, referência, modificações, validação, acreditação, princípio do método, massa de amostra, acidificação utilizada 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).

Através das informações fornecidas pelos laboratórios observa-se que 85% (29) utilizaram o método descrito pelo Instituto Adolfo Lutz nos Métodos físico-químicos para análise de alimentos (2005), 9% (3) citaram Procedimentos Operacionais Padronizados internos, 3% (1) referendou o Programa de Combate ao Bócio Endêmico (INAN/MS, 1989) e 3% (1), não citou a metodologia utilizada.

Um laboratório descreve ter metodologia validada, e apresenta os parâmetros de validação requisitados no Formulário de registro de resultados (LQ; Exatidão em % de Recuperação). Outros três laboratórios reportaram não ter metodologia validada, sendo que um deles apresentou todos os parâmetros requisitados no Formulário de registro de resultados (LQ; Exatidão em % de Recuperação), inclusive o valor da Incerteza de medição; outro laboratório apresentou apenas Exatidão em % de Recuperação e o terceiro apenas Limite de Quantificação. Um dos laboratórios descreve ter metodologia validada, mas não apresenta nenhum dos parâmetros de validação requisitados no Formulário de registro de resultados.

Entre os cinco laboratórios que citaram ter método validado ou apresentaram algum dos parâmetros de validação, todos apresentaram desempenho satisfatório.

Todos os demais 29 laboratórios não descreveram ter metodologia validada e nenhum notificou ter o ensaio acreditado.

A maioria dos laboratórios, 32 (94%), utilizou ácido sulfúrico para acidificação da solução contendo a amostra, como determinam as metodologias. Vinte e dois laboratórios (65%) utilizaram a concentração de 0,5M e 8 (23%), a concentração de 1N, entretanto, as duas concentrações são equivalentes. Dois laboratórios (6%) 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. Os resultados apresentados por estes laboratórios não demonstraram terem sido comprometidos pela concentração, pois apresentaram desempenho satisfatório, situando-se dentro da faixa de  $|z| \leq 2$ .

Dois laboratórios (6%) assinalaram não utilizar ácido na realização do ensaio, contudo a acidificação da amostra é etapa fundamental do método para liberação do iodo, possibilitando sua reação com o tiosulfato de sódio. Estes laboratórios também apresentaram desempenho satisfatório, entretanto, haveria necessidade de verificação de erros no preenchimento deste item no Formulário de registro de resultados.

Nenhum laboratório alegou modificação no método, porém um laboratório participante descreveu uso de água ultrapura gelada, que não consta do método original. O mesmo apresentou desempenho satisfatório, próximo a outros laboratórios que utilizaram metodologia sem alteração.

Dos 34 laboratórios participantes, 29 (85%) realizam a determinação de iodo em sal na sua rotina de trabalho; 4 laboratórios (12%) esporadicamente e um laboratório (3%) não descreveu a frequência da utilização desta metodologia. Entre os quatro laboratórios que apresentaram desempenho insatisfatório, dois utilizam este método esporadicamente.

Somente um laboratório assinalou a participação em Programas de Comparação Interlaboratorial (PEP - Rodada 2/2002 e PEP - Rodada 3/2003 do Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde - INCQS). Isto reforça a necessidade da oferta de Programas de Comparação Interlaboratorial de Iodo em Sal, com maior frequência, a fim de garantir a confiabilidade dos resultados que subsidiam os Programas Nacionais de Monitoramento de Iodo em Sal.

## **10. RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES – ATENDIMENTO AO PARTICIPANTE**

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 (que acompanha este relatório) e enviar à coordenação do programa, para o email: [provedor\\_alimentos@ial.sp.gov.br](mailto: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 final.

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. REFERÊNCIAS

- ABNT ISO Guia 34. Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. 2012. 41p.
- 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](http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/CT/ProtocoloHarmonizado.pdf).

## ANEXOS

### Anexo A. Relação dos laboratórios participantes

Bioagri – Laboratório Físico-químico – PR

COVISA/PMSP - Laboratório de Controle de Qualidade em Saúde da Prefeitura Municipal de São Paulo

Hidrolabor – Laboratório Físico-químico – SP

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 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

IFSC SMO/ Instituto Federal de Santa Catarina - Campus de São Miguel do Oeste

ITAL Instituto de Tecnologia de Alimentos - 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 MG – Laboratório de Saúde Pública de Minas Gerais/ Fundação Ezequiel Dias

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

Lacen MT – Laboratório de Saúde Pública do Mato Grosso

Lacen PB – Laboratório de Saúde Pública da Paraíba

Lacen PE – Laboratório de Saúde Pública de Pernambuco

Lacen RJ – Laboratório de Saúde Pública do Rio de Janeiro/ Noel Nutels

Lacen RR – Laboratório de Saúde Pública de Roraima

Lacen RS/ Fepps-IPB – Laboratório de Saúde Pública de Rio Grande do Sul

Lacen SC – Laboratório de Saúde Pública de Santa Catarina

Lacen TO – Laboratório de Saúde Pública do Tocantins

TECAM Tecnologia Ambiental – Laboratório FQ – Alimentos (São Paulo – SP)

TECPAR – Instituto de Tecnologia do Paraná – Centro de Ensaio Tecnológicos – LABAM –  
Laboratório de Alimentos e Medicamentos (Curitiba – PR)



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

<b>Código laboratório</b>	<b>Método/Técnica</b>	<b>Referência</b>	<b>Volume/ Concentração do ácido sulfúrico</b>	<b>Metodologia usada na rotina</b>	<b>Metodologia usada esporadicamente</b>	<b>Participação em PEP anterior</b>	<b>Comentário</b>
01	Titulação iodométrica	1	5mL/ 1N		X		
02	Titulação iodométrica	1 Determinação de Iodo em Sal. In: MANUAL da Qualidade. Rio de Janeiro: INCQS/FIOCRUZ.	5 mL/ 1N	X			LQ = 2 mg/kg Incerteza = 0,4 mg/kg Exatidão = 95,6%
03	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M		X		
04	–	–	5 mL/ 0,5 M	X			
05	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 1 N	X			
06	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			
07	Titulação iodométrica	Determinação de Iodo em Sal. In: MANUAL da Qualidade. Rio de Janeiro: INCQS/FIOCRUZ	5 mL/ 1 N	X			LQ = 5 mg/kg Exatidão = 97% Método validado
08	Titulação iodométrica	1	0,5 M	X			
09	Titulação iodométrica	POP Determinação de Iodo em Sal . Rio de Janeiro.2010. INCQS/ FIOCRUZ.	1 M	X			

Relatório Final do Programa de Ensaio de Proficiência – PEP Iodo em Sal – Rodada 01- junho 2014

10	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			
11	Titulação iodométrica	2	5 mL/ 0,5 M	X			
12	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			Água ultrapura gelada
13	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			
14	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			
15	Titulação iodométrica	1	0,5 M	X			
16	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			
17	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			
18	Titulação iodométrica	1	Não realizado	X			
19	Titulação iodométrica	Ministério da Saúde / Instituto Nacional de Alimentação e Nutrição (INAN). <i>Programa de Combate ao Bócio Endêmico</i> . Brasília, 1989.	1 N	X			
20	Titulação iodométrica	1	0,5 mol/L	X			LQ = 0,01 mg/kg
21	Titulação iodométrica	2	5 mL/ 1N	X			
22	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			
23	Titulação	1	0,5 M		X		

Relatório Final do Programa de Ensaio de Proficiência – PEP Iodo em Sal – Rodada 01- junho 2014

	iodométrica						
24	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			Método Validado
25	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			
26	Titulação iodométrica	1	1 N	X			
27	Titulação iodométrica	2	5 mL/ 0,5 M	X			
28	Titulação iodométrica	1	1 N	X			EP/INCQS 2/02 EP/INCQS 3/03
29	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 1 M	X			
30	Titulação iodométrica	1	Não realizada	X			
31	Titulação iodométrica	2	5 mL/ 0,5 M				
32	Titulação iodométrica	2	5 mL/ 0,5 M		X		
33	Titulação iodométrica	1	0,5 M	X			Exatidão = 98%
34	Titulação iodométrica	1	5 mL/ 0,5 M	X			

1 Métodos físico-químicos para análise de alimentos, Técnica 383/IV, 4ª edição , Instituto Adolfo Lutz, 2005, p.721-22.

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