



Relatório Final do Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) para determinar Fibra Alimentar em Aveia em Flocos Finos - Rodada 01 / 2015

ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO

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

COORDENADORES DO PROGRAMA

Coordenador Técnico: Maria Lima Garbelotti
Coordenador Técnico Substituto: Maria Auxiliadora de Brito Rodas
Endereço: Avenida Doutor Arnaldo, nº 355 – Cerqueira César - São Paulo, SP – CEP: 01246-000
Tel: (11) 3068-2936 / 3068-2933
E-mail: provedor_alimentos@ial.sp.gov.br

APOIO: Rede Nacional de Análises de Alimentos (RENALI) / Sistema Brasileiro de Tecnologia (SIBRATEC) / Agência Brasileira de inovação (FINEP) / Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação



SECRETARIA DE ESTADO
DA SAÚDE DE SÃO PAULO





SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	3
2.	OBJETIVOS	4
3.	ESCOPO	5
4.	EQUIPE TÉCNICA	5
5.	PARTICIPAÇÃO	5
6.	CONFIDENCIALIDADE	5
7.	ITEM DE ENSAIO	6
8.	TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE	6
	8.1. Homogeneidade	6
	8.2. Estabilidade	6
9.	ANALISE DE RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO DE LABORATÓRIOS	7
	9.1. Resultados dos laboratórios	7
	9.2. Desempenho dos laboratórios	8
10.	COMENTÁRIOS GERAIS E SUGESTÕES.....	10
11.	RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES	13
12.	REFERÊNCIAS	13
13.	ANEXOS	14
	ANEXO A – Relação dos laboratórios participantes do PEP	15
	ANEXO B – Informações adicionais dos laboratórios sobre detalhes da metodologia utilizada ..	16



1. INTRODUÇÃO

O Instituto Adolfo Lutz (IAL), Laboratório Central de Saúde Pública e Instituto de Pesquisa da Secretaria de Estado da Saúde de São Paulo têm contribuído com a promoção da saúde da população com geração de conhecimento, além de produção de bens e serviços no âmbito de sua competência. Busca a melhoria contínua do serviço com rigor científico, estabelece como prioridade a qualidade e cumpre com os critérios descritos nas normas 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). Alguns aspectos da atividade têm como base o IUPAC/ISO/AOAC Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaios de Proficiência de Laboratórios Analíticos (Químicos), ISO 13528 (*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*) e ABNT ISO Guia 35 (Materiais de Referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação).

O Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) para determinar a Fibra Alimentar em Aveia em Flocos Finos vem oferecer uma ferramenta metrológica para a avaliação de desempenho de laboratórios. A participação do laboratório propicia evidência de obtenção de resultados confiáveis, possibilidade de tomada de ações corretivas e/ou preventivas, 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 dos seus resultados de ensaios, em nível nacional e internacional.

Desde a década de 1960 é reconhecido o interesse no papel da fibra alimentar (FA) na área da nutrição e da saúde humana. Muitos estudos epidemiológicos sobre seus possíveis efeitos benéficos à saúde demonstram, além da diminuição de incidência de hiperlipidemias (aumento da taxa de gordura circulante no sangue, principalmente o colesterol e triglicérides) e doença cardíaca coronária, uma importância considerável no tratamento da prevenção de diverticulite, constipação intestinal, hemorroidas, diabetes Mellitus e câncer de cólon do intestino. Estes compostos constituem um conjunto de substâncias derivadas de vegetais que são resistentes à digestão e absorção no intestino delgado, com fermentação completa ou parcial no intestino grosso (Mattos e Martins, 2000; Menezes e Giuntini, 2008).

As fibras alimentares também têm sido relacionadas a um papel coadjuvante no controle do sobrepeso e obesidade, devido à sensação de saciedade que elas promovem (Rique *et al.*, 2002). Entretanto, é importante conhecer o tipo de fibra presente em cada alimento porque embora hajam efeitos fisiológicos relacionados com a FA total, existem outros efeitos, como a redução da



colesterolemia e da glicemia, que têm sido mais relacionados com a fração solúvel da fibra (Callegaro *et al.*, 2005).

As fibras alimentares são classificadas em fibras solúveis e insolúveis, conforme a solubilidade de seus componentes na água. Nas fibras solúveis está inclusa a maior parte das pectinas, gomas, mucilagens e certas hemiceluloses, sendo encontradas nos legumes, na aveia e em algumas frutas. Estas fibras formam géis em contato com água, aumentando a viscosidade dos alimentos, sendo parcialmente digeridos no estômago. As fibras insolúveis são constituídas de celulosas, algumas pectinas e grande parte das hemiceluloses e lignina, que estão presentes nos derivados de grãos inteiros, como farelos e verduras. Elas permanecem intactas através do trato gastrointestinal (Mattos e Martins, 2000; Rique *et al.*, 2002; Moraes e Colla, 2006).

Diretrizes nacionais do Ministério da Saúde para prevenção das doenças crônicas não transmissíveis (DCNT) da população recomendam uma ingestão diária de 25 gramas de FAs provenientes da dieta (Menezes e Giuntini, 2008). Todavia, no Brasil, há escassez de publicações científicas que informam a quantidade de fibras alimentares consumida pela população (Mattos e Martins, 2000). Além disto, há necessidade de monitoramento nos laboratórios das concentrações de FA informadas nas tabelas de informação nutricional dos rótulos de alimentos industrializados.

Este cenário apresentado demonstra a importância de um controle analítico cada vez mais eficiente e com resultados confiáveis sobre os teores de fibra alimentar contidos nos alimentos processados que são oferecidos no comércio à população brasileira.

2. OBJETIVOS

Os objetivos da Rodada 01/2015 do PEP foram os seguintes:

- Oferecer um PEP nacional para determinar os teores de fibra alimentar em aveia em flocos finos, utilizando metodologia de rotina do laboratório;
- Contribuir para o aumento da confiabilidade dos resultados das medições de laboratórios participantes que analisem fibra alimentar em alimentos;
- Permitir a avaliação do desempenho deste laboratório 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 acreditação dos laboratórios participantes junto à Coordenação Geral de Acreditação (CGCRE, do INMETRO).



3. ESCOPO

Oferecer um Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) para a determinação quantitativa de fibra alimentar em aveia em flocos finos, cuja faixa de concentração está compreendida entre 5 e 20 gramas por 100 gramas (g/100g) do produto.

4. EQUIPE TÉCNICA

Maria Lima Garbelotti – Coordenadora – Pesquisadora Científica – IAL (Centro de Alimentos)

Maria Auxiliadora de Brito Rodas – Sub-coordenadora – 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)

Edson Marciano – Agente Técnico de Saúde – IAL (Centro de Alimentos)

Deonice Benedita Araújo – Auxiliar de Laboratório – IAL (Centro de Alimentos)

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

Jéssica Veridiana Gonçalves Santiago – Bolsista PAP (Centro de Alimentos)

Alice Momoyo 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)

5. PARTICIPAÇÃO

Participaram da Rodada 01/2015 do PEP - Fibra Alimentar em Aveia em flocos finos, organizado pelo Instituto Adolfo Lutz, 15 laboratórios nacionais legalmente constituídos, públicos e privados, que determinam na sua rotina de laboratório os teores de FA em alimentos.

6. CONFIDENCIALIDADE

A coordenação do PEP assume compromisso de manter a confidencialidade das informações fornecidas pelos laboratórios, incluindo sua identificação, resultados obtidos e desempenhos. Poderá divulgar os resultados obtidos em eventos e revistas científicas, respeitando-se a confidencialidade do laboratório. Em circunstâncias excepcionais, por solicitação de autoridades regulamentadoras ou



de acreditação, poderá fornecer estes resultados, porém os laboratórios envolvidos serão notificados sobre esta ação.

7. ITEM DE ENSAIO

O item de ensaio constou de uma amostra de marca comercial de aveia em flocos finos (concentração de fibra alimentar compreendida entre 5 e 20 gramas/100gramas), misturada em homogeneizador em Y (28 rpm por 30 min) e tamisada (*mesh* 20). Depois, foi transferida para uma embalagem de acondicionamento laminada *stand up* fechada a vácuo e lacrada, com capacidade aproximada de 25 gramas do produto.

8. TESTE DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

Foram realizados testes de homogeneidade e estabilidade dos itens de ensaio utilizando o método enzimático-gravimétrico para determinar fibra alimentar, descrito em “Métodos físico-químicos para análises de alimentos, IV Ed., IAL, Brasília: ANVISA, 1018p., 2005” (Mét./Téc. 045/IV). Os resultados analíticos foram obtidos pelo Núcleo de Química, Física e Sensorial do Centro de Alimentos e as análises estatísticas realizadas pelo Centro de Materiais de Referência, do Instituto Adolfo Lutz.

8.1. Homogeneidade

O teste de homogeneidade foi realizado em 10 unidades do item de ensaio, de um total de 60, selecionadas aleatoriamente. Os ensaios foram realizados em duplicata, em ordem aleatória, sob condições de repetibilidade. Neste teste foram seguidos critérios descritos no Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaios de Proficiência de Laboratórios Analíticos (Químicos) da IUPAC/ISO/AOAC. Os resultados obtidos indicaram que os itens de ensaio se apresentaram suficientemente homogêneos para a finalidade proposta.

8.2. Estabilidade

O teste de estabilidade de curta duração foi realizado à temperatura de 35°C e o de longa duração à 25°C, aproximadamente. Para o estudo de curta duração, 2 (duas) embalagens foram selecionadas aleatoriamente e analisadas a cada 3 dias, em triplicata, sob condições de repetibilidade. Pela análise de regressão linear simples verificou-se que os itens de ensaio



permaneceram estáveis nesta temperatura por 9 (nove) dias, sendo que o transporte não ultrapassou este limite de tempo. Para o estudo de longa duração, 2 (duas) embalagens do item de ensaio foram selecionadas aleatoriamente e analisadas em triplicatas, sob condições de repetibilidade. Para o teste foram seguidos critérios descritos na norma ISO 13528. Os resultados obtidos indicaram que os itens de ensaio se apresentaram estáveis durante o período da rodada do PEP.

9. ANÁLISE DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO DOS LABORATÓRIOS

9.1. Resultados dos laboratórios

Participaram do PEP para determinar fibra alimentar em aveia em flocos finos, 15 (quinze) laboratórios (ANEXO A), cujos resultados de ensaios foram enviados ao provedor. Foram registrados pelos laboratórios 04 resultados (quadruplicatas) de FA em formulários, cuja concentração foi expressa em gramas por 100 gramas (g/100g), com duas casas decimais.

Também foram preenchidos campos com informações adicionais referentes à metodologia utilizada pelo participante com citação da referência, validação e acreditação do ensaio, modificação do método, quantidade de amostra utilizada, enzimas, tampões, porosidade do cadinho, auxiliar de filtração, participações em outros PEPs, pontos críticos da metodologia entre outras informações considerada pertinentes pelo provedor (ANEXO B).

O valor designado correspondeu à média robusta dos resultados considerados válidos que foram determinados de acordo com o Algoritmo A, conforme o descrito na ISO 13528:2005 (*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*). O desvio padrão para avaliação da proficiência foi considerado como 10% do valor designado.

Foram considerados resultados inválidos aqueles que estiverem fora do intervalo:

$$Q_1 - 1,5 IQ$$

e

$$Q_3 + 1,5 IQ$$

sendo que,

Q_1 = 1º Quartil (valor que separa 25% dos dados ordenados)

Q_3 = 3º Quartil (valor que separa 75% dos dados ordenados)

IQ = intervalo interquartil ($Q_3 - Q_1$)



Na Tabela 1 consta o resumo da avaliação estatística dos resultados obtidos dos 15 laboratórios participantes da Rodada 01/2015 do PEP para determinar a fibra alimentar em aveia em flocos finos. Observa-se que o valor designado (X) foi de 9,70 g/100g de FA, com um desvio padrão para avaliação de proficiência de 0,97 e coeficiente de variação (CV) de 10%.

Tabela 1. Resumo estatístico dos resultados dos laboratórios para FA (g/100g) - Rodada 01/2015

Resumo estatístico para o item de ensaio	
Valor designado (X)	9,70
Incerteza padrão do valor designado (u_x)	0,56
Desvio padrão para avaliação de proficiência	0,97
Incerteza/Desvio padrão	0,58
Coeficiente de variação (CV%)	10
Valor mínimo	6,37
Valor máximo	18,73
Amplitude	12,37
Nº de laboratórios participantes	15

9.2. Desempenho dos laboratórios

Na Tabela 2 estão os resultados de ensaio para FA e a avaliação de desempenho dos participantes. Pode-se verificar que, do total de 15 laboratórios, 10 (66,7%) obtiveram desempenhos satisfatórios, 2 (13,3%) desempenhos questionáveis e 3 (20%) desempenhos insatisfatórios.

Nesta avaliação de desempenho consideraram-se critérios estabelecidos na norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011, sendo utilizado o índice z ou z-score, cuja interpretação do valor foi:

$|z| \leq 2$ - Desempenho satisfatório

$2 < |z| < 3$ - Desempenho questionável

$|z| \geq 3$ - Desempenho insatisfatório



Tabela 2. Resultado estatístico de desempenho dos laboratórios na Rodada 01/2015 do PEP - Fibra Alimentar em Aveia em flocos finos (g/100g)

Código do laboratório	Resultados de replicatas				Média	Desvio Padrão	Coeficiente de Variação (CV%)	Índice z	Interpretação do Índice z - Desempenho
	1	2	3	4					
1	6,54	6,27	6,31	6,34	6,37	0,12	2	-3,4	insatisfatório
2	8,99	9,05	9,01	9,05	9,03	0,03	0	-0,7	satisfatório
3	14,49	14,65	14,62	14,51	14,57	0,08	1	5,0	insatisfatório
4	10,83	11,51	10,70	11,62	11,17	0,05	4	1,5	satisfatório
5	10,82	11,97	12,75	14,10	12,41	1,38	11	2,8	questionável
6	9,97	9,18	9,38	9,16	9,42	0,38	4	-0,3	satisfatório
7	9,98	10,19	10,15	10,08	10,10	0,09	1	0,4	satisfatório
8	10,92	10,97	10,82	10,97	10,92	0,07	1	1,3	satisfatório
9	7,54	7,79	7,38	7,81	7,63	0,21	3	-2,1	questionável
10	18,32	18,64	18,03	19,93	18,73	0,84	4	9,3	insatisfatório
11	9,61	9,65	9,63	9,61	9,63	0,02	0	-0,1	satisfatório
12	8,54	8,19	9,71	9,17	8,90	0,67	8	-0,8	satisfatório
13	8,62	8,81	9,03	8,40	8,72	0,27	3	-1,0	satisfatório
14	11,71	11,66	11,07	10,70	11,29	0,49	4	1,6	satisfatório
15	11,09	9,12	10,00	9,28	9,87	0,90	9	0,2	satisfatório

O índice z é um importante parâmetro de avaliação de desempenho dos laboratórios, porém cada participante de um programa de ensaio interlaboratorial deve avaliar, interpretar os resultados e implementar ações corretivas, caso haja necessidade.



Na Figura 1 podem ser observados os resultados de desempenho obtidos dos 15 laboratórios participantes do PEP, através do gráfico de barras do índice z.

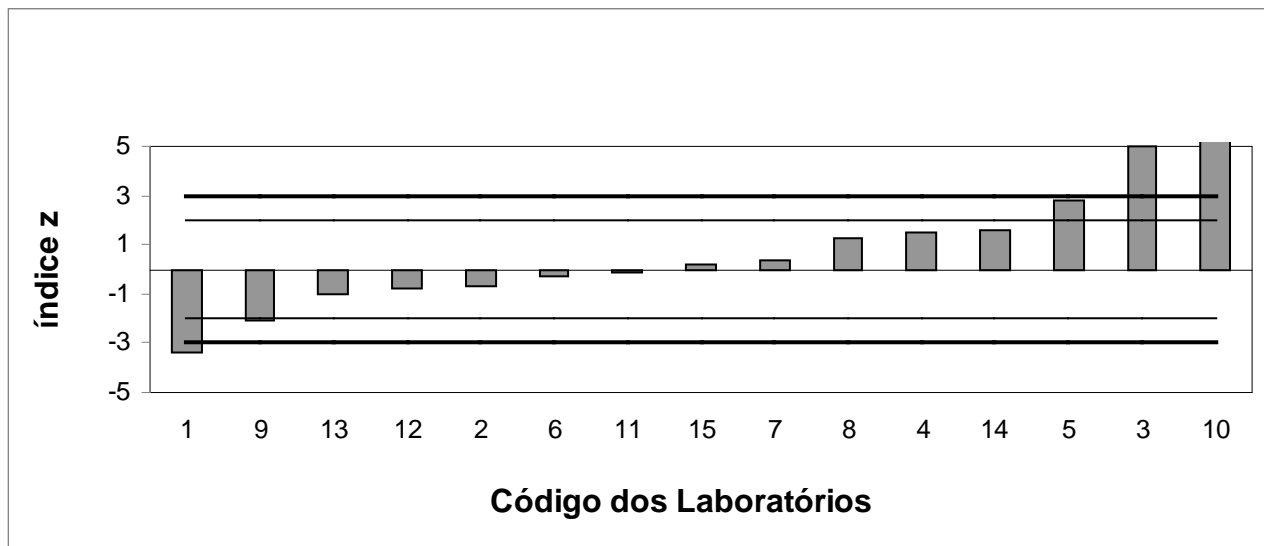


Figura 1. Desempenho dos laboratórios participantes da Rodada 01/2015 do PEP para fibra alimentar em aveia em flocos finos, segundo o índice z.

10. COMENTÁRIOS GERAIS E SUGESTÕES

No “ANEXO A” encontra-se a relação dos laboratórios participantes do PEP e, no “ANEXO B”, todas as informações adicionais solicitadas pelo provedor.

Todos os participantes utilizaram o método Enzimico-gravimétrico para determinar os teores de fibra alimentar no item de ensaio (ANEXO B). Entretanto, a referência citada para o método variou entre os 15 laboratórios, tendo sido reportada pela maioria (93,3%) a AOAC (*Association of Official Analytical Chemists*). Um (6,7%) laboratório mencionou utilizar a metodologia descrita em AACCI (*American Association of Cereal Chemists International*). O ensaio para determinar FA é realizado na rotina de trabalho de 86,6% dos laboratórios.

Seis (40%) laboratórios informaram o limite de quantificação (LQ), a incerteza expandida (U) e o fator de abrangência (K) do método, contudo um deles está com desempenho insatisfatório. Quanto à exatidão do método, 2 (13,3%) citaram os valores (86,98 e 119 %) e ambos estão com desempenho satisfatório. Tem o ensaio validado 5 (33,3%) participantes e 4 (26,7%) o ensaio



acreditado. Para garantir a qualidade dos resultados de ensaio é primordial o uso de metodologia validada/verificada e controle interno (CQ) sob a operação rotineira.

Quatro (26,7%) laboratórios modificaram a metodologia analítica. Entre as modificações citadas constam: quantidades de enzimas (2), remoção da gordura pela lavagem do resíduo com acetona e éter do petróleo (1) e substituição do auxiliar de filtração celite pela lã de vidro (1).

A maioria (73,3%) utiliza as enzimas alfa-amilase, protease e amiloglicosidase, sendo que 2 (13,3%) participantes mencionaram o uso de Kit e 2 (13,3%) citaram as enzimas termamyl, alcalase e amiloglicosidade. O tipo e as quantidades de enzimas utilizadas pelos participantes indicaram não haver impactado nos resultados.

As variações com relação à porosidade do cadinho (40-60 μm e 40-100 μm), o auxiliar de filtração (celite, lã de vidro e óxido de alumínio) e o tipo de tampão (MES/TRIS e fosfato), pode ser que não tenha causado interferências nos resultados obtidos dos laboratórios.

O uso do tampão MES/TRIS é mais rápido e econômico porque há a eliminação de uma etapa de acerto de pH e o volume da enzima amilase é reduzido pela metade. Com isto há um menor volume do hidrolisado, sendo necessário uma quantidade inferior do reagente álcool etílico 95%, responsável pela precipitação da fibra solúvel.

A etapa de filtração é menos lenta utilizando o auxiliar lã de vidro, comparado ao celite, porém é necessário tomar os devidos cuidados na preparação do cadinho para evitar perda de resíduo de fibra. A lã de vidro pode acarretar desconforto em certas pessoas (coceiras), porque no momento do manuseio há pulverização de partículas minúsculas que contaminam o ambiente. Um dos participantes mencionou como ponto crítico trabalhar com lã de vidro.

Uma questão importante a ser considerada nesta metodologia é a determinação do branco dos reagentes, da proteína e das cinzas que são descontados do resíduo total, para o cálculo da FA. Estes valores poderão ser impactantes no resultado do teor de fibra, caso ocorra uma sub ou superestimação dos mesmos. Todos os laboratórios afirmaram ter realizado os devidos ensaios para fins de cálculo da concentração de FA.

A maioria dos laboratórios informou que a pesagem da amostra foi realizada no momento da abertura da embalagem. O valor da pesagem foi igual para todos os participantes (cerca de 1,0 grama), sendo que um deles mencionou a pesagem como ponto crítico (diferença entre as quadruplicatas inferior a 20 mg).



As etapas de pesagens e tratamento prévio da amostra são parâmetros importantes e considerados críticos; se forem realizados inadequadamente podem comprometer a quantificação da fibra alimentar na matriz.

Alguns participantes realizaram tratamento prévio da amostra como tamisação e extração da gordura. Devido a matriz apresentar parte das fibras com tamanho superior a 0,5 mm, o provedor realizou peneiramento utilizando tamis *mesh* 20, a fim de evitar perda de fibras. Não sendo, portanto, necessário se efetuar outra tamisação. A etapa de pré-tratamento (extração da gordura) antes de realizar a hidrólise enzimática é necessária dependendo do tipo de matriz, principalmente para facilitar a eficiência deste tratamento. Entretanto, no caso da aveia, que contém baixo teor de gordura, é desnecessário desengordurar a amostra.

Algumas fontes de erro podem ocorrer durante as distintas etapas do procedimento analítico, sendo citados pelos laboratórios participantes, como pontos críticos: ajustes ou acertos de pH da solução tampão e da solução de hidrolisado (33,3%); controle da temperatura e tempo no banho-maria durante o tratamento enzimático (26,7%); pesagem da amostra, transferência ou perda (20%) e outros (26,7%), como a quantidade de enzimas, filtração, auxiliar de filtração (trabalho com lã de vidro) e granulometria. Um participante citou também como ponto crítico a digestão da proteína.

Seis (40%) laboratórios informaram sua participação em PEPs anteriores para determinar FA (biscoito, mistura à base de flocos de milho e à base de farinha de trigo) realizados por outros organismos. Entretanto, nenhum deles citou um PEP utilizando como matriz a aveia em flocos finos. Os 3 (20%) laboratórios que obtiveram desempenhos insatisfatórios estavam participando de um PEP para fibra alimentar pela primeira vez e, isto, vêem indicar a necessidade de uma maior oferta de programas interlaboratoriais para assegurar a confiabilidade dos resultados que possam subsidiar os Programas Nacionais de Monitoramento de Alimentos, especialmente os que se relacionam com os teores de fibra alimentar.

É importante que os laboratórios também avaliem outras dificuldades que possam ocasionar erros analíticos, como os seguintes: capacitação e treinamento do analista; condições dos equipamentos de medição, não calibrados ou aferidos; metodologia inadequada ou não validada/verificada para o analito e matriz em questão. Após efetuar todas as verificações e ações corretivas, preventivas ou de melhoria pertinentes, recomenda-se participação em outras rodadas de PEP com a mesma matriz e, se possível, na mesma faixa de trabalho, organizadas por provedor que atenda aos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043.



11. RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES

O PEP tem políticas e procedimentos que permitem tratamento e soluções das contestações e reclamações com relação à avaliação de desempenho do laboratório, utilizando as informações reportadas no formulário de sugestões, esclarecimentos e apelações enviadas pelo participante. O provedor se compromete a corrigir prontamente qualquer equívoco cometido. Caso haja dúvidas, entrar em contato por e-mail (provedor_alimentos@ial.sp.gov.br). Todas reclamações, contestações e apelações são analisadas e, quando pertinentes, incluídas no relatório final. O provedor busca avaliar laboratórios, tanto positiva quanto negativa, com o objetivo de aperfeiçoar o sistema de gestão do programa e os serviços prestados aos clientes. Nada havendo a considerar em relação a reclamações e contestações foi concluído o relatório final.

12. REFERÊNCIAS

AOAC. Official methods of analysis of the AOAC Internation. OMA 18 th. ed. Current Trough Revision 1, 2006. Chapter 32, p.10.

ABNT NBR ISO/IEC 17043 - Avaliação de conformidade - Requisitos gerais para ensaios de proficiência

ABNT NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos gerais para competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração

ABNT ISO Guia 35 - Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para a certificação

ISO 13528 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory

CALLEGARO, MGK et al. Determinação da fibra alimentar insolúvel, solúvel e total de produtos derivados do milho. Rev.Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas, 25(2): 271-274, abr.-jun. 2005.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4ª Ed., Brasília: Ministério da Saúde, Anvisa, 2005, cap. 4, p. 137-160.

MENEZES, EW e GIUNTINI EB. Fibras alimentares. In: Philippi ST, organizadora. Pirâmide dos alimentos: fundamentos básicos da nutrição. Barueri: Manole, p. 341-62, 2008.

MATTOS, LL e MARTINS, IS. Consumo de Fibras alimentares em população adulta. Rev. Saúde Pública. V. 34, nº1., p. 50-55, Fev. 2000.



MORAES, FP e COLLA, LM. Ciência do leite. Alimentos funcionais e seus benefícios para a saúde. Atualizada em 18/11/2012 às 09h30min. [http://cienciaholeite.com.br/noticia/3061/alimentos funcionais e seus benefícios para a saúde](http://cienciaholeite.com.br/noticia/3061/alimentos-funcionais-e-seus-beneficios-para-a-saude).

RIQUE, ABR et al. Nutrição e exercício na prevenção e controle das doenças cardiovasculares. Rev. Bras Med Esporte 2002; 8 (6): 244-54.

THOMPSON, M et al. - Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência de Laboratórios Analíticos (Químicos). Relatório Técnico IUPAC. Pure Appl. Chem., v. 78, p.105-96, 2006.

13. ANEXOS

ANEXO A – Relação dos laboratórios participantes do PEP

ANEXO B – Informações adicionais dos laboratórios sobre detalhes da metodologia utilizada



ANEXO A – Relação dos laboratórios participantes do PEP
(Fibra Alimentar em Aveia em Flocos Finos – Rodada 01/2015)

ALLABOR Laboratórios Ltda. - Departamento de Físico-química de alimentos

ALAC Laboratório Ltda. - Departamento de Físico-química de alimentos

CERELAB Laboratórios Químicos Ltda. - Departamento de Físico-química

CETAL S/C Ltda. - Laboratório Físico-químico

FOOD INTELLIGENCE - Laboratório de Análise de Alimentos Ltda. - Departamento de Físico-química

FUCS - Fundação Universidade Caxias do Sul - Laboratório de Análises e Pesquisa de Alimentos (LAPA)

ILAT - Instituto Latino Americano de Avaliação Tecnológica Ltda. - Departamento de Físico-química

ITAL - Instituto de Tecnologia de Alimentos - Centro de Ciências e Qualidade de Alimentos (CCQA) -
Laboratório de Bioquímica

LABOR TRÊS - Laboratórios e Consultoria Técnica Ltda. - Laboratório de Físico-química

MICROBIAL - Laboratório de Análises Físico-químicas e Microbiológicas Ltda. - Laboratório de Físico-química

TECAM - Tecnologia Ambiental - Laboratório de Físico-química de alimentos

TECPAR - Instituto de Tecnologia do Paraná - Centro de Tecnologia em Saúde e Meio Ambiente -
Departamento de Atividade de Alimento

UFBA - Universidade Federal da Bahia - Faculdade de Farmácia - Departamento de Análises Bromatológicas

UNICAMP - Universidade Estadual de Campinas - Departamento de Tecnologia de Alimentos - Laboratório de
Cereais, Raízes e Tubérculos

USP - Universidade de São Paulo - Laboratório da Faculdade de Ciências Farmacêuticas - Departamento de
Alimentos e Nutrição Experimental



ANEXO B – Informações adicionais dos laboratórios sobre detalhes da metodologia para FA
(Nº e % de respostas afirmativas dos participantes do PEP sobre os questionamentos do provedor)

Método Enzimático-Gravimétrico	Método modificado*	Validação	Acreditação
15 (100%)	4 (26,7%)	5 (33,3%)	4 (26,7%)

LQ	U e K	Exatidão	Uso na rotina de trabalho
6 (40%)	6 (40%)	2 (13,3%)	13 (86,6%)

* Em relação a: quantidade de enzimas; remoção da gordura da amostra pela lavagem do resíduo com acetona (3x10mL) e éter do petróleo (10mL); substituição do auxiliar de filtração “celite” pela “lã de vidro”

LQ: limite de quantificação; U: incerteza expandida; K: fator de abrangência do método

Enzimas			Tampão	
Alfa-amilase, Protease e Amiloglicosidase	Termamyl, Alcalase e Amiloglicosidase	Outros (uso de kit ou não citou)	MÊS/TRIS	Fosfato
11 (73,3%)	2 (13,3%)	2 (13,3%)	8 (53,3%)	7 (46,7%)

Porosidade do cadinho		Auxiliar de Filtração		
40-60 µm	40-100 µm	Celite	Lã de vidro	Óxido de alumínio
11 (73,3%)	4 (26,7%)	9 (60%)	5 (33,3%)	1 (6,7%)

Pontos Críticos da Metodologia	Ajuste ou acerto de pH ou ponto de viragem	5 (33,3%)
	Tempo e Temperatura (°C) do banho-maria (etapa da hidrólise enzimática)	4 (26,7%)
	Pesagem, transferência ou perda da amostra (analito)	3 (20,0%)
	Outros** (enzimas, filtração, trabalho com lã de vidro, granulometria e digestão da amostra)	4 (26,7%)

Participação do laboratório em outro PEP para determinar FA em alimentos***	6 (40%)
--	---------

** Refere-se às citações dos participantes para cada ponto crítico

*** Matrizes citadas: biscoito; mistura à base de farinha de trigo; mistura à base de flocos de milho



Respostas* dos participantes aos questionamentos posteriores do provedor:

1. A pesagem da amostra foi realizada no momento da abertura da embalagem?	Sim	100%
2. Para tomada de ensaio houve algum preparo prévio da amostra (tamisação)?	Não	78,6%
3. Para fins de cálculo do teor de FA da amostra foram determinados e descontados do valor do resíduo total: o branco dos reagentes, o teor de proteínas e o teor de cinzas?	Sim	100%

* Respostas de 14 laboratórios participantes do PEP (ausência de uma resposta)

Referências das metodologias utilizadas pelos laboratórios na determinação da FA	Citações
AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS INTERNATIONAL (AACCI). Approved Methods, St. Paul., 11 th ed., 2010.	1
ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMIST (AOAC). Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 19 ^o Ed., Gaitherburg, v. 1 e v.2, 2012. Method: 991.43 (adaptado).	5
- AOAC, Method: 985.29, 16 th ed., 1997; AOAC, Method: 960.52, 16 th ed., 1997.	1
- AOAC, Method: 955.29, 18 th ed., 2005.	1
- AOAC, Method: 991.43, 19 th ed., 2005.	2
- AOAC, Method: 991.42; 991.43; 992.16; 993.19, 2005	1
- AOAC, Method: 991.43, 18 th ed., 2010.	1
DELWICHE S (ed.). Cereal Foods. In: HORWITS W (ed.). Official Methods of Analysis of AOAC International. 18 th ed., 4 rev. Gaithersburg: AOAC, 2010. Chap. 32. Official Method 991.43 (32.1.17).	1
LATMER JR, GEORGE W. (Ed.). Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 19 th ed. 2012. gaithersburg, Maryland: AOAC, 2012. Chapter 45, Method 985.29, p. 100-101.	1
LEE SC, PROSKY L, DE VRIES JW (1992). Determination of total, soluble and insoluble dietary fiber in foods. Enzymatic-gravimetric methods, Mes-Tris Buffer: collaborative study. Journal of AOAC International, 75(3), p. 395-416.	1