



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 DE SACAROSE  
EM ALIMENTO ACHOCOLATADO EM PÓ – PEP SACAROSE**

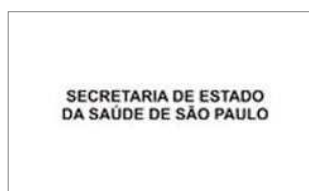
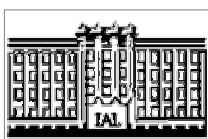
**RODADA 01 – 2014**

**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](http://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 – Pacaembu.  
São Paulo, SP – CEP: 01246-000  
Tel: (11) 3068-2936 / 2933  
E-mail: [provedor\\_alimentos@ial.sp.gov.br](mailto:provedor_alimentos@ial.sp.gov.br)



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



## **EQUIPE TÉCNICA**

Maria Lima Garbelotti – 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)

Anita Akiko Takahashi – Bolsista CNPQ (Centro de Alimentos)

Luciana de Oliveira – Bolsista CNPQ (Centro de Alimentos)

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

Deonice Benedita Araújo – Auxiliar de Laboratório – IAL (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)

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO .....	4
2.	OBJETIVOS .....	5
3.	ESCOPO .....	5
4.	PARTICIPAÇÃO .....	5
5.	CONFIDENCIALIDADE .....	5
6.	ITEM DE ENSAIO .....	6
7.	TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE .....	7
	7.1 Homogeneidade .....	7
	7.2 Estabilidade .....	7
8.	ANÁLISE DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS LABORATÓRIOS.....	8
9.	COMENTÁRIOS GERAIS E SUGESTÕES.....	11
10.	RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES – ATENDIMENTO AO PARTICIPANTE .....	12
11.	REFERÊNCIAS .....	12
	ANEXOS .....	14
	ANEXO A. Informações individuais dos laboratórios participantes do PEP Sacarose Rodada 01/2014 sobre detalhes do método/técnica utilizado para o item de ensaio .....	14
	ANEXO B. Percentagem de laboratórios segundo informações prestadas sobre a técnica analítica .....	15

## 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, estabelecendo como prioridade a qualidade e cumprindo 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 Provedor do Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) para Sacarose em Alimento Achocolatado em pó tem por objetivo oferecer uma ferramenta metrológica para avaliação de desempenho de laboratórios. A participação propicia evidência de obtenção de resultados confiáveis, possibilidade de adoção 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 de resultados de ensaios, em nível nacional e internacional.

Por conter alto teor de sacarose, deve ter sua composição monitorada continuamente, uma vez que existe a preocupação governamental quanto ao excessivo consumo de açúcar pela população e, principalmente, devido ao aumento da obesidade entre o público infantil e juvenil.

Nas últimas décadas, a ingestão de alimentos processados adicionados de açúcar tem sido objeto de estudo devido a evidências científicas de que o consumo excessivo contribui para o alto peso da população, comprometendo também a qualidade da dieta, pela redução da ingestão de alimentos ricos em outros nutrientes (COLUCCI *et al.*, 2011). Em 2003, o consumo máximo de açúcar teve limite fixado pela Organização Mundial de Saúde (OMS), em 10% do Valor Energético Total (VET) da dieta, valor este, também preconizado pelo Ministério da Saúde através do Guia Alimentar (BRASIL, 2005).

Por outro lado, o consumo de alimentos à base de cacau (*Theobroma cacao L*) tem sido recomendado por especialistas por conter flavonóides, componentes benéficos à saúde (CHAGAS; GEDIEL, 2007). Relatos da literatura (SHRIME *et al.*, 2011; ALONSO *et al.*, 2012), apontam sua importância na dieta pela relação com a redução de fatores de riscos associados às doenças crônicas não transmissíveis, entre elas, as doenças cardiovasculares e câncer.

Neste sentido, é importante para os laboratórios que atuam na área de saúde pública, realizar um controle analítico com resultados confiáveis sobre os teores de sacarose adicionados aos alimentos achocolatado em pó que são oferecidos no comércio à população brasileira.

## **2. OBJETIVOS**

- Oferecer um Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) para a determinação do teor de sacarose em alimento achocolatado em pó, utilizando metodologia de rotina;
- Contribuir para o aumento da confiança nos resultados das medições dos laboratórios que analisam sacarose em alimento achocolatado em pó;
- 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**

Oferecer um Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) para a determinação quantitativa de sacarose em alimento achocolatado em pó, cuja faixa de concentração situa-se entre 75 e 95 gramas de sacarose por 100 gramas (g/100g) do produto, abrangendo os níveis de concentrações dos ensaios dos laboratórios que atuam na área analítica de alimentos.

## **4. PARTICIPAÇÃO**

Participaram deste programa, laboratórios públicos e privados do Brasil, legalmente constituídos e que realizam ensaio para determinar sacarose em alimentos. O número de laboratórios participantes do PEP Sacarose – Rodada 01/2014 foi 29 (vinte e nove).

## **5. CONFIDENCIALIDADE**

Todas as informações fornecidas pelo laboratório participante ao provedor foram tratadas de forma confidencial. Estes laboratórios foram identificados por códigos numéricos aleatórios.

O código de identificação foi enviado por e-mail para o responsável pelo laboratório participante e/ou seu substituto. O código foi utilizado como identificação do laboratório no preenchimento do Formulário de registro de resultados.

O provedor poderá divulgar os resultados obtidos pelo programa em eventos e revistas científicas, respeitando-se a confidencialidade de cada laboratório. Em circunstâncias excepcionais, por solicitação de autoridades regulamentadoras ou de acreditação, o provedor poderá fornecer os resultados diretamente às autoridades. Neste caso, esta ação será notificada por escrito aos laboratórios envolvidos. O laboratório enviará um acordo também por escrito.

## 6. ITEM DE ENSAIO

O achocolatado em pó foi adquirido no comércio da cidade de São Paulo, em embalagem original, constando em rotulagem o prazo de validade e o número do lote. Inicialmente, este item de ensaio foi homogeneizado na Empresa TECNAL Ind. Com. Imp. e Exp. de Equip. para Lab. Ltda., por 30 minutos, em homogeneizador em Y, a 28 rpm, sendo transferido para um frasco de polipropileno com tampa rosqueável tipo Falcon. O processo resultou em um lote de 120 itens de ensaio que foram adequadamente armazenados em temperatura ambiente do laboratório.

Posteriormente foram preparados, para cada um dos laboratórios participantes, 01 (um) frasco de polipropileno com tampa rosqueável, tipo Falcon, contendo, aproximadamente, 30 g do item de ensaio. Estes frascos foram identificados com etiquetas constando as seguintes informações: nome do programa (PEP Sacarose), número da rodada/ano (Rodada 01/2014) e uma codificação numérica aleatória de 4 dígitos, conforme demonstrado na Figura 1.



**Figura 1.** Item de ensaio do PEP Sacarose

Os itens de ensaio, assim preparados, foram envoltos em plástico bolha e colocados dentro de envelopes de papel pardos para serem enviados aos laboratórios, via correio.

## 7. TESTE DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

Para verificar a homogeneidade e estabilidade dos itens de ensaio, foram realizados estudos no Núcleo de Química, Física e Sensorial, do Centro de Alimentos, do Instituto Adolfo Lutz, São Paulo. A determinação do analito sacarose foi realizada por titulometria de óxido-redução, conforme *Métodos físico-químicos para análise de alimentos*, IV Edição, INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2005 - Técnicas 038 e 039/IV, com modificações. O provedor efetuou um estudo de estabilidade dos itens de ensaio, durante a rodada realizada pelos laboratórios participantes.

### 7.1 Homogeneidade

Para compor o estudo de homogeneidade entre os frascos, seguiu-se uma amostragem aleatória estratificada, a partir da divisão do lote em 10 estratos de 12 unidades cada, sendo realizado o sorteio de uma unidade em cada estrato, perfazendo um total de 10 unidades. Em cada frasco foi realizada análise em duplicata, em ordem aleatória, sob condições de repetibilidade.

A avaliação estatística de homogeneidade entre frascos seguiu critérios estabelecidos pelo 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 sendo verificados valores discrepantes pelos testes de Grubbs. O item de ensaio apresentou-se suficientemente homogêneo quanto ao teor de sacarose.

### 7.2 Estabilidade

Para avaliar a estabilidade do teor de sacarose em alimento achocolatado em pó durante o transporte foi conduzido um estudo de estabilidade clássico de curta duração. Para isto, dois frascos foram selecionados aleatoriamente e armazenados à temperatura de 35°C por 3, 6, 9, 12 e 15 dias. Eles foram armazenados à temperatura ambiente e analisados semanalmente até o término da rodada, em triplicata e em condições de repetibilidade. Foram consideradas as 20 análises realizadas para avaliar a homogeneidade do material como tempo zero.

Os itens de ensaio foram considerados estáveis à temperatura de 35°C por 15 dias e à temperatura de 25 °C por 64 dias, de acordo com o teste descrito na ISO 13528:2005. Para o estudo de estabilidade de curta duração (transporte) foi verificada a normalidade dos dados pelo teste de *Shapiro-Wilk*, com 95% de confiança. Para o estudo de estabilidade de longa duração (armazenamento) foi verificada a normalidade dos dados pelo teste de *Kolmogorov-Smirnov*, com 95% de confiança. Em ambos estudos foram constatados a presença de valores discrepantes pelos testes de Grubbs, com 95% de confiança; no entanto, não foram excluídos da análise dos dados. Os testes estatísticos foram realizados utilizando a ferramenta Análise de Dados no Microsoft Excel 2010.

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

No **Quadro 1** encontra-se a avaliação estatística dos resultados de sacarose enviados pelos laboratórios, referente à Rodada 01 - 2014 do PEP Sacarose. De modo geral, pôde-se verificar que dos 29 laboratórios participantes, 27 (93%) apresentaram desempenho satisfatório, sendo que somente 2 (7%) tiveram seus resultados questionáveis. Não houve desempenho insatisfatório dos laboratórios participantes desta rodada.

**Quadro 1.** Resultados individuais e estatísticos dos laboratórios participantes do PEP Sacarose Rodada 01 - 2014

Resultados do PEP Sacarose									
Código dos Laboratórios	Técnica analítica	Replicatas			Média	Desvio Padrão	CV (%)	índice z	interpretação do índice z
		1	2	3					
1	titulometria	85,41	85,8	85,75	85,65	0,21	0%	0,3	desempenho satisfatório
2	titulometria	84,94	85,72	85,72	85,46	0,45	1%	0,2	desempenho satisfatório
3	titulometria	78,27	77,33	78,66	78,09	0,68	1%	-1,3	desempenho satisfatório
4	titulometria	84,7	84,06	84,38	84,38	0,32	0%	0,0	desempenho satisfatório
5	titulometria	74,06	73,34	74,31	73,90	0,50	1%	-2,1	desempenho questionável
6	cromatografia	87,84	87,96	87,52	87,77	0,23	0%	0,7	desempenho satisfatório
7	titulometria	78,83	78,83	78,83	78,83	0,00	0%	-1,1	desempenho satisfatório
8	titulometria	79,16	79,16	79,16	79,16	0,00	0%	-1,0	desempenho satisfatório
9	titulometria	80,54	80,52	80,52	80,53	0,01	0%	-0,8	desempenho satisfatório
10	cromatografia	86,9	88,1	86,7	87,23	0,76	1%	0,6	desempenho satisfatório
11	titulometria	81,57	83,06	81,82	82,15	0,80	1%	-0,4	desempenho satisfatório
12	titulometria	85,41	85,12	84,56	85,03	0,43	1%	0,1	desempenho satisfatório
13	titulometria	90,77	90,75	91,75	91,09	0,57	1%	1,3	desempenho satisfatório
14	titulometria	79,2	82	80,6	80,60	1,40	2%	-0,8	desempenho satisfatório
15	cromatografia	93,01	92,68	94,54	93,41	0,99	1%	1,8	desempenho satisfatório
16	titulometria	86,29	86,26	87,8	86,78	0,88	1%	0,5	desempenho satisfatório
17	titulometria	83,71	83,68	83,57	83,65	0,07	0%	-0,1	desempenho satisfatório
18	titulometria	81,87	81,74	81,65	81,75	0,11	0%	-0,5	desempenho satisfatório
19	titulometria	88,2	88,12	87,98	88,10	0,11	0%	0,7	desempenho satisfatório
20	titulometria	86,6	88,6	88,39	87,86	1,10	1%	0,7	desempenho satisfatório



21	titulometria	74,14	86,74	83,58	81,49	6,56	8%	-0,6	desempenho satisfatório
22	titulometria	75,04	74,96	75,31	75,10	0,18	0%	-1,8	desempenho satisfatório
23	titulometria	85,93	85,93	86,82	86,23	0,51	1%	0,4	desempenho satisfatório
24	titulometria	100,65	95,16	98,46	98,09	2,76	3%	2,7	desempenho questionável
25	titulometria	93,21	93,66	94,05	93,64	0,42	0%	1,9	desempenho satisfatório
26	titulometria	87,47	84,73	85,85	86,02	1,38	2%	0,3	desempenho satisfatório
27	titulometria	83,76	83,87	86,91	84,85	1,79	2%	0,1	desempenho satisfatório
28	titulometria	82,89	82,98	83,13	83,00	0,12	0%	-0,3	desempenho satisfatório
29	titulometria	81,89	80,5	81,89	81,43	0,80	1%	-0,6	desempenho satisfatório

O valor designado (84,36 g/100g) foi obtido por consenso entre os resultados médios dos laboratórios participantes desta rodada.

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.

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

**Quadro 2.** Resumo da avaliação estatística do Item de Ensaio do PEP Sacarose (g/100g)

<b>Valor designado (<math>X</math>)</b>	84,36
<b>Incerteza do valor designado (<math>u_X</math>)</b>	1,16
<b>Desvio padrão de proficiência* (<math>s^*</math>)</b>	5,01
<b>CV (%)</b>	6,00%
<b>Valor Mínimo</b>	73,90
<b>Valor Máximo</b>	98,09
<b>Amplitude</b>	24,19
<b>N° de laboratórios</b>	29

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

$$z = \frac{x_i - X}{\hat{\sigma}} \quad \text{(Equação 2)}$$

$x_i$  = média dos valores relatados pelo participante i;

$X$  = valor designado

$\hat{\sigma}$  = desvio padrão para avaliação de proficiência

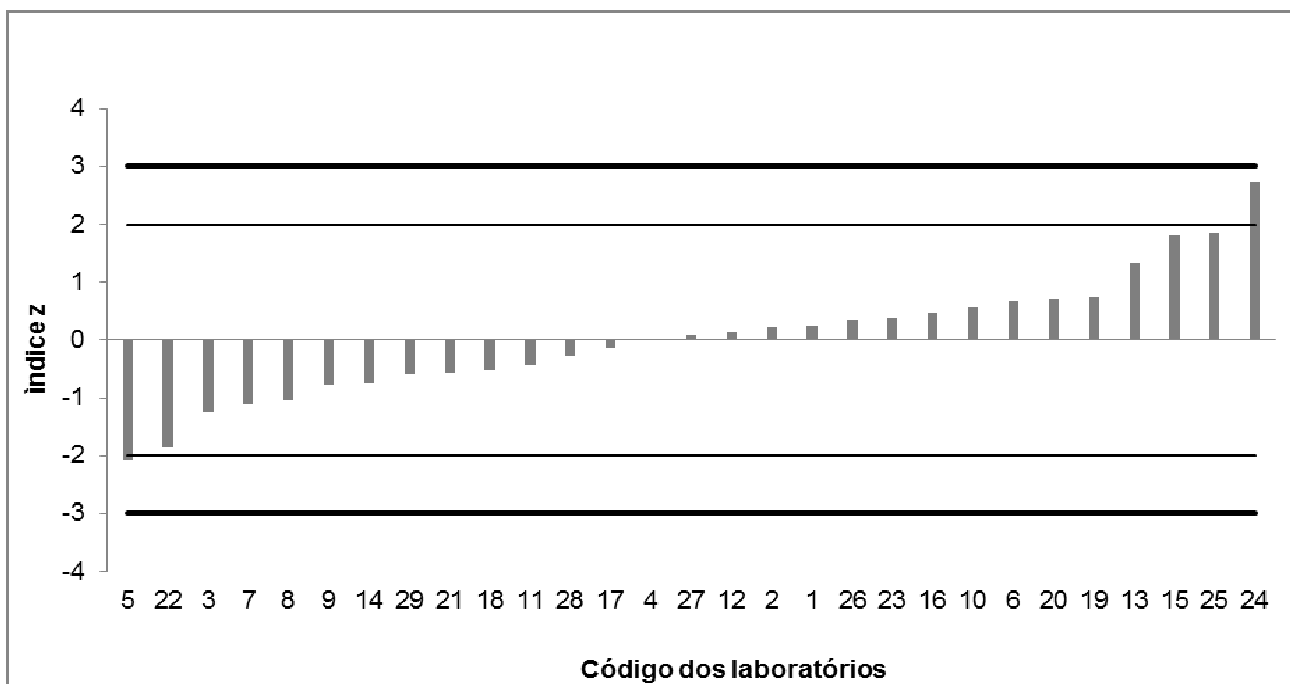
O desempenho dos laboratórios foi avaliado de acordo com a seguinte classificação:

Se  $|z| \leq 2$ , desempenho satisfatório;

Se  $2 < |z| < 3$ , desempenho questionável;

Se  $|z| \geq 3$ , desempenho insatisfatório.

A **Figura 2** apresenta o gráfico com os resultados do índice z e a posição do laboratório frente ao intervalo de aceitação.



**Figura 2.** Gráfico de desempenho dos laboratórios, segundo o índice z

## 9. COMENTÁRIOS E SUGESTÕES

Na Rodada 01/2014 do PEP Sacarose foi solicitada aos laboratórios participantes algumas informações adicionais, além dos resultados obtidos em triplicata para o item de ensaio, tais como: método/técnica, referência, limite de quantificação (LQ), incerteza expandida (U), exatidão, validação, modificações da técnica, princípio do método, massa da amostra, etapa de clarificação, ponto crítico e se houve participações em PEPs anteriores a este. Outras solicitações foram também adicionadas, como por exemplo: volume de diluição do item de ensaio (volume do balão volumétrico), volume de soluções de Fehling (empregado na titulação) e da bureta (capacidade); emprego de indicador (solução de azul de metileno). O sumário de respostas obtidas dos laboratórios encontra-se no Anexo A e no Anexo B.

As referências utilizadas pelos laboratórios foram os descritos pelo IAL/ANVISA (66%), AOAC (13%) e MAPA/LANARA (21 %). Foram constatados baixo número de laboratórios com ensaio validado e acreditado (Anexo B). Somente um laboratório assinalou ter participado de PEP anterior para determinar o analito. Isto vem demonstrar a necessidade de maior oferta de Programas de Comparação Interlaboratorial como este.

A maioria utilizou a técnica analítica da rotina do laboratório, sem modificações. Grande parte fez uso de soluções clarificantes, como ferrocianeto de potássio (6 e 15%) e acetato de zinco (12 e 30%). Dos laboratórios (90%) que utilizaram a técnica titulométrica (com solução de Fehling), 77% afirmaram fazer uso do indicador azul de metileno.

A partir dos resultados apresentados, pode-se observar que dos 6 (21%) laboratórios que não empregaram na titulometria o azul de metileno obtiveram concentração média de sacarose de 91,31g/100g. Entretanto, os laboratórios que utilizaram a mesma técnica com o uso de indicador (77%) encontraram valores inferiores, cuja média foi de 81,86 g/100g. Estes resultados sugerem que a presença do indicador pode ter dificultado a visualização do ponto final da titulação. Os participantes que empregaram a técnica de cromatografia a líquido conseguiram valores médios de 89,50 g/100g. Vale ressaltar que estes valores são mais próximos daqueles obtidos pelos laboratórios que não utilizaram o indicador azul de metileno.

Uma questão importante a ser considerada é a diluição da amostra e o volume da bureta empregada na titulação, pois cada gota de titulante que for adicionada a mais ou a menos no balão contendo a solução de Fehling, poderá ser impactante no resultado do teor da sacarose. Outro ponto crítico do ensaio é a hidrólise da sacarose, pois fatores como tempo e temperatura são importantes para que a reação seja completa. Caso isto não ocorra, a concentração da sacarose poderá ser subestimada. Muitos destes fatores foram mencionados por alguns laboratórios participantes.

Apesar da maioria dos laboratórios ter obtido desempenho satisfatório (93%) e pequeno percentual (7%) desempenho questionável, considerando as observações mencionadas acima, especialmente, quanto ao uso ou não uso do indicador azul de metileno, recomenda-se que cada laboratório participante possa avaliar seus resultados e verificar se as etapas críticas do ensaio foram consideradas.

Sugere-se que verifiquem os seguintes itens: calibração de equipamentos e vidrarias, composição e concentração de reagentes, título da solução de Fehling, pH da solução a ser titulada, diluição da amostra, tempo da titulação (não superior a 3 min) e treinamento do analista.

## 10. RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES – ATENDIMENTO AO PARTICIPANTE

Durante a Rodada 01 do PEP Sacarose, houve comprometimento do provedor no sentido de corrigir qualquer equívoco que tenha sido cometido durante a mesma. Para isto, o laboratório participante poderia tirar dúvidas ou contestar a respeito do tratamento estatístico ou avaliação de desempenho, bem como apresentar suas considerações através do Formulário de sugestões, esclarecimentos e apelações (que acompanhou o relatório preliminar), retornando sua resposta ao provedor ([provedor\\_alimentos@ial.sp.gov.br](mailto:provedor_alimentos@ial.sp.gov.br)).

Não houve apelações e ou sugestões enviadas pelos laboratórios participantes, considerando o período estabelecido no cronograma do protocolo do PEP Sacarose, tendo sido, então, concluídos este relatório final.

## 11. REFERÊNCIAS

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.

ALONSO, A.; FLUENTE, C. de la; BEUNZA, J.J.; SÁNCHEZ-VILLEGAS, A.; MARTÍNEZ-GONZALEZ, M.A.; SÁNCHEZ-VILLEGAS, A. Chocolate consumption and incidence of hypertension. *J. Amer. Heart Assoc.*, Dallas, nov. 14, 2005. Disponível em: <http://hyper.ahajournals.org/content/46/6e21>. Acesso em: 05 nov. 2014.

BRASIL. *Guia Alimentar para a População Brasileira*. Ministério da Saúde, Brasília: Normas e Manuais Técnicos. 236p., 2005. Disponível em: <http://saude.gov.br/bvs> . Acesso em: 05 nov. 2014.

CHAGAS, M; GEDIEL, A. Chocolate: o segredo está na química. *Inform. Cons. Reg. Quím.*, São Paulo, v. 101, p. 4-5, 2007.

COLUCCI, ACA; CESAR, CLG; MARCHIONI, DML; FISBERG, RM. Relação entre o consumo de açúcares de adição e a adequação da dieta de adolescentes residentes no município de São Paulo, *Rev. Nutr.*, Campinas, v. 24, n. 2, p. 219-231, 2011.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos, 4 ed. Brasília: ANVISA/MS, 2005, p. 127-8.

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

SHRIME, MG; BAUER, SR; McDONALD, AC; CHOWDHURY, NH; COLTART, CEM; DING, EL. Flavonoid-rich cocoa consumption affects multiple cardiovascular risk factors in a meta-analysis of short-term studies. *J. Nutr.*, p. 1982-88, 2012 (supplem.). Disponível em: <http://jn.nutrition.org/content/141/11/1982.full.pdf+html> . Acesso em: 05 nov. 2014.

## ANEXOS

### ANEXO A. Informações individuais dos laboratórios participantes do PEP Sacarose Rodada 01/2014 sobre alguns detalhes do método/técnica utilizado para o item de ensaio

Código	Técnica	Ref. Téc.	Modif. Téc.	Massa (g)	Clarif. Amostra	Vol. Balão (mL)	Vol. Bureta (mL)	Vol. SF (mL)	Uso Ind. Azul Metil.	Média	DP
1	T	1	S	5,0000	S	100	25	5	S	85,65	0,21
2	T	1	S	5,0000	N	100	25	10	S	85,46	0,45
3	T	1	N	5,0000	S	100	10	5	S	78,09	0,68
4	T	1	N	5,0000	S	250	25	5	S	84,38	0,32
5	T	1	NI	5,0000	S	100	25	5	S	73,90	0,5
6	C	2	S	1,0000	S	-	-	-	-	87,77	0,23
7	T	3	N	10,000	S	250	25	10	S	78,83	0
8	T	1	N	5,0000	S	100	25	5	S	79,16	0
9	T	4	N	5,0000	S	100	25	5	S	80,53	0,01
10	C	5	S	0,5000	N	-	-	-	-	87,23	0,76
11	T	1	N	0,5000	N	100	50	10	S	82,15	0,8
12	T	1	N	5,0000	S	100	25	10	S	85,03	0,43
13	T	1	N	5,0000	N	100	10	10	N	91,09	0,57
14	T	1	N	2,0030	S	250	25	5	S	80,60	1,4
15	C	6	S	5,0000	N	-	-	-	-	93,41	0,99
16	T	1	N	2,0000	S	100	25	10	N	86,78	0,88
17	T	4	N	5,0000	S	250	25	10	S	83,65	0,07
18	T	4	N	5,0000	S	250	25	10	S	81,75	0,11
19	T	1	N	5,0000	S	100	25	5	N	88,10	0,11
20	T	7	N	2,500	S	100	25	10	N	87,86	1,09
21	T	1	N	2,000	S	100	25	5	S	81,50	6,56
22	T	1	N	2,5000	N	250	25	10	S	75,10	0,18
23	T	1	N	0,5000	N	200	10	10	S	86,23	0,51
24	T	1	N	0,8 - 10,0	S	100	25	10	N	98,09	2,76
25	T	1	N	5,0000	S	100	10	10	N	93,64	0,42
26	T	8	N	2,0000	S	250	50	10	S	86,02	1,38
27	T	1	N	5,0000	S	250	50	10	S	84,85	1,79
28	T	4	N	2,0000	S	100	25	10	S	83,00	0,12
29	T	1	N	5,0000	S	100	25	10	S	81,43	0,80

T = titulometria; C = cromatografia; Ref. Téc. = referência da técnica; Modif. Téc. = modificação da técnica; Clarif.amostra = clarificação da amostra; Vol. = volume utilizado (balão e bureta); Vol. SF = volume de Solução de Fehling; Ind. Azul Metil. = uso do indicador azul de metileno; S = Sim; N = Não; NI = Não Informado

1: IAL. Métodos físico-químicos para análise de alimentos, IV Edição, Instituto Adolfo Lutz, 2005.

2: AOAC Internacional, 17ª Edição, 2000. Capítulo 31.

3: MAA. Portaria nº 108: Métodos analíticos para controle de qualidade de alimentos para uso animal. Método nº 34.

4: MAPA. Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006.

5: AOAC. Official Method. 980.13, 18<sup>th</sup> ed., 2005, p. 457-458.

6: AOAC. Official Method. 977.20.

7: AOAC. Official Method. 958.06. Chapter 39.p.21. 1995.

8- LANARA II- Métodos Físicos e Químicos- 1981.

**ANEXO B.** Percentagem de laboratórios segundo informações prestadas sobre a técnica analítica

Tipo de Técnica		Utilização da Técnica		Modificação da técnica			Uso de Clarificantes		Uso de Azul de Metileno	
T	C	R	E	S	N	NI	S	N	S	N
26 (90%)	3 (10%)	24 (83%)	5 (17%)	5 (17%)	23 (79%)	1 (4%)	16 (55%)	13 (45%)	20 (77%)	6 (21%)
Limite de Quantificação (g/100g)			Incerteza (U)				Exatidão (%) estudo de recuperação			
S		N		S		N		S		N
6 (21%)		23 (79%)		2 (7%)		27 (93%)		0 (0%)		29 (100%)
Método Validado		Método Acreditado					Participação em PEP anterior			
S	N	S	N	NR		S	N			
6 (21%)	23 (79%)	5 (17%)	23 (79%)	1 (4%)		1 (4%)	28 (96)			

**T** = titulometria (Fehling)  
**C** = cromatografia líquida (HPLC)  
**R** = técnica utilizada na rotina  
**E** = técnica utilizada esporadicamente  
**S** = sim (resposta afirmativa)  
**N** = não (resposta negativa)  
**NI** = resposta não informada