

QUANTIFICAÇÃO DE IODETO EM URINA: ESPECTROMETRIA DE MASSA COM PLASMA INDUTIVAMENTE ACOPLADO OU ELETRODO ÍON SELETIVO

**MILENE MARQUES FREITAS¹; BRUNO LEMOS BATISTA²; JÚLIO CÉSAR REIS MARTINS DA SILVA³; CARLA DE ANDRADE HARTWIG⁴;
DIOGO LA ROSA NOVO⁵**

¹Universidade Federal de Pelotas – milene.freitas-@hotmail.com

²Universidade Federal do ABC – bruno.lemos@ufabc.edu.br

³Universidade Federal do ABC – martins.julio@ufabc.edu.br

⁴Universidade Federal de Pelotas – carlahartwig@yahoo.com.br

⁵Universidade Federal de Pelotas – diogo.la.rosa@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O iodo é um micronutriente essencial envolvido na síntese dos hormônios tireoidianos tiroxina (T4) e triiodotironina (T3), os quais regulam o metabolismo basal e desempenham papel crucial no desenvolvimento neurológico, além de participarem do funcionamento de diferentes órgãos e tecidos (SILVA; MELCHERT, 2019; HATCH-MCCHESNEY; LIEBERMAN, 2022). Apesar da implementação global de políticas de iodação como medida de saúde pública, tanto a deficiência quanto o excesso de iodo configuram riscos importantes, podendo ocasionar distúrbios da tireoide e manifestações tóxicas sistêmicas (JOHNSON; BRAUNSTEIN, 2024; BRASIL, 2025). Esse risco é potencializado pelo fato de que parte significativa do iodo corporal se distribui em tecidos extra-tireoidianos, como glândulas salivares, mamárias e órgãos reprodutivos (CHAKRABORTY et al., 2020). A avaliação do estado nutricional de iodo em populações pode ser realizada por diferentes indicadores epidemiológicos, tais como concentração urinária, tiroglobulina, hormônio estimulador da tireoide (TSH) e volume tireoidiano (CANDIDO et al., 2021). Entre esses parâmetros, a concentração urinária se destaca como principal ferramenta, uma vez que aproximadamente 90% do iodo ingerido é excretado na forma de iodeto, configurando-se como um marcador direto e eficiente (ESTEVES et al., 2015).

A determinação de iodo em urina é geralmente realizada por Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS) considerada técnica de referência dada sua sensibilidade. Contudo, o elevado custo operacional, a necessidade de infraestrutura sofisticada e a complexidade analítica limitam sua aplicação em laboratórios de rotina (FERNANDES et al., 2001). Dessa forma, estudos comparativos com técnicas alternativas, como a potociometria com eletrodo íon-seletivo (ISE) demonstraram potencial de aplicação em análises de monitoramento nutricional e clínico, mas requerem avaliação criteriosa de possíveis interferentes. Assim, o presente trabalho tem como objetivo a avaliação da aplicabilidade da técnica de ISE para a determinação de iodeto em urina. Para isso, foram realizadas análises de urina por ICP-MS, com ênfase na verificação da influência de íons interferentes a partir de proporcionalidades já investigadas em estudos anteriores (FREITAS et al., 2024). O projeto está aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Medicina da UFPel, parecer nº 6.586.309.

2. METODOLOGIA

A concentração de iodo e bromo total nas amostras de urina foi determinada por 7900 ICP-MS (Agilent, Santa Clara, EUA) com argônio de alta pureza (99,999%, White Martins, Brasil). Conforme mencionado anteriormente, majoritariamente, a concentração de iodo e bromo na urina está na forma de iodeto e brometo. As soluções intermediárias de iodeto foram preparadas a partir de solução estoque de 1001 $\mu\text{g mL}^{-1}$ (STD-IV, Inorganic Ventures, Virgínia, EUA) e de brometo a partir da dissolução do sal KBr (brometo de potássio) na concentração de 1000 mg L^{-1} . As diluições foram realizadas em solução de NH_4OH 10 mmol L^{-1} . O material de referência SRM 2670a (NIST, EUA) foi reconstituído conforme certificado de análise e analisado para avaliação da exatidão. Curvas de calibração com compatibilidade de matriz foram obtidas pela adição de 250 μL de uma amostra combinada de urina a cada nível da curva (incluindo o branco), abrangendo a faixa de trabalho de 1 a 50 $\mu\text{g L}^{-1}$. Todas as amostras foram diluídas 20 vezes e as determinações foram realizadas em triplicata. A determinação de cloreto foi realizada através do método de Mohr.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos para dez amostras de urina estão apresentados na Tabela 1. Com base nesses valores e nos intervalos de referência para iodo (0,1 – 0,3 mg L^{-1}), bromo (0,3 – 7,0 mg L^{-1}) e cloro (4000 – 9000 mg L^{-1}) (CUENCA, 1987; BOASQUEVISQUE et al., 2013; BIOTÉCNICA, 2024), observa-se que a maioria das amostras analisadas se encontra em conformidade com a literatura e dentro das faixas consideradas de normalidade. Vale mencionar que as amostras analisadas reportadas na literatura não eram de doadores brasileiros, o que dificulta a comparação dos resultados considerando os diferentes hábitos das populações de cada país.

Tabela 1 – Concentrações de iodo, bromo e cloreto em amostra de urina (mg L^{-1} , média \pm desvio padrão, $n=3$).

| Amostra | Iodo total* | Bromo total* | Cloreto** |
|---------|-------------------|-------------------|-----------------|
| A1 | 0,269 \pm 0,001 | 0,682 \pm 0,015 | 11881 \pm 108 |
| A2 | 0,359 \pm 0,015 | 0,388 \pm 0,012 | 13727 \pm 416 |
| A3 | 0,101 \pm 0,003 | 0,141 \pm 0,006 | 2958 \pm 228 |
| A4 | 0,411 \pm 0,041 | 0,369 \pm 0,058 | 8828 \pm 179 |
| A5 | 0,112 \pm 0,007 | 0,180 \pm 0,016 | 4520 \pm 228 |
| A6 | 0,221 \pm 0,003 | 0,260 \pm 0,038 | 3787 \pm 228 |
| A7 | 0,296 \pm 0,022 | 0,353 \pm 0,015 | 6153 \pm 296 |
| A8 | 0,360 \pm 0,007 | 0,262 \pm 0,016 | 5869 \pm 428 |
| A9 | 0,258 \pm 0,002 | 0,149 \pm 0,004 | 4449 \pm 41 |
| A10 | 0,037 \pm 0,003 | 0,050 \pm 0,006 | 1183 \pm 41 |

*I e Br total determinados por ICP-MS; **Cl determinado por método de Mohr.

Na Figura 1 são apresentados os gráficos realizados em estudos anteriores relacionados a interferências de brometo e cloreto na determinação de iodeto por ISE (FREITAS et al., 2024). No estudo realizado foi demonstrado que a presença de cloreto pode afetar a determinação de iodeto por ISE a partir de proporções Cl^-/I^- superiores a 20.000, enquanto o brometo a partir de proporções Br^-/I^- superiores a 1.000. Assim, considerando os dados obtidos apresentados na Tabela 1 e a relação de proporcionalidade, a concentração de brometo (considerado bromo total como brometo) na urina não compromete a determinação de iodeto por ISE (tendo em vista iodo total como iodeto) nas amostras analisadas. Em contrapartida, a concentração de cloreto nas urinas analisadas supera, na maioria dos casos, o limite crítico de interferência considerando a proporção Cl^-/I^- (haja vista iodo total como iodeto). Esse resultado indica que a quantificação de iodeto por ISE pode ocasionar em valores divergentes dos reais e necessita de estudos prévios.

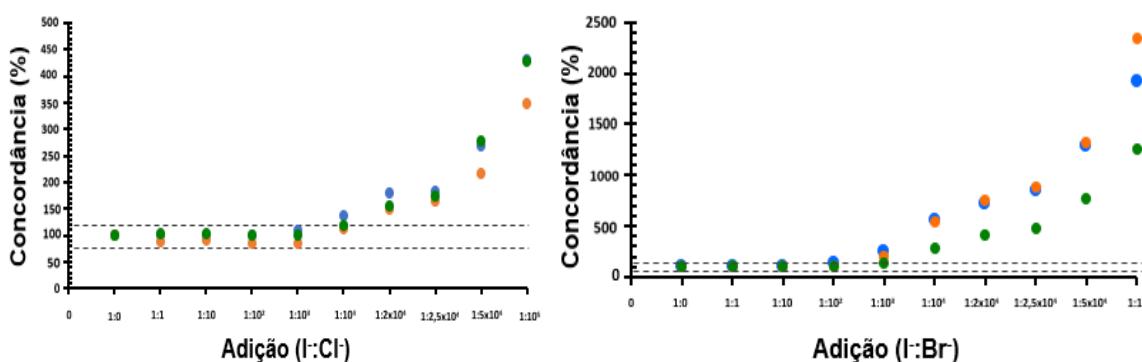


Figura 1. Interferência de Cl^- e Br^- na determinação de I^- a (●) $0,005 \text{ mg L}^{-1}$, (○) $0,01 \text{ mg L}^{-1}$ e (●) $0,05 \text{ mg L}^{-1}$ por ISE.

4. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos evidenciam que, entre os íons avaliados, o cloreto apresenta maior potencial de interferência nas determinações de iodeto em urina por ISE. Esses ressaltam a importância de considerar a composição iônica da matriz urinária e suas variações dietéticas na interpretação dos resultados, uma vez que a presença de interferentes pode comprometer a confiabilidade do método. Dessa forma, ainda que a potenciometria com ISE represente uma alternativa de baixo custo e fácil aplicação frente ao ICP-MS, sua utilização em contextos clínicos e de monitoramento nutricional requer uma avaliação criteriosa de possíveis interferências e o desenvolvimento de estratégias adequadas de mitigação. Dentre as alternativas, pode-se mencionar a realização de uma extração em fase sólida com o objetivo de remover o cloreto presente nas amostras e possibilitar a determinação do iodeto em urina de forma fidedigna. Essa estratégia será ainda avaliada e otimizada em estudos subsequentes. Vale mencionar que este, ao ver dos autores, é o primeiro estudo sistemático envolvendo quantificação de iodeto com ISE para urinas de doadores brasileiros. Os mesmos agradecem à CAPES, ao CNPq e à FAPERGS (Edital 14/2022 – ARD) pelo apoio financeiro concedido para a realização deste estudo.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BIOTÉCNICA. Cloretos. BioTécnica Biotecnologia Avançada. Minas Gerais, 20 de mar. de 2024. Acessado em 26 set. de 2024. Online. Disponível em: https://biotecnica.ind.br/downloads/BIOQUIMICA/Cloretos_12.003.00/IU/Cloretos_rev.04-20.03.24.pdf

BOASQUEVISQUE, P. C. R.; JARSKE, R. D.; DIAS, C. C.; QUINTAES, I. P. P.; SANTOS, M. C. L. F. S.; MUSSO, C. Correlation between iodine urinary levels and pathological changes in thyroid glands. **Arquivos Brasileiros de Endocrinologia & Metabologia**. v. 57, n. 9, p. 727–732, 2013.

BRASIL. Ministério da Saúde. Deficiência de iodo. Acessado em 25 ago. 2025. Online. Disponível em: <https://www.gov.br/saude/pt-br/composicao/saps/nutrisus/deficiencia-de-iodo>.

CANDIDO, A. C.; AZEVEDO, F. M.; MACEDO, M. S.; PRIORE, S. E.; FRANCESCHINI, S. C. C. Análise crítica dos indicadores do estado nutricional de iodo em indivíduos e populações: uma revisão sistemática. **Ciência & Saúde Coletiva**, v. 26, supl. 3, p. 1021-1034, 2021.

CARDOSO, J. C. Viabilidade de técnicas analíticas para a determinação de iodo em urina via análise direta. 2023. Monografia – Graduação em Química Forense, Universidade Federal de Pelotas. Programa, Universidade.

CHAKRABORTY, A.; SINGH, V.; SINGH, K.; RAJENDER, S. Excess iodine impairs spermatogenesis by inducing oxidative stress and perturbing the blood testis barrier. **Reproductive Toxicology**, v. 96, p. 128-140, 2020.

CUENCA, R. E.; PORIES, W. J.; BRAY, J. Bromine levels in human serum, urine, hair. **Biological Trace Element Research**. v. 16, p. 151–154, 1988.

ESTEVES, R.Z.; KASAMATSU, T.S.; KUNII, I.S.; FURUZAWA, G.K.; VIEIRA, J.G.H.; MACIEL, R.M.B. Desenvolvimento de um Método para a Determinação da Iodúria e sua Aplicação na Excreção Urinária de Iodo em Escolares Brasileiros. **Arquivos Brasileiros de Endocrinologia & Metabologia**, v. 1, n. 9, p.1477-1484, 2007.

FERNANDES, J. C. B.; KUBOTA, L. T.; NETO, G. O. Eletrodos íon-seletivos: histórico, mecanismo de resposta, seletividade e revisão dos conceitos. **Química Nova**, v. 24, n. 1, p. 120-130, 2001.

HATCH-MCCHESNEY, A.; LIEBERMAN, H. R. Iodine and iodine deficiency: a comprehensive review of a re-emerging issue. **Nutrients**, v. 14, n. 17, p. 3474, 2022.

JOHNSON, L. E.; BRAUNSTEIN, G. D. **Excesso de iodo.** Manual MSD – Versão Saúde para a Família. Revisado em jul. 2023; modificado em mar. 2024. Acessado em 25 ago. 2025. Online. Disponível em: <https://www.msdsmanuals.com/pt/casa/disturbios-nutricionais/minerais/excesso-de-iodo>.

FREITAS, M. M.; HARTWIG, C. A.; NOVO, D. L. R. Determinação direta de iodeto em urina por eletrodo íon seletivo: Avaliação de interferências de matriz. **XXVI ENPÓS – Encontro de Pós-Graduação**, 2024.

SILVA, A. R. M.; MELCHERT, W. R. Iodo: riscos e benefícios para a saúde humana. **Química Nova na Escola**, n. 71, p. 58–60, 2019.