

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA PARA LABORATÓRIOS DE NUTRIÇÃO ANIMAL

EPLNA ANO 12 - 2009

RELATÓRIO DAS AMOSTRAS REFERÊNCIA (ARs)

Introdução

Os materiais de referência certificados desempenham papel fundamental no estabelecimento da rastreabilidade em química analítica, assegurando confiabilidade e exatidão dos resultados de medição. A credibilidade dos resultados das análises químicas quantitativas torna-se fundamental para cada propósito pretendido, garantindo, a comparabilidade dos resultados em programas de controle de qualidade em laboratórios. Logo, para que essa confiabilidade seja alcançada, o laboratório deve ter procedimentos de qualidade e certificação, para assegurar junto a seus clientes, que é capaz de fornecer dados com a qualidade requisitada. Tais medidas incluem o uso de métodos de análise validados; o uso de procedimentos internos de controle de qualidade com o emprego de material de referência (MR) e de certificação (CRM); e procedimentos externos de controle de qualidade, como a participação em ensaios de proficiência (EURACHEM/CITAC, 1998).

Segundo definições metrológicas descritas no Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), *“os materiais de referência são amostras que possuem um ou mais valores de propriedades suficientemente homogêneos e bem estabelecidos, de maneira a poderem ser empregados na calibração de um instrumento de medição, na validação de um método analítico, ou na atribuição de valores a um dado material”*. Por sua vez, materiais de referência certificados são os acompanhados por um certificado, com um ou mais valores de propriedades e certificados por um procedimento que estabelece sua rastreabilidade para a obtenção exata da unidade na quais os valores foram expressos (VIM, 2000).

Dentro deste contexto, a Embrapa Pecuária Sudeste (CPPSE) coordena o Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA) que dentre os seus objetivos está a preparação de amostras referência (AR), considerando os três tipos de matrizes mais utilizadas na alimentação animal, como: forrageiras, alimentos concentrados e misturas minerais. Em 2008 (11º ano) EPLNA contou com a participação de 52 laboratórios, tendo como participantes laboratórios de nutrição animal da Embrapa, de empresas da iniciativa privada, de instituições de ensino superior e de institutos de pesquisa estaduais, representando todas as regiões brasileiras. Os materiais de referência preparados, serão empregados na validação de métodos de análises e no controle interno de qualidade dos laboratórios de nutrição animal que fazem parte do EPLNA com enfoque na exatidão dos resultados de análise.

Materiais e Métodos

Preparo das amostras: para a produção da amostra referência de volumoso (ARV 8) e amostra referência de concentrado (ARC 3) foi utilizado respectivamente, feno de alfafa e farelo de trigo, obtidos de experimentos e na fábrica de rações da Embrapa Pecuária Sudeste. Para cada AR foram preparados 25 kg de material seco a temperatura de 65°C e moído em moinho de facas em aço inoxidável de bancadas (tipo Wiley), com peneiras de 1,00 mm (20-40 mesh). Para realização do Ensaio de Proficiência, quatro pacotes contendo 40 g de amostras em cada pacote foram enviados aos laboratórios para análises de acordo com o normas do EPLNA. Outra parte da amostra foi dividida em pacotes contendo aproximadamente 80 g para a ARV 8 e 50 para a ARC 3 sendo em seguida acondicionados em câmara fria a temperatura de 10 °C e umidade relativa de 25%. Para a amostra referência de mistura mineral (ARM 5), foi utilizado uma amostra de sal mineral para vacas em lactação coletado no sistema de produção de leite da Embrapa Pecuária Sudeste, sendo moído 4 kg de amostras triturada em almofariz de porcelana. Quatro pacotes contendo 10 g de amostra foram distribuídos para as rodadas do Ensaio de Proficiência ARM 5 e para armazenar, a amostra foi dividida em pacotes contendo aproximadamente 35 g de amostra.

Avaliação da homogeneidade: a homogeneidade das amostras foi avaliada de acordo com o procedimento estatístico recomendado pelas normas ABNT ISO/IEC GUIA 43-1:1999 e com o protocolo internacional harmonizado para ensaio de proficiência em laboratórios analíticos (Químicos). Para cada tipo de material foram realizadas determinações analíticas com dez repetições (N=10), sendo as alíquotas retiradas das amostras aleatoriamente e analisadas em duplicas. Foi quantificado o teor de proteína bruta (PB) para as amostras referência ARV8 e ARC3, e para as amostras de mistura mineral e ARM5 foram determinados os teores de sódio (Na) e cobre (Cu). A homogeneidade das amostras foi avaliada por meio do teste F utilizando análises de variância de fator único (ANOVA), sem excluir valores dispersos. Considerando o valor crítico de $F_{9, 10} (\alpha = 0,05) = 3,02$ observam-se na Tabela 1, que não houve diferença significativa para as amostras, indicando a homogeneidade suficiente desses materiais para o objetivo pretendido.

Tabela 1. Valores do teste F das determinações de proteína bruta (PB), sódio (Na) e cobre (Cu), obtidos no teste de homogeneidade das amostras referência .

Nº. da amostra	Ensaio	Teste $F_{9, 10}$
ARV 8	PB (%)	3,04
ARC 3	PB (%)	1,26
ARM 5	Na (g/kg)	1,08
	Cu (mg/kg)	1,45

Avaliação estatística dos resultados: para cada análise, considerando todos os resultados e após a exclusão dos resultados considerados “outliers” pelo teste de Hampel, foram determinados os valores da média (**M**), desvio padrão (**s**), coeficiente de variação (**cv%**), primeiro quartil (**P₂₅**), terceiro quartil (**P₇₅**), amplitude interquartil (IQ = $P_{75} - P_{25}$); intervalo interquartil normalizado (**IQN** = $IQ \times 0,7413$); mediana (**Méd**); número de análises realizadas (**N**). Os parâmetros estatísticos para a **ARV 8** são apresentados nas Tabelas 2, 3, 4 e 5 (**Anexo 1**); para a **ARC 3** são apresentados nas Tabelas 9, 10, 11 e 12 (**Anexo 2**) e para a **ARM 5** os resultados estão informados nas Tabelas 16, 17 (**Anexo 3**).

Os resultados “outliers” podem afetar o valor da média por ser considerado resultado proveniente de algum tipo de erro grosseiro, dessa forma, para rejeitar estes dados foi aplicado para todas as análises das amostras referência o teste de Hampel. Na Figura 1 é apresentado a quantidade de resultados discrepantes por análise dos **Grupos A e C** das amostras **ARV 8** e **ARC 3** e na Figura 2, a quantidade de resultados outliers para as análises do Grupo B das amostras **ARV 8**, **ARC 3** e **ARM 5**. Como é possível observar, tanto para a amostras **ARV 8** como para a **ARC 3** a análise do Grupo A que apresentou maior quantidade de resultados discrepantes foi FDN e a análise do Grupo C foi NIDN.

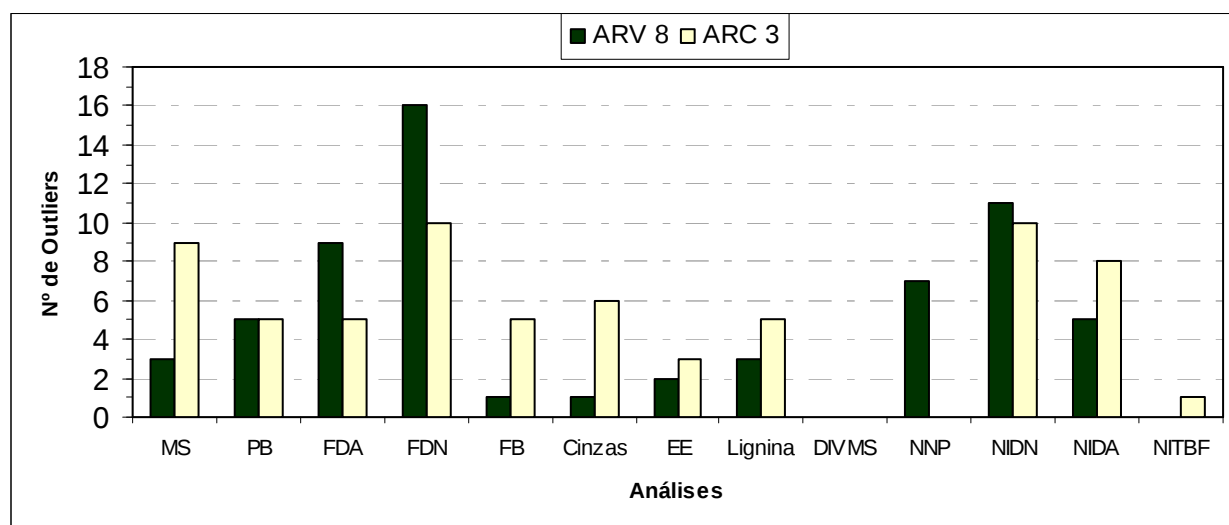


Figura 1. Quantidade de resultados “outliers” das análises dos Grupos A e C, para as amostras ARV 8 e ARC 3.

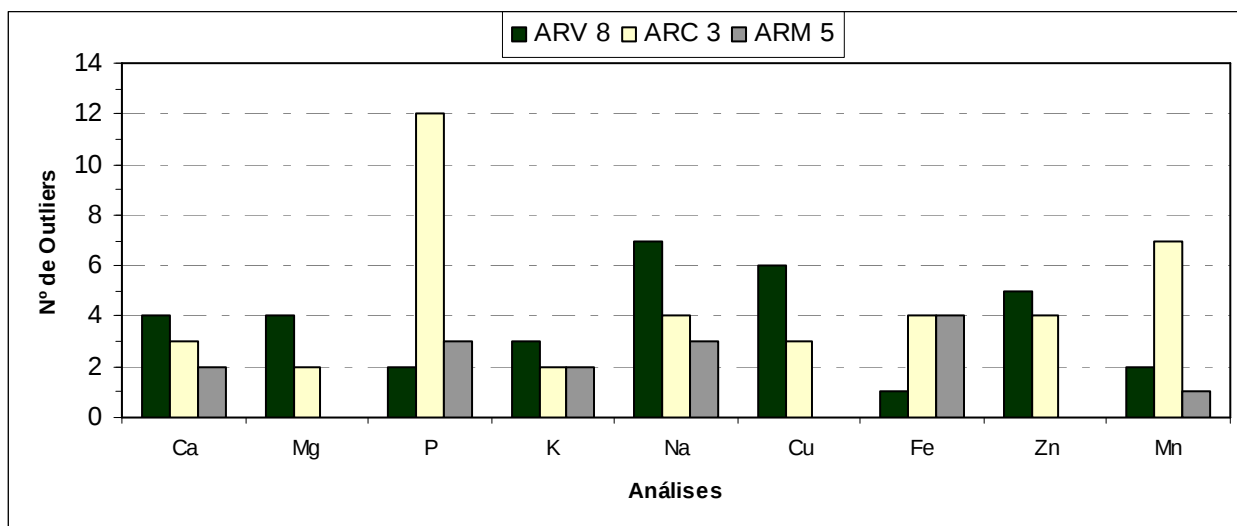


Figura 2. Quantidade de resultados “outliers” detectados nas análises do Grupo B, para as amostras ARV 8, ARC 3 e ARM 5.

Após, foram definidos o valor designado (valor alvo, $\bar{X}$) e o desvio padrão alvo (σ_p) e calculados os valores do **Índice z**. O valor designado foi dado pela **mediana**, e o valor de σ_p foi definido pelo valor de **IQN** ou quando para algumas análises cuja dispersão determinada por meio do **IQN** apresentou-se muito elevada, foi escolhido desvio padrão (s_{Hampel}) após a exclusão de “outliers” pelo teste de Hampel.

O intervalo de confiança **IC**, é uma avaliação estatística definida como o intervalo onde pode ser encontrado com certo nível de confiança o valor verdadeiro. Deixamos a critério de cada participante definir qual o **IC** apropriado, sugerimos utilizar o **IC** com nível de confiança de 95 % (geralmente é o grau de confiança usual para resultados analíticos). Para determinar o **IC** das análises realizadas nas **ARs**, foi adotado o intervalo dentro do limite $|z| \leq 2,0$ (probabilidade de 95%) ou o intervalo de confiança para o limite $|z| \leq 1,0$ (probabilidade de 68%).

Nas Tabelas 6, 13 e 18 são apresentadas as variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises das amostras ARV 8, ARC 3 e ARM 5. Os valores para os intervalos de confiança estão informados nas Tabelas 7 e 8 para a ARV 8, Tabelas 14 e 15 para a ARC 3 e nas Tabelas 19 e 20 para ARM 3.

Conforme descrito anteriormente, para definir os Intervalos de Confiança (IC) foi adotado o Índice z , o qual tem a vantagem de permitir a comparação direta dos resultados de

diferentes amostras e de diferentes unidades, porque o valor desse índice não é expresso na unidade original da medida, ou seja, é normalizado e descrito como sendo a distância entre x_i e $\bar{X}$ em unidades de desvio padrão. No **Anexo 4** é apresentado os gráficos com os valores do Índice z para todas as análises avaliadas nas amostras referência. Os dados foram agrupados de acordo com os Grupos de análises (A, B e C) assim é possível visualizar melhor o comportamentos dos resultados para cada tipo de análise e amostra.

ANEXO 1**AMOSTRA REFERÊNCIA DE VOLUMOSO: ARV 8: FENO DE ALFAFA**

RESULTADOS EXPRESSOS COM BASE EM 100% DE MATÉRIA SECA

Tabela 2. Dados estatísticos das análises do Grupo A e do Grupo C para a amostra referencia de volumoso (ARV 8), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
M	91,24	21,91	32,87	43,52	25,75	9,67	2,79	7,11	61,49	1,59	1,32	0,88	1,51
s	2,19	1,80	3,75	6,37	2,86	0,62	1,09	1,94	6,83	0,69	2,29	1,62	0,12
cv %	2,40	8,21	11,41	14,63	11,09	6,37	39,13	27,26	11,11	43,51	173,08	185,15	7,77
P₂₅	89,99	21,50	31,59	40,73	24,58	9,31	2,25	6,44	56,23	1,56	0,44	0,21	1,45
P₇₅	92,58	22,76	34,52	44,23	27,61	10,04	3,20	7,79	64,83	1,90	1,08	0,70	1,58
IQ	2,59	1,26	2,93	3,50	3,03	0,73	0,95	1,35	8,60	0,34	0,64	0,49	0,13
IQN	1,92	0,93	2,17	2,59	2,25	0,54	0,70	1,00	6,38	0,25	0,47	0,36	0,10
Med	91,56	21,98	33,42	41,89	26,01	9,74	2,71	6,98	60,90	1,81	0,51	0,33	1,53
N	134	125	103	101	74	123	98	63	21	33	39	39	8

M: média; s: desvio padrão; cv: coeficiente de variação; P₂₅: primeiro quartil; P₇₅: terceiro quartil; IQ: intervalo interquartil (P₇₅ – P₂₅); IQN: intervalo interquartil normalizado (IQ x 0,7413); Méd: mediana; N: número de análises realizadas.

Tabela 3. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de volumoso (ARV 8), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
M	13,61	3,36	3,23	26,75	2,19	13,75	465,89	40,53	39,66
s	3,04	3,50	0,54	5,29	6,96	6,43	138,54	15,22	7,79
cv %	22,36	104,34	16,74	19,79	317,98	46,74	29,74	37,55	19,65
P₂₅	12,77	2,76	3,06	24,21	0,40	10,09	392,00	33,98	36,16
P₇₅	14,80	3,25	3,41	29,10	0,96	14,05	502,68	42,84	44,91
IQ	2,03	0,49	0,35	4,89	0,56	3,96	110,68	8,86	8,75
IQN	1,50	0,36	0,26	3,62	0,42	2,94	82,05	6,57	6,49
Med	13,67	3,01	3,26	26,66	0,58	12,03	461,69	37,88	41,02
N	75	61	72	55	51	56	63	62	63

Tabela 4. Dados estatísticos das análises do Grupo A e do Grupo C para a amostra referencia de volumoso (ARV 8), considerando os resultados enviados pelos laboratórios após exclusão dos resultados considerados “outliers” pelo teste de Hampel.

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
M	91,41	22,12	33,30	42,05	25,87	9,69	2,68	6,93	61,49	1,83	0,50	0,38	1,51
s_H	1,90	1,09	2,68	2,24	2,69	0,54	0,71	1,18	6,83	0,20	0,12	0,24	0,12
cv %	2,08	4,94	8,04	5,33	10,40	5,55	26,43	17,00	11,11	10,81	23,14	61,99	7,77
P₂₅	90,24	21,54	31,70	40,72	24,69	9,31	2,25	6,44	56,23	1,73	0,44	0,20	1,45
P₇₅	92,60	22,76	34,52	43,13	27,61	10,04	3,10	7,75	64,83	1,91	0,53	0,52	1,58
IQ	2,36	1,22	2,82	2,41	2,92	0,73	0,85	1,31	8,60	0,18	0,09	0,32	0,13
IQN	1,75	0,90	2,09	1,79	2,16	0,54	0,63	0,97	6,38	0,13	0,07	0,24	0,10
Med	91,58	22,00	33,57	41,71	26,06	9,74	2,70	6,97	60,90	1,83	0,47	0,31	1,53
N	131	120	94	85	73	122	96	60	21	26	28	34	8

M: média; s_H: desvio padrão após exclusão de “outliers”; cv: coeficiente de variação; P₂₅: primeiro quartil; P₇₅: terceiro quartil; IQ: intervalo interquartil (P₇₅ – P₂₅); IQN: intervalo interquartil normalizado (IQ x 0,7413); Méd: mediana; N: número de análises realizadas.

Tabela 5. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de volumoso (ARV 8), considerando os resultados enviados pelos laboratórios após exclusão dos resultados considerados “outliers” pelo teste de Hampel.

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
M	13,64	3,02	3,24	26,28	0,56	11,87	452,99	38,00	40,58
sd	1,58	0,31	0,34	3,57	0,28	3,01	94,04	7,02	5,93
cv %	11,59	10,32	10,52	13,58	51,02	25,36	20,76	18,48	14,61
P₂₅	12,80	2,80	3,06	24,21	0,37	10,00	381,68	33,98	36,50
P₇₅	14,70	3,25	3,41	28,70	0,76	13,62	502,23	41,71	44,91
IQ	1,90	0,45	0,35	4,49	0,39	3,62	120,55	7,73	8,41
IQN	1,41	0,33	0,26	3,33	0,29	2,68	89,36	5,73	6,23
Med	13,67	3,02	3,26	26,61	0,47	12,00	460,85	37,71	41,65
N	71	57	70	52	44	50	62	57	61

Tabela 6. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de volumoso (ARV 8).

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
	$\bar{X}$	σ_p											
	91,56	21,98	33,42	41,89	26,01	9,74	2,71	6,98	60,90	1,81	0,51	0,33	1,53
	1,92	0,93	2,17	2,24	2,25	0,54	0,70	1,00	6,38	0,20	0,12	0,24	0,10

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
	$\bar{X}$	σ_p							
	13,67	3,01	3,26	26,66	0,58	12,03	461,69	37,88	41,02
	1,50	0,31	0,26	3,57	0,28	2,94	82,05	6,57	5,93

Tabela 7. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 2,0$, para as análises da amostra referência de volumoso (ARV 8).

IC		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
		% (m/m)												
		Máximo	Mínimo											
		95,39	23,85	37,76	46,37	30,50	10,82	4,11	8,98	73,65	2,21	0,74	0,80	1,72
		87,72	20,11	29,08	37,41	21,51	8,66	1,30	4,98	48,15	1,41	0,28	0,14	1,34

IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
		Máximo	Mínimo							
		16,68	3,63	3,77	33,80	1,15	17,90	625,78	51,02	52,88
		10,66	2,39	2,74	19,52	0,01	6,15	297,60	24,74	29,16

Tabela 8. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 1,0$, para as análises da amostra referência de volumoso (ARV 8).

IC		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
		% (m/m)												
		Máximo	Mínimo											
		93,47	22,91	35,59	44,13	28,25	10,28	3,41	7,98	67,28	2,01	0,63	0,57	1,63
		89,64	21,05	31,25	39,65	23,76	9,20	2,00	5,98	54,52	1,61	0,39	0,09	1,43

IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
		Máximo	Mínimo							
		15,17	3,32	3,51	30,23	0,86	14,96	543,74	44,45	46,95
		12,17	2,70	3,00	23,09	0,30	9,09	379,64	31,31	35,09

ANEXO 2

AMOSTRA REFERÊNCIA DE CONCENTRADO: [ARC 3: FARELO DE TRIGO](#)

RESULTADOS EXPRESSOS COM BASE EM 100% DE MATÉRIA SECA

Tabela 9. Dados estatísticos das análises do Grupo A e do Grupo C para a amostra referencia de concentrado (ARC 3), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
M	90,72	17,63	13,90	44,12	9,74	5,37	3,97	4,05	69,47	0,38	1,45	0,62	1,71
s	1,86	2,32	3,79	7,39	1,42	1,34	0,86	1,07	3,68	0,21	2,43	1,24	0,34
cv %	2,05	13,16	27,29	16,76	14,62	24,89	21,59	26,48	5,30	54,68	168,04	200,82	19,68
P₂₅	90,20	17,08	13,02	43,41	9,25	4,95	3,51	3,68	66,72	0,26	0,55	0,08	1,73
P₇₅	91,30	18,14	14,14	47,42	10,29	5,41	4,37	4,54	71,07	0,50	1,14	0,24	1,86
IQ	1,10	1,06	1,12	4,01	1,04	0,46	0,86	0,86	4,35	0,24	0,59	0,16	0,13
IQN	0,82	0,79	0,83	2,97	0,77	0,34	0,64	0,64	3,22	0,18	0,44	0,12	0,10
Med	90,77	17,51	13,52	45,04	9,71	5,29	4,01	3,91	68,89	0,38	0,60	0,15	1,78
N	149	140	99	85	86	137	113	61	20	33	37	37	8

M: média; s: desvio padrão; cv: coeficiente de variação; P₂₅: primeiro quartil; P₇₅: terceiro quartil; IQ: intervalo interquartil (P₇₅ – P₂₅); IQN: intervalo interquartil normalizado (IQ x 0,7413); Méd: mediana; N: número de análises realizadas.

Tabela 10. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de concentrado (ARC 3), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
M	2,15	4,27	10,89	12,05	0,72	13,79	131,89	91,92	119,34
s	7,03	0,93	3,85	1,72	1,88	4,08	104,48	18,82	33,14
cv %	327,45	21,77	35,38	14,29	261,44	29,59	79,22	20,47	27,77
P₂₅	0,99	3,89	9,60	11,46	0,15	12,15	107,00	87,82	112,00
P₇₅	1,44	4,65	11,94	13,08	0,45	15,27	135,15	102,60	136,64
IQ	0,45	0,76	2,34	1,62	0,30	3,12	28,15	14,78	24,64
IQN	0,33	0,56	1,73	1,20	0,22	2,31	20,87	10,96	18,27
Med	1,21	4,40	11,30	12,26	0,25	13,29	120,00	91,53	127,33
N	74	60	70	54	46	58	62	62	61

Tabela 11. Dados estatísticos das análises do Grupo A e do Grupo C para a amostra referencia de concentrado (ARC 3), considerando os resultados enviados pelos laboratórios após exclusão dos resultados considerados “outliers” pelo teste de Hampel.

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
M	90,77	17,55	13,62	45,75	9,63	5,21	4,05	4,14	69,47	0,38	0,57	0,13	1,82
s_H	0,93	0,86	0,90	2,67	1,00	0,28	0,73	0,74	3,68	0,21	0,06	0,07	0,14
cv %	1,03	4,91	6,60	5,84	10,36	5,44	18,00	17,93	5,30	54,68	11,23	53,19	7,66
P₂₅	90,23	17,08	13,03	44,01	9,25	4,95	3,53	3,69	66,72	0,26	0,54	0,08	1,75
P₇₅	91,20	18,13	14,10	47,47	10,17	5,40	4,42	4,41	71,07	0,50	0,61	0,17	1,86
IQ	0,97	1,05	1,07	3,46	0,92	0,45	0,89	0,72	4,35	0,24	0,07	0,09	0,11
IQN	0,72	0,78	0,79	2,56	0,68	0,33	0,66	0,53	3,22	0,18	0,05	0,07	0,08
Med	90,77	17,47	13,55	45,49	9,69	5,29	4,03	3,92	68,89	0,38	0,58	0,10	1,81
N	140	135	94	75	81	131	110	56	20	33	27	29	7

M: média; s_H: desvio padrão após exclusão de “outliers”; cv: coeficiente de variação; P₂₅: primeiro quartil; P₇₅: terceiro quartil; IQ: intervalo interquartil (P₇₅ – P₂₅); IQN: intervalo interquartil normalizado (IQ x 0,7413); Méd: mediana; N: número de análises realizadas.

Tabela 12. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de concentrado (ARC 3), considerando os resultados enviados pelos laboratórios após exclusão dos resultados considerados “outliers” pelo teste de Hampel.

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
M	1,24	4,39	11,24	12,27	0,29	13,20	117,54	94,29	126,91
sd	0,36	0,65	1,10	1,30	0,22	3,26	23,51	11,63	16,57
cv %	28,96	14,80	9,81	10,60	74,33	24,72	20,00	12,33	13,06
P₂₅	1,00	4,00	10,79	11,59	0,14	12,15	107,31	88,45	114,85
P₇₅	1,43	4,67	11,94	13,08	0,38	15,15	133,90	102,60	137,51
IQ	0,43	0,67	1,15	1,49	0,24	3,00	26,59	14,15	22,66
IQN	0,32	0,50	0,85	1,10	0,18	2,22	19,71	10,49	16,80
Med	1,21	4,41	11,33	12,36	0,22	13,00	120,00	92,11	130,00
N	71	58	58	52	42	55	58	58	54

Tabela 13. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de concentrado (ARC 3).

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
	$\bar{X}$	σ_p											
	90,77	17,51	13,52	45,04	9,71	5,29	4,01	3,91	68,89	0,38	0,60	0,15	1,78
	0,82	0,79	0,83	2,67	0,77	0,28	0,64	0,64	3,22	0,18	0,06	0,07	0,10

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
	$\bar{X}$	σ_p							
	1,21	4,40	11,30	12,26	0,25	13,29	120,00	91,53	127,33
	0,33	0,56	1,10	1,20	0,22	2,31	20,87	10,96	16,57

Tabela 14. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 2,0$, para as análises da amostra referência de concentrado (ARC 3).

IC		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
		% (m/m)												
		Máximo	Mínimo											
		92,40	19,08	15,18	50,39	11,25	5,86	5,29	5,19	75,33	0,74	0,73	0,29	1,97
		89,14	15,93	11,86	39,69	8,16	4,72	2,73	2,63	62,44	0,02	0,47	0,01	1,59

IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
		Máximo	Mínimo							
		1,88	5,52	13,50	14,66	0,69	17,91	161,74	113,44	160,48
		0,54	3,27	9,09	9,85	0,00	8,66	78,26	69,61	94,18

Tabela 15. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 1,0$, para as análises da amostra referência de concentrado (ARC 3).

IC		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
		% (m/m)												
		Máximo	Mínimo											
		91,59	18,29	14,35	47,71	10,48	5,57	4,65	4,55	72,11	0,56	0,66	0,27	1,88
		89,95	16,72	12,69	42,37	8,93	5,01	3,37	3,27	65,66	0,20	0,54	0,03	1,68

IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
		Máximo	Mínimo							
		1,54	4,96	12,40	13,46	0,47	15,60	140,87	102,48	143,90
		0,88	3,83	10,19	11,05	0,02	10,97	99,13	80,57	110,76

ANEXO 3

AMOSTRA REFERÊNCIA DE MISTURA MINERAL: ARM 5: SAL MINERAL PARA VACAS EM LACTAÇÃO

RESULTADOS EXPRESSOS NA MATÉRIA ORIGINAL

Tabela 16. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de mistura mineral (ARM 5), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
M	158,19	11,61	80,04	32,11	100,48	728,81	4760,86	2719,46	1403,91
s	34,38	2,49	26,59	211,22	47,32	107,21	1422,34	655,38	385,78
cv %	21,73	21,42	33,23	657,80	47,09	14,71	29,88	24,10	27,48
P25	156,16	10,70	80,50	0,77	84,90	656,66	4363,53	2459,60	1324,00
P75	179,00	12,85	90,60	2,04	99,41	787,63	5100,00	2900,00	1500,00
IQ	22,84	2,15	10,10	1,27	14,51	130,97	736,47	440,40	176,00
IQN	16,93	1,59	7,49	0,94	10,76	97,09	545,95	326,47	130,47
Med	166,45	11,77	87,72	1,43	91,89	723,45	4768,25	2683,95	1431,69
N	75	58	72	48	55	56	60	60	60

Tabela 17. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de mistura mineral (ARM 5), considerando os resultados enviados pelos laboratórios após exclusão dos resultados considerados “outliers” pelo teste de Hampel.

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
M	167,89	11,86	86,97	1,51	90,38	728,81	4885,14	2702,21	1436,17
sd	17,25	1,52	6,33	0,97	10,22	107,21	730,67	339,75	142,18
cv %	10,28	12,79	7,27	64,58	11,31	14,71	14,96	12,57	9,90
P25	157,92	11,10	85,27	0,72	84,90	656,66	4490,00	2488,00	1360,23
P75	179,80	12,85	90,60	2,00	98,43	787,63	5151,00	2894,00	1500,00
IQ	21,88	1,75	5,33	1,28	13,53	130,97	661,00	406,00	139,77
IQN	16,22	1,30	3,95	0,95	10,03	97,09	490,00	300,97	103,61
Med	169,81	11,79	87,94	1,39	91,26	723,45	4803,92	2659,00	1434,60
N	67	55	57	46	47	56	55	55	53

Tabela 18. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de de mistura mineral (ARM 5).

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
$\bar{X}$	166,45	11,77	87,72	1,43	91,89	723,45	4768,25	2683,95	1431,69
σ_p	16,93	1,52	6,33	0,94	10,22	97,09	545,95	326,47	130,47

Tabela 19. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 2,0$, para as análises da amostra referência de concentrado (ARC 3).

		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
IC	Máximo	200,31	14,80	100,37	3,31	112,33	917,63	5860,14	3336,89	1716,05
	Mínimo	132,59	8,74	75,06	0,08	71,45	529,27	3676,36	2031,01	1147,32

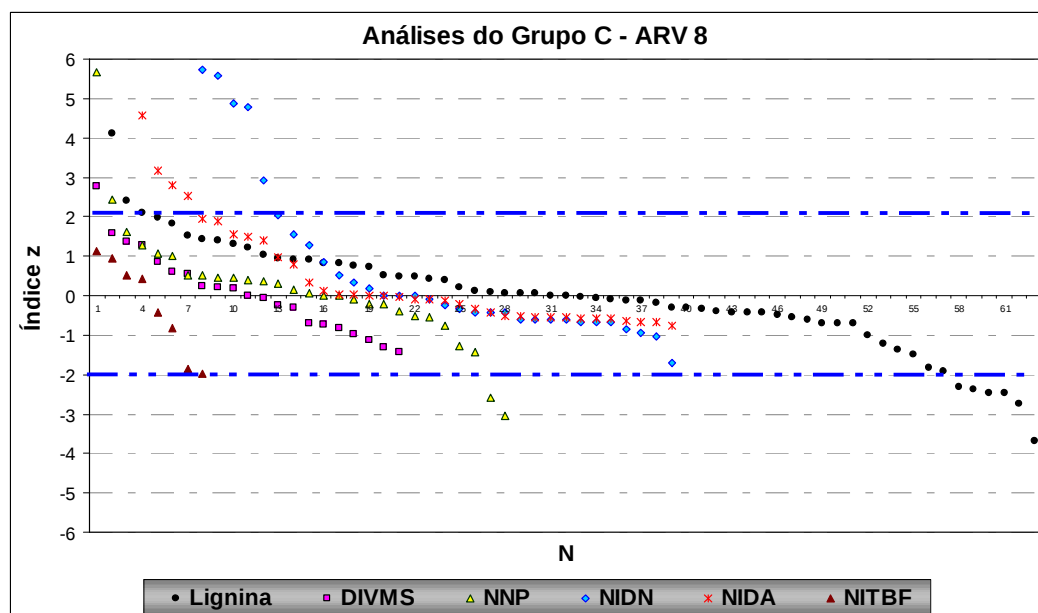
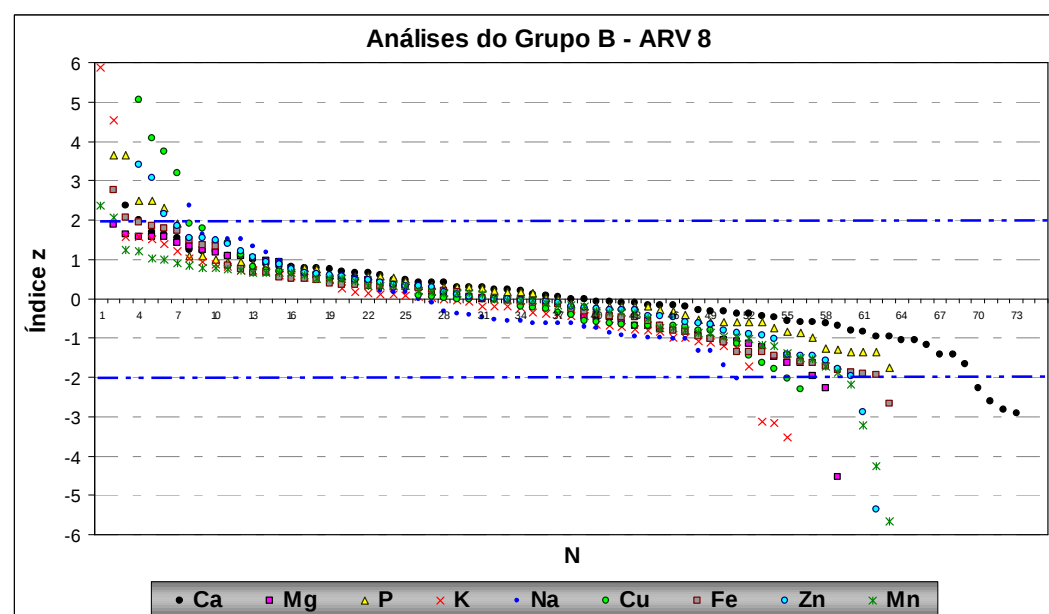
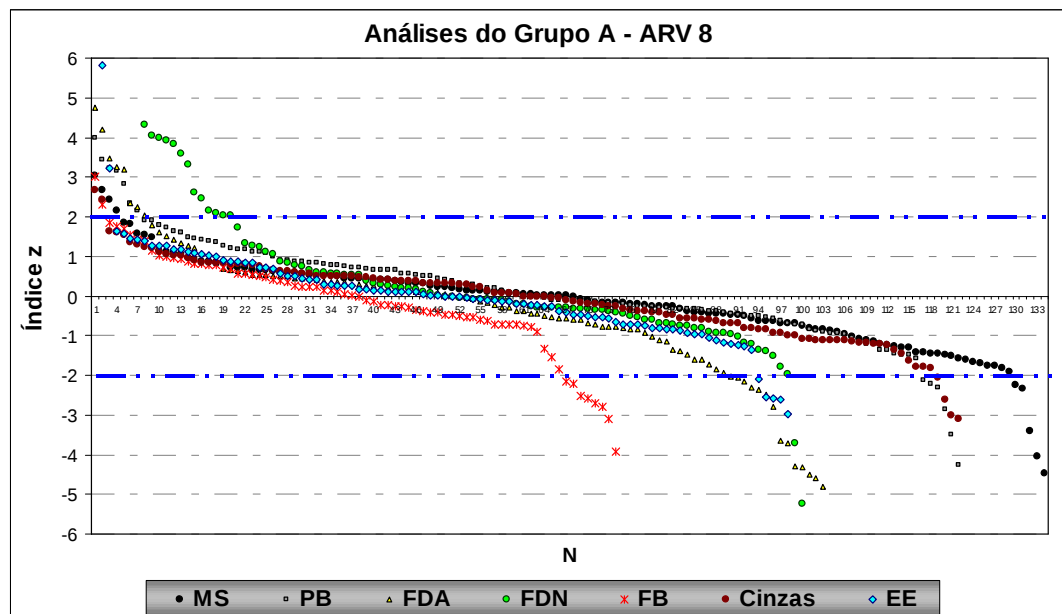
Tabela 20. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 1,0$, para as análises da amostra referência de concentrado (ARC 3).

		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
IC	Máximo	183,38	13,29	94,04	2,37	102,11	820,54	5314,20	3010,42	1573,87
	Mínimo	149,52	10,25	81,39	0,48	81,67	626,36	4222,30	2357,48	1289,50

ANEXO 4

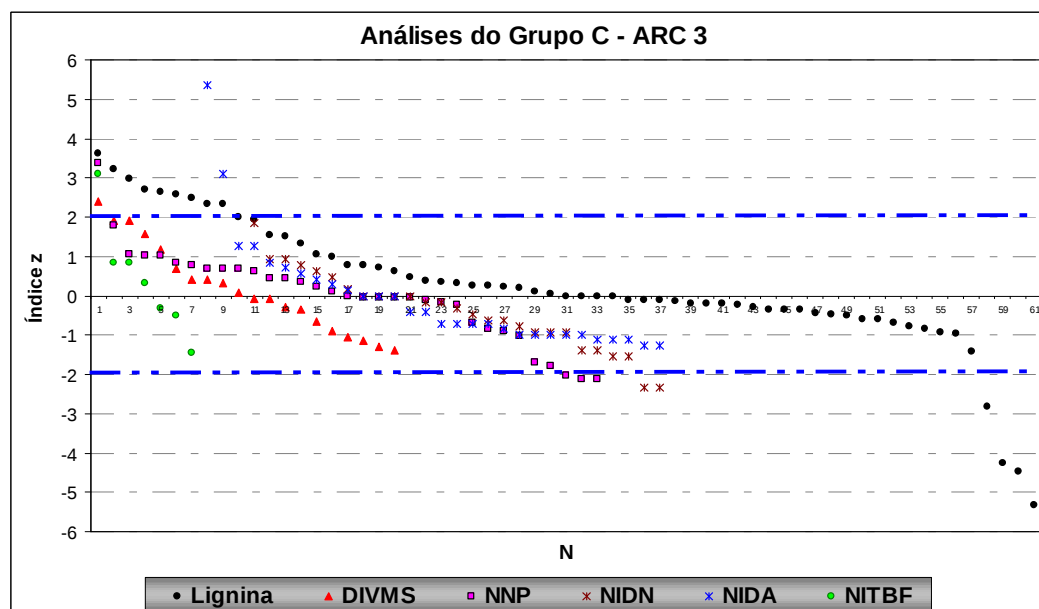
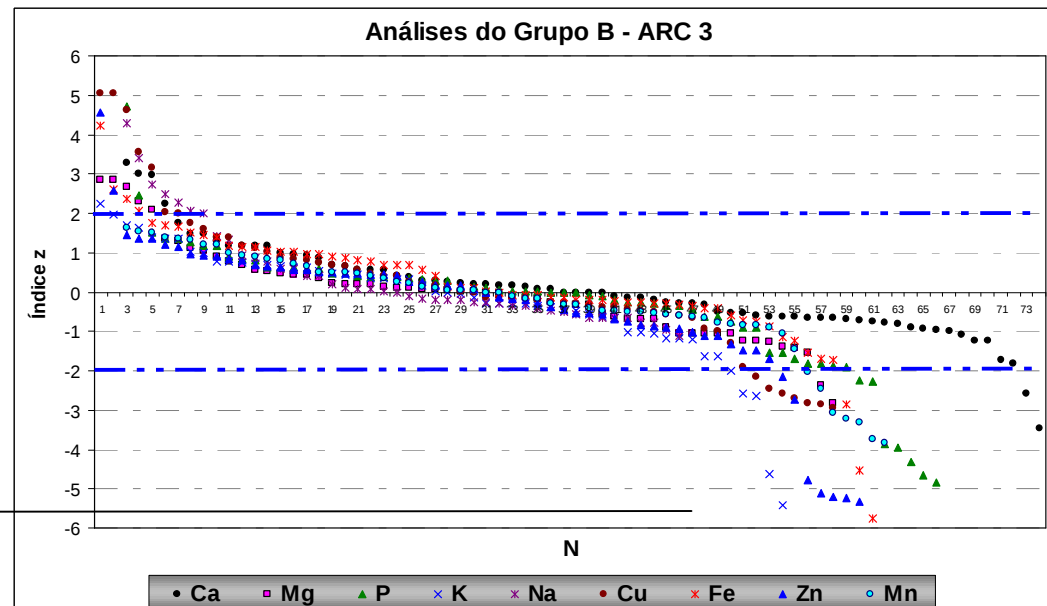
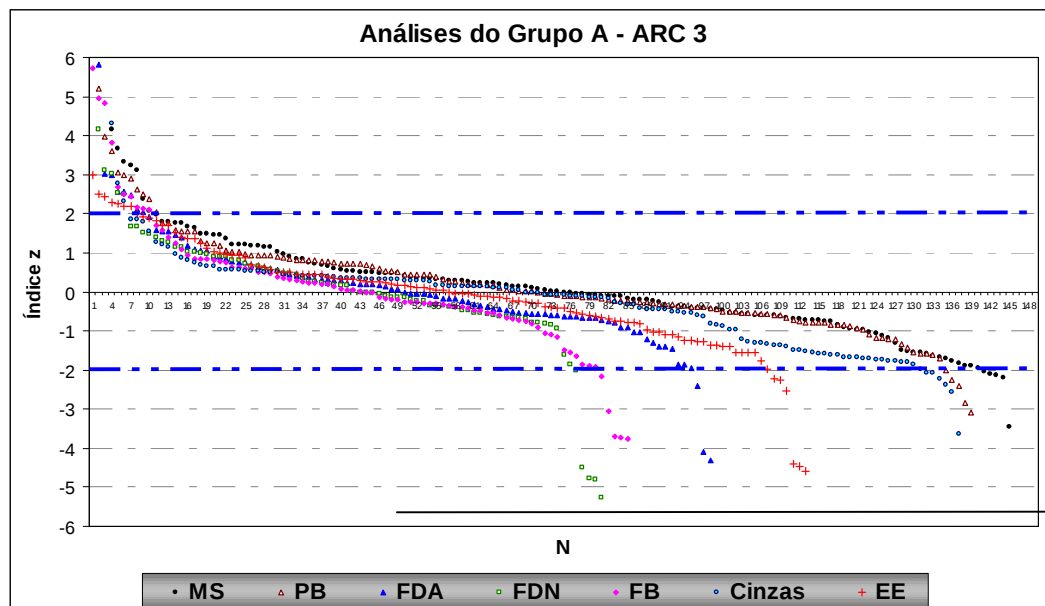
GRÁFICOS COM OS VALORES DO ÍNDICE Z PARA A AMOSTRA REFERÊNCIA DE VOLUMOSO

ARV 8: FENO DE ALFAFA



ANEXO 4

GRÁFICOS COM OS VALORES DO ÍNDICE Z PARA A AMOSTRA REFERÊNCIA DE CONCENTRADO ARC 3: FARELO DE TRIGO



ANEXO 4

GRÁFICO COM OS VALORES DO ÍNDICE Z PARA A AMOSTRA REFERÊNCIA DE MISTURA MINERAL ARM 5: SAL MINERAL PARA VACAS EM LACTAÇÃO

