

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA PARA LABORATÓRIOS DE NUTRIÇÃO ANIMAL

EPLNA ANO 13 - 2010

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 9) e amostra referência de concentrado (ARC 4) foi utilizado respectivamente, Braquiária Brizantha e Farelo de Soja, 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 9 e 50 para a ARC 4 sendo em seguida acondicionados em câmara fria a temperatura de 10 °C e umidade relativa de 25%. Para a amostra referência de suplemento mineral (ARM 6), foi utilizado uma amostra de Sal Mineral para Gado de Corte na 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 6 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 ARV 9 e ARC 4, e para as amostras de mistura mineral e ARM 6 foram determinados os teores de cálcio (Ca), fósforo (P), cobre (Cu) e zinco (Zn). 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 da análise de variância de fator único empregada na avaliação da homogeneidade das amostras referência.

Amostra 12/02-08-14-20 (ARV 9: Braquiária Brizantha)							
PB	Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	valor-p	F crítico
	Entre grupos	0,6325	9	0,0703	2,3765	0,0969	3,0204
	Dentro dos grupos	0,2957	10	0,0296			
	Total	0,9282	19				
Amostra 12/04-10-16-22 (ARC 4: Farelo de Soja)							
PB	Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	valor-p	F crítico
	Entre grupos	4,4813	9	0,4979	1,3255	0,3320	3,0204
	Dentro dos grupos	3,7563	10	0,3756			
	Total	8,2376	19				
Amostra 12/06-12-18-24 (ARM 6: Sal Mineral para Gado de Corte)							
Ca	Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	valor-p	F crítico
	Entre grupos	119,9334	9	13,3259	1,3165	0,3357	3,0204
	Dentro dos grupos	101,2186	10	10,1219			
	Total	221,1520	19				
P	Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	valor-p	F crítico
	Entre grupos	1903,9325	9	211,5481	1,5097	0,2646	3,0204
	Dentro dos grupos	1401,2550	10	140,1255			
	Total	3305,1875	19				
Cu	Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	valor-p	F crítico
	Entre grupos	21373,0	9	2374,8	0,6723	0,7189	3,0204
	Dentro dos grupos	35320,6	10	3532,1			
	Total	56693,6	19				
Zn	Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	valor-p	F crítico
	Entre grupos	8969747,4	9	996638,6	1,6030	0,2362	3,0204
	Dentro dos grupos	6217284	10	621728,4			
	Total	15187031	19				

SQ = soma dos quadrados; MQ = valores quadrados médios; GL = graus de liberdade; valor-P = probabilidade de que a amostra é homogênea (assumindo que a hipótese nula seja verdadeira, ou seja, valor-P $\geq$ 0,05).

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 = P₇₅ – P₂₅); intervalo interquartil normalizado (**IQN** = IQ x 0,7413); mediana (**Méd**); número de análises realizadas (**N**). Os parâmetros estatísticos para a **ARV 9** são apresentados nas Tabelas 2, 3, 4 e 5 (**Anexo 1**); para a **ARC 4** são apresentados nas Tabelas 9, 10, 11 e 12 (**Anexo 2**) e para a **ARM 6** 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 do grupo C** das amostras **ARV 9** e **ARC 4** e na Figura 2, a quantidade de resultados outliers para as análises do Grupo B das amostras **ARV 9**, **ARC 4** e **ARM 6**. Como é possível observar que para a amostras **ARV 9** a análise de PB apresentou maior quantidade de resultados discrepantes e para a **ARC 4** a análise de FDA que apresentou maior quantidade de resultados Outliers. Para o **grupo B** a análises de fósforo (P) foi a que apresentou maior quantidade de resultados discrepantes, tanto para a **ARV 9** como para **ARM 6**.

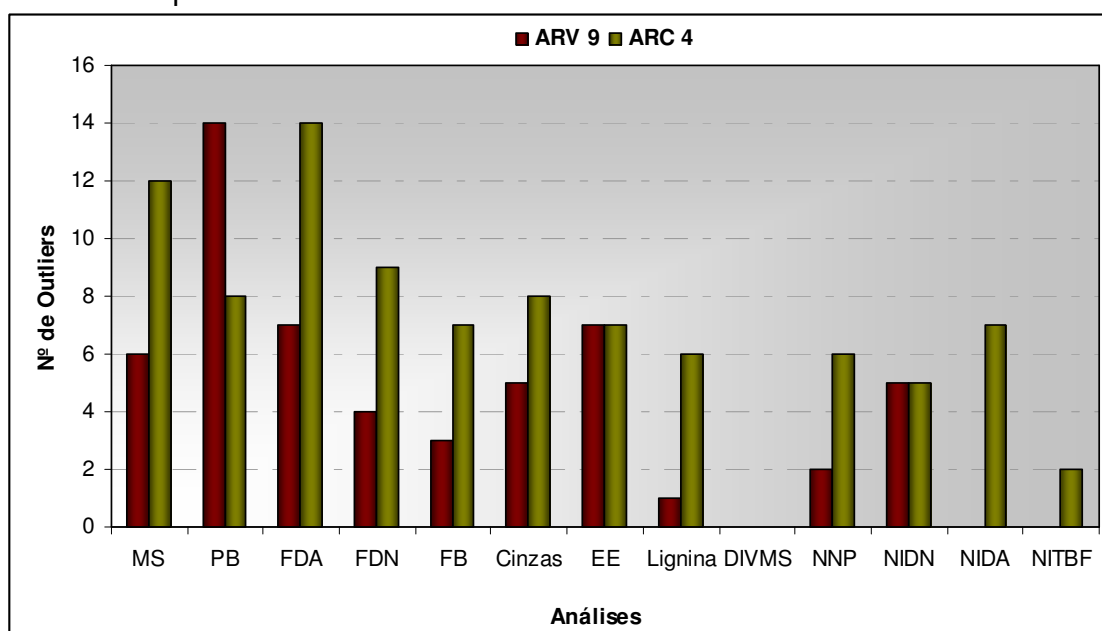


Figura 1. Quantidade de resultados “outliers” das análises dos Grupos A e C, para as amostras ARV 9 e ARC 4.

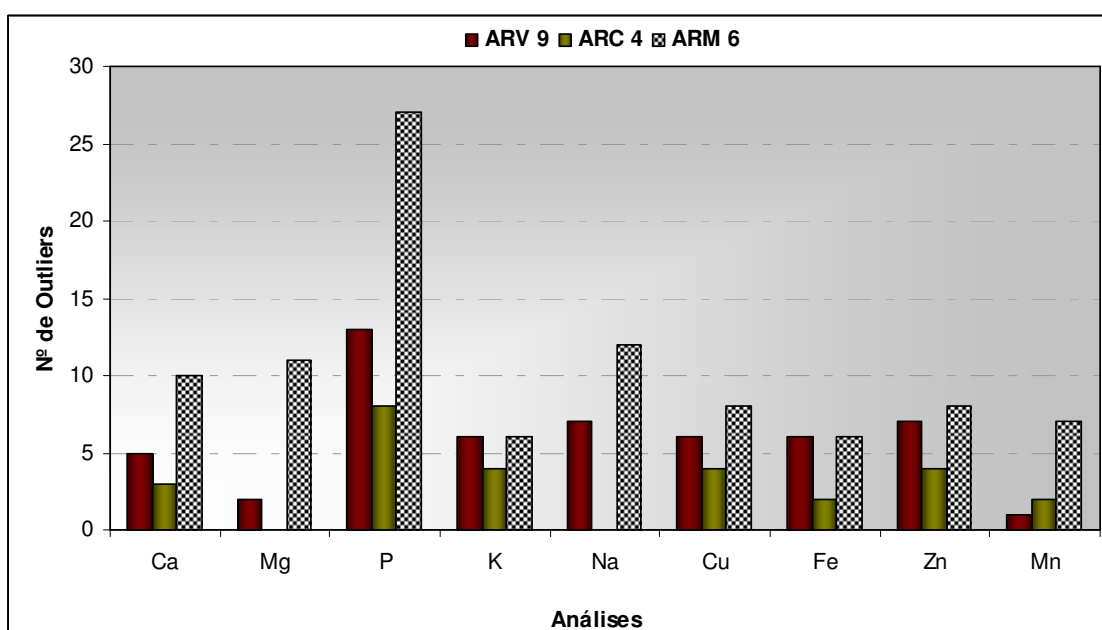


Figura 2. Quantidade de resultados “outliers” detectados nas análises do Grupo B, para as amostras ARV 9, ARC 4 e ARM 6.

Após, foram definidos o valor designado (valor alvo, $\bar{X}$) e o desvio padrão alvo (σ_p) e calculado 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 9, ARC 4 e ARM 6. Os valores para os intervalos de confiança estão informados nas Tabelas 7 e 8 para a ARV 9, Tabelas 14 e 15 para a ARC 4 e nas Tabelas 19 e 20 para ARM 6.

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 9: Braquiária Brizantha](#)**

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 9), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
M	93,03	7,07	35,53	65,81	28,65	6,88	2,03	4,39	55,20	0,26	0,32	0,15	0,64
s	9,51	4,76	3,40	4,36	2,48	0,66	1,00	0,87	4,51	0,09	0,20	0,16	0,02
cv %	10,2	67,4	9,6	6,6	8,7	9,6	49,0	19,8	8,2	34,6	62,4	106,8	3,8
P₂₅	93,46	6,09	34,05	64,19	27,51	6,70	1,55	4,05	52,04	0,26	0,21	0,07	0,62
P₇₅	94,67	6,60	36,77	67,35	29,96	7,18	2,25	4,92	58,35	0,31	0,41	0,21	0,65
IQ	1,21	0,51	2,72	3,16	2,45	0,48	0,70	0,87	6,31	0,05	0,20	0,14	0,03
IQN	0,90	0,38	2,02	2,34	1,82	0,36	0,52	0,64	4,68	0,04	0,15	0,10	0,02
Med	94,19	6,37	35,71	66,38	28,60	6,91	1,86	4,32	56,63	0,28	0,25	0,10	0,64
N	173	164	133	127	113	167	144	59	24	28	39	38	9

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 9), 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	4,49	3,50	0,95	15,17	0,38	5,93	730,52	26,10	82,75
s	0,95	0,43	0,49	2,81	0,84	4,55	170,55	12,03	11,71
cv %	21,1	12,4	51,4	18,5	218,9	76,6	23,3	46,1	14,2
P₂₅	4,04	3,28	0,80	14,62	0,10	4,00	683,20	20,66	74,54
P₇₅	4,69	3,72	0,95	16,76	0,38	6,40	828,04	27,00	89,26
IQ	0,65	0,44	0,15	2,14	0,28	2,40	144,84	6,34	14,72
IQN	0,48	0,33	0,11	1,59	0,21	1,78	107,37	4,70	10,91
Med	4,39	3,52	0,86	15,69	0,20	4,91	754,09	23,46	83,24
N	104	83	98	80	80	83	87	87	87

Tabela 4. Dados estatísticos das análises do Grupo A e do Grupo C para a amostra referencia de volumoso (ARV 9), 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	94,14	6,32	35,30	65,85	28,62	6,93	1,86	4,47	55,20	0,28	0,26	0,15	0,64
s_H	1,04	0,41	2,07	2,23	2,16	0,38	0,56	0,65	4,51	0,06	0,11	0,16	0,02
cv %	1,1	6,4	5,9	3,4	7,5	5,5	29,8	14,6	8,2	21,5	41,5	106,8	3,8
P₂₅	93,52	6,09	34,09	64,23	27,51	6,71	1,50	4,05	52,04	0,26	0,21	0,07	0,62
P₇₅	94,72	6,56	36,72	67,32	29,87	7,18	2,20	4,92	58,35	0,33	0,32	0,21	0,65
IQ	1,20	0,47	2,63	3,09	2,36	0,47	0,70	0,87	6,31	0,07	0,11	0,14	0,03
IQN	94,21	6,36	35,67	66,38	28,56	6,94	1,85	4,33	56,63	0,28	0,25	0,10	0,64
Med	167	150	126	123	110	162	137	58	24	26	34	38	9
N	94,14	6,32	35,30	65,85	28,62	6,93	1,86	4,47	55,20	0,28	0,26	0,15	0,64

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 9), 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	4,33	3,50	0,85	15,78	0,22	4,93	758,02	23,66	82,24
sd	0,51	0,35	0,10	1,66	0,17	1,48	104,41	4,89	10,78
cv %	11,9	10,1	11,4	10,5	78,9	30,0	13,8	20,7	13,1
P₂₅	4,03	3,28	0,80	14,86	0,10	3,98	694,22	20,44	74,48
P₇₅	4,62	3,72	0,90	16,84	0,30	5,98	828,04	25,86	88,78
IQ	0,59	0,44	0,10	1,98	0,20	2,00	133,82	5,42	14,30
IQN	4,37	3,52	0,85	15,80	0,18	4,77	759,32	23,31	83,12
Med	99	81	85	74	73	77	81	80	86
N	4,33	3,50	0,85	15,78	0,22	4,93	758,02	23,66	82,24

Tabela 6. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de volumoso (ARV 9).

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF	
	% (m/m)													
	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p
	94,19	6,37	35,71	66,38	28,60	6,91	1,86	4,32	56,63	0,28	0,25	0,10	0,64	
	0,90	0,38	2,02	2,23	1,82	0,36	0,52	0,64	4,51	0,04	0,11	0,10	0,02	
	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn					
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)								
	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p	$\bar{X}$	σ_p
	4,39	3,52	0,86	15,69	0,20	4,91	754,09	23,46	83,24					
	0,48	0,33	0,10	1,59	0,17	1,48	104,41	4,70	10,78					

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 9).

IC		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF		
		% (m/m)														
		Máximo	96,0	7,1	39,7	70,8	32,2	7,6	2,9	5,6	65,6	0,3	0,5	0,3	0,7	
		Mínimno	92,4	5,6	31,7	61,9	25,0	6,2	0,8	3,0	47,6	0,2	0,0	0,0	0,6	
IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn						
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)									
		Máximo	5,4	4,2	1,0	18,9	0,5	7,9	962,9	32,9	104,8					
		Mínimno	3,4	2,9	0,7	12,5	0,0	2,0	545,3	14,1	61,7					

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 9).

IC		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF		
		% (m/m)														
		Máximo	95,1	6,7	37,7	68,6	30,4	7,3	2,4	5,0	61,1	0,3	0,4	0,2	0,7	
		Mínimno	93,3	6,0	33,7	64,2	26,8	6,6	1,3	3,7	52,1	0,2	0,1	0,0	0,6	
IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn						
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)									
		Máximo	4,9	3,8	1,0	17,3	0,4	6,4	858,5	28,2	94,0					
		Mínimno	3,9	3,2	0,8	14,1	0,0	3,4	649,7	18,8	72,5					

ANEXO 2**AMOSTRA REFERÊNCIA DE CONCENTRADO: ARC 4: FARELO DE SOJA**

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 4), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
M	90,06	49,43	10,59	19,04	7,23	6,39	2,13	1,14	90,21	0,46	1,42	0,50	6,97
s	8,79	4,29	4,29	8,25	4,52	0,80	0,60	1,41	3,25	0,36	2,30	0,69	0,31
cv %	9,8	8,7	40,5	43,3	62,5	12,5	28,3	123,8	3,6	80,0	162,4	138,0	4,4
P₂₅	90,51	48,82	8,76	14,93	6,20	6,15	1,81	0,45	87,72	0,28	0,44	0,10	6,98
P₇₅	91,66	51,50	10,48	19,75	7,40	6,74	2,39	1,12	92,44	0,64	1,35	0,51	7,14
IQ	1,15	2,68	1,72	4,82	1,20	0,59	0,58	0,67	4,72	0,36	0,91	0,41	0,16
IQN	0,85	1,99	1,28	3,57	0,89	0,44	0,43	0,50	3,50	0,27	0,67	0,30	0,12
Med	91,01	50,22	9,52	16,63	6,77	6,40	2,06	0,65	90,09	0,33	0,62	0,18	7,08
N	180	171	119	112	121	174	152	53	24	28	35	37	9

M: média; s: desvio padrão; cv: coeficiente de variação; P₂₅: primeiro quartil; P₇₅: terceiro quartil; IQ: intervalo interquartilico (P₇₅ – P₂₅); IQN: intervalo interquartilico 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 4), 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	2,89	2,98	6,53	21,21	0,46	16,50	244,15	52,89	28,77
s	0,63	0,32	1,52	4,85	0,84	5,16	66,93	12,83	7,61
cv %	21,7	10,9	23,3	22,9	182,0	31,3	27,4	24,3	26,5
P₂₅	2,52	2,79	6,23	19,70	0,11	14,01	207,97	47,08	24,20
P₇₅	3,12	3,23	7,00	23,60	0,36	17,18	285,66	55,51	31,90
IQ	0,60	0,44	0,77	3,90	0,25	3,17	77,69	8,43	7,70
IQN	0,44	0,33	0,57	2,89	0,19	2,35	57,59	6,25	5,71
Med	2,81	3,00	6,65	21,85	0,20	15,55	245,03	51,00	28,09
N	106	84	100	80	79	83	87	87	87

Tabela 11. Dados estatísticos das análises do Grupo A e do Grupo C para a amostra referencia de concentrado (ARC 4), 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	91,10	50,05	9,38	17,00	6,74	6,43	2,09	0,72	90,21	0,29	0,66	0,21	7,12
s_H	0,88	2,07	1,29	3,42	0,90	0,44	0,49	0,46	3,25	0,18	0,46	0,17	0,12
cv %	1,0	4,1	13,8	20,1	13,3	6,8	23,5	63,7	3,6	61,2	69,4	79,9	1,6
P₂₅	90,56	49,12	8,60	14,85	6,22	6,15	1,81	0,45	87,72	0,21	0,41	0,08	7,08
P₇₅	91,65	51,58	9,92	18,83	7,30	6,71	2,37	1,01	92,44	0,36	0,78	0,34	7,16
IQ	1,09	2,46	1,32	3,98	1,08	0,56	0,56	0,56	4,72	0,15	0,37	0,26	0,08
IQN	91,05	50,32	9,32	16,10	6,77	6,40	2,05	0,58	90,09	0,30	0,59	0,13	7,12
Med	168	163	105	103	114	166	145	47	24	22	30	30	7
N	91,10	50,05	9,38	17,00	6,74	6,43	2,09	0,72	90,21	0,29	0,66	0,21	7,12

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 4), 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	2,82	2,98	6,63	21,90	0,46	15,53	243,48	50,59	28,02
sd	0,45	0,32	0,58	3,81	0,84	2,21	57,75	6,47	5,77
cv %	16,0	10,9	8,8	17,4	182,0	14,3	23,7	12,8	20,6
P₂₅	2,52	2,79	6,25	20,16	0,11	14,00	207,97	47,07	24,00
P₇₅	3,10	3,23	6,95	23,70	0,36	17,05	280,53	55,18	31,62
IQ	0,58	0,44	0,70	3,54	0,25	3,05	72,56	8,11	7,62
IQN	2,80	3,00	6,65	21,92	0,20	15,50	245,03	50,64	27,97
Med	103	84	92	76	79	79	85	83	85
N	2,82	2,98	6,63	21,90	0,46	15,53	243,48	50,59	28,02

Tabela 13. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de concentrado (ARC 4).

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
	$\bar{X}$	91,01	50,22	9,52	16,63	6,77	6,40	2,06	0,65	90,09	0,33	0,62	0,18
σ_P	0,85	1,99	1,28	3,42	0,89	0,44	0,43	0,46	3,25	0,18	0,46	0,17	0,12
	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn				
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)							
	$\bar{X}$	2,81	3,00	6,65	21,85	0,20	15,55	245,03	51,00	28,09			
	σ_P	0,44	0,32	0,57	2,89	0,19	2,21	57,75	6,25	5,71			

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 4).

IC		Concentração (mg kg ⁻¹)													
		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF	
		% (m/m)													
IC	Máximo	92,7	54,2	12,1	23,5	8,5	7,3	2,9	1,6	96,6	0,7	1,5	0,5	7,3	
	Mínimno	89,3	46,2	7,0	9,8	5,0	5,5	1,2	0,0	83,6	0,0	0,0	0,0	6,8	
IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn					
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)								
		Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo
		Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo
IC	Máximo	3,7	3,6	7,8	27,6	0,6	20,0	360,5	63,5	39,5					
	Mínimno	1,9	2,4	5,5	16,1	0,0	11,1	129,5	38,5	16,7					

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 4).

		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
		% (m/m)												
IC	Máximo	91,9	52,2	10,8	20,1	7,7	6,8	2,5	1,1	93,3	0,5	1,1	0,3	7,2
	Mínimno	90,2	48,2	8,2	13,2	5,9	6,0	1,6	0,2	86,8	0,1	0,2	0,0	7,0
		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn				
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)							
IC	Máximo	3,3	3,3	7,2	24,7	0,4	17,8	302,8	57,2	33,8				
	Mínimno	2,4	2,7	6,1	19,0	0,0	13,3	187,3	44,8	22,4				

ANEXO 3

AMOSTRA REFERÊNCIA DE SUPLEMENTO MINERAL: [ARM 6: SAL MINERAL PARA GADO DE CORTE](#)

RESULTADOS EXPRESSOS NA MATÉRIA ORIGINAL

Tabela 16. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de suplemento mineral (ARM 6), 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	147,54	63,02	85,76	16,98	2207,16	1019,30	2780,86	6117,06	295,67
s	33,51	502,21	27,78	140,28	18632,44	968,39	4528,47	5771,76	1519,41
cv %	22,7	796,9	32,4	826,3	844,2	95,0	162,8	94,4	513,9
P25	144,92	4,37	85,14	0,78	160,50	868,10	1846,00	5267,47	100,00
P75	164,67	5,08	92,20	1,18	187,25	1026,00	2472,75	6262,50	136,69
IQ	19,75	0,71	7,06	0,40	26,75	157,90	626,75	995,03	36,69
IQN	14,64	0,53	5,23	0,30	19,83	117,05	464,61	737,62	27,20
Med	154,55	4,69	87,81	1,00	175,00	941,58	2148,60	5867,00	116,46
N	114	88	107	79	85	89	92	93	91

Tabela 17. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de suplemento mineral (ARM 6), 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	155,22	4,72	88,43	0,92	175,00	946,66	2114,15	5769,74	114,66
sd	16,58	0,60	4,88	0,36	17,32	119,65	443,29	730,06	27,70
cv %	10,7	12,6	5,5	38,8	9,9	12,6	21,0	12,7	24,2
P25	147,62	4,40	86,23	0,75	163,00	872,50	1846,00	5298,05	99,05
P75	164,80	5,00	90,27	1,08	186,50	1018,50	2438,00	6262,50	130,00
IQ	17,18	0,60	4,04	0,33	23,50	146,00	592,00	964,45	30,95
IQN	156,27	4,70	87,86	0,94	175,60	942,00	2138,76	5876,97	113,72
Med	104	77	80	73	73	81	86	85	84
N	155,22	4,72	88,43	0,92	175,00	946,66	2114,15	5769,74	114,66

Tabela 18. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de suplemento mineral (ARM6).

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
$\bar{X}$	154,55	4,69	87,81	1,00	175,00	941,58	2148,60	5867,00	116,46
σ_p	14,64	0,53	4,88	0,30	17,32	117,05	443,29	730,06	27,20

Tabela 19. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 2,0$, para as análises da amostra referência de suplemento mineral (ARM6).

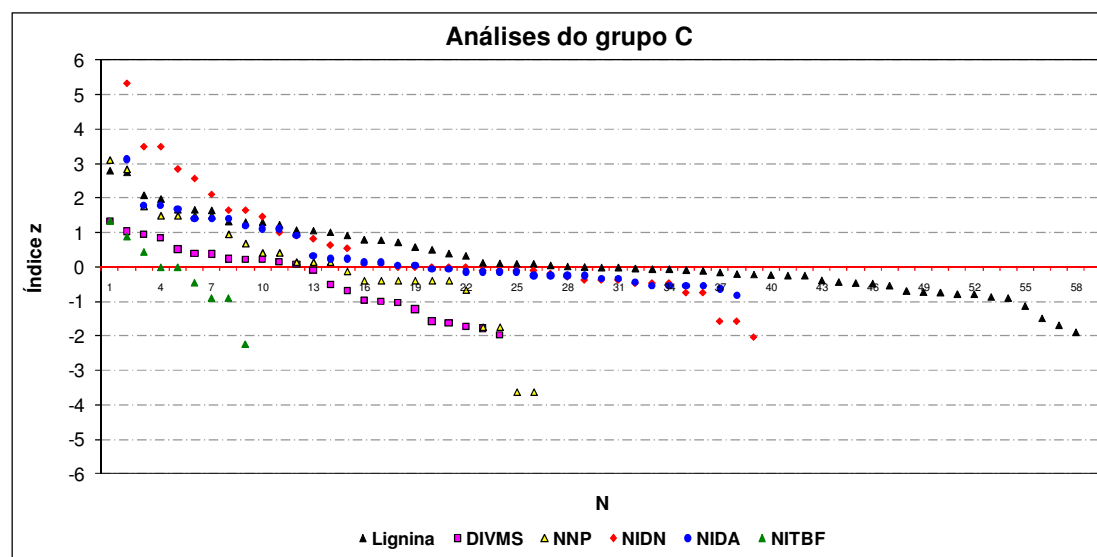
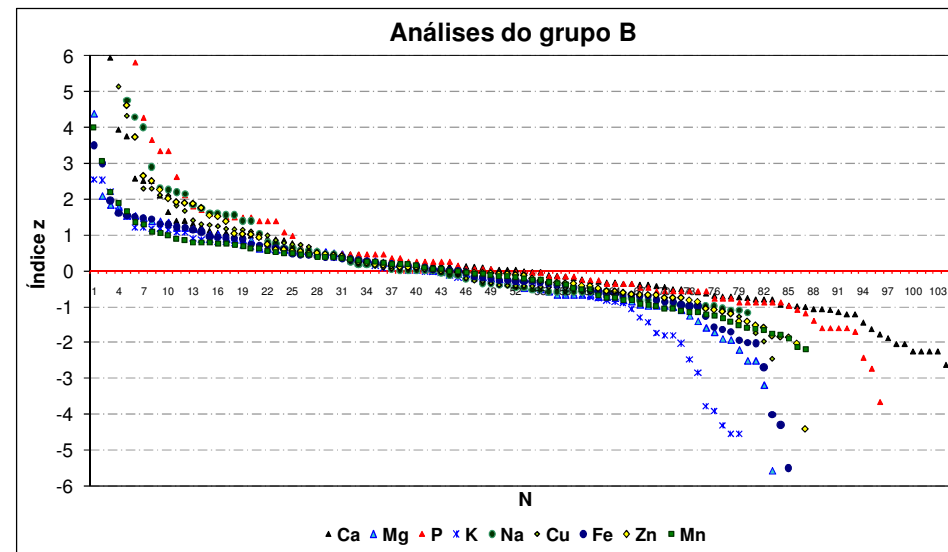
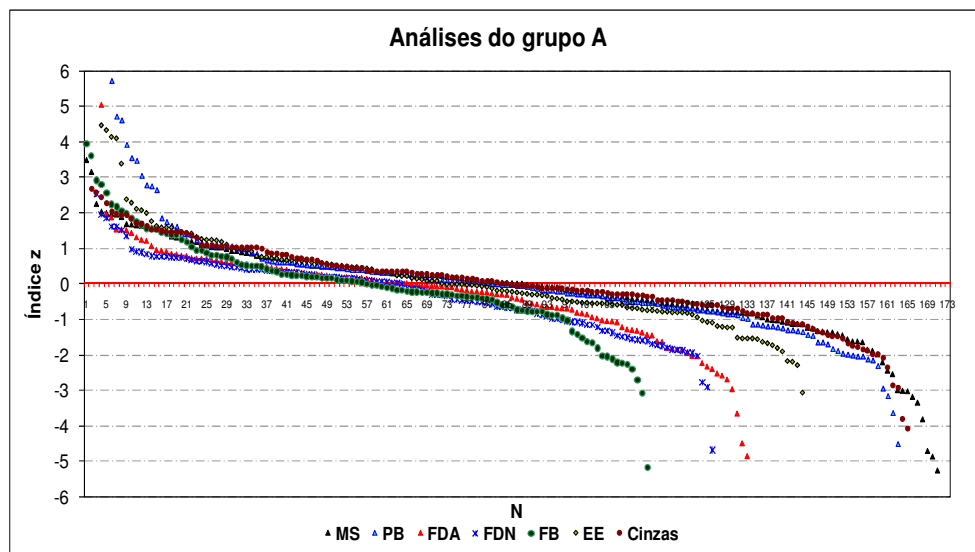
		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
IC	Máximo	183,8	5,7	97,6	1,6	209,6	1175,7	3035,2	7327,1	170,9
	Mínimo	125,3	3,6	78,1	0,4	140,4	707,5	1262,0	4406,9	62,1

Tabela 20. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 1,0$, para as análises da amostra referência de suplemento mineral (ARM6).

		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
IC	Máximo	169,2	5,2	92,7	1,3	192,3	1058,6	2591,9	6597,1	143,7
	Mínimo	139,9	4,2	82,9	0,7	157,7	824,5	1705,3	5136,9	89,3

ANEXO 4

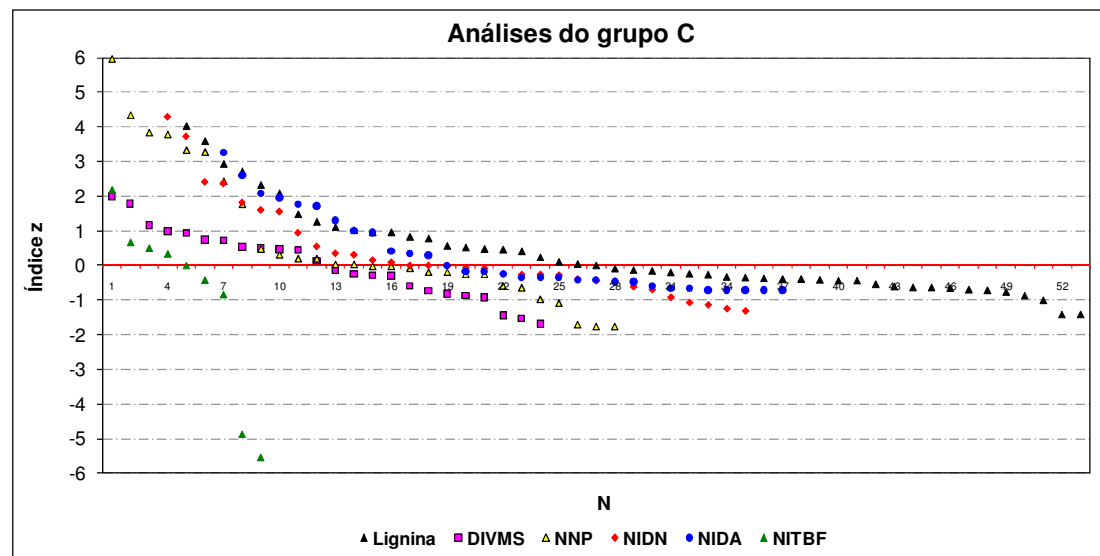
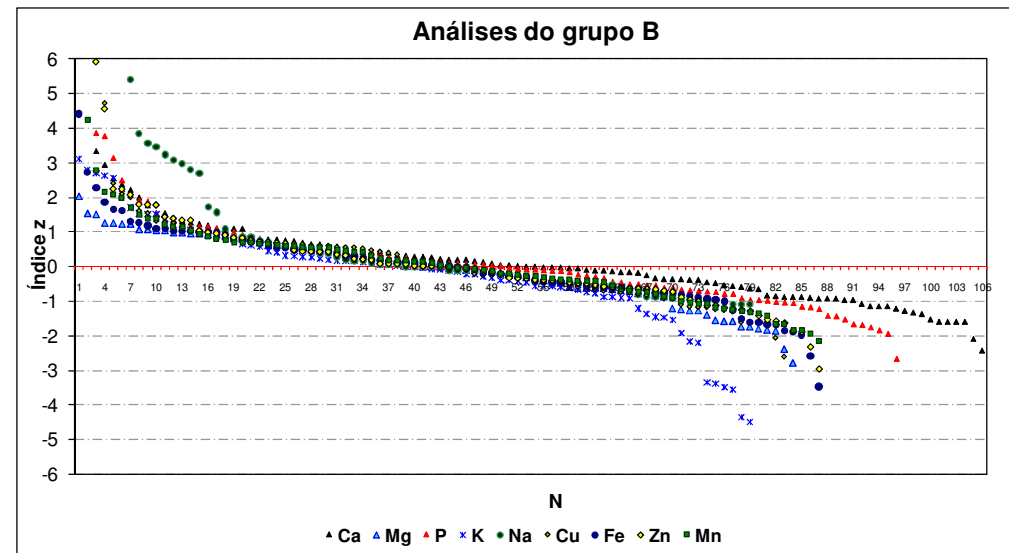
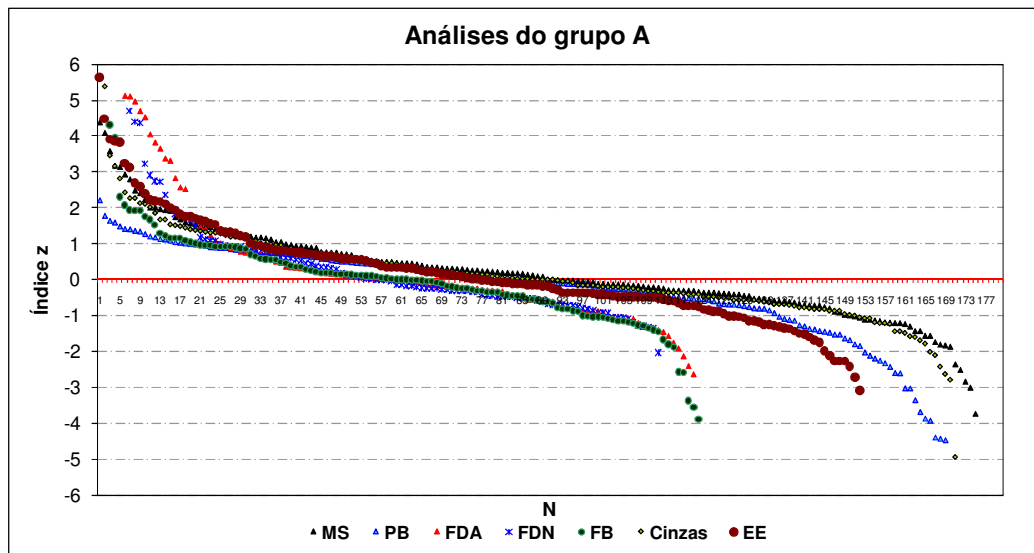
GRÁFICOS COM OS VALORES DO ÍNDICE Z PARA A AMOSTRA REFERÊNCIA DE VOLUMOSO ARV 9: BRAQUIÁRIA BRIZANTHA



ANEXO 4

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

ARC 4: FARELO DE SOJA



ANEXO 4

GRÁFICO COM OS VALORES DO ÍNDICE Z PARA A AMOSTRA REFERÊNCIA DE MISTURA MINERAL ARM 6: SAL MINERAL PARA GADO DE CORTE

