

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA PARA LABORATÓRIOS DE NUTRIÇÃO ANIMAL

EPLNA ANO 14 - 2011

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 2010 (13º ano) EPLNA contou com a participação de 57 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 10) e amostra referência de concentrado (ARC 5) foi utilizado respectivamente, Braquiária Marandu e Farelo de Trigo, obtidos de experimentos e na fábrica de rações da Embrapa Pecuária Sudeste. Para a ARV 10 e ARC 5 foram preparados 25 kg de material seco a temperatura de 65°C, sendo a ARV 10 moída em moinho de facas em aço inoxidável de bancadas (moinho tipo Wiley), com peneiras de 0,5 mm de abertura, e a ARC 5 moída em moinho ultracentrífugo, com peneira de 0,25 mm de abertura.

Para realização do Ensaio de Proficiência, quatro pacotes contendo 50 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 100 g para a ARV 10 e 100 para a ARC 5 sendo em seguida encaminhadas para irradiação gama. Para a amostra referência de suplemento mineral (ARM 7), foi utilizado uma amostra de Sal Mineral para Ovinos, sendo moído 4 kg de amostras triturada em moinho almofariz com pistilo e cápsula de ágata. Quatro pacotes contendo 10 g de amostra foram distribuídos para as rodadas do Ensaio de Proficiência ARM 7 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 10 e ARC 5, e para as amostras de mistura mineral e ARM 7 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 13/02-08-14-20 (ARV 10: Braquiária Marandu)							
PB	Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	valor-p	F crítico
	Entre grupos	0,4319	8	0,0539	0,9368	0,5312	3,2295
	Dentro dos grupos	0,5186	9	0,0576			
	Total	0,9506	17				
Amostra 13/04-10-16-22 (ARC 5: Farelo de Soja)							
PB	Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	valor-p	F crítico
	Entre grupos	1,2229	9	0,1358	1,2634	0,3585	3,0203
	Dentro dos grupos	1,0755	10	0,1075			
	Total	2,2985	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 = $P_{75} - P_{25}$); intervalo interquartil normalizado (**IQN** = $IQ \times 0,7413$); mediana (**Méd**); número de análises realizadas (**N**). Os parâmetros estatísticos para a **ARV 10** são apresentados nas Tabelas 2, 3, 4 e 5 (**Anexo 1**); para a **ARC 5** são apresentados nas Tabelas 9, 10, 11 e 12 (**Anexo 2**) e para a **ARM 7** 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 10** e **ARC 5** e na Figura 2, a quantidade de resultados outliers para as análises do Grupo B das amostras **ARV 10**, **ARC 5** e **ARM 7**. Como é possível observar para a amostras **ARV 10** e para **ARC 5** a análise de PB apresentou maior quantidade de resultados discrepantes. Para o **grupo B** foram detectado maiores quantidades de outliers para a análise de fósforo (ARV 10), análise de cálcio (ARC 5) e análise de magnésio para ARM 7.

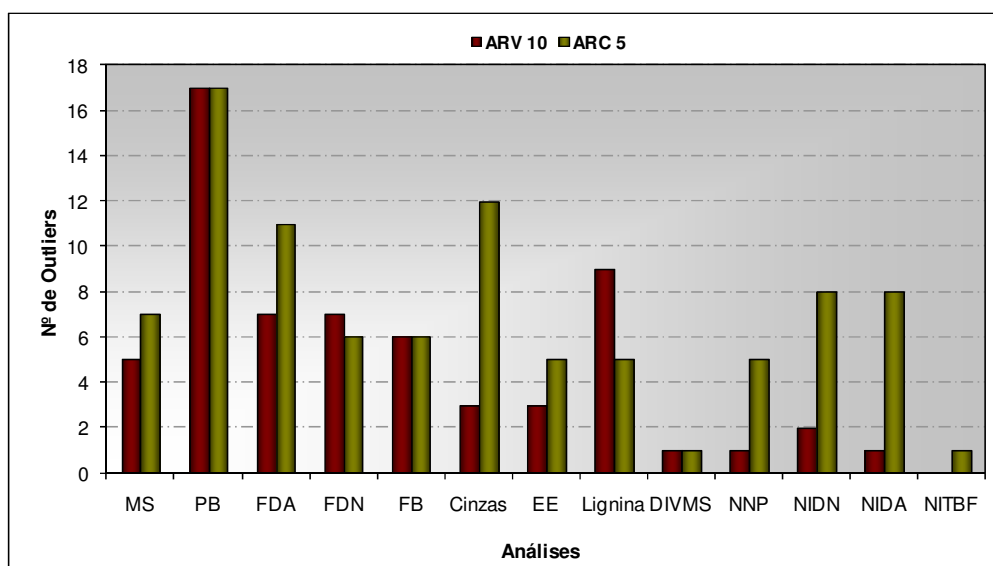


Figura 1. Quantidade de resultados “outliers” das análises dos Grupos A e C, para as amostras ARV 10 e ARC 5.

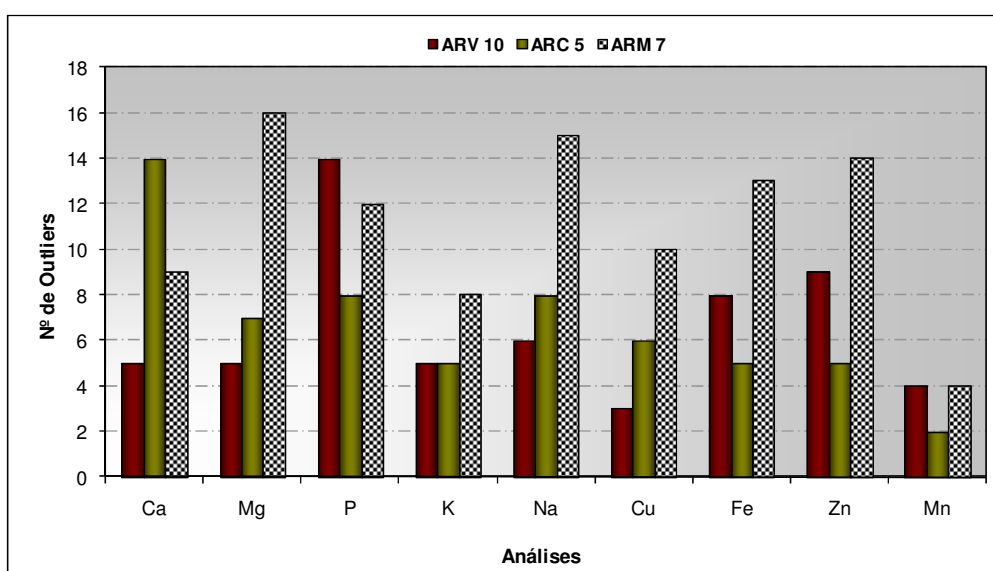


Figura 2. Quantidade de resultados “outliers” detectados nas análises do Grupo B, para as amostras ARV 10, ARC 5 e ARM 7.

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 10, ARC 5 e ARM 7. Os valores para os intervalos de confiança estão informados nas Tabelas 7 e 8 para a ARV 10, Tabelas 14 e 15 para a ARC 5 e nas Tabelas 19 e 20 para ARM 7.

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 10: Braquiária Marandu](#)**

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 10), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
M	93,40	10,96	35,83	65,88	29,56	8,53	2,51	3,95	60,98	0,47	0,51	0,18	1,28
s	6,78	1,64	4,33	6,36	3,78	0,63	0,67	3,67	8,46	0,15	0,15	0,11	0,13
cv %	7,26	15,01	12,09	9,65	12,79	7,34	26,75	92,77	13,87	32,24	28,85	63,09	10,11
P₂₅	93,23	10,88	34,13	64,83	28,02	8,13	2,05	2,98	57,74	0,40	0,45	0,08	1,23
P₇₅	94,52	11,51	36,52	68,38	30,62	8,85	2,84	3,86	66,73	0,53	0,59	0,23	1,36
IQ	1,29	0,63	2,39	3,55	2,60	0,72	0,79	0,88	8,99	0,13	0,14	0,15	0,13
IQN	0,96	0,47	1,77	2,63	1,93	0,53	0,59	0,65	6,66	0,10	0,10	0,11	0,10
Med	93,94	11,25	35,43	66,50	29,07	8,50	2,49	3,31	61,74	0,48	0,50	0,16	1,32
N	194	182	153	151	131	179	164	66	30	39	47	47	8

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 3. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de volumoso (ARV 10), 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	2,90	3,20	2,68	25,21	2,57	6,64	140,79	28,16	65,10
s	0,62	0,54	3,43	5,98	15,43	2,20	52,60	17,23	15,49
cv %	21,32	16,82	128,14	23,74	600,55	33,19	37,36	61,21	23,79
P₂₅	2,62	3,10	2,02	23,50	0,05	5,34	110,75	21,81	60,60
P₇₅	3,11	3,50	2,30	28,63	0,55	7,44	148,52	27,27	69,79
IQ	0,49	0,40	0,28	5,13	0,50	2,10	37,77	5,46	9,19
IQN	0,36	0,30	0,21	3,80	0,37	1,56	28,00	4,05	6,81
Med	2,87	3,33	2,11	26,60	0,21	6,45	130,28	23,83	65,89
N	106	85	98	81	76	85	89	89	88

Tabela 4. Dados estatísticos das análises do Grupo A e do Grupo C para a amostra referencia de volumoso (ARV 10), 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	93,83	11,24	35,18	66,57	29,31	8,54	2,47	3,34	61,96	0,48	0,51	0,17	1,28
s_H	1,05	0,48	1,95	2,65	2,13	0,51	0,59	0,58	6,65	0,14	0,13	0,10	0,13
cv %	1,12	4,23	5,56	3,98	7,27	6,02	24,07	17,27	10,74	29,81	24,63	59,84	10,11
P₂₅	93,23	10,96	33,99	64,95	28,00	8,13	2,05	2,99	57,94	0,40	0,45	0,08	1,23
P₇₅	94,40	11,51	36,40	68,37	30,38	8,80	2,81	3,71	66,73	0,53	0,59	0,23	1,36
IQ	1,17	0,55	2,41	3,42	2,38	0,67	0,76	0,72	8,79	0,13	0,14	0,15	0,13
IQN	0,87	0,41	1,79	2,54	1,76	0,50	0,56	0,53	6,52	0,10	0,10	0,11	0,10
Med	93,92	11,27	35,37	66,53	29,05	8,50	2,46	3,30	61,81	0,49	0,50	0,16	1,32
N	189	165	146	144	125	176	161	57	29	38	45	46	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 10), 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	2,86	3,30	2,11	26,37	0,28	6,56	130,06	23,87	65,32
sd	0,39	0,34	0,18	3,84	0,30	1,83	27,24	4,08	7,94
cv %	13,80	10,16	8,35	14,57	107,01	27,97	20,95	17,11	12,15
P₂₅	2,64	3,10	2,01	24,43	0,04	5,34	110,21	21,60	60,96
P₇₅	3,10	3,51	2,20	28,68	0,46	7,41	143,68	25,41	69,79
IQ	0,46	0,41	0,19	4,25	0,42	2,07	33,47	3,81	8,83
IQN	0,34	0,30	0,14	3,15	0,31	1,53	24,81	2,82	6,55
Med	2,86	3,36	2,10	26,82	0,14	6,41	129,00	23,29	66,00
N	101	80	84	76	70	82	81	80	84

Tabela 6. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de volumoso (ARV 10).

Tabela 6. Valores empregados para calcular o valor de $\bar{X}$ para os análises da amostra proveniente do tratamento $\bar{X}$													
$\bar{X}$	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
	93,94	11,25	35,43	66,50	29,07	8,50	2,49	3,31	61,74	0,48	0,50	0,16	1,32
σ_p	0,96	0,47	1,77	2,63	1,93	0,51	0,59	0,58	6,65	0,10	0,10	0,10	0,10
$\bar{X}$	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn				
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)							
	2,87	3,33	2,11	26,60	0,21	6,45	130,28	23,83	65,89				
	0,36	0,30	0,18	3,80	0,30	1,56	27,24	4,05	6,81				

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 10).

IC		Carbón (m/m)													
		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF	
		% (m/m)													
	Máximo	95,8	12,2	39,0	71,8	32,9	9,5	3,7	4,5	75,0	0,7	0,7	0,4	1,5	
	Mínimno	92,0	10,3	31,9	61,2	25,2	7,5	1,3	2,2	48,4	0,3	0,3	0,0	1,1	
IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn					
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)								
		Máximo	3,6	3,9	2,5	34,2	0,8	9,6	184,8	31,9	79,5				
	Mínimno	2,1	2,7	1,8	19,0	0,0	3,3	75,8	15,7	52,3					

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 10).

IC		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF	
		% (m/m)													
		Máximo	Mínimno												
		94,9	11,7	37,2	69,1	31,0	9,0	3,1	3,9	68,4	0,6	0,6	0,3	1,4	
		93,0	10,8	33,7	63,9	27,1	8,0	1,9	2,7	55,1	0,4	0,4	0,1	1,2	
IC		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn					
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)								
		Máximo	Mínimno												
		3,2	3,6	2,3	30,4	0,5	8,0	157,5	27,9	72,7					
		2,5	3,0	1,9	22,8	0,0	4,9	103,0	19,8	59,1					

ANEXO 2

AMOSTRA REFERÊNCIA DE CONCENTRADO: [ARC 5: 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 5), considerando todos os resultados enviados pelos laboratórios.

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
M	90,34	18,07	12,58	42,18	9,47	5,19	3,34	3,84	73,08	0,46	1,83	0,24	2,04
s	6,39	2,74	2,10	5,42	4,60	1,47	0,83	1,14	4,79	0,28	7,51	0,52	0,25
cv %	7,08	15,18	16,72	12,85	48,62	28,39	24,73	29,61	6,56	60,10	411,18	214,37	12,18
P₂₅	90,20	18,02	12,02	40,32	8,23	4,91	2,86	3,22	70,98	0,34	0,55	0,07	2,01
P₇₅	91,20	19,15	13,07	43,23	9,79	5,25	3,68	4,21	76,19	0,51	0,66	0,16	2,17
IQ	1,00	1,13	1,05	2,91	1,56	0,34	0,82	0,99	5,21	0,17	0,11	0,09	0,16
IQN	0,74	0,84	0,78	2,16	1,16	0,25	0,61	0,73	3,86	0,13	0,08	0,07	0,12
Med	90,62	18,69	12,58	41,62	8,78	5,15	3,28	3,79	73,10	0,40	0,60	0,11	2,09
N	203	190	146	135	134	187	174	61	30	38	45	46	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 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	1,27	4,08	12,04	11,18	1,70	15,83	133,94	174,95	179,51
s	0,96	0,75	12,26	2,69	11,28	4,69	58,85	443,67	37,19
cv %	75,81	18,45	101,82	24,02	663,57	29,61	43,94	253,60	20,72
P₂₅	0,92	3,84	10,30	10,40	0,08	14,00	107,80	122,00	161,33
P₇₅	1,28	4,46	11,74	12,41	0,36	18,15	150,32	142,90	200,00
IQ	0,36	0,62	1,44	2,01	0,28	4,15	42,52	20,90	38,67
IQN	0,27	0,46	1,07	1,49	0,21	3,08	31,52	15,49	28,67
Med	1,10	4,24	11,03	11,50	0,14	16,16	129,00	132,00	180,25
N	110	86	101	81	75	85	89	89	88

Tabela 11. Dados estatísticos das análises do Grupo A e do Grupo C para a amostra referencia de concentrado (ARC 5), 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	90,71	18,60	12,55	41,83	8,97	5,11	3,27	3,68	73,53	0,40	0,60	0,10	2,11
s_H	0,85	0,79	0,84	2,42	1,19	0,22	0,62	0,70	4,20	0,11	0,09	0,04	0,16
cv %	0,93	4,26	6,72	5,79	13,23	4,34	18,97	18,93	5,71	27,32	14,93	41,69	7,66
P₂₅	90,20	18,17	12,10	40,36	8,23	4,96	2,86	3,22	71,06	0,34	0,55	0,07	2,05
P₇₅	91,15	19,15	13,00	43,21	9,63	5,25	3,61	4,03	76,19	0,46	0,64	0,12	2,17
IQ	0,95	0,98	0,90	2,85	1,40	0,29	0,75	0,81	5,13	0,12	0,09	0,05	0,12
IQN	0,70	0,73	0,67	2,11	1,04	0,21	0,56	0,60	3,80	0,09	0,07	0,04	0,09
Med	90,61	18,74	12,58	41,62	8,71	5,16	3,25	3,77	73,14	0,39	0,60	0,09	2,12
N	196	173	135	129	128	175	169	56	29	33	37	38	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 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	1,05	4,21	11,03	11,30	0,19	16,23	128,41	133,22	180,21
sd	0,26	0,42	1,03	1,52	0,17	2,90	29,90	18,79	29,73
cv %	24,94	9,94	9,34	13,49	88,78	17,88	23,28	14,11	16,50
P₂₅	0,90	3,96	10,46	10,50	0,07	14,18	109,18	123,75	161,33
P₇₅	1,20	4,47	11,70	12,25	0,29	18,15	145,05	142,90	200,00
IQ	0,30	0,51	1,24	1,75	0,22	3,97	35,87	19,15	38,67
IQN	0,22	0,38	0,92	1,30	0,16	2,94	26,59	14,20	28,67
Med	1,09	4,27	11,10	11,57	0,11	16,27	128,50	132,99	180,25
N	96	79	93	76	67	79	84	84	86

Tabela 13. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de concentrado (ARC 5).

	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												
	90,62	0,74	18,69	0,79	12,58	0,78	41,62	2,16	8,78	1,16	5,15	0,22	3,28	0,61	3,79	0,70	73,10	3,86	0,40	0,11	0,60	0,08	0,11	0,04	2,09	0,12

	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								
	1,10	0,26	4,24	0,42	11,03	1,03	11,50	1,49	0,14	0,17	16,16	2,90	129,00	29,90	132,00	15,49	180,25	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 5).

		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF	
		% (m/m)													
IC	Máximo	92,1	20,3	14,1	45,9	11,1	5,6	4,5	5,2	80,8	0,6	0,8	0,2	2,3	
	Mínimno	89,1	17,1	11,0	37,3	6,5	4,7	2,1	2,4	65,4	0,2	0,0	0,0	1,8	
		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn					
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)								
IC	Máximo	1,6	5,1	13,1	14,5	0,5	22,0	188,8	163,0	191,7					
	Mínimno	0,6	3,4	9,0	8,5	0,0	10,4	69,2	101,0	168,8					

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 5).

		MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	Lignina	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
		% (m/m)												
IC	Máximo	91,4	19,5	13,4	43,8	9,9	5,4	3,9	4,5	77,0	0,5	0,7	0,2	2,2
	Mínimno	89,9	17,9	11,8	39,5	7,6	4,9	2,7	3,1	69,2	0,3	0,5	0,1	2,0

		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
IC	Máximo	1,4	4,7	12,1	13,0	0,3	19,1	158,9	147,5	186,0
	Mínimno	0,8	3,8	10,0	10,0	0,0	13,3	99,1	116,5	174,5

ANEXO 3

AMOSTRA REFERÊNCIA DE SUPLEMENTO MINERAL: ARM 7: SAL MINERAL PARA OVINOS

RESULTADOS EXPRESSOS NA MATÉRIA ORIGINAL

Tabela 16. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de suplemento mineral (ARM 7), 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	133,99	13,47	70,71	3,41	146,45	315,13	4312,07	6765,52	1197,89
s	31,36	4,41	14,17	3,03	39,35	145,93	4361,70	5718,52	371,16
cv %	23,40	32,77	20,04	88,94	26,87	46,31	101,15	84,52	30,98
P25	130,88	13,10	68,10	2,29	139,62	283,00	3680,50	6170,65	1055,58
P75	151,31	15,92	74,84	3,33	157,40	345,95	4356,80	7047,72	1358,00
IQ	20,43	2,82	6,74	1,04	17,78	62,95	676,30	877,07	302,42
IQN	15,14	2,09	5,00	0,77	13,18	46,66	501,34	650,17	224,18
Med	141,26	15,00	70,60	2,80	149,67	308,32	4087,00	6572,62	1231,57
N	126	91	116	83	91	94	95	99	98

Tabela 17. Dados estatísticos das análises do Grupo B para a amostra referencia de suplemento mineral (ARM 7), 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	141,05	15,16	71,57	2,70	150,23	310,65	4071,82	6569,34	1222,08
sd	16,92	1,49	5,34	0,73	12,64	41,72	563,72	790,25	283,76
cv %	11,99	9,81	7,46	26,85	8,42	13,43	13,84	12,03	23,22
P25	133,66	14,30	68,80	2,24	142,50	291,00	3779,00	6304,00	1063,72
P75	151,99	16,00	74,50	3,20	156,00	341,40	4350,50	7007,97	1358,00
IQ	18,33	1,70	5,70	0,96	13,50	50,40	571,50	703,97	294,28
IQN	13,59	1,26	4,23	0,71	10,01	37,36	423,65	521,85	218,15
Med	143,70	15,30	70,65	2,71	150,00	308,82	4170,43	6617,96	1243,00
N	117	75	104	75	76	84	82	85	94

Tabela 18. Variáveis empregadas para calcular o valor do “Índice z” para as análises da amostra referência de suplemento mineral (ARM7).

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
$\bar{X}$	141,26	15,00	70,60	2,80	149,67	308,32	4087,00	6572,62	1231,57
σ_p	15,14	1,49	5,00	0,73	12,64	41,72	501,34	650,17	224,18

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 (ARM7).

		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
IC	Máximo	171,5	18,0	80,6	4,3	175,0	391,8	5089,7	7873,0	1679,9
	Mínimo	111,0	12,0	60,6	1,3	124,4	224,9	3084,3	5272,3	783,2

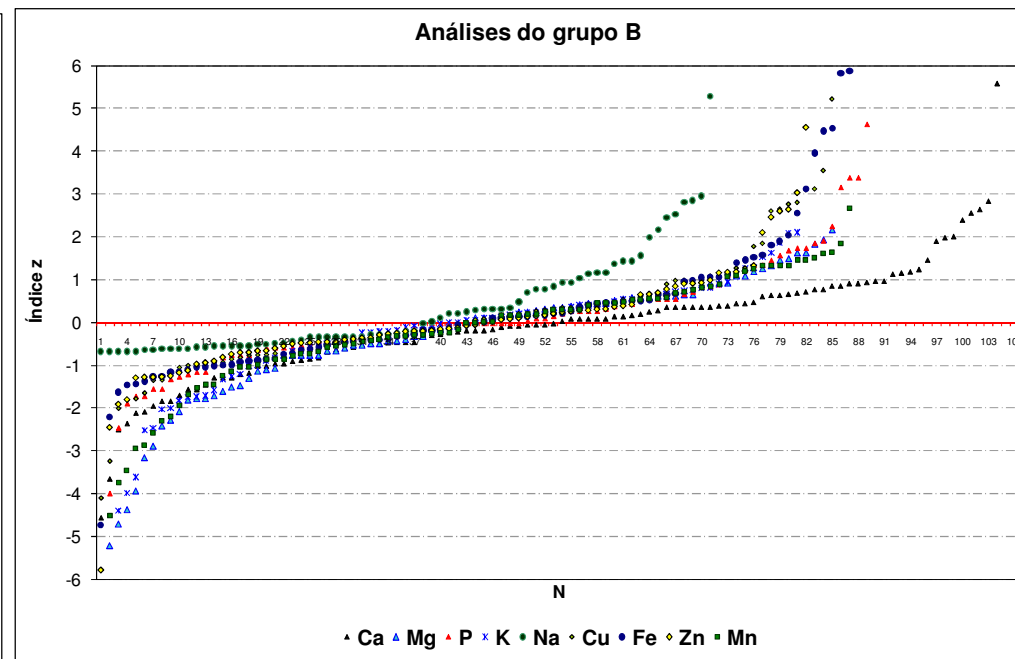
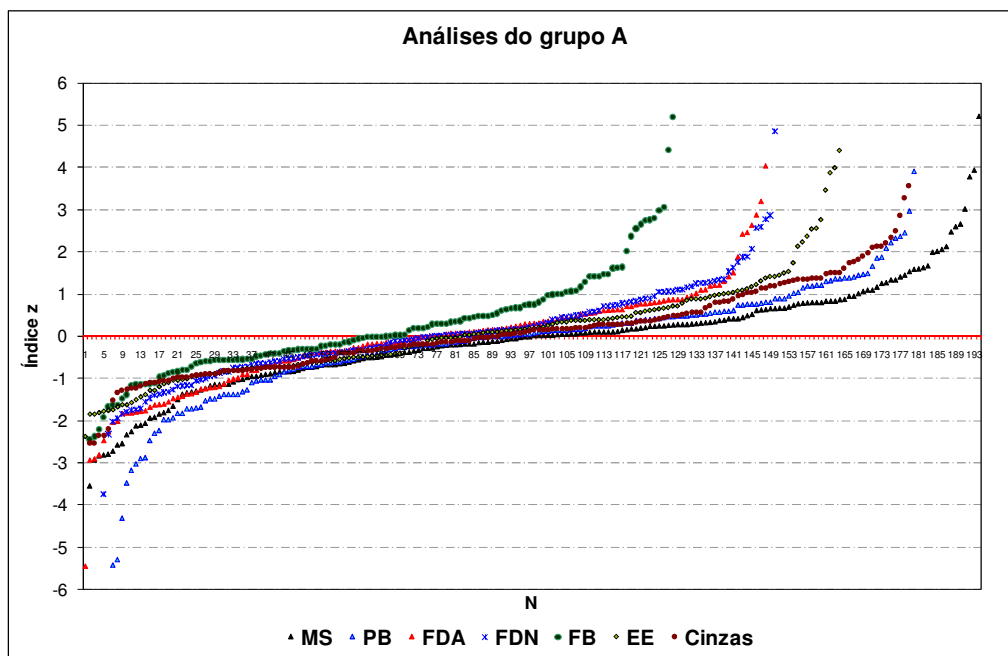
Tabela 20. Intervalo de confiança baseado no “Índice z” considerando o intervalo $|z| \leq 1,0$, para as análises da amostra referência de suplemento mineral (ARM6).

		Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
		g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
IC	Máximo	156,4	16,5	75,6	3,5	162,3	350,0	4588,3	7222,8	1455,7
	Mínimo	126,1	13,5	65,6	2,1	137,0	266,6	3585,7	5922,5	1007,4

ANEXO 4

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

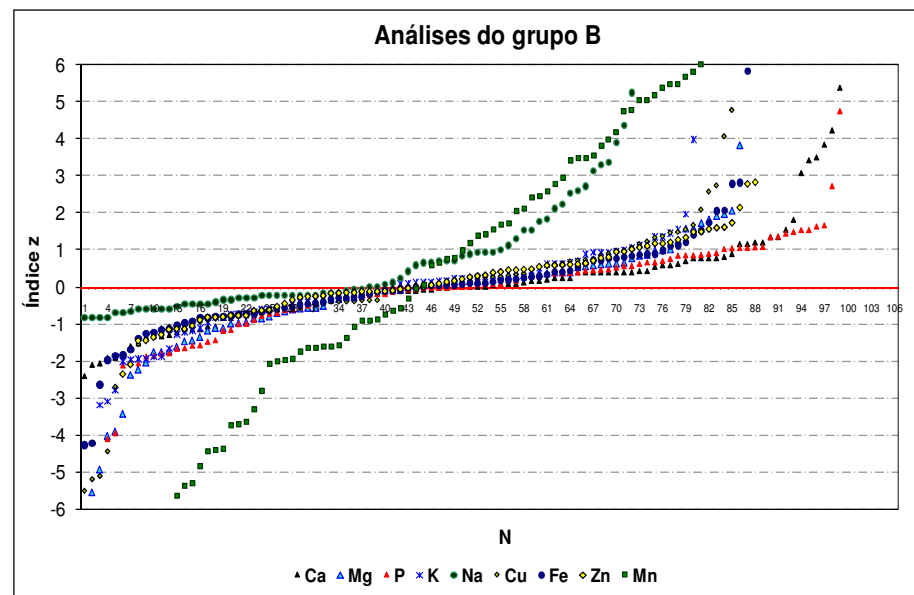
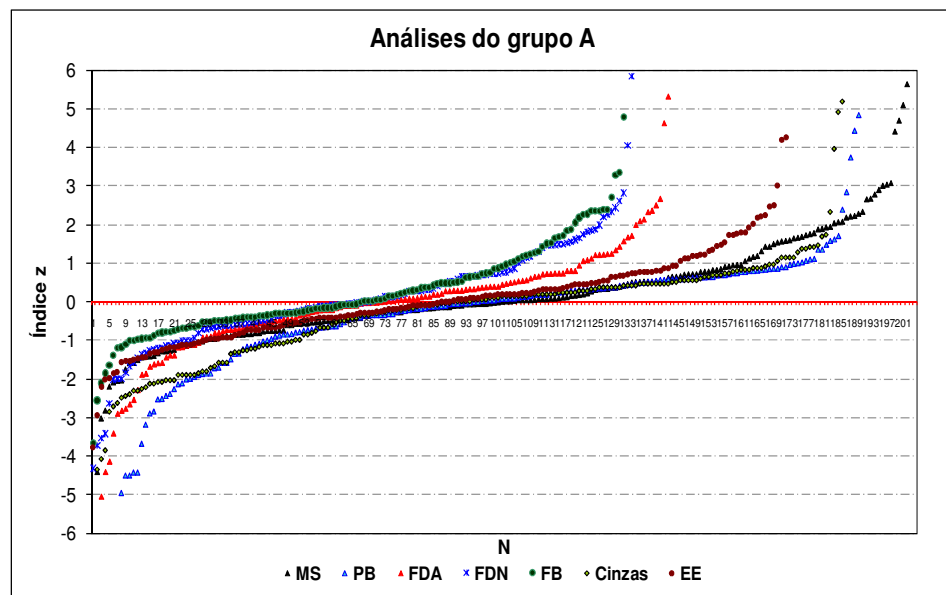
ARV 10: BRAQUIÁRIA MARANDU



ANEXO 4

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

[ARC 5: FARELO DE TRIGO](#)



ANEXO 4

GRÁFICO COM OS VALORES DO ÍNDICE Z PARA A AMOSTRA REFERÊNCIA DE MISTURA MINERAL ARM 7: SAL MINERAL PARA OVINOS

