

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE MEDICINA VETERINÁRIA**

Karolyna Ferreira Domingues

Determinação da fibra em detergente neutro do feno de Tifton 85 e do farelo de girassol pelo método convencional e pelo método alternativo utilizando a autoclave

**Uberlândia-MG
2019**

Karolyna Ferreira Domingues

**DETERMINAÇÃO DA FIBRA EM DETERGENTE NEUTRO DO FENO
DE TIFTON 85 E DO FARELO DE GIRASSOL PELO MÉTODO
CONVENCIONAL E PELO MÉTODO ALTERNATIVO UTILIZANDO A
AUTOCLAVE**

Projeto de pesquisa apresentado a coordenação do curso graduação em Zootecnia da Universidade Federal de Uberlândia, como requisito à aprovação na disciplina de Trabalho de conclusão de curso I.

Orientadora: Profa. Dra. Eliane da Silva Morgado

Uberlândia - MG

2019

Resumo: O método convencional da análise da fibra em detergente neutro vem sofrendo algumas modificações na literatura com a finalidade de reduzir os custos, a mão de obra laboratorial e o número de amostras realizadas por dia, por meio da utilização de novos materiais e equipamentos como a autoclave. Dessa forma, objetivou-se com o presente trabalho comparar a análise da fibra em detergente neutro (FDN) do feno de Tifton 85 e do farelo de girassol por dois diferentes métodos: o método convencional que utiliza digestor de fibras com refluxo, e pelo método da autoclave em amostras de feno de Tifton 85 e farelo de girassol. O delineamento experimental utilizado foi o inteiramente casualizado com dois tratamentos e seis repetições por tratamento para cada alimento avaliado. O teor de FDN do farelo de girassol diferiu entre os métodos avaliados, com maior valor observado para o método convencional, no entanto, o teor de FDN do feno de Tifton 85 não diferiu estatisticamente entre os métodos avaliados. Concluiu-se que a determinação da FDN do feno de Tifton 85 pelo método da autoclave gera resultados confiáveis podendo ser um método alternativo ao método convencional, e o uso da autoclave subestima o teor da FDN do farelo de girassol.

Palavras-chave: FDN, fibra, método alternativo, parede celular vegetal.

Abstract: The conventional method of neutral detergent fiber analysis has some modifications in the literature, with the objective of reducing costs, laboratory work and number of samples per day, through the use of new materials and equipment as an autoclave. Thus, the objective of this work was to compare the analysis of neutral detergent fiber (NDF) by the conventional method using the reflux biodigester and by the autoclave method in samples of Tifton 85 hay and flour meal. The experimental design was completely randomized with treatments of heat and repetitions by treatment for evaluated diet, sunflower and rice. The NDF content of the sunflower meal differed from the evaluated methods, with a higher value observed for the conventional method, however, the wheat NDF content did not differ statistically among the evaluated methods. It was concluded that the determination of the NDF of a heavy food evaluated by the Autoclave method generates more severe and negative results for the conventional method, and the use of the autoclave underestimates the NDF content of the sunflower meal.

Key-words: NDF, fiber, alternative method, plant cell wall.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	1
2.	REFERENCIAL TEÓRICO.....	2
2.1	OS CONSTITUINTES DA PAREDE CELULAR VEGETAL.....	2
2.2	MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DOS CONSTITUINTES FIBROSOS DOS ALIMENTOS.....	3
2.3	MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA FDN E FDA.....	6
3.	MATERIAL E MÉTODOS.....	8
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	9
5.	CONCLUSÃO.....	11
6.	REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	12

1. INTRODUÇÃO

As análises da fibra na dieta de animais herbívoros são de grande importância, visto que a fibra é a base da dieta desses animais. A análise mais precisa em quantificar o teor de fibra dos alimentos é a fibra em detergente neutro (FDN) desenvolvida por Van Soest e Wine (1967), que é composta pelos seguintes constituintes da parede celular dos vegetais: celulose, hemicelulose e lignina. Essa análise foi inicialmente elaborada para utilização em plantas forrageiras, e com o uso dessa técnica em alimentos concentrados, alterações na metodologia foram necessárias como o uso de alfa-amilase termoestável que é capaz de reduzir a contaminação do resíduo pelo amido não dissolvido pelo detergente neutro (VAN SOEST, 1991).

Várias outras alterações no método convencional descrito por Van Soest e Wine (1967) surgiram com a finalidade de reduzir custos e a mão de obra empregada nas análises e dessa forma, aumentar a eficiência laboratorial, os denominados métodos alternativos que utilizam diferentes equipamentos e materiais (GERON et al., 2014; SOUZA et al., 1999). Dessa forma, alguns trabalhos foram desenvolvidos com o intuito de substituir o equipamento digestor de fibras utilizados no método convencional por equipamentos como analisador de fibras (Ankom²²⁰) por meio da técnica de saquinhos filtrante (CASALI et al., 2009; BERCHIELLI et al., 2001; VALENTE et al., 2011; DETMANN et al., 2012; BARBOSA et al., 2015) e de autoclaves (PELL e SCHOFIELD, 1993; DESCHAMPS, 1999, DETMANN et al., 2012; BARBOSA et al., 2015) que permitir que as análises sejam feitas tanto em cadinhos filtrantes como em saquinhos filtrantes (LOURENÇO, 2010).

O uso da autoclave na análise da fibra dos alimentos tem sido estudada em diversas pesquisas como as realizadas por Pell e Schofield, (1993), por Deschamps, (1999) e por Senger et al. (2008), com a vantagem de ser um equipamento de baixo custo de aquisição e de fácil operação, com a vantagem de possuir na maior capacidade operacional que o digestor de fibras utilizado no método convencional (BARBOSA et al., 2015).

Objetivou-se com o presente trabalho avaliar a análise da fibra em detergente neutro pelo método convencional com o uso do equipamento digestor de fibra e pelo método da autoclave em amostras de feno de Tifton 85 e farelo de girassol.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Os constituintes da parede celular vegetal

A parede celular dos vegetais pode ser descrita como um componente estrutural das plantas que é composto de polissacarídeos, proteína, compostos fenólicos, água e minerais (CARVALHO e PIRES, 2008).

Os polissacarídeos de maior importância são a celulose, a hemicelulose, e a pectina (CARVALHO e PIRES, 2008). A celulose é um polissacarídeo constituído de unidades de glucose, unidas entre si por ligações glicosídicas do tipo β 1-4glucana (SILVA, 2009), sendo o carboidrato mais considerável na natureza e o principal constituinte da matéria seca dos vegetais superiores, chegando a 40% (VAN SOEST, 1994). As cadeias de celulose são conectadas por ligações de hidrogênio relativamente lineares, e quando se unem formam as microfibrilas que podem estar associadas à lignina e hemicelulose ou alterar o grau de cristalinidade, influenciando na digestibilidade (MACEDO JÚNIOR et al., 2007). Apesar das microfibrilas serem de alta resistência a degradações químicas e biológicas, as bactérias encontradas no trato digestivo de animais herbívoros possuem enzimas que hidrolisam a celulose (HELDT e PIECHULA, 2011).

A hemicelulose é um contituente heterogêneo de polissacarídeos com ligação β 1-4 podendo ter outros monossacarídeos na cadeia principal, sendo assim capaz de apresentar diversos tipos de ramificações (VAN SOEST, 1994), e possui grau de polimerização muito abaixo da celulose e se interagem através de ligação de hidrogênio (MACEDO JÚNIOR et al., 2007).

A pectina é um grupo heteromolecular de polissacarídeos ricos em ácido galacturônico que variam em comprimento de unidades (MÜLLER e PRADO, 2005). Está localizada na lamela média da parede celular vegetal, unindo células vizinhas (HELDT e PIECHULA, 2011), e pode ser ligada covalentemente com a celulose e hemicelulose, mas segundo Van Soest (1994), ela não se liga a lignina, e pode ser comprovado, pois é de fácil solubilidade em água e em detergente neutro. A pectina é classificada como fibra solúvel (BERCHIELLI, 2006 apud HALL, 1994) e é o único constituinte da parede celular completamente fermentável pelos micro-organismos ruminais a ácidos graxos de cadeia curta (VAN SOEST, 1994) que são utilizados pelos ruminantes como fonte energética (BERCHIELLI, 2006).

Seguida da celulose, a lignina é considerada o composto natural mais abundante na natureza (HELDT e PIECHULA, 2011; CARVALHO e PIRES, 2008), e responsável por

conferir resistência mecânica aos vegetais (SALIBA et al., 2001). A lignina é um composto fenólico amorfo formada por polímeros condensados de estrutura complexa derivados dos fenilpropanos, álcool cumarílico, álcool coniferílico e álcool sinapílico, o que permite integridade estrutural à parede celular e impermeabilidade a água (CARVALHO e PIRES, 2008). Sua composição, estrutura e quantidade podem variar de acordo com o tecido, a origem botânica, a idade da planta e os fatores ambientais (MACEDO JÚNIOR et al., 2007).

De acordo com Farias et al. (2015) e Neumann (2002) a lignina varia em sua composição, estrutura e teor que podem ser afetados pela maturidade da planta ou fatores ambientais. Existe correlação negativa entre o teor de lignina da planta e a digestibilidade dos nutrientes, pois quanto maior o teor de lignina, menor será a digestibilidade da forrageira (FARIAS et al., 2015), uma vez que, a sua interferência na degradação microbiana dos carboidratos estruturais reduz a energia alimentar (FUKUSHIMA e HATFIELD, 2003). Segundo Carvalho e Pires (2008), não somente a quantidade, mas também a composição da lignina pode causar essa influência (CARVALHO e PIRES, 2008).

Existem teorias que tentam provar os mecanismos pelos quais a lignina inibe a digestão dos carboidratos, sendo uma delas a respeito da ligação covalente entre carboidrato e lignina, que poderia interferir na ação enzimática (FUKUSHIMA e HATFIELD, 2003). Segundo Carvalho e Pires (2008), a lignina pode se ligar à hemicelulose através de ligações covalentes e reduzir a digestibilidade da fibra. Outra teoria seria de que a lignina age como barreira física à ação das enzimas microbianas e sendo indigestível ela consequentemente inibe a digestão da parede celular (FUKUSHIMA e HATFIELD, 2003).

2.2 Métodos de determinação dos constituintes fibrosos dos alimentos

Várias técnicas podem ser escolhidas na análise dos nutrientes dos alimentos, mas deve-se considerar alguns critérios de seleção a fim de obter o resultado desejado. Ao selecionar a técnica, é necessário conhecer os detalhes práticos e princípios teóricos de cada uma, além de avaliar a confiabilidade e interferência do método (LOURENÇO, 2010).

A fibra pode ser definida nutricionalmente como a fração de alimentos lentamente digerível ou indigestível que ocupa espaço no trato gastrointestinal dos animais (MERTENS, 2002). A quantificação do teor de fibras nos alimentos é de grande importância, visto que elas auxiliam no funcionamento do intestino, sendo considerada um ingrediente funcional (FREITAS et al., 2011). Também traz benefícios estimar esses valores, pois as informações

obtidas são relevantes aos nutricionistas de ruminantes ao avaliar o comportamento da fibra no trato digestivo dos animais e determinar a velocidade e os produtos finais da degradação (MACEDO JÚNIOR et al., 2007).

O método mais antigo de determinação da fibra dos alimentos é o da fibra bruta descrito no Método de Weende (FREITAS et al., 2011). A fibra bruta é determinada por meio do uso de ácidos e bases fortes mantendo a amostra em fervura por trinta minutos em cada digestão separadamente (MACEDO JÚNIOR et al., 2007). O uso do ácido forte remove amido, açúcares, parte da pectina e hemicelulose, enquanto o uso da base forte remove proteína, pectina, hemicelulose remanescentes e parte da lignina (LOURENÇO, 2010). Assim, boa parte dos componentes da parede celular, como a hemicelulose e a lignina, são dissolvidos. Dessa forma, o resíduo obtido que constitui a fibra bruta não será a quantidade verdadeira do teor de parede celular do alimento (MACEDO JÚNIOR et al., 2007), demonstrando que essa análise não fornece com precisão os resultados devido a solubilização da lignina e hemicelulose (LOURENÇO, 2010).

Buscando por métodos de análises mais precisos para descrever a fibra em termos nutricionais, Van Soest (1963) e Van Soest e Wine (1967) desenvolveram o sistema de detergentes para análise da fibra dos alimentos. Esses sistemas conseguem estimar com maior precisão os componentes da parede celular que inclui as frações mais indigestíveis dela (LOURENÇO, 2010).

A análise da fibra em detergente ácido (FDA), descrita inicialmente por Van Soest (1963) é feita utilizando-se um detergente ácido específico que dissolve o conteúdo celular, a hemicelulose e minerais solúveis (SILVA e QUEIROZ, 2002), restando no resíduo insolúvel em detergente ácido constituído principalmente por celulose e a lignina (MONZANI, 2013). Segundo Silva e Queiroz (2002), a FDA é a porção menos digerível da parede celular das plantas, sendo constituída em sua maior parte por celulose (SILVA e QUEIROZ, 2002). Por solubilizar a hemicelulose, um constituinte da parede celular dos vegetais, a FDA não é uma boa estimativa do teor total de fibra do alimento e o seu principal uso hoje é para a análise sequencial da lignina (UDEN et al., 2005). A análise da FDA também pode ser usada para a determinação do teor de hemicelulose da amostra, por meio da subtração do teor da fibra em detergente neutro sobre o teor da fibra em detergente ácido (LOURENÇO, 2010).

A análise da fibra em detergente neutro(FDN), descrita inicialmente por Van Soest e Wine (1967), permite conhecer os constituintes menos solúveis da parede celular, e utiliza o

tratamento com um detergente neutro específico que separa a parede celular do conteúdo celular isolando, dessa forma, a hemicelulose, a celulose e a lignina (LOURENÇO, 2010). A pectina é um componente da parede celular dos vegetais, no entanto, possui solubilidade parcial em água e solubilidade completa em detergente neutro, não sendo recuperada na análise da fibra em detergente neutro (VAN SOEST, 1994; BERCHIELLI, 2006), todavia, a pectina é completamente e rapidamente fermentada pelos micro-organismos que habitam o trato digestivo dos animais (VAN SOEST, 1991), que a difere da fração que constitui a FDN que é lentamente digestível ou indigestível pelos micro-organismos (MERTENS, 2002).

O método de FDN foi inicialmente elaborado para utilização em forragens, no entanto ao usar em alimentos ricos em amido, notou-se dificuldade na filtração e superestimação do teor de FDN devido à contaminação do resíduo pelo amido não dissolvido, sendo proposto o uso de alfa-amilase termoestável para remover essa interferência, inicialmente proposto por Robertson e Van Soest (1981), e sendo descrito na literatura várias modificações na metodologia de uso da alfa-amilase termoestável (VAN SOEST, 1991; ÚDEN et al., 2005).

Segundo Silva e Queiroz, (2002), o teor de lipídios acima de 10% na amostra, também pode interferir na determinação da FDN, pois pode formar uma camada de óleo se formar na solução, e os detergentes são mais solúveis em lipídios do que na água, causando altos valores de FDN, sendo recomendado que para esse tipo de amostra seja feita a remoção dos lipídios aquecendo a amostra com etanol, com posterior filtração em cadinho filtrante antes das análises da FDN e da FDA (VAN SOEST, 1991).

Com o objetivo de reduzir a contaminação por proteínas insolúveis em detergente neutro e por resíduos de queratina de origem animal, pode ser usado alternativamente o sulfato de sódio, porém esse reagente degrada a lignina, e por esse motivo o seu uso não deve ser usado em análises sequenciais que determinam a lignina ou em análises de digestibilidade dos alimentos (VAN SOEST, 1991; SILVA e QUEIROZ, 2002).

Para reduzir a variação da contaminação por solo de amostras de forragens e rações, a correção para o teor de cinzas no resíduo da FDN poderia ser feita (VAN SOEST, 1991), segundo Detmann (2012), as cinzas insolúveis em detergente neutro e em detergente ácido constituem uma contaminação no resultado das análises da FDN e FDA, superestimando os valores.

2.3 Métodos de determinação da FDN e FDA

O método de FDN convencional é feito através do uso de aparelho digestor de fibra com refluxo, cadinho filtrante de vidro e um sistema de vácuo. A solução detergente neutro deve ter pH entre 6,95 a 7,05, e as amostras são aquecidas até a ebulição em aparelho digestor por 60 minutos. Após é realizada filtração sob vácuo em cadinho filtrante do resíduo que não foi dissolvido pelo detergente neutro, é feita lavagem com acetona e os cadinhos mais resíduos são levados para estufa para secagem e posterior pesagem (SILVA e QUEIROZ, 2002).

O método convencional da FDA é realizado utilizando uma solução detergente ácido para dissolver o conteúdo celular, hemicelulose e minerais solúveis restando apenas o conteúdo fibroso composto principalmente por celulose e lignina (SILVA e QUEIROZ, 2002). Neste método é utilizado aparelho digestor de fibra com refluxo, cadinho filtrante de vidro e de um sistema de vácuo. As amostras são pesadas em béquer que são acoplados no equipamento digestor de fibra e adicionado solução de detergente ácido mantendo-se a relação de 1 grama de amostra para 100 mL da solução, e as amostras são aquecidas até a ebulição por 60 minutos. Após é realizada filtração sob vácuo em cadinho filtrante do resíduo que não foi dissolvido pelo detergente ácido, e os cadinhos mais resíduos são levados para estufa para secagem e posterior pesagem (SILVA e QUEIROZ, 2002).

Várias adaptações do método original para a determinação de FDN e FDA, com a finalidade de reduzir custos e aumentar a eficiência laboratorial foram desenvolvidas com uso de diferentes equipamentos, materiais e quantidades de amostras, (GERON et al., 2014; SOUZA et al., 1999), como por exemplo, o uso de saquinhos filtrantes ao invés de cadinhos filtrantes, e o uso de equipamentos como analisador de fibras (Ankom²²⁰) (CASALI et al., 2009; BERCHIELLI et al., 2001; VALENTE et al., 2011; DETMANN et al., 2012; BARBOSA et al., 2015) e autoclaves ao invés de digestor de fibra com refluxo que resultam em análises mais rápidas e práticas (PELL e SCHOFIELD, 1993; DESCHAMPS, 1999, DETMANN et al., 2012; BARBOSA et al., 2015).

Análise da FDN utilizando-se o aparelho analisador de fibras (Ankom²²⁰) e saquinhos com diferentes tecidos: tecidos náilon (50 μm), tecido não tecido TNT (100 g/m^2) e saquinhos do tecido F57(Ankom[®]) foram estudados por Valente et al. (2011) que verificaram que os tecidos F57(Ankom[®]) e TNT (100 g/m^2) apresentaram resultados próximos gerando

estimativas acuradas dos teores da FDN, e o tecido de náilon (50 µm) proporcionou perda de partículas pela porosidade do saco, o que compromete a exatidão dos resultados da análise.

No trabalho realizado por BARBOSA et al. (2015), foram feitas comparações de diferentes métodos, sendo eles, a aplicação do método AOAC 2002.04 que descreve a análise da FDN com o uso de digestor de fibra com refluxo, cadinho filtrante e sistema a vácuo; método do autoclave do INCT-CA F-002/1, utilizando coletores universais, cadinho filtrante e sistema a vácuo, com temperatura de operação de 105°C (4.3–5.7 psi), durante 60 minutos; método; e o método Ankom, que utiliza o extrator Ankom^{220®} e saquinhos filtrantes F57(Ankom[®]). Foi verificado que a análise da FDN em forragens e em fezes de ruminantes pode ser realizada de acordo com os procedimentos do método AOAC 2002.04 com substituição do equipamento digestor de fibra com refluxo pela autoclave, e o uso do equipamento analisador de fibra Ankom^{220®} resultou em valores superestimados.

No estudo feito por SENGER (2008) foram testadas as análises da FDN e FDA em autoclave em diferentes tempos e temperaturas de execução (40 minutos a 110 °C, 60 minutos a 110 °C, 40 minutos a 120 °C e 60 minutos a 120 °C) utilizando saquinhos filtrantes de poliéster com porosidade de 50 µm, e os resultados obtidos foram comparados com os resultados obtidos pelo método convencional. Esses autores verificaram que as análises da FDN em todos os tratamentos de autoclave testados expressaram grande precisão em comparação ao método convencional, porém na análise da FDA apenas o tratamento com 110°C durante 40 minutos foi tão preciso quanto o método convencional e que os demais tempos e temperaturas avaliadas subestimam as concentrações de FDA nas amostras de forragem.

Em estudo feito por LOURENÇO et al. (2017), foram comparadas as análises de FDN e FDA em diferentes metodologias verificando os dados analíticos. A metodologia convencional foi comparada com métodos que utilizam a autoclave como sistema digestor e as amostras utilizadas foram de feno de Tifton 85, capim Xaraes e Marandu, cana-de-açúcar, silagem de milho e farelo de babaçu, sendo o farelo de babaçu comparado apenas na determinação dos teores de FDA. Os autores observaram que as análises de determinação dos teores de FDN e FDA não diferiram estatisticamente para quase todas as amostras e métodos utilizados, com ressalva para a determinação de FDA na silagem de milho que não obtiveram uma uniformidade na precisão das análises. Dessa forma, concluíram que os métodos alternativos com o uso da autoclave para amostras utilizadas reduzem o tempo de análise e os

custos operacionais sem perda de precisão analítica, com exceção da análise de FDA para a silagem de milho que apresentou divergências nas análises.

3. MATERIAL E MÉTODOS

Foram avaliados dois métodos para determinação dos teores de fibra em detergente neutro (FDN), o método convencional utilizando-se digestor de fibras com refluxo, cadinho filtrante e bomba a vácuo e o método da autoclave utilizando-se cadinho filtrante utilizando-se a temperatura de 120°C por 60 minutos.

No método convencional foram pesados 0,5 gramas das amostras diretamente em béquer próprio do equipamento digestor de fibra e devidamente identificados. Adicionou-se em cada béquer 50 mL da solução de detergente neutro e acoplou-se o béquer com a amostra no aparelho digestor de fibra com refluxo, contabilizando 60 minutos de digestão sendo medido o tempo após o início da fervura. Após completar-se o tempo total, o conteúdo de cada béquer foi filtrado em cadinho filtrante de porosidade grossa e capacidade de 50 mL, utilizando-se um sistema a vácuo, sendo lavado com água destilada quente por várias vezes para garantir a retirada do detergente, sendo posteriormente lavados com acetona por três vezes. Os cadelhos com os resíduos foram colocados em estufa a 105°C por uma noite (16 horas) e em seguida foi colocado em dissecador para esfriar durante 40 minutos, e posteriormente pesado em balança analítica e registrado o peso do cadinho mais resíduo para o cálculo do percentual de FDN, conforme o descrito por Silva e Queiroz (2005).

No método da autoclave foram pesados 0,5 gramas das amostras em coletores universais de plástico e adicionado 50 mL de solução de detergente neutro e levados a autoclave, foi utilizada a temperatura de 120°C conforme o descrito por Deschamps (1999) por um período de 60 minutos como o descrito por Detmann et al. (2012). Após transcorrido o tempo de análise, a autoclave foi desligada e aguardou-se a saída da pressão para a abertura e retirada dos coletores, em seguida as amostras foram filtradas em cadinho filtrante de porosidade grossa e capacidade de 50 mL, utilizando-se um sistema a vácuo, e lavado com água destilada quente por várias vezes para garantir a retirada do detergente, sendo posteriormente lavados com acetona por três vezes. Os cadelhos com os resíduos foram colocados em estufa a 105°C por uma noite (16 horas) e em seguida foi colocado em dissecador para esfriar durante 40 minutos, e posteriormente pesado em balança analítica e registrado o peso do cadinho mais resíduo para o cálculo do percentual de FDN.

O cálculo do percentual da fibra em detergente (FDN) em ambos os métodos foi feito utilizando-se a fórmula abaixo:

$$\text{FDN} = \frac{(\text{peso do cadinho} + \text{resíduo}) - \text{peso do cadinho vazio} \times 100}{\text{Peso da amostra}}$$

O delineamento experimental utilizado será o inteiramente casualizado com dois tratamentos, os métodos convencional e autoclave, com seis repetições cada alimento avaliado, farelo de girassol e feno de Tifton 85. Os resultados foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas utilizando-se o teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando-se o programa estatístico R 3.4.2.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores médios da FDN obtida pelos diferentes métodos avaliados nas amostras de farelo de girassol e feno de Tifton 85 estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Valores médios do percentual dos teores da fibra em detergente neutro (FDN) do farelo de girassol e do feno de Tifton 85 pelos métodos convencional e da autoclave.

Alimento	Método		CV (%)
	Convencional	Autoclave	
Farelo de girassol	54,02% a	51,64% b	9,21
Feno de Tifton 85	84,51% a	85,19% a	5,74

Médias seguidas de mesma letra, na linha, não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

Os teores de FDN no alimento concentrado testado, farelo de girassol, diferiu entre os métodos avaliados, com maior valor observado para o método convencional. BARBOSA et al. (2015) verificaram que a análise da FDN em alimentos concentrados utilizando a autoclave, a temperatura de 105°C por 60 minutos, gera resultados superestimados em comparação ao método convencional, e que a principal diferença entre os métodos convencional e da autoclave na análise da FDN está na pressão proporcionada pela autoclave (4.3 – 5.7 psi) que pode aumentar o ponto de ebulição da água e não haver fervura ou o refluxo da solução de detergente neutro e assim gerar resultados superestimados. No presente

estudo, o erro inerente a técnica da autoclave não parece ter sido a pressão da autoclave, pois caso a solução do detergente neutro não tivesse sido levado a fervura ou ao refluxo possivelmente o valor seria superestimado e não subestimado como o obtido. O que pode ter acontecido no presente estudo foi que a temperatura utilizada de 120°C da autoclave pode ter levado a fervura muito intensa da solução de detergente e assim ter proporcionando a perda de partícula por transbordamento da solução, ou pode ocorrido alguma ruptura dos componentes da parede celular da amostra, causado assim, sua dissolução e conseqüente perda na filtragem. Por outro lado, LOURENÇO et al. (2017) avaliaram a análise da FDN de alimentos concentrado e volumoso pelo método convencional e pelo método da autoclave utilizando cadinho filtrante e não observaram diferença entre os métodos.

O valor obtido da FDN do farelo de girassol pelo método convencional, nesse estudo, foi próximo ao observado na literatura por MENDES et al. (2005) de 55,5%.

O percentual da FDN no feno de Tifton 85 não diferiu estatisticamente entre os métodos utilizados. LOURENÇO et al. (2017), também não observaram diferença estatística entre os métodos convencional e da autoclave utilizando cadinho filtrante na análise da FDN no feno de Tifton 85 com valores médios de 78,90% para o método convencional e de 81,99% para a autoclave, valores esses inferiores aos observados no presente trabalho. Essas diferenças podem estar relacionadas a idade de corte da planta para confecção do feno, como o observado por RODRIGUES et al. (2006), que obtiveram valores de 80,80% de FDN em plantas de tifton 85 aos 28 dias e valores de 85,60% de FDN em plantas com 56 dias de idade.

A avaliação da autoclave na análise da FDN de alimentos volumosos também foi feita por BARBOSA et al. (2015), que comparou os resultados obtidos pela autoclave com o método convencional e verificaram que em amostras de forragem o método da autoclave pode ser substituído pelo método convencional, pois gera resultados precisos.

No estudo feito por FARIAS et al (2015), foram comparadas o método convencional com duas técnicas alternativas utilizando os equipamentos digestor de fibras e autoclave, em amostras de capim elefante. Cada equipamento foi utilizado com dois tipos de tecido, sendo eles o TNT e o nylon. Os autores concluíram que, para as análises de FDN não houveram diferença entre o método convencional e os métodos alternativos e que as variações dos resultados obtidos de FDN se deram também pelo avanço na idade de corte da amostra de capim elefante como observado no estudo feito por Rodrigues et al. (2006).

5. CONCLUSÃO

A determinação da fibra em detergente neutro do feno de Tifton 85 pelo método da autoclave gera resultados confiáveis podendo ser um método alternativo ao método convencional, uma vez que pode apresentar menor custo e tempo de análise no laboratório. O uso da autoclave a temperatura de 120°C por 60 minutos subestima o teor da fibra em detergente neutro do farelo de girassol.

6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ALMEIDA, M. N. S. Determinação da fibra em detergente neutro e fibra em detergente ácido por diferentes métodos analíticos. **Monografia de Conclusão de Curso** – Universidade Federal do Maranhão, Chapadinha-MA. 27 f.2018.

ARCURI, P.B.; LOPES, F.C.F.; CARNEIRO, J.C. Microbiologia do rúmen. In: BERCHIELLI, T.T.; PIRES, A.V.; OLIVEIRA, S.G de. **Nutrição dos ruminantes**. Jaboticabal: Funep, 2006. p.111-140.

BARBOSA, M. M.; DETMANN, E.; ROCHA, G. C.; FRANCO, M. O.; VALADARES FILHO, S. C. Evaluation of laboratory procedures to quantify the neutral detergent fiber content in forage, concentrate, and ruminant feces. **Journal of AOAC International**, Vol. 98, Nº4, p.883-889, 2015. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.14-156>

BERCHIELLI, T. T.; SADER, A. P. O.; TONANI, F. L.; PAZIANI, S. F.; ANDRADE, P. Avaliação da determinação da fibra em detergente neutro e da fibra em detergente ácido pelo sistema ANKOM. **Revista Brasileira de Zootecnia**, Viçosa, v. 30, n. 5, p.1572-1578, 2001. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982001000600027>

BRANDI, R. A.; FURTADO, C. E. Importância nutricional e metabólica da fibra na dieta de equinos. **Revista Brasileira de Zootecnia**. Viçosa, v. 38, p. 246-258, Julho, 2009. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982009001300025>

CARVALHO, G.G.P., PIRES, A.J.V.Organização dos tecidos de plantasforrageiras e suas implicações para os ruminantes. **Arquivos de Zootecnia**, v.57, p.13-28, 2008.

DESCHAMPS, F. C. Implicações do Período de Crescimento na Composição Química e Digestão dos Tecidos de Cultivares de Capim-Elefante (*Pennisetumpurpureum*Schumach.). **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.28, n.6, p.1358-1369, 1999. <https://doi.org/10.1590/S1516-35981999000600025>

FARIAS, J. S., QUEIROZ, L. O., SANTOS, G. R., FAGUNDES, J. L., SILVA, M. A. Avaliação de tecidos e equipamentos alternativos na análise de fibras em detergente neutro e de fibra em detergente ácido. **Boletim de Indústria Animal**, v.72, n.3, p.229-233, 2015. <https://doi.org/10.17523/bia.v72n3p229>

FREITAS, S. C., ANTONIASSI, R., SILVA, T. D. S., FELBERG, I. Coletânea de métodos analíticos para determinação de fibra. **Embrapa Agroindústria de Alimentos**, 35p. Rio de Janeiro, 2011.

FUKUSHIMA, R.S., HATFIELD, R.D. Um novo método analítico para a determinação do teor de lignina em produtos vegetais. In: VIII Encontro Nacional Sobre Métodos Dos Laboratórios Da Embrapa, 2003, Jaguariúna, **Anais...** São Paulo, 2003, 36 p.

GERON, L. J. V., CABRAL, L. S., TRAUTMANN-MACHADO, R. J., ZEOULA, L. M., OLIVEIRA, E. B., GARCIA, J., GONÇALVES, M. R., AGUIAR, R. P. S. Avaliação do teor de fibra em detergente neutro e ácido por meio de diferentes procedimentos aplicados às plantas forrageiras. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 35, n. 3, p. 1533-1542. Londrina, 2014. <https://doi.org/10.5433/1679-0359.2014v35n3p1533>

HELDT, H.W.; PIECHULLA, B. Plant Biochemistry. **London, Academic Press**. 4 ed. p. 431–450.2011. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-384986-1.00018-1>

LIMA, M. L. M. **Análise comparativa da efetividade da fibra de volumosos e subprodutos**. 121p. Tese (Doutorado em Agronomia) Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” - Piracicaba. 2003.

LOURENÇO, M. S. N. **Estudo comparativo de metodologias aplicadas em análises de fibra em detergente neutro e fibra em detergente ácido com gerenciamento de resíduos químicos**. 117p. Tese (Doutorado em Zootecnia) Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias. Unesp. Jaboticabal - São Paulo. 2010.

LOURENCO, M. S. N., MESSANA, J. D., SADER, A. P. O., CANESIN, R. C., MALHEIROS, E. B., CASTAGNINO, P. S., BERCHIELLI, T. T. Comparison of laboratory methods to assess fiber contents in feeds tuffs. **Revista Colombiana de Ciências Pecuárias**, Medellín, v.30, n.1, p.21-29, 2017. <https://doi.org/10.17533/udea.rccp.v30n1a03>

MACEDO JÚNIOR, G. L.; ZANINE, A. M.; BORGES, I.; PÉREZ, J. R. O. Qualidade da fibra para a dieta de ruminantes. **Ciência Animal**, v.17, n.1, p.7-18, 2007.

MENDES, A.R.; EZEQUIEL, J.M.B.; GALATI, R.L. et al. Consumo e digestibilidade total e parcial de dietas utilizando farelo de girassol e três fontes de energia em novilhos confinados. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.34, n.2, p.679-691, 2005. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982005000200038>

MERTENS, D.R., Gravimetric determination of amylase-treated neutral detergent fibre in feeds with refluxing beaker sorcrucibles: collaborative study. **Journal Association of Official Analytical Chemists**. v. 85, p. 1217–1240, 2002.

MONZANI, E. E. **Padronização de método analítico de fibra em alimentos volumosos**. Dissertação de Mestrado.73p. Universidade Camilo Castelo Branco, São José dos Campos. São Paulo, 2013.

MULLER, M.; PRADO, I.N. Metabolismo da pectina em animais ruminantes. Uma Revisão. **Revista Varia Scientia**. v.4, n.8, p.45-56, 2004.

NEUMANN, M. **Avaliação, composição, digestibilidade e aspectos metabólicos da fibra**. Seminário de Pós-Graduação. 34p. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2002. Disponível em: <<http://www.ufrgs.br/lacvet/restrito/pdf/fibra.pdf>>. Acesso em: 15 nov. 2018.

PELL, A., SCHOFIELD, P. Computerized monitoring of gas production to measure forage digestion in vitro. **Journal of Dairy Science**. v.76, p.1063–1073. 1993. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(93\)77435-4](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(93)77435-4)

ROBERTSON, J.B., VAN SOEST, P.J. 1981. **The detergent system of analysis**. In: James, W.P.T., Theander, O. (Eds.), *The Analysis of Dietary Fibre in Food*. Marcel Dekker, NY, Chapter 9, p. 123–158.

RODRIGUES, L.R.A., RODRIGUES, T.J.D., REIS, R.A., SOARES, FILHO C.V.S. Produção de massa seca e composição química de cinco cultivares de *Cynodon*. **Acta Scientiarum: Animal Sciences** V. 28, n. 3, p. 251-258, 2006. <https://doi.org/10.4025/actascianimsci.v28i3.38>

SALIBA, E. O. S.; RODRIGUEZ, N. M.; MORAIS, S. A. L., PILO-VELOSO, D. Ligninas: métodos de obtenção e caracterização química. **Ciência Rural** [online]. 2001, vol.31, n.5 pp.917-928. <https://doi.org/10.1590/S0103-84782001000500031>

SENGER, C.C.D.; KOZLOSKI, G.V.; SANCHEZ, L.M.B.; MESQUITA, F.R.; ALVES, T.P.; CASTAGNINO, D.S. Evaluation of autoclave procedures for fibre analysis in forage and concentrate feedstuffs. **Animal Feed Science and Technology**, v.146, p.169-174, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2007.12.008>

SILVA, G. B. **Análise comparada das hemiceluloses de parede celular de frondes de samambaias e licófitas**. Tese (Doutorado em biodiversidade vegetal e meio ambiente).72p. 2009.

SILVA, D.J.; QUEIROZ, A.C. **Análise de alimentos: métodos químicos e biológicos**. Imprensa Universitária. Universidade Federal de Viçosa. Viçosa, Minas Gerais. 3 ed., 235p, 2002.

SILVA, D.J. 1990. **Análise de alimentos: métodos químicos e biológicos**. Viçosa: UFV. 166p.

SOUZA, G. B.; NOGUEIRA, A. R. A.; SUMI, L. M.; BATISTA, L. A. R. **Método alternativo para a determinação de fibra em detergente neutro e detergente ácido**. São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste. (Boletim de Pesquisa, 4), 1999. 21 p.

VALENTE, T.N.P.; DETMANN, E.; VALADARES FILHO, S.C.; QUEIROZ, A.C.; SAMPAIO, C.B.; GOMES, D.I. Avaliação dos teores de fibra em detergente neutro em forragens, concentrados e fezes bovinas moídas em diferentes tamanhos e em sacos de diferentes tecidos. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.40, n.5, p.1148-1154, 2011.

VAN SOEST, P.J. Use of detergents in the analysis of fibrous foods. II. A rapid method for the determination of fibre and lignin. **Journal of the Association of the Official Analytical Chemists**, v.46, p.829-835, 1963.

VAN SOEST, P.J.; WINE, R.H. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. iv. Determination of plant cell-wall constituents. **Journal of the Association of Official Analytical Chemists**, v.50, n.1, p.50-55, 1967.

VAN SOEST, P. J. **Nutritional ecology of the ruminant**. Ithaca: Cornell University, 2 ed., 476 p. 1994.

ZANINE, A. M., JUNIOR, G. L. M. Importância do consumo da fibra para nutrição de ruminantes. **Revista Eletrônica de Veterinária**. v.7, n.4, p.1-12, 2006.