

UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA  
FACULDADE DE MEDICINA VETERINÁRIA

ERIN LORENA SOUZA

DETERMINAÇÃO DA FIBRA EM DETERGENTE ÁCIDO EM ALIMENTOS  
CONCENTRADOS PELA TÉCNICA DO *FILTER BAG* UTILIZANDO A AUTOCLAVE  
EM DIFERENTES TEMPOS E TEMPERATURAS.

**Uberlândia**

**2024**

ERIN LORENA SOUZA

DETERMINAÇÃO DA FIBRA EM DETERGENTE ÁCIDO EM ALIMENTOS  
CONCENTRADOS PELA TÉCNICA DO *FILTER BAG* UTILIZANDO A AUTOCLAVE  
EM DIFERENTES TEMPOS E TEMPERATURAS.

Monografia apresentada a coordenação do curso graduação em Zootecnia da Universidade Federal de Uberlândia, como requisito parcial a obtenção do título de Zootecnista.

Orientadora: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup> Eliane da Silva Morgado

**Uberlândia**

**2024**

ERIN LORENA SOUZA

DETERMINAÇÃO DA FIBRA EM DETERGENTE ÁCIDO EM ALIMENTOS  
CONCENTRADOS PELA TÉCNICA DO *FILTER BAG* UTILIZANDO A AUTOCLAVE  
EM DIFERENTES TEMPOS E TEMPERATURAS.

Monografia apresentada a coordenação do curso graduação em Zootecnia da Universidade Federal de Uberlândia, como requisito parcial a obtenção do título de Zootecnista.

Uberlândia, 20 de novembro de 2024

Banca Examinadora:

---

Prof<sup>a</sup> Dra. Eliane da Silva Morgado  
(FAMEV/UFU)

---

Prof Dr. Lúcio Vilela Carneiro Girão  
(FAMEV/UFU)

---

Mestrando Lucas Eduardo Gonçalves Vilaça  
(FAMEV/UFU)

## RESUMO

O uso da autoclave para a análise das fibras tem sido bastante utilizado em laboratórios de análise de alimentos, devido aos custos reduzidos desse equipamento, por otimizar o tempo de análise, e proporcionar a realização de um grande número de amostra por rodada. No entanto, pesquisas quanto a temperatura e tempo de execução da autoclave nas análises da fibra são necessárias para se obter respostas resultados mais precisos. Dessa forma, o presente estudo teve como objetivo comparar os resultados da análise da fibra em detergente ácido (FDA), utilizando a técnica do saco filtrante (*filter bag*) confeccionados com tecido não tecido (TNT) de gramatura de 100g/m<sup>2</sup>, em diferentes tempos e temperaturas de execução da autoclave: 105°C por 60 minutos, 110°C por 40 minutos e 120°C por 40 minutos, de forma sequencial e não sequencial a fibra em detergente neutro (FDN). Foram avaliados cinco alimentos concentrados: farelo de soja, farelo de trigo, fubá de milho, sorgo grão e ração peletizada para bezerros. O delineamento experimental foi o inteiramente casualizado em esquema fatorial 3 x 2, com três tratamentos (temperaturas e tempo de execução da autoclave), e dois métodos (sequencial e não sequencial), com seis repetições cada. Comparando o método sequencial e não sequencial observou-se que nos alimentos: farelo de soja, fubá de milho, sorgo grão e ração peletizada, o teor de FDA foi significativamente superior quando realizada a análise da FDA de forma não sequencial. Para o farelo de trigo não houve diferença significativa. No método sequencial, as diferentes temperaturas e tempo de execução da autoclave não alterou os valores de FDA do farelo de soja, no entanto, no método não sequencial, observou-se redução do valor da FDA quando utilizado a temperatura de 120°C por 40 min. Verificou-se que não há diferença significativa ( $P>0,05$ ) entre o uso da autoclave na temperatura/tempo de 105°C por 60 min., e 110 °C por 40 min, para os alimentos farelo de trigo, fubá de milho, sorgo grão e ração peletizada. No entanto, a temperatura de 120 °C por 40 min. produz resultados significativamente inferiores ( $P<0,05$ ) aos obtidos na temperatura de 105°C por 60 min, com exceção da ração paletizada. A análise da FDA, de alimentos concentrados, utilizando a autoclave e saco filtrante de TNT (100g/m<sup>2</sup>), pode ser feita tanto na temperatura 105°C por 60 minutos, quanto na temperatura de 110°C por 40 minutos, sem que haja alteração nos resultados. O uso da autoclave na temperatura de 120°C por 40 minutos, para alimentos concentrados não é recomendado. Em alimentos concentrados, a análise da FDA pelo método não sequencial utilizando a autoclave e saco filtrantes de TNT (100g/m<sup>2</sup>), produz resultados superiores aos obtidos pelo método sequencial.

**Palavras-chave:** FDA, parede celular, saco filtrante, tecido não tecido

## ABSTRACT

The use of an autoclave for fiber analysis has been widely adopted in food analysis laboratories due to the lower costs of this equipment, the optimization of analysis time, and the ability to process a large number of samples per batch. However, research on the temperature and execution time of autoclaving in fiber analysis is necessary to achieve more accurate results. Thus, this study aimed to compare the results of acid detergent fiber (ADF) analysis using the filter bag technique, made with 100g/m<sup>2</sup> nonwoven fabric (NWF), under different autoclave times and temperatures: 105°C for 60 minutes, 110°C for 40 minutes, and 120°C for 40 minutes, performed sequentially and non-sequentially to neutral detergent fiber (NDF). Five concentrated feeds were evaluated: soybean meal, wheat bran, cornmeal, sorghum grain, and pelleted calf feed. The experimental design was completely randomized in a 3 x 2 factorial scheme with three treatments (autoclave temperatures and times) and two methods (sequential and non-sequential), with six repetitions each. Comparing the sequential and non-sequential methods, it was observed that for soybean meal, cornmeal, sorghum grain, and pelleted feed, ADF content was significantly higher when ADF analysis was conducted non-sequentially. For wheat bran, there was no significant difference. In the sequential method, different autoclave temperatures and times did not alter the ADF values of soybean meal; however, in the non-sequential method, a reduction in ADF value was observed when the temperature of 120°C for 40 minutes was used. No significant difference ( $P>0.05$ ) was found between using the autoclave at 105°C for 60 minutes and 110°C for 40 minutes for wheat bran, cornmeal, sorghum grain, and pelleted feed. However, the temperature of 120°C for 40 minutes produced significantly lower results ( $P<0.05$ ) than those obtained at 105°C for 60 minutes, except for pelleted feed. Acid detergent fiber (ADF) analysis of concentrated feeds using the autoclave and 100g/m<sup>2</sup> NWF filter bags can be performed at both 105°C for 60 minutes and 110°C for 40 minutes without affecting results. The use of the autoclave at 120°C for 40 minutes for concentrated feeds is not recommended. In concentrated feeds, ADF analysis by the non-sequential method using the autoclave and 100g/m<sup>2</sup> NWF filter bags produces higher results than those obtained by the sequential method.

**Keywords:** ADF, cell wall, filter bag, nonwoven fabric

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2. REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>3</b>
2.1. A fibra dos alimentos.....	3
2.2. Métodos alternativos de análise da FDN e FDA.....	4
<b>3. METODOLOGIA.....</b>	<b>6</b>
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>8</b>
<b>5. CONCLUSÃO.....</b>	<b>12</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>13</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O método original da fibra em detergente neutro (FDN) e da fibra em detergente ácido (FDA) utiliza um equipamento com refluxo, cadinho filtrante e sistema a vácuo, demandando mão de obra individual para suas quantificações (Silva e Queiroz, 2009). No entanto, a abordagem metodológica dessas análises é altamente dependente do trabalho manual, o que limita sua eficiência.

Com o passar do tempo, modificações foram introduzidas nos métodos de FDN e FDA, visando torná-los mais rápidos e com menor necessidade de mão de obra (Lourenço, 2010). Dessa forma, métodos alternativos, que utilizam diferentes equipamentos e materiais, foram desenvolvidos para reduzir o tempo e o esforço das análises.

O uso da autoclave como substituto ao equipamento com refluxo para análise de fibras foi descrito por diversos autores, embora haja discordância quanto ao tempo e temperatura de operação. Pell e Schofield (1993) e Barbosa et al. (2015) utilizaram 105°C por 60 minutos, enquanto Senger et al. (2008), Farias et al. (2015) e Lourenço et al. (2017) recomendaram 110°C por 40 minutos. Deschamps (1999), por outro lado, realizou a análise a 120°C por 40 minutos. Essas variações podem resultar em diferenças nos resultados, como observado por Senger et al. (2008).

Outra modificação foi a substituição dos cadinhos filtrantes por sacos filtrantes, também conhecidos como filter bags. Desenvolvido pela empresa Ankom®, esse método consiste em pesar as amostras em sacos filtrantes Ankom® F57 e colocá-las em um equipamento automatizado e fechado, que as expõe a soluções de detergente fervente durante um tempo determinado, seguido de lavagem e secagem (Berchielli et al., 2001). Isso reduz o trabalho de lavagem e preparação dos cadinhos filtrantes, já que os sacos são descartados após as análises.

O elevado custo dos sacos filtrantes (F57 da Ankom®) motivou pesquisas para encontrar alternativas mais econômicas. Casali et al. (2009) e Valente et al. (2011) testaram diferentes tecidos, concluindo que o tecido não tecido (TNT) de gramatura de 100 g/m<sup>2</sup> oferece resultados de precisão e exatidão semelhantes ao F57, representando uma alternativa mais acessível para laboratórios. O uso do TNT de 100 g/m<sup>2</sup> para análise de fibra foi amplamente

adotado por laboratórios nacionais, sendo inclusive recomendado pelo Instituto de Ciência e Tecnologia de Ciência Animal (INCT-CA) para métodos F-001/2 e F-003/2 nas análises de FDN e FDA, respectivamente (Detmann et al., 2021).

De acordo com Lourenço (2010), a autoclave possibilita a realização da análise de fibras com cadinhos ou sacos filtrantes, e Baumgarten et al. (2016) destacam sua capacidade de processar um grande número de amostras de forma rápida e com custo reduzido. A fibra em detergente ácido (FDA) é a fração menos digestível das plantas, composta por celulose, lignina e pequenas quantidades de minerais insolúveis, como sílica e compostos nitrogenados (Silva e Queiroz, 2009). A análise de FDA serve como etapa preparatória para quantificação da lignina e para predição de consumo de vacas com base em parâmetros físicos da dieta, como a relação FDA/FDN (Nasem, 2021).

O presente trabalho objetiva comparar os resultados da análise de FDA utilizando sacos filtrantes de TNT (100 g/m<sup>2</sup>) em diferentes temperaturas e tempos de execução: 105°C por 60 minutos, 110°C por 40 minutos e 120°C por 40 minutos de forma sequencial e não sequencial à análise de FDN. Espera-se que os resultados obtidos forneçam informações relevantes para otimizar essa prática analítica.

## **2. REVISÃO DE LITERATURA**

### **2.1 A fibra dos alimentos**

A fibra é de grande importância nutricional, pois trata-se da parte orgânica das rações e dos alimentos, a qual apresenta maior dificuldade de ser quebrada no processo digestivo, (Mertens et al., 2002). Pesquisas na área da nutrição que abordaram os componentes fibrosos de plantas constataram que seu aproveitamento ocorre exclusivamente por meio da fermentação no sistema gastrointestinal (Van Soest e Wine, 1967).

Quimicamente a fibra pode ser definida como um conjunto de compostos, não produtos químicos individuais, cuja composição é dependente da sua origem e da metodologia utilizada em sua mensuração laboratorial (Mertens, 1997). Em termos nutricionais é definida como a fração menos digestível dos alimentos, constituída principalmente pelos componentes da parede celular das plantas, mais especificamente por celulose, hemicelulose e lignina (Farias, 2015).

A celulose é o componente mais abundante da parede celular das plantas, definida como um homopolissacarídeo composto por unidades de D-glicose unidas entre si e por ligações glicosídicas  $\beta$ 1-4 (Arantes; Saddler, 2010 apud Ogata, 2015). A hemicelulose é o segundo componente mais abundante da parede celular das plantas, sendo constituída por uma mistura de polissacarídeos de baixo peso molecular, como pentose, hexose e/ou ácidos urônicos (Ogata, 2013). A lignina é uma macromolécula tridimensional amorfa encontrada na parede celular das plantas, associada à celulose, e sua função é fornecer dureza, impermeabilidade e resistência microbiológica e mecânica aos tecidos vegetais (Carvalho, *et al.*, 2010).

O método mais antigo de determinação de fibra dos alimentos é a análise da fibra bruta descrito no sistema de Weende, desenvolvido por Stohmann e Henneberg durante o período de 1860 a 1864, na estação experimental de Weende, localizada na Alemanha. O sistema de análise proximal de Weende consiste na divisão do alimento em frações, que possuem substâncias com propriedades em comum, permitindo assim análises químicas específicas desses grupos, em seis grandes componentes químicos, matéria seca, matéria mineral ou cinzas, proteína bruta, extrato etéreo, fibra bruta e extrato não nitrogenado (Genro e Orqis, 2008).

A análise da fibra bruta, não é uma análise precisa do teor de fibra dos alimentos, pois permite que parte da hemicelulose e da lignina, que fazem parte da fibra, sejam solubilizadas, e dessa forma subestima o teor de fibra dos alimentos (Silva e Queiroz, 2009; Salmam, 2010), e dessa forma, por não estimar de forma adequada o teor de fibra de alimento, não tem sido mais uma análise recomendada (Salmam *et al.*, 2010).

Os métodos mais utilizados de análise da fibra nos laboratórios de nutrição e alimentação animal, são as análises da fibra em detergente neutro e da fibra em detergente ácido desenvolvidos por Van Soest (1963) e Van Soest e Wine (1967), respectivamente. Esses autores desenvolveram detergentes específicos capazes de isolar os principais componentes da parede celular dos vegetais, assim, por meio do detergente neutro é possível solubilizar o conteúdo celular e isolar o resíduo composto basicamente por celulose, hemicelulose e lignina, denominado fibra em detergente neutro (FDN), e por meio do detergente ácido específico é possível solubilizar a hemicelulose e o conteúdo celular, isolando um resíduo, composto basicamente pela celulose e lignina, chamado de fibra em detergente ácido (FDA) (Silva e Queiroz, 2009).

## 2.2 Métodos alternativos de análise da FDN e FDA

O método original da fibra em detergente neutro e da fibra em detergente ácido utiliza um equipamento com refluxo, cadinho filtrante e sistema a vácuo, e demanda mão de obra individual para a suas quantificações (Silva e Queiroz, 2009). Ao longo do tempo, algumas modificações foram implementadas no método original com a finalidade de tornar essas análises mais rápidas e com menor mão de obra (Lourenço 2010), dessa forma, foram propostos a substituição do equipamento com refluxo por um equipamento automatizado com sistema fechado e uso de saco filtrante em substituição ao cadinho filtrante denominado sistema Ankom<sup>®</sup>.

O equipamento determinador de fibras da Ankom<sup>®</sup> assegura uma uniforme condição de digestão e filtração para todas as amostras, ao mesmo tempo que viabiliza a execução de um volume substancialmente maior de análises diárias. Isso é possível devido à automação de várias etapas do procedimento, tais como as lavagens e filtrações sequenciais, anteriormente conduzidas de maneira manual, que agora são integradas ao sistema em si, o que possibilita a análise mais ágil da FDN e FDA, resultando em maior produtividade e redução do tempo de análise (Berchielli *et al.* 2001).

Outra modificação do método original foi a substituição do equipamento com refluxo pela autoclave, descrito na literatura por Pell e Schofield (1993) e por Detmann *et al.* (2021), e de acordo com Baumgarten *et al.* (2016), essa substituição permite a análise simultânea de grande número de amostras, permitindo maior agilidade à rotina laboratorial, reduzindo a mão de obra e o tempo gasto com a análise, e além disso, a autoclave é um equipamento de baixo custo e comumente encontrado nos laboratórios. E segundo Lourenço (2010), o uso da autoclave é versátil por permite que a análise da fibra seja realizada utilizando cadinho filtrante ou sacos filtrantes.

O alto custo de aquisição dos sacos filtrantes (F57 da Ankom<sup>®</sup>) levou a pesquisadores testarem tecidos alternativos para a confecção dos sacos filtrantes. A associação dessa técnica com o uso da autoclave foi realizado por Deschamps, (1999), que utilizou sacos de náilon com porosidade de 45  $\mu\text{m}$ , em temperatura de 120°C por 40 minutos, o que permitiu executar a análise da FDN de 120 amostras por operação. Senger *et al.* (2008) avaliou a análise da FDN e FDA utilizando a autoclave e sacos filtrantes de náilon com porosidade de 50  $\mu\text{m}$  em quatro diferentes tempos e temperaturas de execução da autoclave, sendo estes 60 e 40 minutos a 120°C, 60 e 40 minutos a 110 °C. Esses autores verificaram que o tempo e a temperatura afetam

os valores de FDA, e somente o tempo de 110 °C por 40 minutos produziu resultados confiáveis quando comparado ao método original, utilizando cadinho filtrante, sistema a vácuo e determinador de fibra com refluxo. E que o aumento da temperatura de 110 °C para 120°C, assim como do tempo de análise de 40 para 60 minutos subestimaram o valor da FDA de diversos alimentos testados, possivelmente devido o tecido de náilon não ser resistente a solução de detergente ácido quente.

Teste de diferentes tipos de tecidos alternativos ao F57 da Ankom<sup>®</sup> foram avaliados por Valente *et al.* (2011), que avaliaram a análise da FDN em aparelho analisador de fibras Amkom<sup>220</sup><sup>®</sup>, utilizando sacos filtrantes feitos de diferentes materiais sendo estes: o tecido de náilon com porosidade de 50 µm e o tecido não tecido (TNT) de gramatura de 100g/m<sup>2</sup>, que foram comparados com o F57 da Amkom<sup>®</sup>. Esses autores verificaram que o TNT (100g/m<sup>2</sup>) produz estimativas com níveis similares de exatidão e precisão quando comparado ao F57 da Amkom<sup>®</sup>, sendo uma alternativa de menor custo para os laboratórios de pesquisa, e que o tecido de náilon promove perda significativa de partículas fibrosas, não sendo, portanto, recomendado o seu uso. A partir desse ponto, vários laboratórios nacionais adotaram o uso do tecido não tecido (TNT) de gramatura de 100g/m<sup>2</sup> para análise da fibra, sendo este inclusive recomendado pelo Instituto de ciência e tecnologia de ciência animal (INCT-CA), conforme o descrito por (Detmann, *et al.*, 2021), métodos F-001/2 e F-003/2, respectivamente para as análises de FDN e FDA.

O Instituto de Ciência e Tecnologia de Ciência Animal (INCT-CA) recomenda o uso da autoclave para análise da FDN e FDA na temperatura de 105°C por 60 minutos, utilizando cadinho filtrante e sistema a vácuo (Detmann *et al.*, 2021). No entanto, o uso de cadinho filtrante é limitante para a análise de grande quantidade de amostras, pois demanda mão de obra individual para filtração e demanda tempo para preparação do cadinho para análise, pois a cada análise realizada os cadinhos devem ser queimados e lavados para ser novamente utilizado, o que aumenta trabalho e tempo gasto. Dessa forma, torna-se interessante avaliar o uso de sacos filtrantes confeccionados com tecido não tecido (TNT) de gramatura de 100g/m<sup>2</sup>, utilizando a autoclave para a análise da fibra em detergente ácido em diferentes tempos e temperaturas de execução.

### 3. METODOLOGIA

O experimento foi realizado no Laboratório de Bromatologia e Nutrição Animal da Faculdade de Medicina Veterinária da Universidade Federal de Uberlândia. Foram avaliados os teores da fibra em detergente ácido (FDA) em cinco amostras de alimentos concentrados: farelo de soja, farelo de trigo, fubá de milho, grão de sorgo e ração peletizada para bezerros, pela técnica do saco filtrante utilizando-se tecido não tecido (TNT) com gramatura de 100g/m<sup>2</sup>, e a autoclave em diferentes temperaturas e tempos de execução: 105°C por 60 minutos, 110°C por 40 minutos e 120°C por 40 minutos.

As amostras foram moídas em moinho de facas com peneira de um milímetro, para posterior determinação dos teores de matéria seca e fibra em detergente ácido (FDA), segundo a metodologia descrita por Detmann *et al.* (2021). As análises da FDA foram feitas de forma sequencial e não sequencial a FDN.

Os sacos filtrantes foram confeccionados utilizando o tecido não tecido (TNT) com gramatura de 100g/m<sup>2</sup>. Foram cortados retângulos de 5 cm de largura por 10 cm de comprimento, que foram lavados com solução de detergente neutro comercial, preparada conforme a recomendação feita por Detmann *et al.* (2021), onde para um litro de água destilada fervente foi adicionado 20 mL de detergente neutro comum. Os moldes foram mergulhados nessa solução fervente e deixados de molho por 24 horas, para a retirada da goma que vem com o tecido. Em seguida os moldes foram lavados até a retirada completa do detergente, enxaguados com água destilada e colocados em vasilhas de alumínio forradas com papel toalha, sequencialmente foram levados para estufa ventilada a 50°C por 24 horas, para secar.

Os retângulos do tecido foram selados nas laterais formando sacos de 5 cm de comprimento por 5 cm de largura, o que corresponde a uma área útil de 25 cm<sup>2</sup>, identificados e levados para estufa a 105°C por 2 horas, em seguida foram colocados em um dessecador para esfriar, e então pesados em balança analítica, onde foram registrados peso do saco vazio.

A quantidade de amostra que cada saco recebeu obedeceu a relação de 20 mg de matéria seca por centímetro quadrado de superfície (Detmann *et al.*, 2021), e então foram selados, fechando-os. Os saquinhos contendo as amostras foram acondicionados em um saco maior do tecido de tule, contendo um contrapeso em seu interior para evitar a flutuação das amostras no béquer (Deschamps, 1999). Esse conjunto foi acondicionado em um béquer de plástico maior com capacidade de dois litros, e adicionado quantidade de solução de detergente ácido suficiente para manter a relação de 100 ml de detergente por 1 g de amostra (Detmann *et al.*, 2021), de forma que todos os sacos fiquem submersos na solução de detergente. O béquer foi então tampado com papel alumínio (Deschamps, 1999; Senger *et al.*, 2008), e em seguida foi

colocado na autoclave para a rodada nos tempos e temperaturas determinados, excluindo o tempo de aquecimento prévio da água e de resfriamento após a execução da análise.

Após transcorrido o tempo de análise, a autoclave foi desligada e aguardado a saída da pressão para permitir a sua abertura e retirada das amostras. Em sequência, os saquinhos foram lavados com água destilada quente para a retirada do detergente, por diversas vezes, até que a água de enxague não apresente mais coloração. Posteriormente, os sacos foram lavados com acetona durante 5 minutos, e levados para a estufa ventilada a 55°C por 24 horas, e sequencialmente, por 2 horas para a estufa não ventilada a 105°C e, em seguida colocados em dessecador para esfriar e então pesados, e anota o peso do saco mais resíduo insolúvel em detergente ácido para cálculo dos teores de FDA.

A análise não sequencial foi realizada diretamente na amostra, sem prévio procedimento. A análise sequencial foi feita nas amostras que passaram anteriormente pela análise da fibra em detergente neutro (FDN), utilizado a enzima alfa amilase estável ao calor, como o descrito por Souza (2024), que realizou análise da FDN dos alimentos concentrados avaliados: farelo de soja, farelo de trigo, fubá de milho, grão de sorgo e ração peletizada para bezerros, utilizando a autoclave e a técnica do saco filtrante, com tecido de TNT (100g/m<sup>2</sup>), nas temperaturas e tempos: 105°C por 60 minutos, 110°C por 40 minutos e 120°C por 40 minutos.

O delineamento experimental utilizado foi inteiramente casualizado em esquema fatorial 3 x 2, sendo com três tratamentos (temperaturas e tempo de execução da autoclave), e dois métodos (sequencial e não sequencial), aplicados a cinco alimentos, com seis repetições cada. Os dados foram submetidos aos testes de normalidade e homogeneidade de variância, e os dados que não obedecessem a esses pressupostos foram avaliados por meio do teste não paramétrico de Krukall Wallis, a 5% de probabilidade. Os dados que obedeceram aos pressupostos de normalidade pelo teste de Cramer-von Misses, e de homogeneidade de variância pelo teste de Levene, foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas utilizando o teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando o software estatístico R 3.4.2.

#### **4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Houve interação significativa entre os métodos sequencial e não sequencial, e as diferentes temperaturas e tempo de execução da análise da FDA para o farelo de soja, (Tabela 1). Os valores da FDA do farelo de soja pelo método não sequencial foram significativamente superiores aos valores da FDA pelo método sequencial. O que pode ser

explicado pelo fato da análise da FDA não sequencial envolver determinação direta da FDA sem prévia análise da FDN. Esse processo pode ter levado a retenção de frações que poderiam ser removidas na análise da FDN, o que elevou os valores de FDA para o método não sequencial.

Segundo Van Soest *et al.* (1991), a análise sequencial da FDA possui vantagens por evitar interferências de substâncias que podem não ser totalmente dissolvidas pelo detergente ácido, como a pectina e a sílica biogênica, ser mais econômica pelo fato de se utilizar uma única amostra, e principalmente por estimar a hemicelulose e a celulose de forma mais exata. Cassida *et al.* (2007), compararam a análise da FDA sequencial e não sequencial em diversas forrageiras, e verificaram que o valor de FDA em gramíneas não é afetado pelo método sequencial e não sequencial, no entanto, para leguminosas houve superestimativa do valor da FDA. E inferiram que a concentração de pectina na planta que é responsável por aproximadamente um terço da diferença entre os métodos de análise sequencial e não sequencial da FDA.

**Tabela 1.** Valores médios em percentual (%) dos teores de fibra em detergente ácido (FDA) do farelo de soja analisado em autoclave em diferentes temperaturas e tempos de execução, pelo método sequencial e não sequencial.

Método	Temperatura/tempo			Média Geral
	105°C/60 min.	110°C/40 min.	120°C/40 min.	
Sequencial	7,27 aB	7,30 aB	6,57 aB	7,13
Não sequencial	11,50 aA	11,41 aA	8,40 bA	10,46
Média Geral	8,73	8,99	7,44	
CV (%)	11,09			

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

Avaliando-se as diferentes temperaturas e tempo de execução da autoclave, observou-se que não houve diferença ( $P>0,05$ ) no teor de FDA pelo método sequencial. No entanto, no método de análise da FDA não sequencial, observou-se redução do valor quando utilizado a temperatura de 120°C por 40 min, possivelmente por essa temperatura proporcionar maior extração dos constituintes do farelo de soja.

De acordo com Valares Filho *et al.*, (2018), o teor de FDA médio de farelo de soja é de 9,92%. Por outro lado, Almeida (2018) e Reis (2023) avaliaram a determinação da FDA de

farelo de soja utilizando a técnica da autoclave e saquinhos filtrantes TNT (100g/m<sup>2</sup>) em método não sequencial, a uma temperatura de 105°C durante 60 minutos, obtendo valores médios de 11,42% e 12,86% respectivamente, resultados mais próximos aos encontrados neste estudo (Tabela 1).

Henrique (2019), avaliou a determinação de FDA utilizando a técnica de autoclave e saquinhos filtrantes TNT (100g/m<sup>2</sup>) em diferentes combinações de tempos e temperatura (60 minutos a 105°C, 40 minutos a 110°C e 40 minutos a 120°C), para alimentos volumosos. Os resultados indicaram que o aumento da temperatura resultou em menores os teores de FDA. Embora esses dados sejam referentes a alimentos volumosos, e não concentrados, eles corroboram com os obtidos neste estudo e com a possível hipótese em que o aumento da temperatura da autoclave reduz o teor de FDA, possivelmente devido à solubilização de parte dos componentes da parede celular.

Os valores percentuais dos teores de FDA dos alimentos concentrados, farelo de trigo, fubá de milho, sorgo grão e ração peletizada, estão apresentados na Tabela 2.

**Tabela 2.** Valores médios em percentual (%) dos teores de fibra em detergente ácido (FDA) analisado em autoclave em diferentes temperaturas e tempos de execução.

Alimento	Temperatura/tempo		
	105°C/60 min.	110 °C/40 min.	120 °C/40 min.
Farelo de trigo	11,11 a	10,88 a	8,46 b
Fubá de milho	4,69 a	4,44ab	2,79 c
Sorgo grão	5,67 a	5,49 ab	4,37 b
Ração peletizada	16,22 a	15,68 a	15,49 a

\*Médias seguidas de mesma letra minúscula, na linha, não diferem entre si, pelo teste de Krukall Wallis, a 5% de probabilidade.

Verificou-se que não há diferença significativa ( $P>0,05$ ) entre o uso da autoclave na temperatura/tempo de 105°C por 60 min., e 110 °C por 40 min (Tabela 2). No entanto, a temperatura de 120 °C por 40 min. produz resultados significativamente inferiores ( $P<0,05$ ) aos obtidos na temperatura de 105°C por 60 min, com exceção da ração paletizada.

Estudos realizados por Zambom *et al.* (2001) e Bortolassi *et al.* (2000), determinaram os teores de FDA para o farelo de trigo e o fubá, utilizando o método convencional, e obtiveram valores de 11,49% e 5,44%, respectivamente, para o farelo de trigo e o fubá, e valores de 14,95% e 4,69% respectivamente, para o farelo de trigo e o fubá . Valadares Filho *et al.* (2018)

descrevem o teor de FDA para o grão de sorgo de 5,87%. As variações observadas nos níveis de FDA podem ser atribuídas a diversos fatores, como a variedade dos grãos, as condições de cultivo e o processamento dos alimentos. Ao comparar esses dados com os resultados do presente estudo, nota-se que os métodos de temperatura de 105 °C durante 60 minutos e 110°C durante 40 minutos obtiveram valores mais próximos aos relatados na literatura.

Estudos conduzidos por Senger *et al.* (2008) onde avaliaram os procedimentos de autoclave para análise de fibras em alimentos forrageiros e concentrados em diferentes combinações de tempos e temperaturas (60 min a 110 °C, 60 min a 120 °C, 40 min a 120 °C e 40 min a 110 °C) concluíram que tanto tempo quanto a temperatura influenciam os resultados para FDA. Dentre os tratamentos testados, o uso de autoclave a 110°C por 40 minutos foi o único que apresentou resultados tão precisos quanto o método convencional com cadinho Gooch para a determinação de FDA. Além disso, Senger *et al.* (2008) observaram que o aumento da temperatura de 110°C para 120°C e/ou o prolongamento do tempo de tratamento na autoclave de 40 minutos para 60 minutos podem subestimar as concentrações de FDA nas amostras. Com base nos achados deste estudo, pode-se inferir que o aumento da temperatura resulta em uma diminuição significativa nos teores de FDA nos alimentos farelo de trigo, fubá e sorgo.

Comparando o método sequencial e não sequencial utilizando a autoclave observou-se que para o farelo de trigo não houve diferença estatística ( $P>0,05$ ) (Tabela 3). No entanto, para os alimentos fubá de milho, sorgo grão e ração peletizada, o valor de FDA foi significativamente ( $P<0,05$ ) superior no método não sequencial, assim como aconteceu com o farelo de soja (Tabela 1) em comparação ao método sequencial.

**Tabela 3.** Valores médios em percentual (%) dos teores de fibra em detergente ácido (FDA) analisado em autoclave pelos métodos sequencial e não sequencial.

Alimento	Temperatura/tempo	
	Sequencial	Não sequencial
Farelo de trigo	10,78 a	10,77 a
Fubá de milho	3,51 b	5,19 a
Sorgo grão	4,50 b	6,09 a
Ração peletizada	14,28 b	17,67 a

\*Médias seguidas de mesma letra minúscula, na linha, não diferem entre si, pelo teste de Mann-Whitney, a 5% de probabilidade.

Lourenço *et al.* (2017), analisaram um alimento concentrado (farelo de babaçu) utilizando os métodos de autoclave com saquinho de TNT, método sequencial e não sequencial, e constataram que não houve diferença estatística ( $P>0,05$ ) entre os métodos. No entanto, isso difere do observado no presente estudo, onde o método não sequencial apresentou valores significativamente mais elevados ( $P<0,05$ ). Uma possível explicação para esses resultados pode estar relacionada às características específicas de cada tipo de alimento. É possível que o método sequencial promova uma extração mais eficiente das fibras durante o processo, resultando em valores de FDA inferiores em comparação ao método não sequencial.

## 5. CONCLUSÃO

Podemos concluir que a análise da fibra em detergente ácido (FDA) em alimentos concentrados, utilizando autoclave e saco filtrante de TNT ( $100\text{g/m}^2$ ), mostrou ser uma técnica eficaz quando realizada a  $105^\circ\text{C}$  por 60 minutos ou a  $110^\circ\text{C}$  por 40 minutos, sem causar alterações significativas nos resultados. Essa constatação reforça a viabilidade de métodos que utilizam temperaturas e tempos reduzidos para otimizar as análises laboratoriais. No entanto, o uso da autoclave a  $120^\circ\text{C}$  por 40 minutos não é recomendado para alimentos concentrados, pois a temperatura mais elevada subestima os valores de FDA de alimentos concentrados.

A análise da FDA utilizando a autoclave e saco filtrante de TNT ( $100\text{g/m}^2$ ), pelo método não sequencial, produz valores médios superestimados quando comparado ao método sequencial.

## REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, M. N. S. **Determinação da fibra em detergente neutro e fibra em detergente ácido por diferentes métodos analíticos**. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Zootécnica) – Universidade Federal de Maranhão, Maranhão.
- BARBOSA, M.M.; DETMANN, E.; ROCHA, G.C.; FRANCO, M.O; FILHO, S.C.V. Evaluation of laboratory procedures to quantify the neutral detergent fiber content in forage, concentrate, and ruminant feces. **Journal of AOAC International**, v. 98, n.4, p.883-889, 2015.
- BAUMGARTEN, V. G.; CASTAGNARA, D. D.; MALAGUEZ, E. G.; HOCH, G. C.; GAYER, T. O. Substituição do aparelho determinador por autoclave na determinação de fibras em alimentos para ruminantes. In: SALÃO INTERNACIONAL DE ENSINO, PESQUISA E EXTENSÃO, Rio Grande do Sul. **Anais...** Rio Grande do Sul: v. 8, n. 2, 2016.
- 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**, v. 30, p. 1572-1578, 2001. Disponível em: < <https://www.scielo.br/j/rbz/a/Kx633F96QvQyZZD3tJHCfpz/abstract/?lang=pt>>. Acesso em: 16 de maio 2023.
- BORTOLASSI, R. J.; SANTOS, G.T.; ALCALDE, C.R.; GONÇALVES, G.D.; ZAMBOM, M.A.; FURLAN, A. C. Comparação dos métodos convencional e Filter Bag Technique da Ankom para determinação de fibra em detergente neutro e fibra em detergente ácido. **Acta Scientiarum**, p. 807-811, 2000.
- CARVALHO, A.M.; DANTAS, R.A.; COELHO, M.C.; LIMA, W.M.; SOUZA, J.P.S.P.; FONSECA, O.P.; GUIMARÃES JÚNIOR, R. **Teores de hemiceluloses, celulose e lignina em plantas de cobertura com potencial para sistema plantio direto no Cerrado**. Embrapa Cerrados, p. 1-15, 2010. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/75878/1/bolpd-290.pdf>. Acesso em: 27 de abril 2023.
- CASALI, A.O.; DETMANN, E.; FILHO, S.C.V.; PEREIRA, J.C.; CUNHA, M.; DETMANN, K.S.C.; PAULINO, M.F. Estimação de teores de componentes fibrosos em alimentos para ruminantes em saco de diferentes tecidos. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.38, n.1, p.130-138, 2009.
- CASSIDA, K. A., TURNER, K. E., FOSTER, J. G., HESTERMAN, O. B. Comparison of detergent fiber analysis methods for forages high in pectin. **Animal Feed Science and Technology**, v.135, p.283–295, 2007.
- CORDEIRO, C. F. A.; PEREIRA, M.L.A.; MENDONÇA, S.S.; ALMEIDA, P.J.P.; AGUIAR, L.V.; FIGUEIREIDO; M.P. Consumo e digestibilidade total dos nutrientes e produção e composição do leite de vacas alimentadas com teores crescentes de proteína bruta na dieta contendo cana-de-açúcar e concentrados. **Revista Brasileira de Zootecnia**, Viçosa, v. 36, n. 6, p. 2118-2126, 2007. Suplemento.

DESCHAMPS, F.C. Implicações do Período de Crescimento na Composição Química e Digestão dos Tecidos de Cultivares de Capim-Elefante (*PennisetumpurpureumSchumach.*). **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.28, n.6, p. 1358-1369, 1999.

DETMANN, E.; COSTA E SILVA, L.F.; ROCHA, G.C.; PALMA, M.N.N.; RODRIGUES, J.P.P. **Métodos para análise de alimentos-INCT-Ciência Animal**, 2 ed. Visconde do Rio Branco, Minas Gerais: Suprema, 2021. 350p.

FARIAS, J. S.; QUEIROZ, L.O.; SANTOS, G.R.A.; 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.

Disponível em:

<<https://mail.google.com/mail/u/0?ui=2&ik=0b9000e081&attid=0.2&permmsgid=msg-f:1761188154105280073&th=1870ff4b84123649&view=att&disp=inline>>. Acesso em: 27 de abril 2023.

GENRO, T.C.M.; ORQIS, M.G.. **Informações básicas sobre coleta de amostras e principais análises químico-bromatológicas de alimentos destinados à produção de ruminantes**. Bagé, Embrapa Pecuária Sul, 24p, 2008. Disponível em:

<https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/63863/1/DT81.pdf>. Acesso em: 17 de maio 2023.

HENRIQUE, L. M. **Determinação da fibra em detergente ácido em alimentos volumosos utilizando a autoclave com diferentes tempos e temperaturas de extração**. Trabalho de Conclusão de Curso – Universidade Federal de Uberlândia – Uberlândia, 2019. Disponível em: <https://11nq.com/zWA2n>. Acesso em:14/06/2024.

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**. Jaboticabal, 2010. Tese (doutorado)-Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, 2010.

LOURENÇO, M. S. N.; MESSANA, J. D.; CANESIN, R. C.; MALHEIROS, E. B.; BERCHIELLI, T. T. Comparison of laboratory methods to assess fiber contents in feedstuffs. **Revista Colombiana de Ciencias Pecuarias**, v. 30, n. 1, p. 21-29, 2017.

MERTENS, D. R. Gravimetric Determination of Amylase-Treated Neutral Detergent Fiber in Feeds with Refluxing in Beakers or Crucibles: Collaborative Study. **Journal of AOAC International**, v. 85, n. 6, 2002.

MERTENS, D.R. Creating a System for Meeting the Fiber Requirements of Dairy Cows. **Jornal of Dairy Science**. v.80, p.1463–1481, 1997.

NASEM. **Nutrient Requirements of Dairy Cattle**. 8. ed. Washington, D.C.: National Academies Press, 2021.

OGATA, B. H. **Caracterização das frações celulose, hemicelulose e lignina de diferentes genótipos de cana-de-açúcar e potencial de uso em biorrefinarias**. 2013. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo. Disponível

em:[https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11141/tde-13112013-143039/publico/Bruna\\_Harumi\\_Ogata.pdf](https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11141/tde-13112013-143039/publico/Bruna_Harumi_Ogata.pdf). Acesso em: 01 de maio 2023.

PELL, A.N.; SCHOFIEL, D. P. Computerized Monitoring of Gas Production to Measure Forage Digestion *In Vitro*. **Journal of Dairy Science**, v. 76, n. 4, p. 1063-1073, 1993.

REIS, M. P. **Determinação da fibra em detergente ácido em diversos alimentos pela técnica da autoclave utilizando saco filtrante e cadinho filtrante**. 2023. 18 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Zootécnica) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2024. Disponível em:<Repositório Institucional - Universidade Federal de Uberlândia: Determinação da fibra em detergente ácido em diversos alimentos pela técnica da autoclave utilizando saco filtrante e cadinho filtrante>. Acesso em: 17 de maio de 2023.

SALMAM; A. K. D., FERREIRA, A. C. D.; SOARES, J. P. G.; SOUSA, J. P. D. **Metodologias para avaliação de alimentos para ruminantes domésticos**. Porto Velho: Embrapa Rondônia, 2010. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/884369/1/doc136alimentacaoderuminantes.pdf>> Acesso em: 17 de maio 2023.

SENGER, C.; 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, n. 1-2, p. 169-174, 2008. Disponível em: [https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0377840107005445?casa\\_token=5Cd-xeDeBm4AAAAA:vfqaSB16qufC0-Dbrt-mMe7BZ4mgGwdhUOcOLrWatrZIVUZX4cPmLXwAmJe21vVIJ2XQCHKQTQ](https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0377840107005445?casa_token=5Cd-xeDeBm4AAAAA:vfqaSB16qufC0-Dbrt-mMe7BZ4mgGwdhUOcOLrWatrZIVUZX4cPmLXwAmJe21vVIJ2XQCHKQTQ). Acesso em: 15 de maio 2023.

SILVA, D. J.; QUEIROZ, A. C. **Análise de alimentos (métodos químicos e biológicos)**. Viçosa, MG: Universidade Federal de Viçosa, p. 235, 2009.

SOUZA, L. L. **Determinação da fibra em detergente neutro de alimentos concentrados pela técnica do filter bag utilizando a autoclave**. 2024. 18 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Zootécnica) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2024.

VALADARES FILHO, S.C.; LOPES, S.A.; SILVA, B.C.; CHIZZOTTI, M.L.; BISSARO, L.Z. CQBAL 4.0. **Tabelas Brasileiras de Composição de Alimentos para Ruminantes**. 2018. Disponível em: [www.cqbal.com.br](http://www.cqbal.com.br)

VALENTE, T. N. P.; DETMANN, E.; FILHO, S. C. V.; 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.; ROBERTSON, J.B.; LEWIS, B.A. Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition. **Journal of Dairy Science**, v. 74, p.3583-3597, 1991.

VAN SOEST, PJ; 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. Disponível em:

<https://academic.oup.com/jaoac/article-abstract/50/1/50/5720453?login=false>. Acesso em: 16 de maio 2023.

ZAMBOM, M.A.; SANTOS, G.T.; MODESTO, E.C.; ALCALDE, C.R.; GONÇALVES, G.D.; SILVA, D.C.; SILVA, K.T.; FAUSTINO, J.O. Valor nutricional da casca do grão de soja, farelo de soja, milho moído e farelo de trigo para bovinos. **Acta Scientiarum**, v. 23, n. 4, p. 937-943, 2001.