

UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E AMBIENTAIS
CURSO DE ZOOTECNIA
MONOGRAFIA DE CONCLUSÃO DE CURSO

**DETERMINAÇÃO DA FIBRA EM DETERGENTE
NEUTRO E FIBRA EM DETERGENTE ÁCIDO POR
DIFERENTES MÉTODOS ANALÍTICOS**

Discente: Monique Natyelle Sousa Almeida

Orientadora: Prof.º Dr.º Jocélio dos Santos Araújo

Coorientadora: Prof.º Dr.º Miguel Arcanjo Moreira Filho

CHAPADINHA-MA

2018

UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E AMBIENTAIS
CURSO DE ZOOTECNIA
MONOGRAFIA DE CONCLUSÃO DE CURSO

**DETERMINAÇÃO DA FIBRA EM DETERGENTE
NEUTRO E FIBRA EM DETERGENTE ÁCIDO POR
DIFERENTES MÉTODOS ANALÍTICOS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Zootecnia do Centro de Ciências Agrárias e Ambientais da Universidade Federal do Maranhão – UFMA, como requisito indispensável para obtenção do grau de Bacharel em Zootecnia.

Discente: Monique Natyelle Sousa Almeida

Orientador: Prof^o. Dr.^o Jocélio dos Santos Araújo

Coorientadora: Prof^o. Dr.^o Miguel Arcanjo Moreira Filho

CHAPADINHA-MA

2018

Ficha gerada por meio do SIGAA/Biblioteca com dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Núcleo Integrado de Bibliotecas/UFMA

Almeida, Monique Natyelle Sousa.

Determinação da fibra em detergente neutro e fibra em detergente ácido por diferentes métodos analíticos /
Monique Natyelle Sousa Almeida. - 2018.

26 f.

Coorientador(a): Miguel Arcanjo Moreira Filho.

Orientador(a): Jocélio dos Santos Araújo.

Monografia (Graduação) - Curso de Zootecnia,
Universidade Federal do Maranhão, Universidade Federal do Maranhão, Chapadinha, 2018.

1. Alimentos. 2. FDA. 3. FDN. 4. Metodologias. I.
Araújo, Jocélio dos Santos. II. Moreira Filho, Miguel
Arcanjo. III. Título.

MONIQUE NATYELLE SOUSA ALMEIDA

**DETERMINAÇÃO DA FIBRA EM DETERGENTE NEUTRO E FIBRA EM
DETERGENTE ÁCIDO POR DIFERENTES MÉTODOS ANALÍTICOS**

Monografia apresentada ao curso de graduação em Zootecnia do Centro de Ciências Agrárias e Ambientais da Universidade Federal do Maranhão – UFMA, como requisito indispensável para obtenção do grau de Bacharel em Zootecnia.

Aprovada em: ___/___/___

Banca Examinadora

Prof. Dr.º Jocelio dos Santos Araújo – Universidade Federal do Maranhão

Orientador

Prof. Dr.º Miguel Arcanjo Moreira Filho – Universidade Federal do Maranhão

Coorientador

Aylpy Renan Dutra Santos – Universidade Federal do Maranhão

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, ao meu grande Amigo, Deus. Que em todos os momentos sempre esteve ao meu lado. E por me fazer entender que as dificuldades são necessárias para o nosso fortalecimento pessoal e espiritual. E minhas desculpas, pelas vezes que minha fé foi insuficiente.

Aos meus pais, Nascimento Costa Almeida e Aurilene Santos Sousa, e meus irmãos, Heitor Sousa Almeida e Raul Guilherme Sousa Almeida, pois depois de Deus, são as pessoas mais importantes em minha vida. E foram o principal motivo das muitas vezes que chorei de saudade.

A Família Almeida, em especial, a minha tia Angelita e minha avó Alice, por acreditarem na minha capacidade, e por todo incentivo durante toda minha vida.

A Família Sousa, pelo apoio e confiança, em especial a minha prima Noêmia, que foi a responsável pela comunicação da minha aprovação na UFMA. A minha prima Lily, por ter me acolhido em sua casa e pela sua disposição das muitas vezes que precisei. E também as minhas melhores primas, Cássia e Juliana, por todos os momentos que convivemos e por torcerem muito por mim.

A Família Góis, em especial a Tereza, Juracy, Juracy Júnior, Iracely e Rita, pelo acolhimento, confiança e pelo carinho que tiveram para comigo durante todos estes anos.

Ao Centro de Ciências Agrárias e Ambientais da Universidade Federal do Maranhão, por colaborar de forma significativa para minha formação profissional.

Aos meus orientadores, Prof. Dr. Jocélio dos Santos Araújo, pelo incentivo e contribuição profissional, e ao Prof. Dr. Miguel, sou imensamente agradecida, pela paciência, compreensão, apoio e por acreditar no meu potencial.

Aos professores, Zinaldo Firmino, Rosane Rodrigues, Marcos Bonfim, Michelle Parente, por contribuírem e cederem seus laboratórios para a realização das minhas análises.

Aos funcionários da UFMA, pelos cafezinhos e por todo carinho.

Aos todos os meus professores, que contribuíram para a minha formação.

Aos amigos da Universidade, Geridiane Oliveira, Hyane Costa, Joel Silva, Dayana Conceição, Edegleicia Alves, Nataline, Diana Carneiro, Milena Vieira, Ileana Costa, Leilane Freitas, Joaquim Henrique, Eigla, Amós Feitosa, André Alves, Gian

Carlos, Gildeane Aquino, Mayara Coelho, Eduardo Rego, Rafael, Luana França e muitos outros que de certa forma contribuíram para esta etapa na minha vida.

Aos amigos Maykon Nunes, Ygor Portela, Aylpy Dutra, Geovane e outros que me auxiliaram no período das análises.

A amiga Neliane Galvão, que sempre esteve à disposição, até quando não precisava. E devido a sua personalidade autoritária e de altíssima exigência contribuiu para a concretização desta etapa.

Ao amigão Hilbert Menezes, pela irmandade, carinho, frescuras, críticas e também pelo amor prestado.

A minha grande amiga e irmã Rosilda da Conceição Lopes, que desde o início da minha vida acadêmica sempre esteve ao meu lado, nos momentos de estresse e sucesso. Não me sinto capaz de retribuir todo esforço que fizeste para que este sonho tornasse real. Fico muito triste por saber que será mais uma grande amizade que terei que continuar à distância, mas fico muito feliz, pois sei que seremos para sempre amigas.

Aos membros dos grupos Jovens Reflexos, Boa Semente e Maranatha, pelo carinho e por me ajudarem a continuar no caminho da igreja.

A amiga Lizalda, pelas orações, apoio financeiro e pelo grande carinho que tens por mim.

A Beatriz, minha mana, que torceu muito pelo meu sucesso e minha volta para casa.

Aos meus amorzinhos, Thomas, Meg, Kysha e Tharly, pelo amor incondicional.

Enfim, a todos aqueles que contribuíram direta e indiretamente para a minha formação profissional e principalmente pessoal.

Muitíssimo obrigada!

“Os poucos professores que me impressionaram, não foram os que sabiam mais, mas aqueles que deram o máximo de si, que me olharam de frente, tal como eu era, com um humanismo que despertou e atraiu meu espírito inseguro e me chamou a assumir minha existência com minhas próprias mãos”.

Charles Chaplin

RESUMO

Objetivou-se com o presente estudo avaliar a fibra em detergente neutro (FDN) e em detergente ácido (FDA) de alimentos volumosos e concentrados obtidos por diferentes metodologias analíticas. O delineamento adotado foi o inteiramente casualizado, com três tratamentos (métodos de análise da FDN e FDA), os métodos utilizados foram os seguintes, o método modificado pela EMBRAPA (controle) e as metodologias recomendadas para uso do aparelho Ankon[®] e com uso da autoclave, com três repetições para cada alimento, feno de tifton, milho em grão, farelo de trigo, farelo de soja, torta de babaçu, farinha amilácea de babaçu, e fezes caprinas. Os teores de FDN e FDA não diferiram ($P>0,05$) em função dos métodos de determinação adotados independente dos alimentos avaliados. Para a análise dos teores de FDN pode-se observar que houve efeito estatístico para os alimentos feno de tifton, milho em grão, farelo de trigo e farinha amilácea de babaçu quando analisados nas diferentes metodologias empregadas. E para as médias de FDA em função dos métodos analisados, observa-se que houve efeito significativo para todas as amostras com exceção da farinha amilácea de babaçu. Conclui-se que o método de análise a ser adotado irá depender do tipo de alimento, assim pode-se garantir melhor precisão nos valores de FDN e FDA.

Palavras-chave: Alimentos, FDA, FDN, Metodologias.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the neutral detergent fiber (NDF) and acid detergent (ADF) of bulky and concentrated foods obtained by different analytical methodologies. The methods used were the following: the method modified by EMBRAPA (control) and the recommended methodologies for use of the Ankon® device and with the use of autoclave with three replicates for each food, tifton hay, corn kernels, wheat bran, soybean meal, babassu pie, babassu starch meal, and goat feces. The NDF and ADF levels did not differ ($P > 0.05$) according to the determination methods adopted independently of the evaluated foods. For the analysis of the NDF contents, it was possible to observe that there was statistical effect for the feeds of tifton hay, corn grain, wheat bran and babassu starch flour when analyzed in the different methodologies used. And for the ADF averages according to the analyzed methods, it was observed that there was a significant effect for all the samples except for the amylaceous flour of babassu. It is concluded that the method of analysis to be adopted will depend on the type of food, thus it is possible to guarantee better accuracy in the values of NDF and ADF.

Keywords: Food, ADF, NDF, Methodologies.

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| 1. INTRODUÇÃO | 11 |
| 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 13 |
| 2.1. A IMPORTÂNCIA DA FIBRA NA DIETA DE RUMINANTES | 13 |
| 2.2. HISTÓRICO DA DETERMINAÇÃO DA FIBRA | 14 |
| 3. OBJETIVOS | 17 |
| 3.1. GERAL | 17 |
| 3.2. ESPECÍFICOS | 17 |
| 4. MATERIAL E MÉTODOS | 18 |
| 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO | 20 |
| 6. CONCLUSÃO | 24 |
| REFERÊNCIAS | 25 |

LISTA DE TABELAS

| | | |
|------------------|--|----|
| Tabela 1. | Composição química dos alimentos e fezes de caprinos..... | 18 |
| Tabela 2. | Médias de fibra em detergente neutro (FDN) e fibra em detergente ácido (FDA) em função dos métodos laboratoriais de determinação..... | 21 |
| Tabela 3. | Médias do teor de fibra em detergente neutro (FDN) de diferentes alimentos e fezes de caprinos, em função dos métodos de determinação..... | 21 |
| Tabela 4. | Médias de FDA de diferentes alimentos e fezes de caprinos..... | 22 |

1. INTRODUÇÃO

A fibra pode ser definida como o componente estrutural das plantas, constituindo a parede celular, a fração menos digestível dos alimentos, ou a fração que possibilita a ruminação e a saúde do rúmen (WEISS, 1993). A definição de fibra está vinculada ao método analítico adotado para a sua determinação (MERTENS, 2001). As fibras, no contexto da nutrição de ruminantes, dividem-se de acordo com o local de origem, mas todas apresentam em sua composição básica celulose, hemicelulose e, associada a estas, o composto fenólico de característica antinutricional, a lignina. Na alimentação de ruminantes, as características qualitativas e físicas da fibra são consideradas de interesse relevante, uma vez que o metabolismo da fração do alimento que é ingerido pelo animal, depende da velocidade da ação fermentativa no rúmen.

O rúmen deve oferecer um ambiente com características favoráveis para que a população microbiana se reproduza e cresça, garantindo a degradação da fibra e de nutrientes, bem como a síntese de proteína microbiana. A fibra é essencial, pois a produção dos ácidos graxos de cadeia curta (AGCC) como resultado da fermentação desta é a principal fonte de energia para o animal (MERTENS, 2001) e são amplamente dependentes do pH do líquido ruminal, temperatura e motilidade do rúmen (HALL, 2000).

Há algumas décadas, a fibra dos alimentos era analisada pelo método da Fibra Bruta (FB). No entanto, FB refere-se aos carboidratos resistentes ao tratamento sucessivo com ácido e base diluídos, com solubilização de partes de carboidratos e da lignina em álcali, proporcionando erros na obtenção deste constituinte fibroso. Este método de Weende e, apesar de fornecer uma ideia do valor nutritivo do alimento, é falho pela solubilização de frações de celulose e lignina (SILVA e QUEIROZ, 2006).

Na década de 1960, Van Soest e Wine desenvolveram os sistemas de detergentes para analisar a fibra nos alimentos, que consistem em separar, da fração solúvel, a fração insolúvel em detergentes neutro e ácido, atribuindo a nomenclatura fibra em detergente neutro (FDN) e fibra em detergente ácido (FDA), respectivamente (VAN SOEST e WINE, 1967), sendo estes utilizados com mais precisão em substituição ao método da FB em pesquisa e na nutrição de ruminantes (BIANCHINI et al., 2007). A FDN é a fração que melhor representa a constituição fibrosa das plantas forrageiras, sendo constituída por celulose, hemicelulose e lignina e a FDA inclui celulose e lignina.

Algumas metodologias foram sendo adaptadas (SOUZA et al., 1999; ANKOM[®],

2012; DETMANN et al., 2012), visando simplificar o método convencional de Van Soest (1963) e Van Soest e Wine (1967), o qual necessita de grande quantidade de solução digestora e amostra (100 mL de solução para cada 1,0 g de amostra), o que o torna um método oneroso e demorado. Portanto, faz-se necessário algumas alterações nas etapas analíticas da FDN e FDA (VAN SOEST et al. 1991).

Dentre as diversas maneiras de se determinar FDN e FDA, o método adaptado pela EMBRAPA (SOUZA et al., 1999) buscou simplificar os procedimentos de análise, sem alterar os princípios do método convencional de Van Soest (1963; 1967), para FDN e FDA, respectivamente.

O método da autoclave (DETMANN et al., 2012) propõe redução da amostra e solução, permanecendo a mesma proporção do método original de Van Soest, mas utiliza 0,5 g de amostra e 50 mL de solução, seja FDN ou FDA, realizando a digestão em elevada temperatura e pressão, por 1 hora, contada a partir que se atinja pressão de 0,5 ATM. Este método apresenta como vantagem, a realização da análise de várias amostras ao mesmo tempo, dependendo, apenas, do tamanho do aparelho.

O método *Filter Bag Technique (FBT)* da Ankom[®], objetivou otimizar o tempo gasto no laboratório e a mão-de-obra necessária para a análise de FDN e FDA, pois alguns procedimentos são realizados no próprio aparelho, como as sucessivas lavagens com água quente e filtragem das amostras após digestão, que em vez de utilizar cadinhos porosos, utiliza-se bolsas filtro F57, comercializada pela ANKOM[®] ou confeccionadas de TNT gramatura 100 (100 g/m²). Para realização da análise pelo método ANKOM[®], pode se utilizar, também, determinadores de marcas paralelas, no entanto, com funcionamento semelhante, tais como TE-149, da TECNAL[®] ou MA444/Cl, da MARCONI[®] (GERON et al., 2014).

Os resultados obtidos pelos diferentes métodos podem ser diferentes de um do outro, assim como entre os diferentes alimentos (LOURENÇO, 2010), sejam volumosos ou concentrados, no entanto, alguns são eficientes quanto à otimização de mão-de-obra, redução de gastos com reagentes e, conseqüentemente, diminuição da geração de resíduos (LOURENÇO, 2010; GERON et al., 2014). Diante do exposto, justifica-se a execução da marcha analítica da FDN e FDA, por diferentes métodos e diferentes ingredientes (volumosos e concentrados) para alimentação animal, realizando-se a comparação entre os resultados obtidos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 A IMPORTÂNCIA DA FIBRA NA DIETA DE RUMINANTES

Na nutrição de ruminantes, é indispensável a presença da fibra, dentro de limites estabelecidos no NRC (2001) de 25 a 33% de FDN e 17 a 21% de FDA, visando promover a mastigação, ruminação e manter as condições do ambiente ruminal normais evitando, assim, distúrbios metabólicos (BIANCHINI et al., 2007).

Quimicamente, a fibra é um agregado de compostos cuja composição depende da fonte e da forma como esta é medida (MERTENS, 1992). A fibra efetiva (Fe) tem sido definida como a capacidade da fonte de fibra da dieta em estimular a mastigação (MERTENS, 1997), sendo mais bem representada pela FDN e pelo tamanho de partícula dos alimentos. O teor mínimo de FDN deve ser mantido na dieta de animais ruminantes, pois tem o objetivo de manter a saúde ruminal e dos animais; além de está relacionada com o consumo, a densidade do alimento, a atividade mastigatória exercida pelos animais, a digestibilidade da dieta e a taxa de digestão (OLIVEIRA, et al. 2001).

A efetividade da fibra é definida por MERTENS (1997) de duas formas:

1) FDN fisicamente efetivo (FDN_{fe}) que está relacionado com as características físicas da fibra, principalmente com o tamanho de partícula e que influenciaria a atividade mastigatória e a natureza bifásica do conteúdo ruminal (mat ruminal);

2) FDN efetivo (FDN_e) que é a capacidade total do alimento em substituir a quantidade de forragem da dieta (OLIVEIRA et al., 2001), sem alterar o teor de gordura do leite.

Os ácidos acético, propiônico e butírico são os AGCC predominantes no processo de degradação ruminal são produzidos principalmente na fermentação de carboidratos provenientes das plantas, tais como: carboidratos fibrosos (celulose e hemicelulose) e carboidratos não fibrosos (pectina, amido e açúcares) (BERGMAN et al., 1990).

A redução no nível da fibra efetiva na dieta resulta, em uma série de eventos consequentes: menor mastigação pelo animal; menor secreção de saliva tamponante; maior produção de AGCC; diminuição do pH ruminal; mudança nas populações microbianas; redução na relação acetato:propionato (A:P) (MERTENS, 2001). Em vacas de leite, a redução da relação A:P está associada com a depressão da gordura do leite, assim, ocorre o desvio dos nutrientes para ganho de peso e deposição de gordura corporal (LIRA et al., 2000).

A primeira secreção que atua no alimento quando o mesmo entra na boca é a saliva. Sua quantidade secretada depende de vários fatores, dentre eles o tipo de alimento ingerido pelo animal, como os ricos em fibra. A saliva dos ruminantes é rica em bicarbonato e fosfato que contribuem para remoção dos íons H⁺ através da alcalinização (aumento do pH ruminal) e tamponamento (resistência a variações de pH) (BERCHIELLI et al., 2006).

Os ruminantes ingerem partículas fibrosas longas durante a alimentação, proporcionando a estimulação da atividade de ruminação, para serem reduzidas a tal ponto que possam escapar do rúmen (MACEDO JÚNIOR et al., 2007), assim, há aumento da produção de saliva, a qual é importante na manutenção das condições normais de ambiente ruminal.

A atividade mastigatória ou o tempo total despendido com mastigação determina, diretamente, a secreção de saliva e dos agentes tamponantes, e se a produção de ácidos exceder a capacidade tamponante salivar ocorre à acidose ruminal (MACEDO JÚNIOR et al., 2007). Segundo Bianchiniet al. (2007) quando a fibra é reduzida ao mínimo (<10% de FDN) e existem mudanças abruptas na dieta (provenientes do manejo do animal ou respostas ao estresse) pode ocorrer uma acidose láctica aguda resultando em uma laminite e talvez até a morte. Segundo Ogilvie (2000), no grupo dos ruminantes, os bovinos de leite e de corte parecem ser mais comumente afetados, possivelmente em virtude do manejo e das práticas de produção intensiva.

Assim, tendo em vista a importância da fibra na nutrição animal, em especial de ruminantes, faz-se necessário a adoção de um método adequado para a avaliação da FDN e FDA em laboratório, levando em consideração o tipo de alimento avaliado.

2.2 HISTÓRICO DA DETERMINAÇÃO DA FIBRA

Há mais de um século, os nutricionistas tentam caracterizar a fibra na dieta de ruminantes, pois se procuram entender a relação quantidade e qualidade do alimento, que está diretamente ligada às questões bioquímicas e biológicas (BERCHIELLI et al., 2006). A fibra pode ser definida como o componente estrutural das plantas, constituindo a parede celular, a fração menos digestível dos alimentos, ou a fração que possibilita a ruminação e a saúde do rúmen (WEISS, 1993). A parede celular não pode ser considerada com uma medida acurada da fibra, pois contém pectina, que possui digestibilidade alta e constante (MERTENS, 1996).

Até os anos 80, as análises de fibra foram utilizadas para avaliar ou estimar valores energéticos dos alimentos, no entanto, quando fornecida em quantidades exageradas afeta a produtividade do animal e, em ruminantes, um nível mínimo também deve ser atendido (MINSON, 1990).

Na Alemanha, aconteceram os primeiros testes de análise de alimento, com base no equivalente-feno, idealizados por Albrecht von Thaer (VAN SOEST e ROBERTSON, 1985; VAN SOEST, 1994). O equivalente-feno consistia na estimativa das propriedades nutricionais de diferentes alimentos e tinha como referência um feno padrão (BERCHIELLI et al., 2006).

O método da maceração de Einhof, associado a sucessivas extrações com água e álcool, produzia resultados semelhantes ao material residual obtido após extração com a solução detergente neutro utilizado em determinações na atualidade (BERCHIELLI et al., 2006). No entanto, este o método de Van Soest é o mais adotado no mundo, em mais de 100 anos subsequentes (SNIFFEN et al., 1992), sendo este, ideal para substituir o método da maceração de Einhof (VAN SOEST e ROBERTSON, 1985; VAN SOEST, 1994).

Na década de 1830, o tratamento ácido-alcálico já era empregado, e consistia no isolamento da fração ligno-celulósica dos alimentos (BERCHIELLI et al., 2006), sendo denominada como fibra bruta (FB). Wilhelm Henneberg e seu colaborador de pesquisa Friedrich Stomann, aproximadamente em 1860, segundo Van Soest (1994) e Mertens (2003), realizaram a padronização e a generalização de uso de um sistema químico de análise para quantificação do valor nutricional dos alimentos, que ficou conhecido como *Weender Furtermitteanalyse* ou Sistema Weende de Análise de Alimentos, com o intuito de quantificar a fibra alimentar ou FB, onde Henneberg reconhecia que a mesma era digerida parcialmente durante o método de avaliação, ocorrendo solubilidade de partes da lignina, denominada lignina solúvel em álcali, o leva a erros de determinação e obtenção dos valores da FB (BERCHIELLI et al., 2006), o que idealizou o sistema de extração por detergentes criado por Peter J. Van Soest, na década de 1960 (MERTENS, 1993; 2003; VAN SOEST, 1994).

Até a descoberta dos erros na metodologia da determinação da FB, acreditava-se que esta representava toda a fração fibrosa de um alimento, no entanto, visando corrigir este conceito, Van Soest recomendou os métodos de FDN e FDA, onde a primeira representa fielmente os carboidratos fibrosos da parede celular e está relacionada ao

consumo da matéria seca (MS) e a segunda representa parte mais lignificada e está relacionada com a digestibilidade da MS.

3. OBJETIVOS

3.1. GERAL

Avaliar a fibra em detergente neutro (FDN) e em detergente ácido (FDA) de alimentos volumosos e concentrados obtidos por diferentes métodos analíticos.

3.2. ESPECÍFICOS

- Determinar a FDN e FDA de alimentos volumosos, de concentrados energéticos e protéicos, sobras e fezes pelo método analítico adaptado pela EMBRAPA;
- Analisar a FDN e FDA de alimentos volumosos, de concentrados energéticos e protéicos, sobras e fezes pelo método analítico com uso da autoclave;
- Avaliar a FDN e FDA de alimentos volumosos, de concentrados energéticos e protéicos, sobras e fezes pelo método analítico *Filter Bag Technique (FBT)* da Ankom®.

4. MATERIAL E MÉTODOS

As amostras de alimentos volumosos, de concentrados energéticos e protéicos, sobras, e fezes de caprino, foram coletadas de experimentos já realizados no Galpão de Metabolismo, do Setor de Pequenos Ruminantes/CCAA/UFMA. Foram adotados os métodos modificados pela EMBRAPA (SOUZA et al., 1999), como controle e as metodologias recomendadas para uso do aparelho da Ankon® (ANKOM®, 2012) e com uso da autoclave (DETMANN et al., 2012), totalizando três tratamentos.

Determinou-se o teor de matéria seca (MS), em % da matéria natural e, em % da MS, analisou-se o teor de proteína bruta e estimou-se a matéria orgânica (MO), segundo metodologias descritas por Detmann et al. (2012), das amostras de alimentos e de fezes de caprinos (Tabela 1).

Tabela 1. Composição química dos alimentos e fezes de caprinos

| Item | Alimentos | | | | | | Fezes de caprinos |
|-------------------|----------------|---------------|-----------------|----------------|-----------------|----------------------------|-------------------|
| | Feno de tifton | Milho em grão | Farelo de trigo | Farelo de soja | Torta de babaçu | Farinha amilácea de babaçu | |
| Matéria seca (MS) | 90,35 | 89,03 | 88,83 | 89,61 | 88,92 | 87,5 | 92,02 |
| <i>Em % da MS</i> | | | | | | | |
| Matéria orgânica | 93,36 | 98,45 | 94,42 | 93,18 | 96,05 | 97,09 | 89,49 |
| Proteína bruta | 6,8 | 8,54 | 16,72 | 44,94 | 14,64 | 4,94 | 14,19 |

O preparo das soluções de FDN e FDA utilizadas nos métodos analíticos adotados nesta pesquisa, foi realizado seguindo as recomendações propostas para o método de Van Soest e descritas por Souza et al. (1999), ANKOM® (2012) e Detmann et al. (2012).

O método da EMBRAPA, considerado e adotado como alternativo ao original de Van Soest para determinação da FDN e FDA, foi realizado segundo descrito por Souza et al. (1999). Utilizaram-se cadinhos filtrantes nº 2, lavados e secos em estufa à 105°C, por no mínimo três horas, retirados e colocados em dessecador, pesados e identificados. Foram utilizados tubos de ensaio com 0,35 g de amostra e adicionados 35 ml da solução detergente neutro, para determinação da FDN, e detergente ácido para FDA (SOUZA et al., 1999).

Os tubos com respectivas amostras e solução foram levados ao bloco digestor a 125°C, por uma hora, contada após atingir esta temperatura. Após este tempo, as amostras foram transferidas para cadinhos filtrantes, lavadas com água fervente até não se observar resíduo de fibra (FDN ou FDA) dentro do tubo, filtrando-as com auxílio de bomba de vácuo. Em seguida, os cadinhos com o respectivo resíduo (fibra) foram lavados com acetona, por duas vezes e acondicionados em estufa a 105°C por aproximadamente 16 horas. Logo após, foram retirados e colocados em dessecador para esfriar, posteriormente foram pesado para determinação dos pesos residuais.

Para determinação da FDN e FDA pelo método Ankom[®], utilizou-se um aparelho digestor de fibra em sacos de extração de modelo similar ao original da Ankon[®] (ANKOM[®], 2012). Os sacos foram confeccionados de TNT (tecido não tecido), com dimensões 5 x 4 cm, os quais foram mergulhados em acetona PA, por 5 a 10 minutos, secados em estufa a 105°C por três horas, levados ao dessecador até esfriar, pesados e identificados com lápis. Em seguida, foram pesados 0,5 g de amostra em cada saco e selados com seladora para sacos plásticos.

As amostras foram acondicionadas ao aparelho, com adição de 2L de solução de FDN ou FDA, segundo metodologia descrita por ANKOM[®] (2012). O termostato foi ligado e ajustado a 98°C, com o tempo de 80 min para FDN e 70 min para FDA. Após decorrido o tempo para cada análise, o aparelho foi desligado, a solução drenada e as amostras lavadas três vezes com água destilada aquecida com o aparelho ligado, por 5 minutos cada lavagem. Em seguida, as amostras foram lavadas com acetona por duas vezes, em béquer, por 5 min cada, secas em estufa à 105°C por três horas e, logo após, retirados os sacos com o resíduo da estufa, colocados em dessecador até esfriar e pesados.

Para o método com uso da Autoclave (DETMANN et al., 2012), os sacos foram confeccionados, também, de TNT, com dimensões 5x4 cm, secos em estufa a 105°C por três horas, pesados e identificados à lápis. Foram pesados 0,5 g de amostra em cada saco e selados posteriormente. Em seguida, cada saquinho foi colocado em pote de plástico com capacidade de 80 mL, tipo coletor para exame, contendo 50 mL de solução e levados à autoclave em 0,5 ATM, durante uma hora (contada após chegar à pressão desejada). Após este processo, os sacos com resíduo foram lavados três vezes com água destilada aquecida e, em seguida, lavados com acetona por duas vezes em béquer. Os sacos com resíduo de FDN ou FDA foram secos em estufa a 105°C, por três horas, colocados em dessecador até esfriar e, em seguida, foram obtidos os respectivos pesos.

Para os três métodos adotados foi considerada a proporção de amostra e solução recomendada para o método original de Van Soest (1963) e Van Soest e Wine (1967), respectivamente para FDN ou FDA, ou seja, para cada 1,0 g de amostra, foram utilizados 100 mL de solução. Os cálculos para obtenção da fibra (FDN ou FDA), amostra seca ao ar (ASA), foram realizados segundo a fórmula:

$$\text{FDN ou FDA (\% na ASA)} = [(P2 - P3) \times 100 / P1]$$

Onde:

P1 = peso da amostra, em g;

P2 = peso da tara + resíduo, em g;

P3 = peso da tara, em g.

OBS.: tara = cadinho filtrante ou saco de TNT.

Em seguida, a % de FDN ou FDA na ASA foram corrigida para matéria seca (MS), segundo a fórmula:

$$\text{FDN ou FDA (\% na MS)} = (\%F \div \%ASE) \times 100$$

Onde:

%F = percentual de fibra, FDN ou FDA, na ASA;

%ASE = percentual de amostra seca em estufa.

Adotou-se o delineamento inteiramente casualizado, com três tratamentos (métodos de análise da FDN e FDA), com três repetições (rodadas no laboratório), para cada classe de alimento (volumoso, concentrado protéico e concentrado energético). Foi realizada análise de variância, a 5% de probabilidade, com aplicação de teste SNK (Student-Newman-Keuls), selecionado segundo Sampaio (2002), utilizando o SAS Versão 9.0 (SAS INSTITUTE, 2002).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Não houve efeito ($P > 0,05$) dos métodos de determinação para o teor de fibra em detergente neutro (FDN) e fibra em detergente ácido (FDA), com médias 52,62 e

30,98%, respectivamente, independente dos alimentos avaliados (feno tifton, milho em grão, farelo de trigo, farelo de soja, torta de babaçu e farinha amilácea de babaçu) e das fezes de caprinos avaliados nesta pesquisa (Tabela 2).

Tabela 2. Médias de fibra em detergente neutro (FDN) e fibra em detergente ácido (FDA) em função dos métodos laboratoriais de determinação

| Item | Método | | | EPM* | P |
|------|---------|-----------|--------|------|--------|
| | Embrapa | Autoclave | Ankom® | | |
| FDN | 52,99 | 49,84 | 55,03 | 2,69 | 0,7365 |
| FDA | 29,73 | 30,06 | 33,16 | 2,38 | 0,8069 |

*EPM: erro padrão da média; P: valor de probabilidade.

Os métodos de determinação influenciaram ($P < 0,05$) o teor de FDN dos ingredientes feno de tifton, milho em grão, farelo de trigo e farinha amilácea de babaçu (Tabela 3).

Tabela 3. Médias do teor de fibra em detergente neutro (FDN) de diferentes alimentos e fezes de caprinos, em função dos métodos de determinação

| Amostra analisada | Método | | | EPM* | P |
|----------------------------|---------|-----------|--------|------|--------|
| | Embrapa | Autoclave | Ankom® | | |
| Feno de tifton | 83,00a | 74,66c | 79,74b | 1,25 | 0,0002 |
| Milho em grão | 14,80b | 11,89b | 30,38a | 3,04 | 0,0012 |
| Farelo de trigo | 42,32b | 40,79b | 44,59a | 0,62 | 0,0099 |
| Farelo de soja | 31,34 | 21,59 | 41,57 | 3,92 | 0,0960 |
| Torta de babaçu | 68,88 | 69,40 | 65,99 | 0,71 | 0,0872 |
| Farinha amilácea de babaçu | 65,57a | 64,40a | 54,70b | 1,94 | 0,0096 |
| Fezes de caprinos | 65,05 | 66,14 | 68,22 | 0,94 | 0,4339 |

*EPM: erro padrão da média; P: valor de probabilidade

Médias seguidas de letras distintas na linha diferem entre si pelo teste SNK ($P < 0,05$).

Observou-se maior ($P < 0,05$) teor de FDN do feno de tifton quando realizou-se a análise pelo método da Embrapa (Controle), seguida pelo teor obtido pelo método Ankom® e pelo da autoclave, com médias 83,00; 79,74 e 74,66%, respectivamente. Lourenço (2010) avaliou o uso de sacos Ankom® e TNT em autoclave e observou semelhança no teor de FDN, 78,98% na matéria seca (MS), valor próximo ao observado para o método Ankom® nesta pesquisa.

Para o milho em grão e o farelo de trigo, o método Ankom® superestimou o teor de FDN, 30,38 e 44,59%, respectivamente. O teor de FDN obtido na adoção do método

com uso da autoclave e método controle foi inferior ($P < 0,05$) ao obtido pelo método Ankom[®], porém, não diferiram entre si ($P > 0,05$) (Tabela 3). Este resultado corrobora com o relatado por Lourenço (2010), o qual não recomenda análise de FDN para alimentos com elevado teor de amido pelo método Ankom[®], pois durante o processo de fervura ocorre a gelatinização deste constituinte, acarretando em entupimento dos poros do TNT, mesmo com uso da alfa-amilase termoestável, podendo esta não ser suficiente para solubilizar o amido. Rocha et al. (2011) ao analisar cinco alimentos, dentre eles o farelo de trigo, com adoção de três metodologias, observou que não houve diferença no teor de FDN em função dos métodos analíticos.

Não houve efeito ($P > 0,05$) dos métodos de avaliação no teor de FDN do farelo de soja, torta de babaçu e fezes de caprinos, com média 31,50; 68,09 e 66,47%, respectivamente. Rocha et al. (2011) avaliaram o teor de FDN do farelo de soja semelhante entre os diferentes métodos de análise, com valores variando de 11,42 a 18,77% na MS. Os dados obtidos para fezes de caprinos nesta pesquisa foram comparados aos resultados observados por Berchielli et al. (2001), para fezes bovinas, os quais não observaram efeito dos métodos adotados.

A farinha amilácea de babaçu apresentou valor de FDN inferior ($P < 0,05$) para o método Ankom[®], com média de 54,70% na MS, em comparação aos métodos controle e com uso da autoclave, os quais não diferiram ($P > 0,05$) entre si, com valores de 65,57 e 64,40, respectivamente.

Houve efeito ($P < 0,05$) dos métodos analíticos no teor de FDA do feno de tifton, milho em grão, farelo de trigo, farelo de soja, torta de babaçu e fezes de caprinos (Tabela 4).

Tabela 4. Médias de FDA de diferentes alimentos e fezes de caprinos

| Amostra analisada | Método | | | EPM* | P |
|----------------------------|---------|-----------|--------------------|------|---------|
| | Embrapa | Autoclave | Ankom [®] | | |
| Feno de tifton | 49,22a | 42,10b | 51,52a | 1,46 | 0,002 |
| Milho em grão | 2,50b | 2,78b | 4,70a | 0,37 | 0,011 |
| Farelo de trigo | 13,36b | 13,00b | 16,50a | 0,59 | 0,016 |
| Farelo de soja | 11,58b | 11,42b | 25,24a | 2,33 | <0,0001 |
| Torta de babaçu | 43,42b | 61,83a | 47,23b | 2,81 | <0,0001 |
| Farinha amilácea de babaçu | 40,78 | 39,02 | 40,04 | 0,41 | 0,2387 |
| Fezes de caprinos | 47,23a | 40,25b | 46,89a | 1,27 | 0,0075 |

*EPM: erro padrão da média; P: valor de probabilidade.

Médias seguidas de letras distintas na linha diferem entre si pelo teste SNK ($P < 0,05$)

Observou-se semelhança ($P>0,05$) nos teores de FDA do feno de tifton e fezes de caprinos obtidos pelos métodos controle e Ankom[®], sendo estes superiores ao observado com adoção do método da autoclave (Tabela 4). Este efeito pode indicar que o método Ankom[®] é mais adequado quando o alimento ou a amostra a ser analisada é rica em fibra, ou seja, com baixo teor de amido, pois este dificulta entrada da solução no saco de TNT, impedindo a solubilização dos constituintes não fibrosos. No entanto, Lourenço (2010) observou efeito diferente ao obtido nesta pesquisa, em que os métodos Ankom[®] e autoclave apresentaram valores diferentes do método controle (convencional com uso de cadinho filtrante). Berchielli et al. (2001) observaram diferenças nos resultados de fezes bovinas quando se comparou o método Ankom[®] ao método controle (convencional de Van Soest).

A metodologia da Ankom[®] superestimou o teor de FDA dos alimentos milho em grão (4,70%), farelo de soja (25,24%) e farelo de trigo (16,50%), valores superiores e diferentes aos obtidos pelos métodos controle e com uso da autoclave, os quais não diferiram ($P>0,05$) entre si. Efeito diferente foi observado por Rocha et al. (2011), os quais relataram valores superiores para o farelo de soja e farelo de trigo analisados pela metodologia da Autoclave.

O valor de FDA da torta de babaçu foi superestimado pela metodologia da autoclave (61,83% de FDA), observando-se valor superior ($P<0,05$) com uso deste método em comparação ao método controle (43,42%) e Ankom[®] (47,23% de FDA), não diferentes ($P<0,05$) entre si. Lourenço (2010) observou o mesmo efeito para o farelo de babaçu, com valor superestimado quando da análise com uso da autoclave a farinha amilácea de babaçu apresentou teor de FDA semelhante entre os métodos de determinação, com média 39,95% na MS.

6. CONCLUSÃO

O método a ser adotado para avaliação da fibra em detergente neutro (FDN) e em detergente ácido (FDA) irá depender do tipo de alimento analisado, para melhor precisão nos valores a serem obtidos. Contudo, pode-se recomendar o método da EMBRAPA ou com uso da autoclave, uma vez que podem apresentar menor gasto de reagentes, por exigirem menos solução e tempo de análise no laboratório, em comparação ao método Ankom[®], e, conseqüentemente, acarretam em menor custo operacional.

REFERÊNCIAS

- ANKOM. **Frequentlyaskedquestions**. Wichita: AnkonTechnology, 2012. Disponível em: <<https://www.ankom.com/>>. Acesso em: 05 junho 2018.
- BERCHIELLI, T.T. et al. Avaliação da Determinação da Fibra em Detergente Neutro e da Fibra em Detergente Ácido pelo Sistema ANKOM. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.30, n.5, p.1572-1578, 2001.
- BERCHIELLI, T.T.; PIRES, A.V.; OLIVEIRA, S.G. **Nutrição de ruminantes**. 1. ed.Jaboticabal: Funep, 2006. 583p.
- BERGMAN, E.N. Energy contributions of volatile fatty acids from the gastrointestinal tract in various species. **Physiological Reviews**, 70:567, 1990.
- BIANCHINI, W. et al. Impotância da fibra na nutição de bovinos. **Revista Eletrônica de Veterinária**, v.8, n.2, 2007.
- DETMANN, E. et al. **Métodos para análise de alimentos – INCT – Ciência Animal**. Visconde do Rio Branco: Suprema, 2012. 214p.
- GERON, L.J.V. et al. 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, 2014.
- HALL, M.B. **Neutral detergent-soluble carbohydrates: nutritional relevance and analysis, a laboratory manual**. University of Florida. (Extension Bulletin, 339), 2000.
- LIRA, V.M. et al. Cinética da degradação ruminal da matéria seca e fibra em detergente neutro do capim brachiaria na estação seca e chuvosa. In: REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE ZOOTECNIA, 37., 2000, Viçosa. **Anais...** Viçosa: SBZ, 2000. p.358.
- 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: Universidade Estadual Paulista, 2010. 100p. Tese (Doutorado em Zootecnia) – Universidade Estadual Paulista, 2010.
- MACEDO JÚNIOR, G.L. et al. Qualidade da fibra para dieta de ruminantes. **Ciência Animal**, v.17, n.1, p.7-18, 2007.
- MERTENS, D.R. Analysis of fiber in feeds and its use in feed evaluation and ration formulation. In: SIMPÓSIO INTERNACIONAL DE RUMINANTES, 1992, Lavras. **Anais...**, Lavras: SBZ, 1992. p.1-33.
- MERTENS, D.R. Challenges in measuring insoluble dietary fiber. **Journal of Animal Science**, v.81, n.12, p.3233-33249, 2003.
- MERTENS, D.R. Creating a system for meeting the fiber requirements of dairy cows. **Journal of Dairy Science**, v.80:1463-1481, 1997.

MERTENS, D.R. **Importance of the detergent system of feed analysis for improving animal nutrition.** In: Proceedings of the Cornell Nutrition Conference. Ithaca: Cornell University Press, Rochester, NY. 1993. p.25-36.

MERTENS, D.R. **Physical effective NDF and its use in formulating dairy rations.** In: SIMPÓSIO INTERNACIONAL EM BOVINOS DE LEITE, 2., 2001, Lavras. **Anais...** Lavras: UFLA-FAEPE, 2001. p. 25-36.

MERTENS, D.R. **Using fiber and carbohydrate analysis to formulate dairy rations.** In: Informational Conference with dairy and forage industries. Madison> United States Dairy Forage Research Center, 1996, p.81-92.

MINSON, D.J. **Forage in ruminant nutrition.** New York: Academic, 1990.

NATIONAL RESEARCH COUNCIL. **Nutrient requirements of dairy cattle.** 7^a Ed. Washington: National Academy Press, 2001, 381p.

OGILVIE, T.H. Doenças do sistema gastrointestinal dos bovinos. In: **Medicina interna de grandes animais.** São Paulo: Artmed, 2000, p. 61-96.

OLIVEIRA, D.E; MANELA, M.Q; GAMA, M.A.S. **Associações de ingredientes e efetividade de fibra.** Escola Superior de Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2001.

ROCHA, M. K. H. R.; SETZNAGL, G.; SILVA DA, J. M. P.; PEZZATO, L. E. **Comparação da fibra em detergente ácido (FDA) e da fibra em detergente neutro (FDN) por diferentes métodos de análises.** Botucatu: Faculdade de Medicina Veterinária, 2011. 62 p. (Manual, n. 1).

SAMPAIO, I.B.M. **Estatística aplicada à experimentação animal.** 2.ed. Belo Horizonte: Fundação de Ensino e Pesquisa em Medicina Veterinária e Zootecnia, 2002. 265p.

SAS Institute. SAS User's guide: statistics, Version 9.0. Cary: SAS Institute, 2002.

SILVA, D.J.; QUEIROZ, A.C. **Análise de Alimentos.** 3. Ed. Editora UFV, 2006, 235p.

SNIFFEN, C.J. et al. A net carbohydrate and protein system for evaluating cattle diets: II. Carbohydrate and protein availability. **Journal of Animal Science**, v.70, n.7, p.3562-3577, 1992.

SOUZA, G.B. et al. *Método alternativo para determinação de fibra em detergente neutro e detergente ácido.* São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 1999. 21p. (Embrapa Pecuária Sudeste, Boletim de Pesquisa, 4).

VAN SOEST, C.J; WINE, R.H. The use of detergents in analysis of fibrous feeds: IV. Determination of plant cell-wall constituents. **Journal of Association Official Analytical Chemists International**, v.50, n.50, 1967.

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**, Champaign, v. 74, n. 10, p. 3583-3597, 1991.

VAN SOEST, P.J. **Nutritional Ecology of the Ruminant**. 2 ed. New York: Cornell University Press, 1994, 476p.

VAN SOEST, P.J. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. A rapid method for the determination of fiber and lignin. **Journal of the Association Official Agricultural Chemists**, v. 46, n. 5, p. 829-835, 1963.

VAN SOEST, P.J.; ROBERTSON, J.B. **Analysis of Forages and Fibrous Foods**. Ithaca: Cornell University, 1985, 202p.

WEISS, W.P. Predicting energy values of feeds. **Journal of Dairy Science**, v.76, p.1802-1811, 1993.