

Determinação da fração fibrosa de alimentos com alto teor de FDN utilizando metodologia alternativa

João Paulo Fonseca Tavares¹, Ícaro dos Santos Cabral², José Augusto Gomes Azevêdo³, Valéria dos Santos de Medeiros⁴, Géssica Neves dos Santos⁵, Jaíne Alves Azevedo⁶, Dayse Drielly Souza Santana Vieira⁷, Michele Brito Santos⁸

1 - Universidade Federal do Amazonas - UFAM

2 - Universidade Federal do Amazonas - UFAM

3 - Universidade Estadual de Santa Catarina - UESC

4 - Universidade Federal do Amazonas - UFAM

5 - Universidade Federal do Amazonas - UFAM

6 - Universidade Federal do Amazonas - UFAM

7 - Faculdade Maurício de Nassau, Campus Vitória da Conquista

8 - Médica Veterinária Autônoma

RESUMO - Verificou-se a eficiência dos saquinhos de tecido-não-tecido (TNT), em análise de 07 subprodutos regionais com alto teor de fibra em detergente neutro (FDN), visando dessa forma ser uma alternativa a metodologia convencional que faz uso de cadinhos filtrantes. Para a análise nos saquinhos de TNT utilizou-se em cada um 500 mg de amostra, e nos cadinhos utilizou-se 1 g de amostra. Os cadinhos e os saquinhos de TNT contendo o resíduo de detergente neutro (RDN), foram secos em estufa não-ventilada a 105°C, acondicionado em dessecador e pesados para obtenção da FDN. Os procedimentos estatísticos basearam-se no ajustamento do modelo de regressão linear simples, avaliou-se também o viés médio, o coeficiente de correlação e concordância e quadrado médio dos erros de predição. Conclui-se que o uso de saquinhos de TNT é viável, pois, não foi observada diferença entre as concentrações de FDN analisadas pelos dois métodos utilizados.

Palavras-chave: análise laboratorial, cadinho filtrante, tecido-não-tecido

Determination of the fibrous fraction of foods with high NDF content using alternative methodology

ABSTRACT - The efficiency of the non-woven textile (NWT) bags was verified in the analysis of 07 regional by-products with high neutral detergent fiber (NDF), in order to be an alternative to the conventional methodology that makes use of filter crucibles. For the analysis in the TNT sachets, 500 mg of each sample was used, and 1 g of the sample was used in the crucibles. The crucibles and the NWT bags containing the neutral detergent residue (NDR) were oven dried at 105 °C, stored in a desiccator and weighed to obtain NDF. The statistical procedures were based on the adjustment of the simple linear regression model, the mean bias, the correlation coefficient and the concordance and the mean square of the prediction errors were also evaluated. It is concluded that the use of TNT sachets is feasible, since no difference was observed between the concentrations of NDF analyzed by the two methods used.

Keywords: laboratory analysis, filter crucible, non-woven textile

Introdução

Por fornecer suporte para manutenção da função ruminal e crescimento de microrganismos no rúmen, a fração fibrosa dos alimentos detém de uma importância crucial nas dietas de ruminantes, devido a isso, busca-se a melhor forma de quantificar essa fração fibrosa. Atualmente a metodologia convencional utiliza cadinhos filtrantes, porém o tempo de análise aumenta o que não é viável, principalmente quando se precisam obter informações em maior quantidade de amostras e em um tempo reduzido.

Para proporcionar resultados exatos e precisos, que garantisse sistema de digestão e filtragem homogênea para todas as amostras a Ankom Technology Corp desenvolveu um método alternativo que utiliza sacos de filtragem (*Filter Bag*) e uma câmara pressurizada. Os resultados pelo sistema ANKON mostraram-se eficientes, não diferindo dos valores observados quando se utilizou metodologia convencional. No entanto, o alto custo do material tem levado à utilização do tecido não tecido (TNT), como substituto aos sacos de filtragem da Ankon (F57), visto que o TNT e o tecido F57 apresentam arranjo de malhas semelhantes (Casali et al., 2009).

Desta forma este trabalho analisou 07 subprodutos de diferentes regiões do Brasil, tendo como objetivo comparar os resultados de análises de FDN obtidos com filtragem pelo TNT com aqueles realizadas com cadinhos filtrantes, visando, desta forma, reduzir custo e aumentar a acessibilidade à análise (Casali et al., 2009; Valente et al., 2011).

Revisão Bibliográfica

Van Soest (1963) desenvolveu o sistema detergente para análises de alimentos, o qual foi aceito pela AOAC em 1980. O princípio do método é a solubilização de constituintes do conteúdo celular através do emprego de uma solução neutra de lauril sulfato de sódio (pH 7,0) e ácido etilenodiamino tetra-acético (EDTA), seguida por filtragem e recuperação dos componentes fibrosos (basicamente celulose, hemicelulose, lignina, proteína lignificada e sílica).

O alto custo do processo, no entanto, tem levado à utilização do tecido não tecido (TNT), como substituto dos sacos de filtragem da Ankon (F57), visando reduzir custo e aumentar a acessibilidade à análise (Casali et al., 2009; Valente et al., 2011).

Casali et al. (2009) realizaram experimento para estimar teores de componentes fibrosos em alimentos para ruminantes, em sacos de diferentes tecidos. Os tecidos utilizados foram náilon (50 µm), F57 (Ankon®) e tecido-não-tecido (TNT - 100 g/m²). Este experimento teve como objetivo observar a integridade física pós-incubação ruminal e pós-extração com detergente, avaliar as perdas de partículas e as estimativas dos teores de FDNi de alguns alimentos para ruminantes obtidas em procedimentos *in situ* utilizando-se sacos confeccionados com os tecidos náilon (50 µm), F57 (Ankon®) e tecido-não-tecido (TNT - 100 g/m²) (CASALI et al., 2009).

Materiais e Métodos

O trabalho foi conduzido no Laboratório de Nutrição Animal da Universidade Estadual de Santa Cruz, em Ilhéus, Bahia.

Os subprodutos alimentares utilizados nas análises para a determinação de FDN foram os seguintes: coroa e casca de abacaxi (*Ananas comosus*), caroço de algodão (*Gossypium hirsutum*), casca de arroz (*Oryza sativa*), torta de dendê (*Elaeis guineensis*), casca de manga (*Mangifera indica*) e entrecasca da extração do palmito pupunha (*Bactris gasipaes*).

Todos os subprodutos avaliados foram submetidos à pré-secagem a 60 °C durante 72 horas e moídos em moinho de facas com peneira de porosidade de 1mm de diâmetro, para posteriores análises do conteúdo de matéria seca (MS), segundo Detmann et al. (2012).

Os saquinhos de TNT usados na análise, era composto de 100% de poliuretano não texturizado, pesando 100g/m², de cor branca, em dimensão de 5 x 5 cm, selados com calor. Os mesmos foram identificados com marcador permanente, colocados em solução comercial de detergente neutro (20 ml/L) em ebulição, sendo depois lavados em água destilada, escorridos e imersos por três minutos em acetona. Posteriormente, foram secos em estufa de ventilação forçada de ar a 60°C, por 24 horas e em estufa não-ventilada a 105°C por 2 horas para obtenção do peso seco do saquinho (tara) (Detmann et al., 2012). Utilizou-se 500 mg de amostra em cada saquinho, respeitando assim a recomendação de 20 mg de amostra para cada cm² de superfície (Nocek, 1988).

Os cadinhos filtrantes utilizados, era composto de vidro borossilicato com placa porosa de vidro sinterizado, previamente pesados (tara) após secagem em estufa não ventilada a 105° por 8 horas. Foi pesada 1 g de amostra e colocada em cada um dos cadinhos (Van Soest, 1963).

Utilizou-se para a fase de solubilização dos componentes não fibrosos frascos plásticos com tampa de rosca. Para ambos os métodos de filtragem se respeitou a proporção de 100 ml de solução de detergente neutro para 1 g de amostra (Van Soest, 1963). Os frascos foram então levados para autoclave e após atingirem a temperatura de 105°C, foram mantidos por 60 minutos (Gomes et al., 2011).

Após a fervura na autoclave (Gomes et al., 2011), os frascos com cadinho filtrante, seguiram para filtração a vácuo, cada amostra foi lavado duas vezes com água destilada quente e duas vezes com acetona. Em seguida, os cadinhos foram conduzidos para estufa de ventilação forçada de ar a 60°C. Já os saquinhos de TNT foram lavados com água destilada quente, e posteriormente imersos em acetona por 3 minutos, e então, secos em estufa de ventilação forçada de ar a 60°C, por 48 horas (Detmann et al., 2012).

Por fim, os cadinhos e saquinhos de TNT, contendo o resíduo do detergente neutro (RDN), foram secos em estufa não-ventilada a 105°C. Os cadinhos foram secos, por 8 horas (Mertens, 2002) e os saquinhos por 2 horas (Dettman et al., 2012). Após este período, ambos foram acondicionados em dessecador e pesados para obtenção da FDN.

Os procedimentos para avaliação da técnica foram baseados no ajustamento do modelo de regressão linear simples, sendo as estimativas dos parâmetros de regressão testadas pela hipótese de nulidade conjunta segundo Mayer et al. (1994).

$$H_0 : \beta_0 = 0 \text{ e } \beta_1 = 1 \quad X \quad H_a : \text{não } H_0.$$

Sob o caso de não rejeição da hipótese de nulidade, concluiu-se pela equivalência entre os valores preditos (TNT) e observados (cadinho filtrante).

O viés médio (VM) foi calculado conforme a equação de (Cochran e Cox, 1957).

Em que: **x** = valores observados; **y** = valores preditos.

O coeficiente de correlação e concordância (CCC), também conhecido como índice de reprodutibilidade, que considera simultaneamente exatidão e precisão, foi calculado conforme Lin (1989).

A avaliação comparativa da eficiência de predição das equações foi realizada pela avaliação do quadrado médio do erro de predição (QMEP), segundo a equação de Bibby e Toutenburg (1977).

Em que: **x** = valores observados; **y** = valores preditos.

Para todos os procedimentos estatísticos, foi utilizado 0,05 como nível crítico de probabilidade para o erro tipo I. Todos os procedimentos estatísticos foram realizados utilizando-se o programa Model Evaluation System (MES), versão 3.0.11. (<http://nutritionmodels.tamu.edu/mes.htm>, College Station, TX, USA; Tedeschi, 2006).

Resultados e Discussão

Os valores dos alimentos com alto teor de FDN obtidos nos cadinhos filtrantes ou saquinhos de TNT são apresentados na tabela 1. Todos os alimentos apresentaram valores acima de 40% de FDN/MS (análises nos cadinhos) e estão de acordo com os valores relatados na literatura.

Tabela 1. Concentração média e desvio padrão (DP) da fibra em detergente neutro (% MS) de subprodutos de alto teor de FDN, obtidos pelos sistemas de filtragem por cadinho e tecido não tecido (TNT).

Amostra	Cadinho		TNT	
	Média	DP	Média	DP
Casca de manga	41,55	1,11	39,31	0,32
Caroço de algodão	46,11	2,15	50,06	1,66
Casca de abacaxi	54,95	0,77	52,07	0,12
Coroa de abacaxi	55,09	0,13	56,35	1,11
Pupunha	60,44	0,13	60,28	0,44
Dendê	69,07	0,77	67,83	0,06
Casca de arroz	90,13	0,78	91,38	0,69

Como já era esperado todos os produtos analisados apresentaram alto teores quanto a porcentagem de FDN, sendo que o alimento que teve maior destaque por apresentar o maior teor foi a casca de arroz, com 90,13% para o sistema de cadinho filtrante e 91,38% pelo sistema de TNT.

Os valores dos parâmetros de regressão e o valor da probabilidade (valor P) do teste da nulidade conjunta dos parâmetros da regressão nos dois sistemas de filtragem são encontrados na tabela 2.

Tabela 2. Estatística para regressão entre os teores de fibra em detergente neutro obtidos nos sistemas de filtragem (cadinho e tecido não tecido - TNT).

Item	Intercepto	Inclinação	R ²	Valor de P ¹	VM	CCC	QMEP
Valores	1,986	0,967	0,980	0,870	0,007	0,989	4,807

$1H_0 : \beta_0 = 0 \text{ e } \beta_1 = 1; H_a : \beta_0 \neq 0 \text{ ou } \beta_1 \neq 1.$

R² = coeficiente de determinação, **VM** = viés médio, **CCC** = coeficiente de correlação e concordância, **QMEP** = quadrado médio do erro de predição.

O valor de P não foi significativo ($P > 0,05$) pelo teste de Mayer et al. (1994), logo a hipótese de nulidade foi aceita e não há diferenças entre os resultados das duas metodologias utilizadas (cadinho filtrante e saquinho de TNT).

De acordo com os resultados da tabela 2, podemos observar uma eficiência do modelo utilizado, pois o coeficiente de determinação (R^2) ficou próximo de 1, indicando a alta eficácia do modelo alternativo em comparação ao modelo convencional. Da mesma forma, o coeficiente de correlação e concordância (CCC) indicou que os dois modelos apresentam grande precisão e acurácia dos dados obtidos, pois se aproximou de 1. O viés médio (VM), apresentou um resultado de 0,007% o que é considerado ótimo, pois como afirmam, Yungblut et al. (1981) que um viés médio inferior a 10% em relação aos valores observados é aceitável. Em relação ao quadrado médio do erro de predição (QMEP), o mesmo apresentou um valor de 4,807, o que é considerado adequado, pois quanto menor o resultado melhor.

Da mesma forma, Geron et al. (2014) avaliaram a técnica convencional (uso de cadinhos) e a técnica com saquinhos F57 para análise de FDN em diferentes gramíneas e não observaram diferenças em relação à utilização das diferentes técnicas.

A comparação de resultados entre cadinhos filtrantes e saquinhos F57 ou de TNT parece ser válida visto que os tecidos apresentam malhas semelhantes e são utilizadas para o mesmo fim.

Microfotografias eletrônicas de varredura demonstraram que o tecido F57 e TNT apresentam arranjo das malhas bastante semelhantes, sendo que a deposição das fibras sintéticas não permite evidenciar regularidade no arranjo geométrico (Casali et al., 2009)

Já Valente et al. (2011), avaliaram a utilização de diferentes tecidos em análises de FDN em alimentos e fezes bovinas e não observaram diferenças entre os resultados obtidos com a utilização do TNT e F57.

Conclusões

Os resultados de FDN obtidos em saquinhos de TNT são similares aos valores observados quando se utiliza os cadinhos para filtragem. Desta forma indica-se a utilização dos saquinhos de TNT como meio de redução de custo e tempo despendido nas análises, visto que a utilização dessa metodologia alternativa nos proporciona resultados semelhantes a convencional.

Referências

- BIBBY, J.; TOUTENBURG, H. **Prediction and improved estimation in linear models**. New York: J. Wiley and Sons, 1977.
- CASALI, A. O.; DETMANN, E.; VALADARES FILHO, S. C.; PEREIRA, J. C.; CUNHA, M.; DETMANN, K. S. C.; PAULINO, M. F. Estimação de teores de componentes fibrosos em alimentos para ruminantes em sacos de diferentes tecidos. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.38, p.130-138, 2009.
- COCHRAN, W. G.; COX, G. M. **Experimental Design**. John Wiley & Sons, New York. 1957.
- DETMANN, E.; SOUZA, M. A.; VALADARES FILHO, S. C. **Métodos para Análise de Alimentos**, 2012, 214p.
- 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, p. 1533-1542, 2014.
- GOLDING, E. J.; CARTER, M. F.; MOORE, J. E. Modification of the neutral detergent fiber procedure for hays. **Journal of Dairy Science**, v. 68, p. 2732-2736, 1985.
- GOMES, D. I.; DETMANN, E.; VALENTE, T. N. P.; VALADARES FILHO, S. C.; QUEIROZ, A. C. Avaliação laboratorial de compostos fibrosos em alimentos e fezes bovinas sob diferentes ambientes físicos. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, v. 63, p. 522-525, 2011.
- LIN, L. A. Concordance correlation coefficient to evaluate reproducibility. **Biometrics**, v. 45, p. 255-268, 1989.
- MAYER, D. G.; STUART, M. A.; SWAIN, A. J. Regression of real-world data on model output: An appropriate overall test of validity. **Agriculture System**, v.45, p. 93-104, 1994.
- 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, p. 1217-1240, 2002.
- NOCEK, J. E. *In situ* and other methods to estimate ruminal protein and energy digestibility: a review. **Journal of Dairy Science**, v. 71, p. 2051-2069, 1988.
- TEDESCHI, L. O. Assessment of the adequacy of mathematical models. **Agriculture System**, v. 89, p. 225-247, 2006.

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, p. 1148-1154, 2011.

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

YUNGBLUT, D. H.; STONE, J. B.; MACLEOD, G. K.; WILSON, G. F. The testing of several feed intake prediction equations using farm data. **Canadian Journal of Animal Science**, v. 61, p. 159-164, 1981.