

DETERMINAÇÃO DA FIBRA EM AUTOCLAVE SOB DIFERENTES CONDIÇÕES
DETERMINATION OF FIBER IN AN AUTOCLAVE UNDER DIFFERENT CONDITIONS
DETERMINACIÓN DE FIBRA EN AUTOCLAVE BAJO DIFERENTES CONDICIONES

 10.56238/revgeov17n5-049

Lucas Lourenço de Sousa

Zootecnista

E-mail: lucaslourencosousa8@gmail.com

Erin Lorena Souza

Zootecnista

E-mail: ririnlorena15@gmail.com

Marcela Rodrigues de Oliveira

Pós-graduanda em Zootecnia

Instituição: Universidade de São Paulo (USP)

E-mail: marcela.de@usp.br

Jhonatan Gonçalves Silva

Pós-graduando em Ciências Veterinárias

Instituição: Universidade Federal de Uberlândia (UFU)

E-mail: jhonatang.silva@hotmail.com

Rosiane Pereira da Silva

Doutora em Ciências Animal

Instituição: Faculdade e Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo (USP

FZEA)

E-mail: rosiane@usa.com

Eliane da Silva Morgado

Professora na Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia

Instituição: Universidade Federal de Uberlândia (UFU)

E-mail: esmorgado@ufu.br

RESUMO

Objetivou-se avaliar os efeitos de diferentes condições de temperatura e tempo da autoclave sobre os teores de fibra em detergente neutro (FDN) e fibra em detergente ácido (FDA) utilizando saco filtrante de tecido não tecido (TNT 100 g/m²). Foram avaliados quatro alimentos concentrados comerciais: milho fubá, farelo de soja, farelo de trigo e grão de sorgo. As análises de FDN e FDA foram realizadas em autoclave sob três condições operacionais: 105 °C por 60 minutos, 110 °C por 40 minutos e 120 °C por 40 minutos. O delineamento experimental utilizado foi inteiramente casualizado. Os dados foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de



probabilidade. O aumento da temperatura da autoclave influenciou os resultados das análises de fibra, com redução significativa dos teores de FDN e FDA em alguns alimentos concentrados, especialmente na condição de 120 °C. O farelo de soja apresentou a maior redução nos teores de FDN à medida que a temperatura aumentou, enquanto o farelo de trigo apresentou maior estabilidade frente às variações térmicas avaliadas. Para FDA, o grão de sorgo apresentou redução progressiva dos valores com o aumento da temperatura. Os resultados indicam que condições operacionais mais severas podem promover maior solubilização de componentes da parede celular, reduzindo a recuperação das frações fibrosas durante o processo analítico. Assim, as condições de temperatura e tempo utilizadas na autoclave influenciam diretamente os resultados das análises de FDN e FDA, reforçando a necessidade de padronização metodológica para garantir maior precisão, repetibilidade e comparabilidade nas determinações laboratoriais de fibra em alimentos utilizados na nutrição animal.

Palavras-chave: Alimentos Concentrados. FDN. FDA. Saco Filtrante. Tecido Não Tecido.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the effects of different autoclave temperature and time conditions on neutral detergent fiber (NDF) and acid detergent fiber (ADF) contents determined using a nonwoven fabric filter bag (100 g/m²). Four commercial concentrate feedstuffs were evaluated: corn meal, soybean meal, wheat bran, and sorghum grain. NDF and ADF analyses were performed in an autoclave under three operational conditions: 105 °C for 60 min, 110 °C for 40 min, and 120 °C for 40 min. A completely randomized design was adopted. Data were subjected to analysis of variance, and treatment means were compared using Tukey's test at the 5% significance level. Increasing autoclave temperature affected fiber analysis results, causing significant reductions in NDF and ADF contents for some concentrate feedstuffs, especially under the 120 °C condition. Soybean meal showed the greatest reduction in NDF values as temperature increased, whereas wheat bran exhibited greater stability under the evaluated thermal conditions. For ADF, sorghum grain showed progressive reductions in values as temperature increased. The results indicate that more severe operational conditions may promote greater solubilization of cell wall components, reducing the recovery of fibrous fractions during the analytical procedure. Therefore, autoclave temperature and time conditions directly influence NDF and ADF determinations, reinforcing the importance of methodological standardization to ensure greater precision, repeatability, and comparability in laboratory fiber analyses used in animal nutrition.

Keywords: Concentrate Feeds. NDF. ADF. Filter Bag. Nonwoven Fabric.

RESUMEN

El objetivo fue evaluar los efectos de diferentes condiciones de temperatura y tiempo de autoclave sobre el contenido de fibra detergente neutra (FDN) y fibra detergente ácida (FDA) utilizando bolsas de filtro de tela no tejida (TNT 100 g/m²). Se evaluaron cuatro piensos concentrados comerciales: harina de maíz, harina de soja, salvado de trigo y grano de sorgo. Los análisis de FDN y FDA se realizaron en un autoclave bajo tres condiciones de operación: 105 °C durante 60 minutos, 110 °C durante 40 minutos y 120 °C durante 40 minutos. El diseño experimental utilizado fue completamente aleatorio. Los datos se sometieron a un análisis de varianza y las medias se compararon utilizando la prueba de Tukey con un nivel de probabilidad del 5 %. El aumento de la temperatura del autoclave influyó en los resultados del análisis de fibra, con una reducción significativa en el contenido de FDN y FDA en algunos piensos concentrados, especialmente a 120 °C. La harina de soja mostró la mayor reducción en el contenido de FDN a medida que aumentaba la temperatura, mientras que el salvado de trigo mostró mayor estabilidad frente a las variaciones térmicas evaluadas. En el caso de la FDA, el grano de sorgo mostró una reducción progresiva de los valores al aumentar la temperatura. Los resultados indican que condiciones de operación más severas pueden promover una mayor



solubilización de los componentes de la pared celular, reduciendo la recuperación de las fracciones fibrosas durante el proceso analítico. Por lo tanto, las condiciones de temperatura y tiempo utilizadas en el autoclave influyen directamente en los resultados de los análisis de FDN y FDA, lo que refuerza la necesidad de estandarización metodológica para garantizar una mayor precisión, repetibilidad y comparabilidad en las determinaciones de fibra en alimentos utilizados en la nutrición animal.

Palabras clave: Alimentos Concentrados. FDN. FDA. Bolsa de Filtro. Tela No Tejida.



1 INTRODUÇÃO

Em nutrição de ruminantes, a fibra é um termo nutricional que se refere a componentes dos alimentos lentamente digestíveis ou indigestíveis, que ocupam espaço no trato gastrintestinal. Devido à sua complexidade química, a fibra não é uma substância uniforme, mas um grupo heterogêneo de compostos, definida pelo método usado para medi-la. Dessa forma, diferentes métodos analíticos isolam diferentes frações dos alimentos e, conseqüentemente, produzem resultados distintos (Fahey Jr. et al., 2019).

O sistema de detergentes proposto por Van Soest na década de 1960 revolucionou a análise da fibra para ruminantes ao permitir a separação efetiva entre os componentes digestíveis e indigestíveis das plantas (Fahey Jr. et al., 2019). Por meio do detergente neutro, é possível quantificar os principais componentes da parede celular: celulose, hemicelulose e lignina, fração denominada fibra em detergente neutro (FDN). Devido à sua capacidade de quantificar com precisão esses componentes, este método tornou-se o padrão na nutrição de ruminantes. Por meio do detergente ácido, obtém-se um resíduo constituído basicamente por celulose e lignina, chamado de fibra em detergente ácido (FDA), que é a fração menos digestível dos vegetais (Van Soest, 1991).

O método original de Van Soest para a determinação das fibras em detergente neutro e ácido, embora preciso, é laborioso e demanda etapas manuais demoradas com filtração em sistema a vácuo em cadinhos de Gooch e fervura em béqueres em equipamento com refluxo. Com o objetivo de reduzir a mão de obra e agilizar a análise, foram desenvolvidas modificações significativas ao longo dos anos, destacando-se a introdução de sistemas automatizados como o analisador de fibras ANKOM²⁰⁰, que utiliza sacos filtrantes Ankom[®] F57 para comportar as amostras, eliminando o uso de cadinho de Gooch (Berchielli et al., 2001; Fahey Jr. et al., 2019).

O elevado custo dos sacos filtrantes (F57 da Ankom[®]) motivou pesquisas para encontrar alternativas mais econômicas, dessa forma, Casali et al. (2009) e Valente et al. (2011) testaram diferentes tecidos, e verificaram que o tecido não tecido (TNT) de gramatura de 100 g/m² oferece resultados de precisão e exatidão semelhantes ao F57, representando uma alternativa mais acessível para laboratórios. O uso do TNT de 100 g/m² para análise de fibra é 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).

O uso da autoclave na análise da fibra como substituto do equipamento com refluxo possui diversas vantagens como: ser relativamente comum nos laboratórios, ser fácil e manusear, possuir menor custo e possuir maior capacidade operacional que o equipamento convencional com refluxo (Barbosa et al., 2015). Dessa forma, diversos autores relataram o uso da autoclave na análise da fibra, embora haja diferenças quanto a temperatura e tempo de operação, como o descrito por: Pell e



Schofield (1993) e Barbosa et al. (2015) que utilizaram 105°C por 60 minutos; Senger et al. (2008), Farias et al. (2015) e Lourenço et al. (2017) que utilizaram 110°C por 40 minutos, e Deschamps (1999) que realizou a análise a 120°C por 40 minutos.

Diante do exposto e da necessidade de avaliar métodos analíticos mais rápidos e eficientes para a determinação da fibra dos alimentos, objetivou-se comparar os resultados da análise da fibra em detergente neutro (FDN) e da fibra em detergente ácido (FDA) utilizando sacos filtrantes de TNT (100 g/m²) em autoclave sob diferentes condições de temperaturas e tempos: 105°C por 60 minutos, 110°C por 40 minutos e 120°C por 40 minutos.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi conduzido no Laboratório de Bromatologia e Nutrição Animal (LABAN) da Faculdade de Medicina Veterinária (FMVZ) pertencente à Universidade Federal de Uberlândia, Minas Gerais.

Foram avaliadas quatro amostras de alimentos concentrados comerciais: fubá de milho, farelo de soja, farelo de trigo e grão de sorgo. As amostras foram moídas em moinho de facas, utilizando-se uma peneira com crivo de um milímetro, para determinação dos teores de matéria seca, fibra em detergente neutro (FDN) e fibra em detergente ácido (FDA). A metodologia utilizada para a determinação da análise da matéria seca, e o preparo das soluções do detergente neutro e do detergente ácido foram feitos segundo Detmann *et al.* (2021).

As análises da FDN e da FDA foram realizadas utilizando saco filtrante confeccionado de tecido não tecido (TNT) e a autoclave em três diferentes condições de temperatura e tempo: 105°C por 60 minutos, 110°C por 40 minutos e 120°C por 40 minutos. A análise da FDA foi realizada de forma não sequencial a análise da FDN.

Os sacos filtrantes foram confeccionados utilizando-se tecido não tecido (TNT) com gramatura de 100g/m², cortando 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, lavados com água destilada e colocados em vasilhas de alumínio forradas com papel toalha, sequencialmente foram levados para estufa ventilada a 55°C por 24 horas, para secar.

Os retângulos do tecido lavados foram selados nas laterais formando sacos de 5cm de comprimento por 5cm de largura, o que corresponde a uma área útil de 25cm², e então identificados e levados para estufa a 105°C por 2 horas, após foram colocando em dessecador para esfriar, por 40 minutos, e então pesados em balança analítica, e registrado os pesos dos sacos vazios. A quantidade



de amostra que cada saco recebeu obedece a relação de 20 mg de matéria seca por centímetro quadrado de superfície (Detmann *et al.*, 2021), e então foram selados, fechando-os.

Os sacos 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 com capacidade de dois litros, adicionando-se quantidade de solução de detergente suficiente para cobrir todos os sacos. Para a análise da FDN utilizou-se 0,5 ml de alfa-amilase termoestável da empresa LNF Latino Americana por grama de amostra (Detmann *et al.*, 2021). O béquer foi então tampado com papel alumínio (Deschamps, 1999; Senger *et al.*, 2008), e em seguida 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 sacos foram lavados com água destilada quente para a retirada do detergente, por diversas vezes, até que a água de enxague não apresentasse mais coloração. Posteriormente, os sacos foram lavados com acetona durante 5 minutos, e levados para a estufa ventilada a 60°C por 24 horas e sequencialmente, por 2 horas na estufa não ventilada a 105°C e, em seguida colocados em dessecador por cerca de 40 minutos para esfriar e então registrar o peso do saco mais resíduo insolúvel para a realização do cálculo da FDN e da FDA.

O delineamento experimental utilizado foi o inteiramente casualizado. Os dados obtidos foram inicialmente submetidos aos testes de normalidade de Cramer-von Misses e homogeneidade de variâncias pelo teste de Levene. Para as variáveis que não atenderam a essas pressuposições, realizou-se transformação logarítmica (log x), visando à adequação dos dados aos requisitos da análise de variância. Os dados que atenderam aos pressupostos foram submetidos à análise de variância (ANOVA), e as médias dos tratamentos foram comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando o programa estatístico R 3.4.2.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores médios dos teores da FDN dos alimentos concentrados avaliados pela técnica da autoclave utilizando diferentes tempos e temperaturas de execução estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Valores médios, em percentual, do teor de fibra em detergente neutro (FDN) de alimentos concentrados, utilizando a autoclave em diferentes tempos e temperaturas de execução.

Variável	Temperatura e tempo da autoclave			P-valor	CV (%)	EPM
	105 °C/60min	110 °C/40 min	120 °C/40 min			
Milho Fubá	12,75 a	11,69 b	11,79 b	<0,001	3,49	0,17
Farelo de soja	25,20 a	20,09 b	13,81 c	<0,001	3,48	0,28
Grão de sorgo	13,06 a	13,22 a	12,02 b	<0,001	2,57	0,13
Farelo de trigo	33,51 a	32,81 a	32,76 a	0,05	7,05	0,31

Fonte: Autores.



O aumento da temperatura de 105 °C para 110 °C, não afetou o percentual da FDN do grão de sorgo e farelo de trigo, no entanto, houve redução deste percentual para o milho fubá e farelo de soja. Senger et al. (2008) avaliaram os teores de FDN de alimentos volumosos e concentrados na autoclave com diferentes temperaturas e tempos, usando saco filtrante de nylon com porosidade de 50 µm, e observaram que a temperatura de 110 °C por 40 minutos não difere dos resultados obtidos pelo método original com uso de cadinho Gooch.

O aumento da temperatura para 120 °C, promoveu redução significativa nos teores de FDN do milho fubá, farelo de soja e grão de sorgo, quando comparado a temperatura de 105 °C. O farelo de soja foi o alimento concentrados que teve uma redução mais acentuada à medida que a temperatura aumentou de 105 °C para 120 °C, de 11,39 pontos percentuais, que representa uma redução de 45,2%, possivelmente em função da sua composição química, rica em componentes mais susceptíveis à degradação térmica. Enquanto para o milho fubá, e para o sorgo a redução do teor de FDN, quando a temperatura aumentou de 105 °C para 120 °C, foi de 0,96 e 1,04 pontos percentuais, respectivamente, essas reduções menos pronunciadas, podem estar relacionados à maior resistência estrutural dos constituintes fibrosos desses grãos, especialmente do sorgo que não diferiu da temperatura de 105 °C para 110 °C.

Esses resultados demonstram que dependendo do alimento avaliado, o aumento da temperatura da autoclave pode promover a redução do percentual da FDN, especialmente na temperatura de 120 °C. Segundo Fahey Jr. et al. (2019), o aumento da temperatura e do tempo de extração na análise da fibra pode reduzir a quantidade de resíduo fibroso recuperado.

Por outro lado, o farelo de trigo não apresentou diferença significativa com o aumento da temperatura da autoclave ($P = 0,05$), esse resultado pode ser explicado pela maior estabilidade da fração de parede celular do farelo de trigo, possivelmente associada à maior proporção de componentes estruturais menos susceptíveis à ação térmica. O que está de acordo com o apontado por Fahey Jr. et al. (2019), os quais destacaram que a quantidade de fibra e composição da matriz do alimento podem responder de maneira distinta às condições analíticas da análise da fibra.

Os valores médios dos teores da FDN dos alimentos concentrados avaliados pela técnica da autoclave utilizando diferentes tempos e temperaturas de execução estão descritos na Tabela 2.



Tabela 2. Valores médios do teor de fibra em detergente ácido (FDA) de alimentos concentrados, utilizando a autoclave em diferentes tempos e temperaturas de execução.

Concentrado	Temperatura da autoclave			P-valor	CV (%)	EPM
	105 °C	110 °C	120 °C			
Milho Fubá	5,48a	5,29a	3,98b	<0,001	7,64	0,15
Farelo de soja	11,50a	11,41a	8,40b	<0,001	12,82	0,55
Farelo de trigo	10,95a	10,85a	10,54a	0,631	7,06	0,31
Grão de sorgo	6,83a	6,12b	4,87c	<0,001	7,02	0,17

*Médias seguidas de mesma letra, na linha, não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade. CV = coeficiente de variação. EPM = erro padrão da média. Para o concentrado farelo de trigo os dados passaram por transformação logarítmica.

Fonte: Autores.

O aumento da temperatura de 105 °C para 110 °C, não afetou o percentual da FDA da maioria dos alimentos avaliados, milho fubá, farelo de soja e farelo de trigo, no entanto, houve redução deste percentual para o grão de sorgo. O aumento da temperatura para 120 °C, promoveu redução significativa nos teores da FDA para quase todos os alimentos avaliados, o que reforça a hipótese de que o aumento da temperatura da autoclave pode promover a extração dos constituintes da parede celular dos vegetais, o que subestima o teor de fibra. Esses resultados estão de acordo com o reportado com Senger et al. (2008), que verificaram que a análise da FDA é mais sensível a mudanças de temperatura que a FDN, e que a temperatura de 120 °C subestima o teor da FDA.

Dos alimentos avaliados o grão de sorgo foi o mais afetado pelo aumento da temperatura reduzindo progressivamente quando a temperatura aumentou de 105 °C para 110 °C e para 120 °C, com 1,96 pontos percentuais de diferença da temperatura de 105 °C para a de 120 °C, que corresponde a uma redução de 28,7%.

Assim como observado para a FDN, o farelo de trigo não apresentou diferenças significativas nos teores de FDA entre as temperaturas (P = 0,631), indicando maior estabilidade da parede celular desse alimento frente às variações de temperatura testadas.

Os coeficientes de variação (CV) observados nas duas tabelas foram considerados baixos a moderados, indicando boa precisão experimental e confiabilidade dos dados obtidos. Além disso, os valores de erro padrão da média (EPM) relativamente baixos reforçam a consistência das estimativas.

De forma geral, os resultados indicam que o aumento da temperatura da autoclave tende a reduzir os teores de FDN e FDA em alimentos concentrados, embora esse efeito varie conforme o tipo de alimento. Esses achados são relevantes, pois evidenciam que as condições de processamento podem influenciar diretamente os resultados das análises laboratoriais de fibra, devendo ser cuidadosamente padronizadas para garantir comparabilidade e precisão nas determinações.

4 CONCLUSÃO

Em suma, as diferentes condições em relação aos tempos e temperaturas da autoclave para as análises da FDN e da FDA produziram resultados diferentes conforme o tipo de alimento avaliado.



Portanto, os resultados obtidos reforçam a necessidade de padronização das condições analíticas para garantir comparabilidade e precisão na determinação da fibra.



REFERÊNCIAS

- 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.
- 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.
- DESCHAMPS, F.C. Implicações do Período de Crescimento na Composição Química e Digestão dos Tecidos de Cultivares de Capim-Elefante (*Pennisetum purpureum* Schumach.). *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.
- FAHEY JR., G. C.; NOVOTNY, L.; LAYTON, B.; MERTENS, D. R. Critical factors in determining fiber content of feeds and foods and their ingredients. *Journal of AOAC International*, v. 102, n. 1, p. 52-62, 2019.
- 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.
- 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.
- PELL, A.N.; SCHOFIELD, 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.
- 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.
- 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.

