

Coloni, R.D., Favaro, V.R., Ezequiel, J.M.B. Determinação da fibra em detergente ácido utilizando solução de ácido sulfúrico 1M em farelo de girassol, casca de soja e feno de tifton. PUBVET, Londrina, V. 2, N. 40, Art#383, Out2, 2008.



PUBVET, Publicações em Medicina Veterinária e Zootecnia.

Disponível em: <<https://doi.org/10.31533/pubvet.v02n10a383>>.

Determinação da fibra em detergente ácido utilizando solução de ácido sulfúrico 1M em farelo de girassol, casca de soja e feno de tifton

Rodrigo Dias Coloni, Vanessa Ruiz Favaro, Jane Maria Bertocco Ezequiel

Programa de Pós-Graduação em Produção Animal – Zootecnia, Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho”, Unesp - Jaboticabal

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi avaliar a determinação da fibra em detergente ácido em solução de ácido sulfúrico 1M em comparação a fibra em detergente ácido em solução de ácido sulfúrico 1 N com CTAB (20g). Para isso, foram utilizados três ingredientes: casca de soja, farelo de girassol e feno de tifton. As análises de FDA foram realizadas em auto-clave, foram pesadas 0,5g de amostra em cadinhos filtrantes previamente pesados, em seguida adicionou-se 50 mL de solução ácida para cada amostra. Os teores de FDA foram obtidos utilizando-se duas soluções ácidas, a solução padrão era composta de 28 mL de ácido sulfúrico (H₂SO₄) com 96-98% de pureza e 20 g de brometo-cetil-trimetilamônio (CTAB), para 1L de solução. A solução teste era composta por H₂SO₄ na concentração 1M (55 mL para 1L de solução).

PALAVRAS-CHAVE: FDA, CTAB, farelo de girassol, casca de soja, feno de tifton.

Determination of fiber in detergent using acid solution of acid sulfúrico 1M in sunflower meal, soybean hulls, and hay from tifton.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the determination of the acid detergent fiber in a solution of sulphuric acid 1M compared to acid detergent fiber in a solution of sulphuric acid with CTAB 1 N (20).

For this, three ingredients were used: bark of soybean, sunflower meal and hay from tifton. The analyses of ADF were held in self-key, were weighed 0.5 grams of sample in crucibles previously heavy filter, then added to 50 mL of acid solution for each sample. The levels of ADF were obtained using two acid solutions, the standard solution was composed of 28 mL of sulphuric acid (H₂SO₄) with 96-98% purity and 20 grams of bromide-cetil-trimetilamônio (CTAB), for the 1L solution. The test solution was composed of H₂SO₄ in concentration 1M (55 mL of solution to 1L).

KEY WORDS: FDA, CTAB, sunflower meal, hulls of soybeans, hay, tifton.

INTRODUÇÃO

Fibra em detergente ácido

O método da "Fibra em Detergente Ácido" (FDA), desenvolvida por Van Soest (1967) permite conhecer os constituintes menos solúveis da parede celular, sendo que posteriormente, poderão ser determinadas celulosas, lignina, nitrogênio insolúvel em detergente ácido (que representa o nitrogênio lignificado), cinzas insolúveis em ácido e sílica. A fibra em detergente ácido é a porção menos digerível da parede celular. É constituída quase na sua totalidade de lignina e celulose.

Uma solução detergente ácida "quaternária" é usada para dissolver o conteúdo celular, hemicelulose e minerais solúveis, deixando um resíduo

fibroso constituído de celulose, lignina e proteína danificada pelo calor e parte da proteína da parede celular e minerais insolúveis (cinzas).

A fração celulose representa a maior parte da FDA. A celulose é o polissacarídeo mais abundante da natureza e o principal constituinte da maioria das paredes celulares, exceto de algumas sementes (McDougall et al., 1993) seu teor varia de 20 a 40% na base seca de plantas superiores (Van Soest, 1994). É um polímero linear com ligações β - 1,4 entre as unidades de D-glicose. A celulose é insolúvel nos solventes alcalinos usados para extrair os polissacarídeos não-celulósicos; entretanto pode ser dissolvida em ácido sulfúrico ou fosfórico concentrado. A estrutura química da celulose parece ser igual, mas podem ocorrer variações no peso molecular da celulose nas diferentes espécies (Butler & Bailey, 1973). Giger-Reverdin (1995), encontrou variações nos teores de celulose em sementes de oleaginosas, sementes de leguminosas e em forragens na ordem de 40 a 50%, 3 a 15% e 10 a 30%, respectivamente.

As ligninas são polímeros complexos de estrutura não totalmente conhecida, não é carboidrato, formada por compostos fenólicos. Sua composição, estrutura e quantidade variam de acordo com o tecido, os órgãos, a origem botânica, a idade da planta e os fatores ambientais (Akin, 1989). As ligninas presentes em gramíneas são menos condensadas e se encontram em menor quantidade para um mesmo estágio de maturidade (Grenet e Besle, 1991).

Basicamente, a análise de FDA é determinada por refluxo (60 min) a quente de uma amostra em solução, contendo ácido (H_2SO_4 1N), para solubilizar açúcares, amidos, hemiceluloses e algumas pectinas; e detergente (Brometo-cetil-trimetilamônio) para remoção de proteínas (MERTENS, 1992). Na Tabela 1 são apresentados os preços dos reagentes CTAB e ácido sulfúrico. Pode-se observar que a solução de FDA representa alto custo devido ao preço elevado do CTAB e, portanto, é necessário desenvolver uma solução alternativa para determinação da fibra em detergente ácido. O ácido sulfúrico, H_2SO_4 , é um ácido mineral forte. É solúvel na água em qualquer concentração.

Coloni, R.D., Favaro, V.R., Ezequiel, J.M.B. Determinação da fibra em detergente ácido utilizando solução de ácido sulfúrico 1M em farelo de girassol, casca de soja e feno de tifton. PUBVET, Londrina, V. 2, N. 40, Art#383, Out2, 2008.

Quando diluído (abaixo de concentrações molares de 90%), a solução assume caráter de ácido forte. O ácido sulfúrico é utilizado na solução de FDA na concentração 1 N (27,7 mL de ácido diluído em 972,3 mL de água), também é utilizado na determinação da fibra bruta a 0,255 N (7 mL de ácido para 1 L de solução), (Silva, 2002). Soluções com maior concentração de ácido sulfúrico podem trazer resultados satisfatórios para determinação dos teores de fibra em detergente ácido. Torna-se necessário maiores estudos para verificar a concentração adequada de ácido sulfúrico na solução para obtenção de resultados consistentes que represente a fração fibrosa correspondente a lignina e celulose.

Tabela 1 – Preços dos reagentes Brometo-cetil-trimetilamônio (CTAB) e ácido sulfúrico (H₂SO₄)

DESCRIÇÃO	Preço Unitário	
c/100g CTAB Dinâmica	R\$	89,60
c/100g CTAB Vetec	R\$	74,00
Ácido sulfúrico Dinâmica	R\$	19,20
Ácido sulfúrico Synth	R\$	29,00

Farelo de girassol

O farelo de girassol é uma matéria-prima ainda pouco utilizada no Brasil, embora seja uma boa alternativa como fonte de proteínas nas rações animais, podendo ser utilizada na alimentação de todas as espécies.

O farelo de girassol é o subproduto resultante da extração do óleo da semente de girassol que apresenta uma boa aceitabilidade principalmente para os bovinos, não contém limitantes tóxicos quando utilizado nas rações de aves

e suínos além de, ser uma alternativa de baixo custo dentro do papel da nutrição animal.

Com o incentivo ao plantio do girassol e aumento de consumo desse óleo no Brasil, existe a tendência de aumento na oferta de farelo de girassol no mercado o que acarreta em sua utilização nas rações em substituição ao farelo de soja. Essa substituição, aliás, em termos de custo, é de grande interesse para o produtor.

Segundo PINHEIRO et al. (1999), o farelo de girassol quando comparado com o farelo de soja e o farelo de algodão, apresenta um custo cerca de 45 a 50% , 10% menor, respectivamente.

O farelo de girassol além de sua importância como um ingrediente de bom valor protéico e energético, destaca-se pelo seu valor em fibra bruta. Segundo o NRC (1998), os valores de fibra bruta e de proteína bruta para o farelo de girassol são de 31,6 e 23,3%, respectivamente.

No processo de extração do óleo, quando a casca não é removida, o farelo contém aproximadamente 28,5% de proteína, 1,35% de extrato etéreo e 23% de fibra bruta (Embrapa, 1991). Os elevados níveis de fibra do farelo de girassol estão relacionados diretamente com sua baixa energia digestível (Kennelly & Aherne, 1980).

Stringhini et al. (2000) afirmaram que a causa do baixo valor de energia metabolizável do farelo de girassol (1.777 kcal EM/kg) são pelos seus altos níveis de FDA (31,68%) e de FDN (42,15%).

Casca de soja

A casca de soja é um subproduto da extração do óleo de soja, apresentando um elevado nível de fibra, um nível médio de proteína bruta e baixa energia, o que favorece a sua utilização como um importante e alternativo ingrediente.

Para obtenção da casca de soja, é realizado primeiramente o esmagamento do grão de soja para extração do óleo, farelo de soja e lecitina.

Após a classificação e limpeza, os grãos são secos e quebrados em pedaços menores para facilitar a separação da parte interna com a casca.

Uma característica importante da casca de soja é a elevada proporção de frações altamente digestíveis (celulose e hemicelulose) da FDN associado à baixa presença da lignina, um dos principais componentes que afeta a digestão da fibra.

Do ponto de vista nutricional, a casca de soja é classificada como um alimento concentrado energético cujo teor de FDA e FDN na MS% é 44,5 e 61,1, respectivamente, segundo NRC, 2001.

A casca de soja é um ingrediente alternativo para substituição do milho já que, pode alcançar cerca de 80% da energia presente no milho. Por possibilitar esta substituição, um dos principais focos na utilização da casca de soja é de redução dos custos com alimentação concentrada sem comprometer a produção animal.

Um dos principais setores onde mais se utiliza a casca de soja está na bovinocultura tanto de corte quanto de leite. Aliando sua alta palatabilidade com as características nutricionais, age como um importante controlador da acidose ruminal em dietas com altos níveis de concentrado.

Feno de Tifton

A forragem disponível nas pastagens durante o período seco não contém todos os nutrientes essenciais, na proporção adequada, para atender integralmente as exigências nutricionais dos animais.

Para a produção de feno de boa qualidade, é importante levarmos em consideração à espécie de planta, a idade, a fertilidade do solo (VAN SOEST, 1994). Fazendo-se todo esse conjunto, obtêm-se uma produção de forragem de alta qualidade para produção de feno com elevado valor nutritivo.

No Brasil, a grande maioria da produção de feno deixa muito a desejar pois, apresentam baixa qualidade com 6 a 7% de PB, 67,65% de FDN e 45 a 50% de digestibilidade (GOMIDE, 1980).

O princípio básico da fenação, resume-se na conservação do valor nutritivo da forragem por meio da rápida desidratação, uma vez que a atividade respiratória das plantas, bem como dos microorganismos é paralisada. As perdas no processo de fenação têm alta correlação com o tempo de secagem. Assim sendo, uma rápida desidratação pode manter a qualidade da forragem resultando em feno de bom valor nutritivo.

OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho foi avaliar a determinação da fibra em detergente ácido em solução de ácido sulfúrico 1 M em comparação a fibra em detergente ácido em solução de ácido sulfúrico 1 N com CTAB (20g).

MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi realizado na Unidade Animal de Estudos Digestivos e Metabólicos, as análises laboratoriais foram realizadas no Laboratório de Ingredientes e Gases Poluentes (LIGAP), pertencentes a Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias-FCAV/Unesp, campus de Jaboticabal. Para a determinação da fibra em detergente ácido (FDA) foram utilizados três ingredientes: casca de soja, farelo de girassol e feno de tifton. As amostras foram moídas em moinhos tipo faca utilizando peneiras com crivos de 1mm. Os teores de FDA foram obtidos utilizando-se duas soluções ácidas, a solução padrão era composta de 28 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) com 96-98% de pureza e 20 g de brometo-cetil-trimetilamônio (CTAB), para 1 L de solução. A solução teste era composta por H_2SO_4 na concentração 1 M (55 mL para 1 L de solução).

As análises de FDA foram realizadas em auto-clave, foram pesadas 0,5 g de amostra em cadinhos filtrantes previamente pesados, em seguida adicionou-se 50 mL de solução ácida para cada amostra. As amostras permaneceram 40 min na autoclave a pressão de 0,5 atm e mais 20 min até a retirada das amostras. Posteriormente foram filtradas com água quente sob vácuo, até a retirada da solução e finalmente filtradas com acetona para a remoção de resíduos remanescentes de solução ácida. Os cadinhos foram levados a estufa 105 °C por 12 h, para posterior determinação dos teores de FDA de cada amostra. O mesmo procedimento foi realizado para a solução de H₂SO₄.

O delineamento foi inteiramente casualizado, com dois tratamentos e sete repetições. Na análise de variância as médias foram comparadas pelo teste de Tukey (0,05 de significância) utilizando o programa de análises estatísticas SAS (1991).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na Tabela 2 estão expressos os valores de fibra em detergente ácido das amostras de casca de soja, farelo de girassol e feno de tifton, determinadas por solução ácida contendo CTAB e solução de H₂SO₄. A solução de H₂SO₄ foi semelhante a solução com CTAB somente para a casca de soja e apresentou menores teores de fibra em detergente ácido para o farelo de girassol e feno de tifton.

Os carboidratos fibrosos que compõem a parede celular são constituídos por uma mistura complexa de domínios independentes de celulose-hemicelulose, de proteínas e substâncias pécticas McCann & Roberts (1991), embora exista alguma divergência sobre a natureza fibrosa. Esses conjuntos de domínios estão dispostos na forma de polímeros constituídos de microfibrilas de celulose envolvidas e interligadas por polímeros de

Coloni, R.D., Favaro, V.R., Ezequiel, J.M.B. Determinação da fibra em detergente ácido utilizando solução de ácido sulfúrico 1M em farelo de girassol, casca de soja e feno de tifton. PUBVET, Londrina, V. 2, N. 40, Art#383, Out2, 2008.

hemicelulose. Este conjunto se apresenta imerso em uma matriz de polímeros pécticos, a qual cimenta todo o sistema (Buckeridge et al., 2000).

Tabela 2 – Fibra em detergente ácido (%MS) determinada por solução ácida contendo Brometo-cetil-trimetilamônio (CTAB) e solução de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 1M

Ingredientes	CTAB	H ₂ SO ₄	CV(%)
	FDA %		
Casca de soja	53,8A	53,3A	1,77
Farelo de Girassol	34,8A	33,1B	3,32
Feno de Tifton	42,5A	36,4B	2,72

Letras iguais na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey (P>0,05).

CV = Coeficiente de variação

A grande variedade de compostos que compõem a fração fibrosa podem influenciar os resultados obtidos. As amostras analisadas apresentam diferenças na forma de processamento e a fração fibrosa de cada amostra é composta diferentes formas de arranjo entre polímeros.

As hemiceluloses são capazes de estabelecer ligações entre as microfibrilas de celulose, os principais polissacarídeos que as compõem são as xilanas, glucomanas, mananas e galactomanas. As amostras avaliadas pertencem a diferentes classes de alimentos e portanto apresentam diferença no arranjo e composição de polímeros, ao utilizar ácido sulfúrico em maior concentração pode ter havido solubilização de alguns componentes não solubilizados pela solução com CTAB.

Há necessidade de maiores estudos a fim de determinar a concentração ideal de H₂SO₄ na solução, assim como as amostras adequadas para uso desta solução.

Coloni, R.D., Favaro, V.R., Ezequiel, J.M.B. Determinação da fibra em detergente ácido utilizando solução de ácido sulfúrico 1M em farelo de girassol, casca de soja e feno de tifton. PUBVET, Londrina, V. 2, N. 40, Art#383, Out2, 2008.

CONCLUSÕES

A utilização de ácido sulfúrico 1M para a determinação de fibra em detergente ácido foi eficiente para a casca de soja. Para o farelo de girassol e feno de tifton a solução de ácido sulfúrico resultou em menores teores de FDA em comparação com solução com CTAB.

REFERÊNCIAS. BIBLIOGRÁFICAS

AKIN, D.E. Histological and physical factors affecting digestibility of forages. **J. Agron.**, v.81, p.17-25, 1989.

BUCKERIDGE, M.S.; TINE, M.A.S.; SANTOS, H.P. dos; LIMA, D.U. de Polissacarídeos de reserva de parede celular em sementes, estrutura, metabolismo, funções e aspectos ecológicos. **Revista Brasileira de Fisiologia Vegetal**, v.12, Edição Especial, p.137-162, 2000.

BUTLER, G.W.; BAILEY, R.W. **Chemistry and biochemistry of herbage**. London: Academic Press, 1973. 416p.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA E AGROPECUÁRIA EMBRAPA. **Tabela de composição química e valores energéticos de alimentos para suínos e aves**. 3.ed. Concórdia: Centro Nacional de Pesquisa de Suínos e Aves, 1991. 97p.(Documentos, 19).

GIGER-REVERDIN, S. Review of the main methods of cell wall estimation: interst and limits for ruminants. **Ani. Feed Sci. Tech.**, Amsterdam, v.55, n.4, p.295-334, 1995.

GOMIDE, J. A. Características de plantas forrageiras a ser fenada. *Informativo Agropecuário*, Belo Horizonte, v.6, n.64, 1980. p.6-8.

GRENET, E.; BESLE, J.M. Microbes and fibre degradation. In: JOUANY, J.P. **Rumen microbial metabolism and ruminant digestion**. Paris: p.107-129, 1991.

KENNELLY, J.J.; AHERNE, F.X. The effect of fiber formulated to contain different levels of energy and protein on digestibility coefficients in swine. **Canadian Journal of Animal Science**, v.60, p.717-726, 1980.

MCCANN, M.C.; ROBERTS, K. Architecture of the primary cell wall. In: Lloyd C.W. (Ed). **The cytoskeletal basis on plant growth and form**, London: Academic Press, 1991. p. 109-129

MCDUGALL, G.J.; MORRISON, L.M.; STEWART, D.; et al. Plant fibres: chemistry and processing for industrial use. **J. Sci. Food Agric.**, London, v.62, n.1, p.1-20, 1993.

Coloni, R.D., Favaro, V.R., Ezequiel, J.M.B. Determinação da fibra em detergente ácido utilizando solução de ácido sulfúrico 1M em farelo de girassol, casca de soja e feno de tifton. PUBVET, Londrina, V. 2, N. 40, Art#383, Out2, 2008.

MERTENS, D.R. Analysis of fiber in feeds and its uses in feed evaluation and ration formulation. In: SIMPÓSIO INTERNACIONAL DE RUMINANTES, 1992, Lavras. **Anais...** Lavras: Sociedade Brasileira de Zootecnia, 1992, p.1-32.

NATIONAL RESEARCH COUNCIL - NRC. **Nutrient requirements of swine.** 10.ed. Washington, D.C.: National Academy Press, 1998. 189p.

NATIONAL RESEARCH COUNCIL - NRC. **Nutrient requirements of swine.** 10.ed. Washington, D.C.: National Academy Press, 2001. 155p.

PINHEIRO, J. W.; FONSECA, N. A. N.; CABRERA, L.; SUGETA, S. M.; OTUTUMI, L. K.; UENO, P. M. Uso de Rações Contendo Diferentes Níveis de Farelo de Girassol e Lisina na Alimentação de Frangos de Postura de 6 a 18 Semanas de Idade. **XXVI Reunião Anual da Soc. Bras. de Zootecnia**, Porto Alegre, RS, 1999.

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

STATISTICAL ANALYSIS SYSTEM - SAS **User Guide: Statistics**, Version 5 Edition. SAS Inst., Inc., Cary, NC. 1991

STRINGHINI, J.H.; CAFÉ, M.B.; FERNANDES, C.M. Avaliação do valor nutritivo do farelo de girassol para aves. In: REVISTA BRASILEIRA DE CIÊNCIA AVÍCOLA, Supl.2, 2000, Campinas. **Anais...** Campinas: Fundação APINCO de ciência e tecnologia Avícolas, 2000. p.41.

Van SOEST, P.J. **Nutritional ecology of the ruminant.** 2.ed. New York: Ithaca, 1994. 476p.

VAN SOEST, P. J. Development of a comprehensive system of feed analysis and its applications to forages. **Journal of Dairy Science**, v.26, n.1, p.119-128, 1967.