

# Análises bromatológicas de produtos de origem vegetal e animal:

Quais os métodos, como interpretar e utilizar os resultados, vantagens e desvantagens de métodos e análises, interferências nos resultados.

Gilberto Batista de Souza  
Embrapa Pecuária Sudeste

## TIPOS DE ALIMENTOS UTILIZADOS EM NUTRIÇÃO ANIMAL

As principais fontes de nutrientes empregadas na dieta alimentar de ruminante, são provenientes de rações concentradas, silagens, fenos e pastos de gramíneas e/ou leguminosas.

### ALIMENTOS VOLUMOSOS

- ✓ Gramíneas
- ✓ Leguminosas
- ✓ Silagens
- ✓ Fenos

### ALIMENTOS CONCENTRADOS

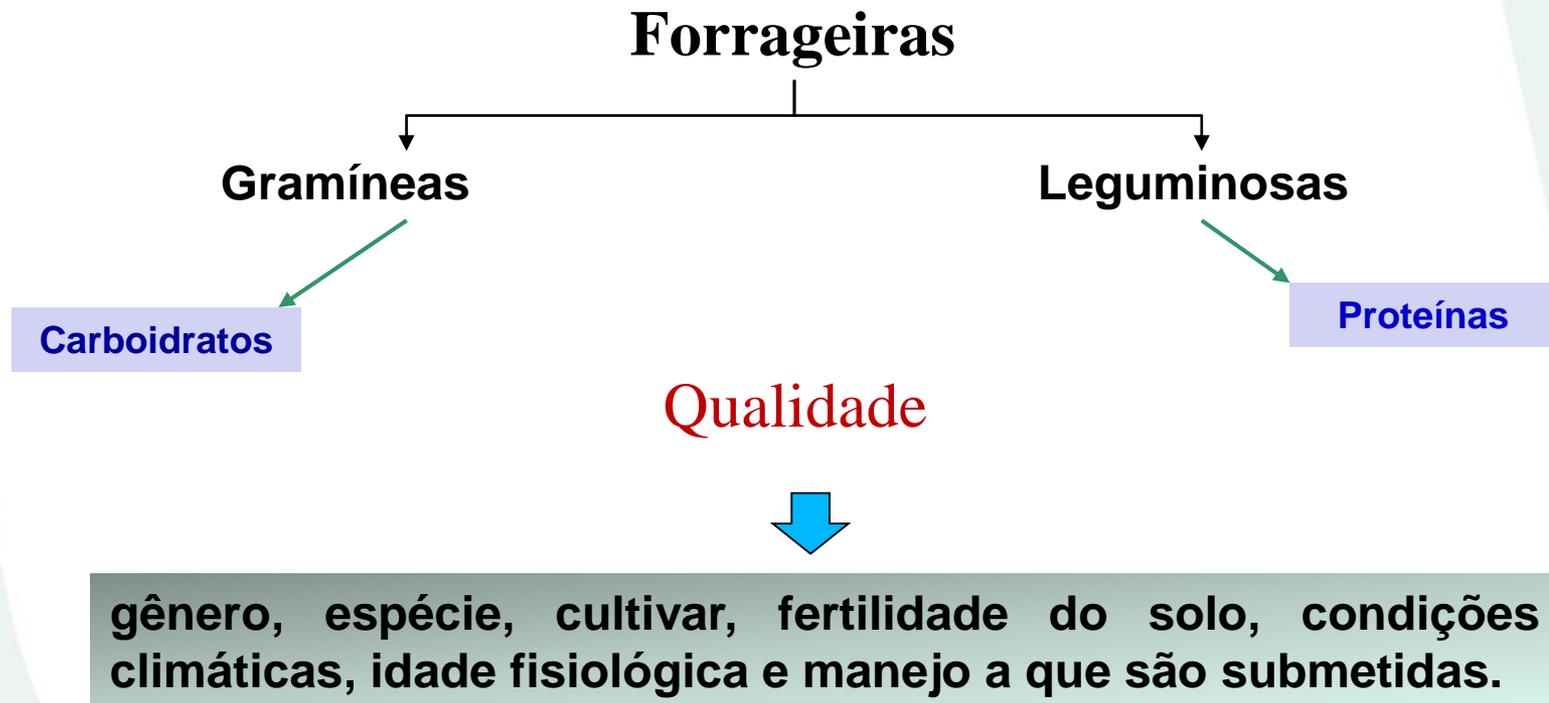
- ✓ Tortas de Algodão, Farelos de Soja
- ✓ Milho, Farelo de Trigo, Farelo de Arroz

### MISTURAS MINERAIS

- ✓ Macronutrientes : Ca, Mg, P, K, Na, S e Cloreto
- ✓ Micronutrientes: Co, Cu, Fe, Mn, Zn, Mo, Se, Iodeto

## ALIMENTOS VOLUMOSOS - FORRAGENS

O termo forragem é definido como: partes comestíveis das plantas, exceto os grãos, que podem servir na alimentação dos animais em pastejo, ou colhidas e fornecidas (FGTC, 1992).



## ➤ **COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS ALIMENTOS**

**Sistema de proteínas e carboidratos  
CNPCS – The Cornell Net Carbohydrate and Protein System**

**PROTEÍNAS**

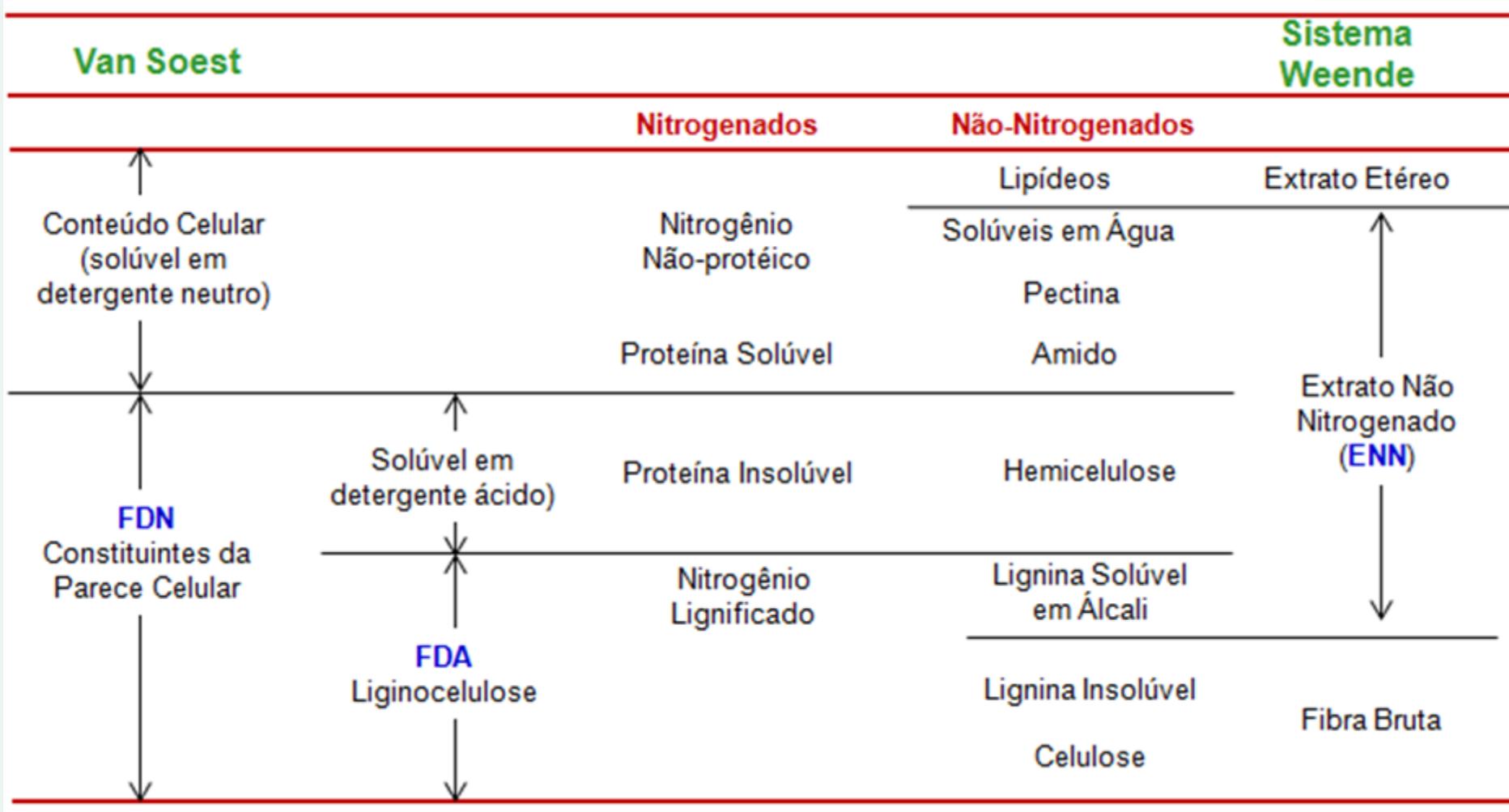
**CARBOIDRATOS**

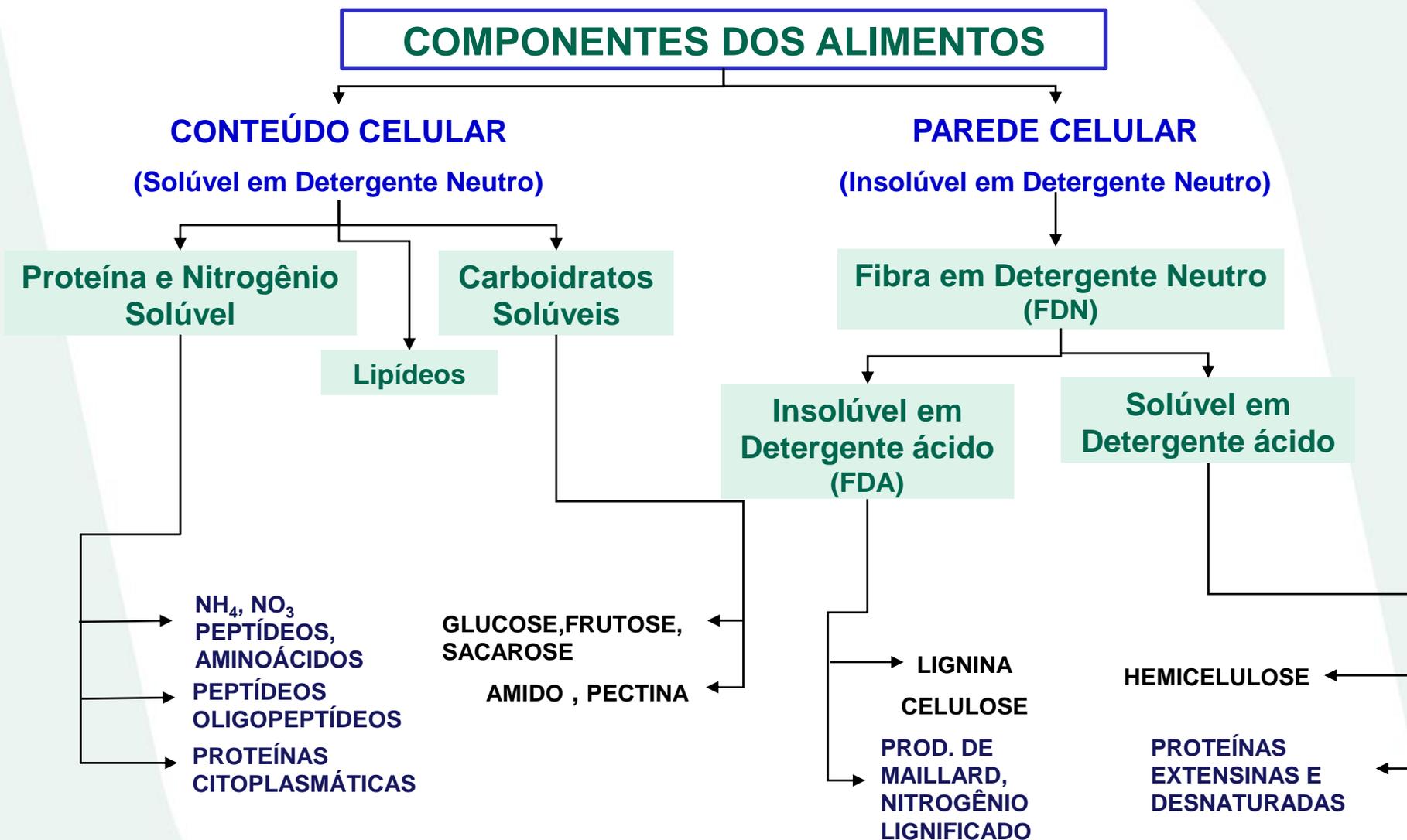
**GORDURAS**

**CINZAS**

**ÁGUA**

# Métodos Van Soest e Weende na divisão da matéria orgânica de alimentos para animais

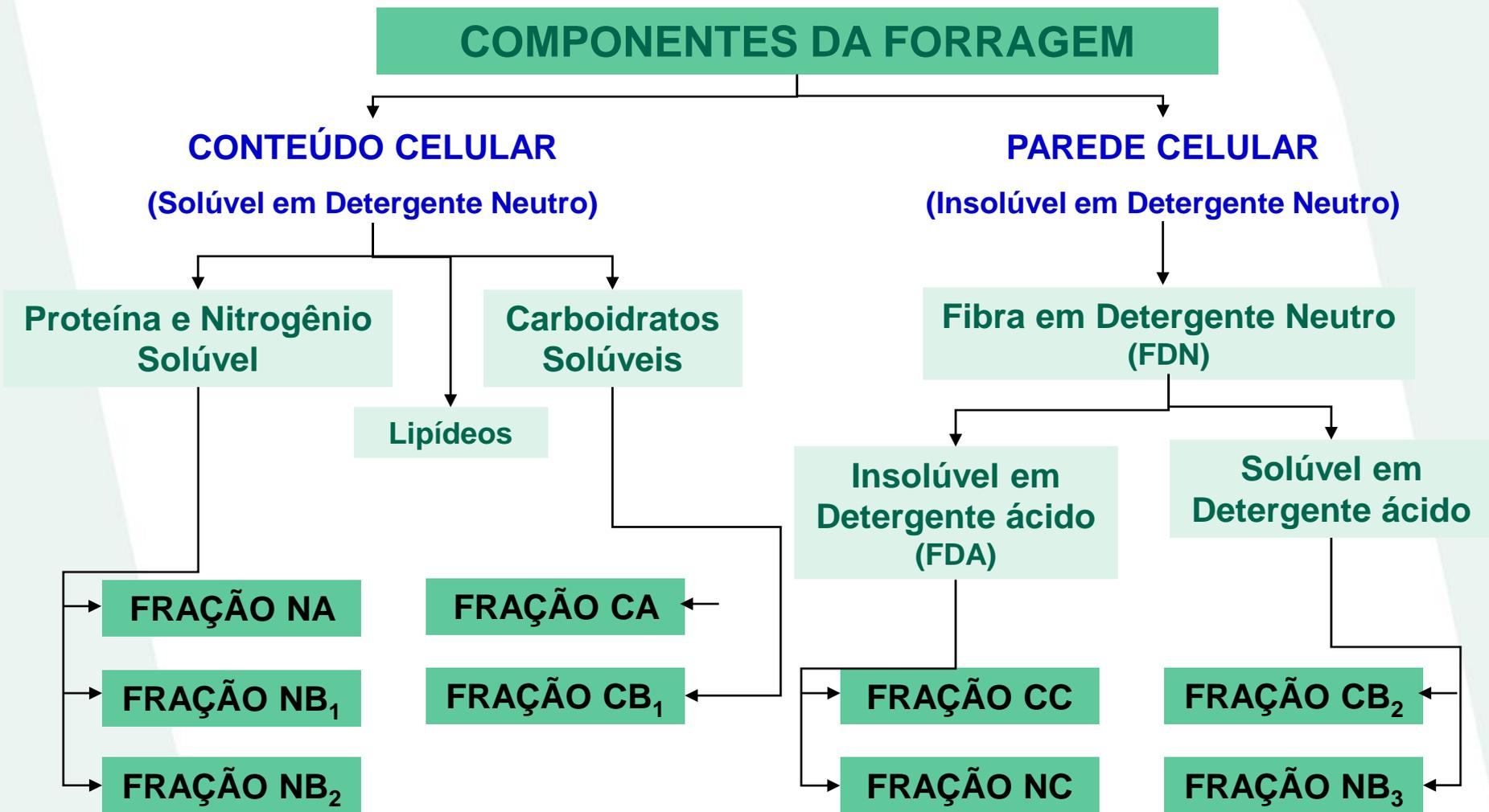




VAN SOEST & MOORE, In: INTERNATIONALGRASSLAND CONGRESS, 9 (1966) 783 - 789

SNIFFEN *et al.*, J. ANIM. Sci. 70 (1992) 3562 - 3577

# Fracionamento das formas nitrogenadas e dos carboidratos de alimentos



VAN SOEST & MOORE, In: INTERNATIONAL GRASSLAND CONGRESS, 9 (1966) 783 - 789

SNIFFEN *et al.*, J. ANIM. Sci. 70 (1992) 3562 - 3577

## CLASSIFICAÇÃO DE ACORDO COM A SOLUBILIDADE

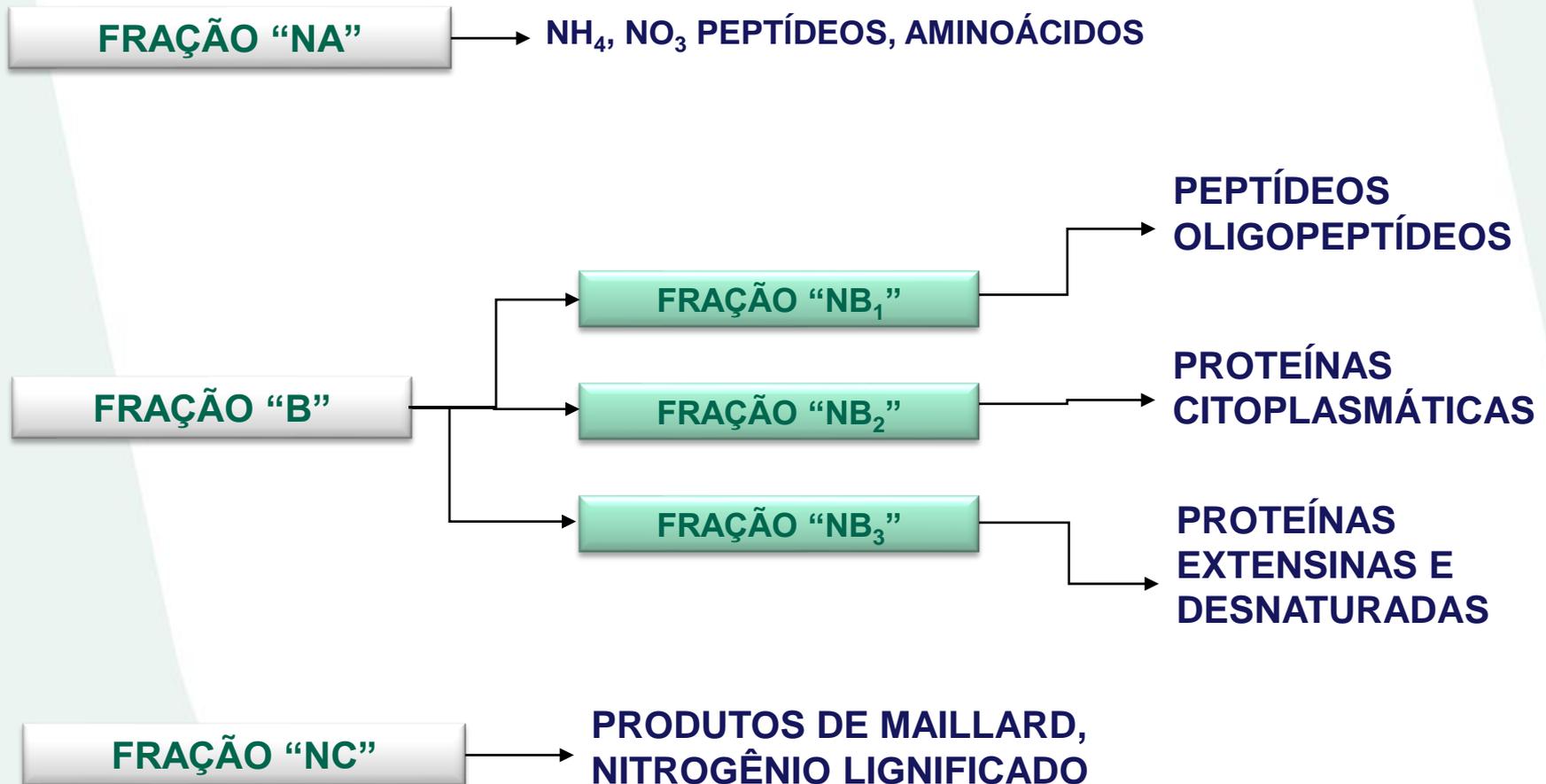
Proteínas	SOLUBILIDADE			
	Álcool	Água	Sal	Álcali
Globulinas <sup>1</sup>	I	I	S	S
Albuminas <sup>1,2</sup>	I	S	I	S
Prolaminas <sup>3</sup>	S	I	I	S
Gluteínas <sup>3</sup>	I	I	I	S

1. sementes leguminosas - soja
2. proteína de folhas de forrageiras
3. sementes de cereais - trigo

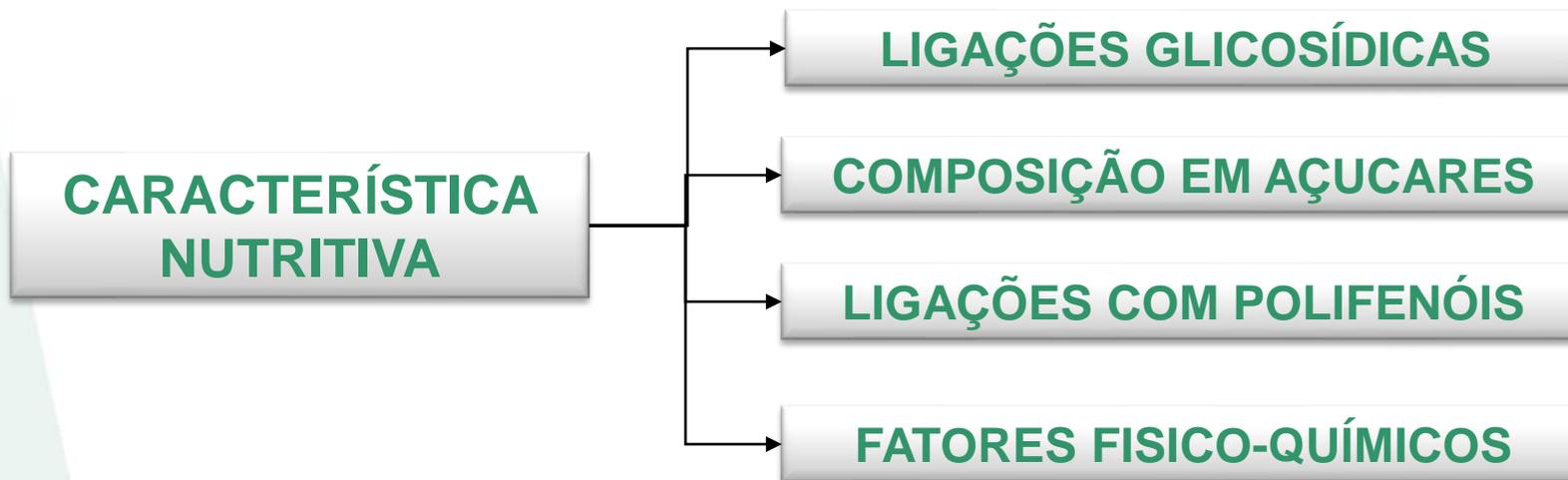
## CLASSIFICAÇÃO DE ACORDO COM A DEGRABILIDADE RUMINAL

FRAÇÃO	Classificação	Degradação Enzimática
Nitrogênio Não Protéico	NA	Solúvel
Proteína Solúvel (TBF)	NB1	Rápida
Proteína Solúvel (DN)	NB2	Variável
Proteína Insolúvel em DN e Solúvel em DA	NB3	Lenta
Proteína Insolúvel em DA	NC	Indigestível

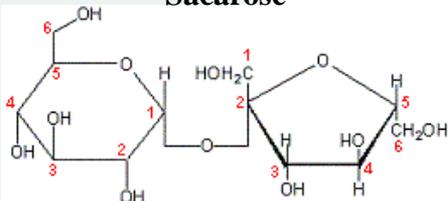
## FRAÇÕES NITROGENADAS



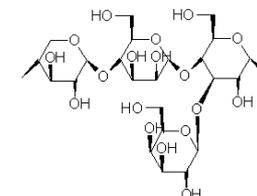
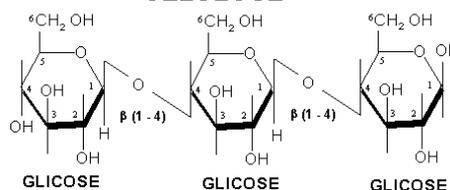
- ✳ **HIDRATOS DE CARBONO :  $C_n(H_2O)_m$**
- ✳ **CONSTITUEM DE 50 – 80% DA MS DAS PLANTAS E GRÃOS**
- ✳ **PRINCIPAL FONTE DE ENERGIA PARA RUMINANTES**



**Sacarose**



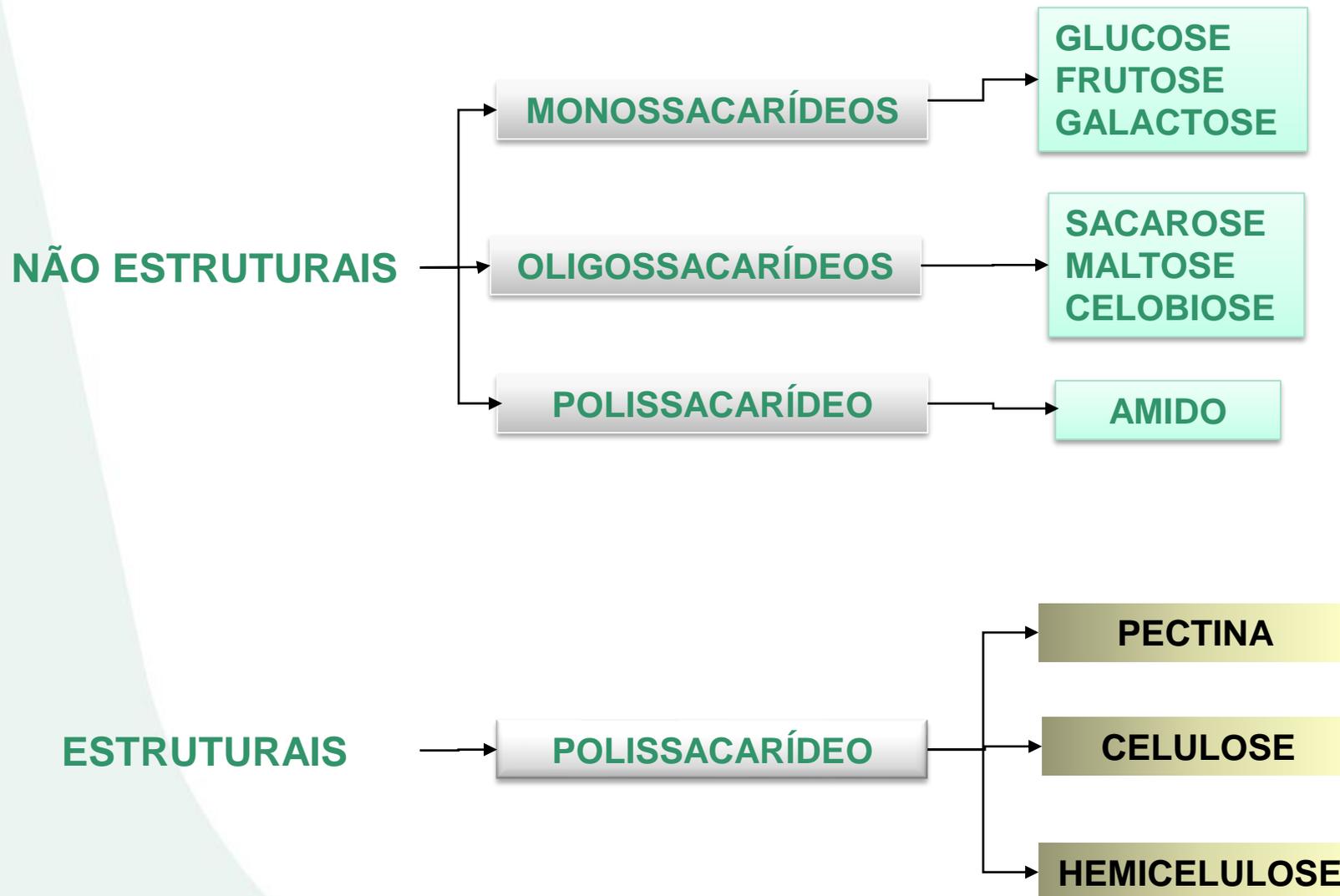
**CELULOSE**



- Xylose -  $\beta(1,4)$  - Mannose -  $\beta(1,4)$  - Glucose -  
-  $\alpha(1,3)$  - Galactose

**Hemicelulose**

## CLASSIFICAÇÃO



## DIGESTÃO DOS CARBOIDRATOS

CARBOIDRATO	COMPONENTES	DIGESTÃO	DIGESTIBILIDADE	PRODUTO
MALTOSE	GLUCOSE	MALTASE	COMPLETA	GLUCOSE
SACAROSE	GLUCOSE FRUTOSE	SUCRASE	COMPLETA	GLUCOSE FRUTOSE
LACTOSE	GLUCOSE GALACTOSE	LACTASE	COMPLETA	GLUCOSE GALACTOSE
AMIDO	GLUCOSE	AMILASE	ALTA	GLUCOSE
PECTINA	ARABINOSE GALACTOSE	FERMENTAÇÃO	ALTA	AGVs, BACTÉRIAS
CELULOSE	GLUCOSE	FERMENTAÇÃO	VARIÁVEL	AGVs, BACTÉRIAS
HEMICELULOSE	ARABINOSE, XILOSE MANOSE, GALACTOSE	FERMENTAÇÃO	VARIÁVEL	AGVs, BACTÉRIAS

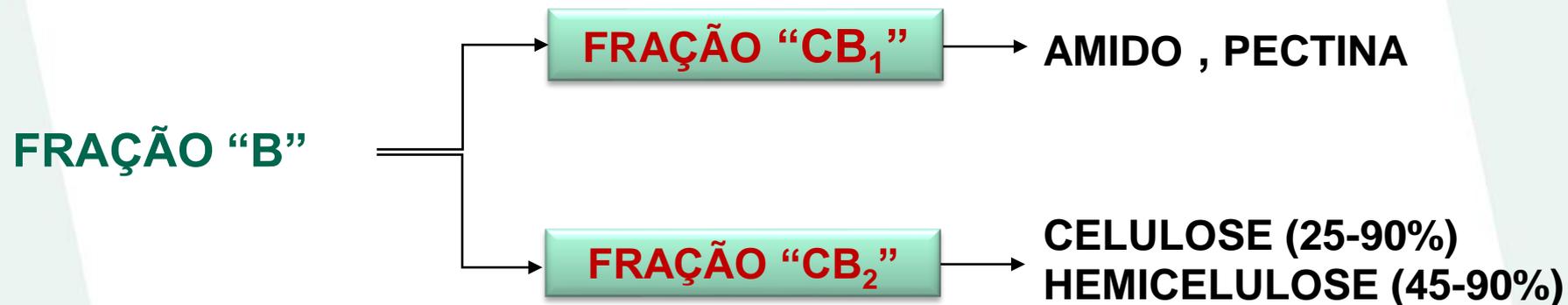
GALACTOSE  
 MANOSE  
 HEMICELULOSE ARABINOSE, XILOSE FERMENTAÇÃO VARIÁVEL BACTÉRIAS  
 AGVs

## Digestibilidade da celulose em vários materiais

Material	Digestibilidade de não-ruminantes (%)	Digestibilidade de ruminantes (%)	Proporção lignina/celulose <sup>a</sup>
Alfafa	20 – 30	40 – 60	0,18 – 0,30
Gramíneas de clima temperado	00 – 20	48 – 90	0,08 – 0,20
Gramíneas de clima tropical	00 – 20	30 – 60	0,11 – 0,24
Palhas	Desprezível	40 – 60	0,10 – 0,26
Casca de grão de soja	40	94	00 – 0,03
Casca de semente de algodão	Muito baixa	50	0,55
Casca de arroz	0	00	0,45
Jornal comum	0	23 – 27	0,34 – 0,43
Papeis	Baixa	20 – 90	00 – 0,50
Madeiras	0	00 – 40	0,30 – 0,60
Vegetais	40 – 80	90 – 100	00 – 0,05

## FRAÇÕES DOS CARBOIDRATOS

**FRAÇÃO “CA”** → **GLUCOSE,FRUTOSE,SACAROSE**



**FRAÇÃO “CC”** → **LIGNINA x 2,4**

# LIGNINA

## COMPOSIÇÃO

ÁCIDO *p*-COUMÁRICO  
ÁCIDO FERÚLICO  
ÁCIDO SINÁPICO

## FUNÇÃO

COMPONENTE ESTRUTURAL

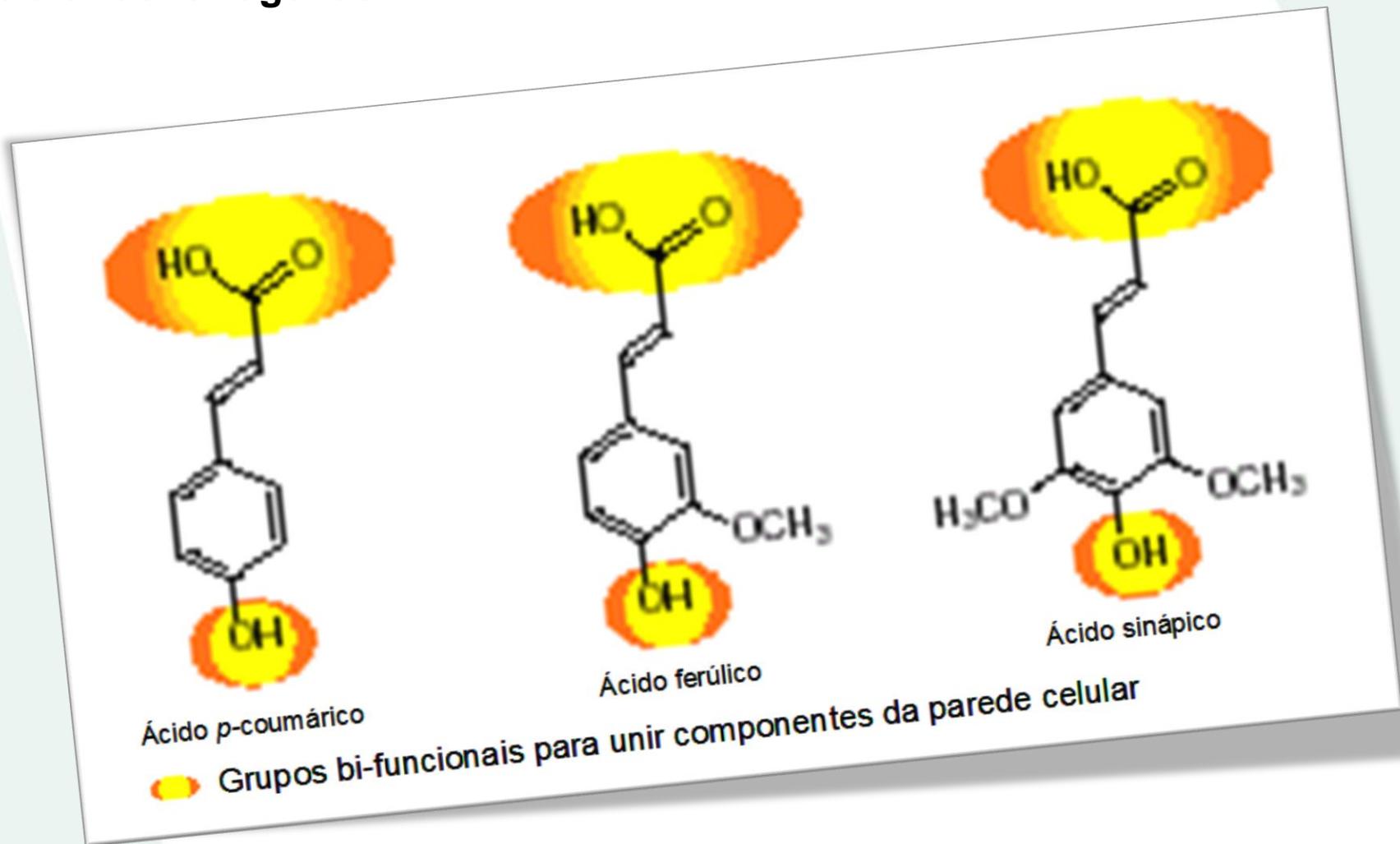
REDUZ A PERMEABILIDADE

## LIMITAÇÃO

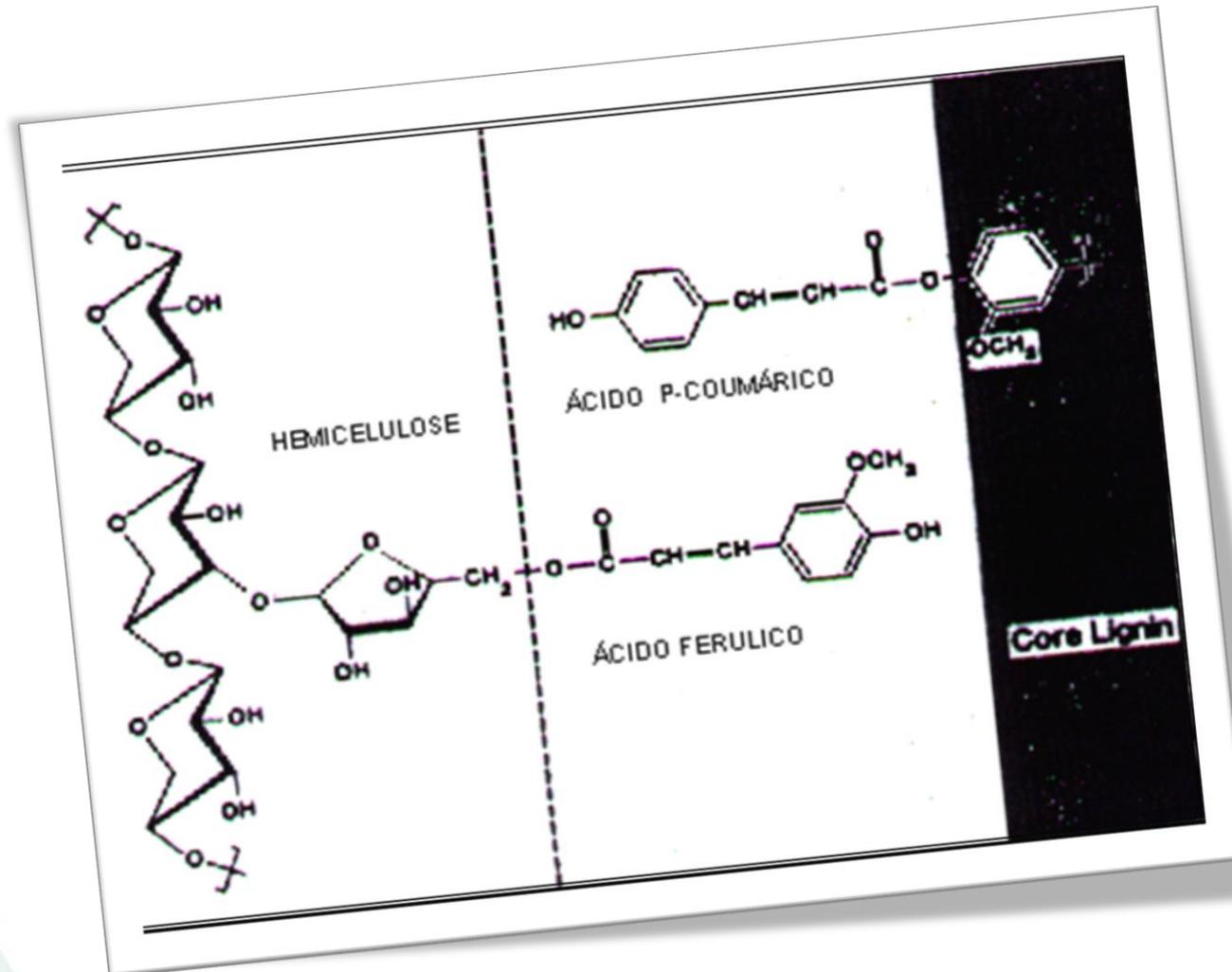
CORRELAÇÃO NEGATIVA  
COM A DIGESTIBILIDADE

ASSOCIAÇÃO COM  
CELULOSE E HEMICELULOSE

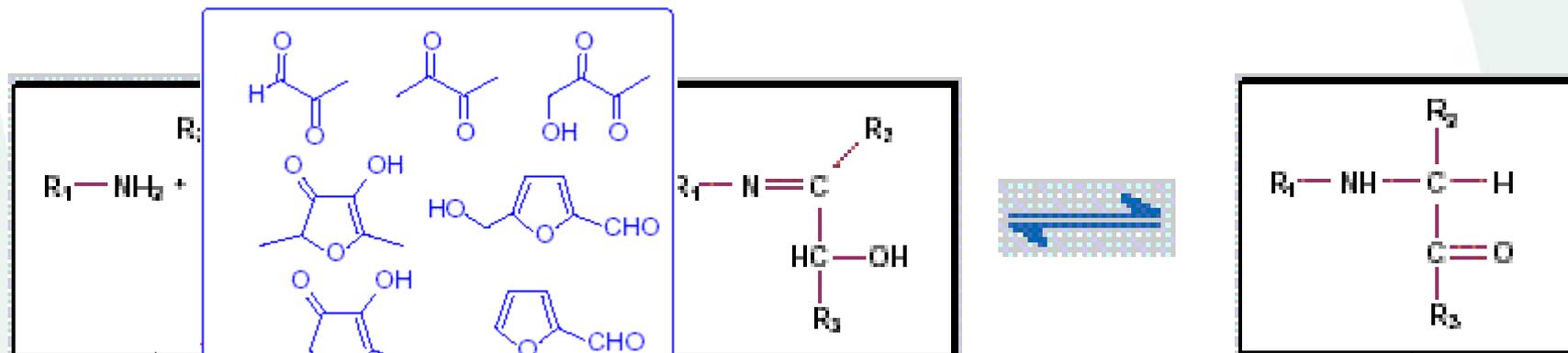
Estrutura química dos ácidos hidróxicinâmicos encontrados na parede celular de forrageiras



## LIGAÇÃO DA LIGNINA COM A HEMICELULOSE



# REAÇÃO DE MAILLARD



$R-NH_2 + AÇÚCAR REDUTOR$

BASE DE SHIFF

PRODUTO DE AMADORI

PRODUTOS INTERMEDIÁRIOS  $\longrightarrow$  MELANOIDINAS

POLÍMERO NITROGENOSO DE  
COLORAÇÃO ESCURA

## ASPECTOS NUTRICIONAIS

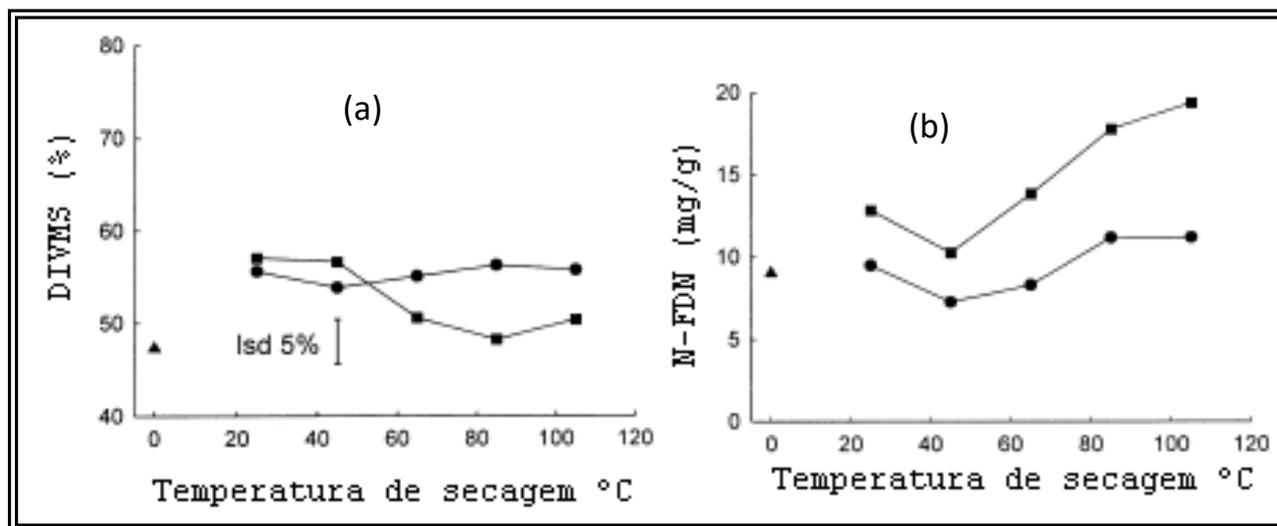
**REDUÇÃO DA BIODISPONIBILIDADE DOS AMINOÁCIDOS**

**DECRÉSCIMO DA DIGESTIBILIDADE DA PROTEÍNA E MATÉRIA SECA**

**FORMAÇÃO DE COMPOSTOS DE DEGRADAÇÃO QUE PODEM SER TÓXICOS**

## Efeito das condições de secagem em amostras de folhas de *Calliandra calothyrsus*

➔ *Forrageiras: Leguminosa*



● anaeróbica; ■ aeróbica: (a) N-FDN e (b) DIVMS

# BROMATOLOGIA

↳ **Ciência que estuda os alimentos**

## ANÁLISES BROMATOLÓGICAS

↳ **Obter a composição química dos alimentos**

## PRINCIPAIS PARÂMETROS

**Matéria Seca**  
**Proteína Bruta**  
**Fibras: FDN, FDA, FB**  
**Extrato Etéreo**  
**Matéria Mineral**

**OBJETIVOS DA SECAGEM**

**CONSERVAÇÃO**

**DIMENSÃO DA AMOSTRA**

**TAMANHO DE PARTÍCULAS**

**HOMOGEINIZAÇÃO**

## Métodos de Secagem

**LIOFILIZAÇÃO**

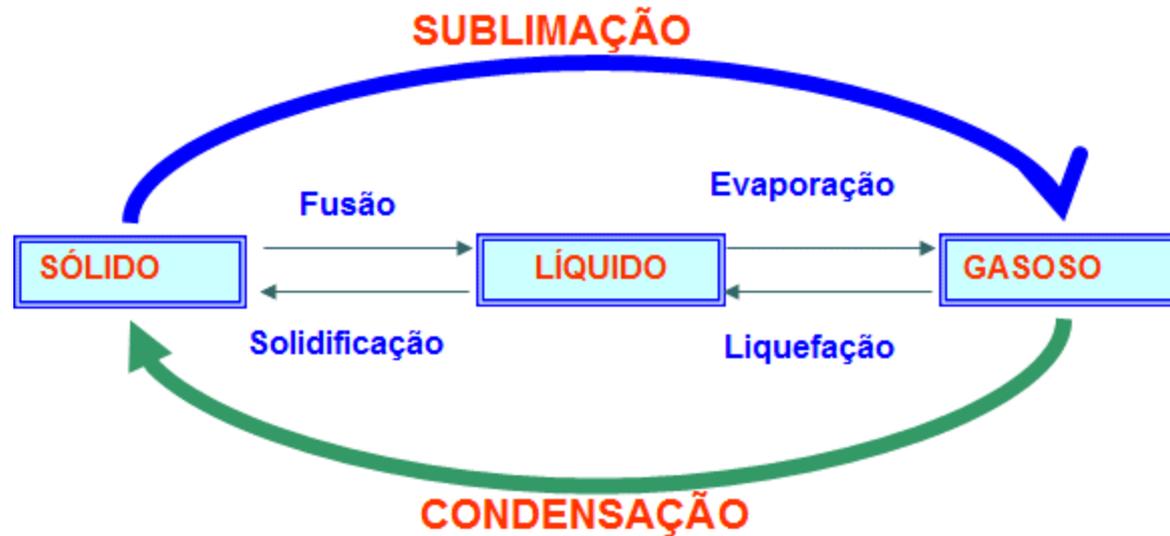
**ESTUFAS**

**MICROONDAS**

**INFRAVERMELHO**

**DESTILAÇÃO**

## Liofilização



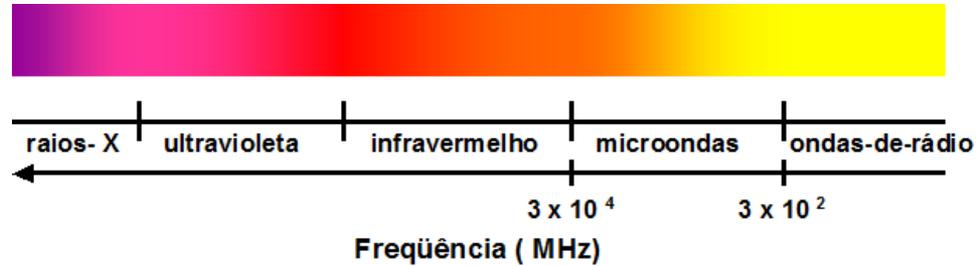
### Liofilização:

- 100 gramas de amostra
- congelar
- liofilizar aprox. por 12 h



## MICRO-ONDAS

As micro-ondas são ondas eletromagnéticas e, como tais, portadoras de energia.



### Forno de micro-ondas do tipo doméstico

Frequência

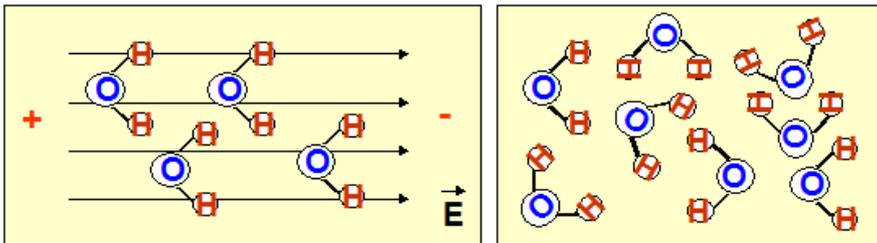
2450 MHz



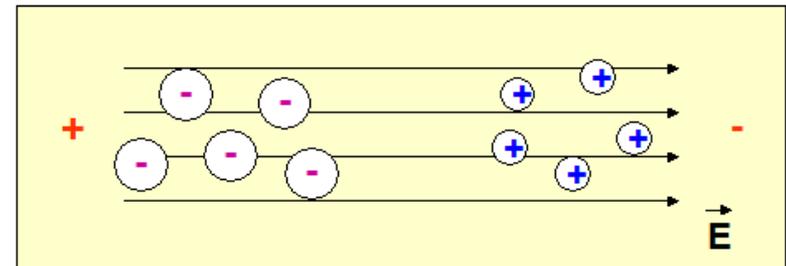
P = 600-700 watts

### Dois mecanismos

#### Rotação de dipolo



#### Migração iônica



## Determinação de matéria seca e umidade em solos e plantas com forno de microondas doméstico

### Resumo

Com o objetivo de reduzir o tempo de secagem de amostras de solos, gramíneas e silagens, foi desenvolvido um procedimento rápido e eficiente para a determinação do teor de matéria seca e de umidade em laboratórios de rotina, empregando forno de microondas doméstico. O procedimento proposto utiliza aproximadamente 15 g de amostra de solos e 20 g de amostra de forrageiras e silagens, picadas ou trituradas imediatamente após a coleta, para melhor homogeneização e maior representatividade. A secagem de solos em estufa (método normalmente empregado) requer pelo menos 12 horas para a completa desidratação, o que é obtido em cerca de 10 min quando a secagem é assistida por radiação de microondas. Para amostras de forrageiras e silagens, o tempo de secagem em estufa à temperatura de 105°C é de aproximadamente 12 horas e a temperatura de 65°C, ao redor de 72 horas, sendo que essa secagem pode ser realizada com radiação de microondas em 14 min. Quando comparada à secagem convencional, o emprego do forno de microondas apresentou alta correlação ao nível de 95% de confiança, com baixos coeficientes de variação (< 2%).

### Introdução

Um método rápido e confiável para determinação do teor de umidade e de matéria seca em amostras de solo, planta e silagem pode representar economia de tempo e energia, comparando-se com os métodos usualmente empregados para esses propósitos. Diversos trabalhos já foram descritos na literatura comparando a secagem por radiação de microondas com a realizada em estufa com circulação forçada de ar, em amostras variadas, como tomate, queijo, carnes, milho e forragem (Click & Baker, 1980; Verma & Noomhorm, 1983; Smith, 1983; AOAC, 1995a; AOAC 1995b). Chin et al. (1985) realizaram um estudo colaborativo entre 14 laboratórios procurando padronizar os resultados de secagem de tomate, a partir de amostras com diferentes teores de sólidos dissolvidos, encontrando resultados aproximados e comparáveis com o método oficial, que emprega secagem a vácuo. Em comum, esses trabalhos empregam forno de microondas caseiro e não há preocupação com relação à calibração do forno, para que haja correta transposição do método.



### Autores

Gilberto Burtini de Souza  
Técnico de Nível Superior da  
Embrapa Pecuária Sudeste,  
Rod. Washington Luís, km 234,  
C.P. 359, CEP: 13560-970, São Carlos,  
SP. Endereço eletrônico:  
gilberto@cpse.embrapa.br.

Ana Rita de Azevedo Nogueira  
Pesquisadora da Embrapa  
Pecuária Sudeste, Rod.  
Washington Luís, km 234,  
C.P. 359, CEP: 13560-970, São Carlos, SP.  
Endereço eletrônico:  
anarita@cpse.embrapa.br.

Joaquim Bartolomeu Rassin  
Pesquisador da Embrapa  
Pecuária Sudeste, Rod.  
Washington Luís, km 234,  
C.P. 359, CEP: 13560-970, São Carlos, SP.  
Endereço eletrônico:  
rassin@cpse.embrapa.br.

# MICRO-ONDAS

### PONTOS FORTES

- ✓ Facilidade de adoção pelo usuário.
- ✓ Redução do tempo de análise.
- ✓ Redução do gasto de energia.
- ✓ Baixo custo.
- ✓ Pode ser realizada na própria propriedade.

### COMO FAZER

1. Pesar a bandeja plástica (peso A);
2. Adicionar de 80 a 100 g de forragem e pesar (peso B);
3. Secar em forno de micro-ondas doméstico, com o seguinte esquema de aquecimento: 3 min a 20% da potência máxima, 10 min a 100% da potência máxima e 5 min a 50% da potência máxima;
4. Retirar a bandeja do forno, colocar amostra na caixa plástica (2 min), pesar, homogeneizar o material e aquecer novamente por 1 min na potência máxima;
5. Retirar novamente a bandeja do forno e pesar a amostra seca (peso C);
6. Repetir as operações 4 e 5, até que o peso da amostra fique constante;
7. Calcular a matéria seca (MS) pela equação:  $MS (\%) = (C - A) \times 100 / (B - A)$ .

### MATERIAIS NECESSÁRIOS:

- ✓ Forno de micro-ondas doméstico.
- ✓ Balança analítica com 2 casas decimais.
- ✓ Caixa plástica com tampa.
- ✓ Bandeja plástica medindo aproximadamente 20 cm x 20 cm.

### INFORMAÇÕES IMPORTANTES

1. Quanto menor for a amostra analisada, tanto maior deve ser a precisão da balança. O ideal é utilizar balança com capacidade mínima de pesagem de 0,1 grama.
2. Durante a secagem do material, deve-se deixar um copo com água dentro do forno de micro-ondas, para evitar que o forno queime.
3. Para haver melhor distribuição da radiação, é importante o uso do prato de vidro do aparelho, que promove a circulação da amostra dentro do forno.
4. O esquema de aquecimento proposto no item 3 deve ser seguido para evitar que o material queime dentro do forno (no forno de micro-ondas utilizado para o desenvolvimento do método, esses valores corresponderam à potência real de trabalho de 165, 626 e 338 W, respectivamente).
5. Em fornos de micro-ondas com apenas 3 níveis de potência (baixa, média e alta), entende-se que o nível baixo equivale a 20% da potência máxima, o nível médio a 50% da potência máxima e o nível alto a 100% da potência máxima.

SOUZA, G. B.; NOGUEIRA, A. R. A.; RASSINI, J. B. Determinação de matéria seca e umidade em solos e plantas com forno de microondas doméstico. São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 2002. 9p. (Embrapa Pecuária Sudeste. Circular Técnica, 33).

<https://www.embrapa.br/pecuaria-sudeste/busca-de-publicacoes/-/publicacao/46448/determinacao-de-materia-seca-e-umidade-em-solos-e-plantas-com-forno-de-microondas-domestico>

<https://www.embrapa.br/pecuaria-sudeste/busca-de-publicacoes/-/publicacao/47320/teor-de-materia-seca-em-amostras-de-plantas-determinacao-com-forno-de-microondas-domestico>

## ESTUFAS

Fatores que influenciam na secagem



Temperatura

Tempo

Circulação do ar

Tamanho de partículas da amostra

Quantidade de água

Pré-secagem

- Processo indicado para materiais com umidade acima de 15%.
- Retira aprox. 95% da água

Estufa com circulação de ar: T - 50, 60° C

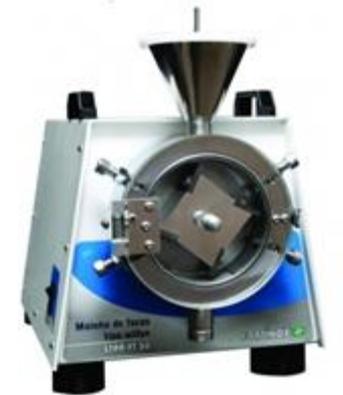
- 100 – 200 gramas de amostra
- aproximadamente por 48 h



## OBJETIVO

Obter amostra representativa para análise

- Homogeneizadores em Y
- Moinho de facas
- Moinho ultracentrífugo
- Moinho criogênico
- Almofariz
- Moinho de bolas



# Homogeneidade e Moagem

- **Homogeneização da amostra**
- **Redução do tamanho de partículas**
- **Partículas que passam em peneira de 1 mm**

## CUIDADOS

- Adequação do tipo de moinho
- Segregação da amostra
- Aquecimento da amostra durante a moagem
- Limpeza do moinho para evitar contaminação
- Ajuste da rotação: 6.000 - 18.000 rpm

# Proteína Bruta

## N X 6,25

100g de proteína  $\longrightarrow$  16g N

X  $\longrightarrow$  1g N

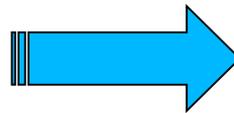
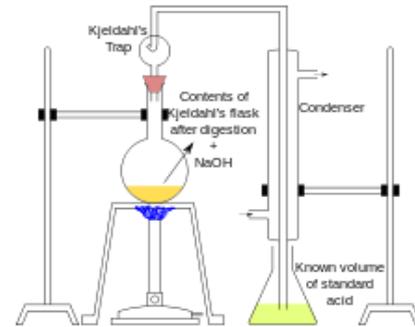
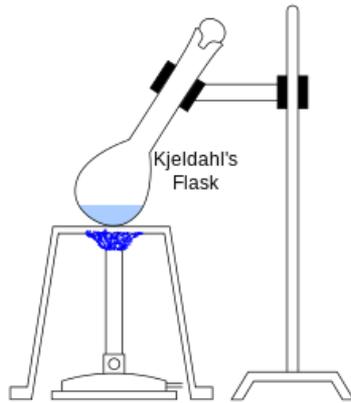


$$X = \frac{100}{16} = 6,25$$

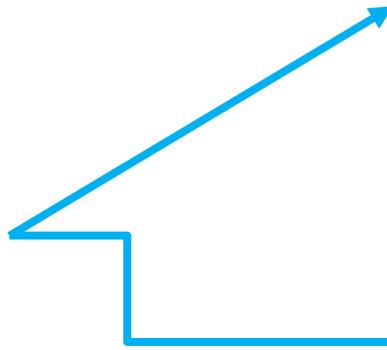


$$\%PB = 6,25 \times \%N$$

Material	Fator geral = 6,25
<b>Origem Animal</b>	
Ovos e produtos	6,25
Gelatina / couro	5,55
Carne e produtos	6,25
Peixe e animais marinhos	6,25
Leite e derivados	6,38
<b>Grãos e cereais</b>	
Cevada, Aveia e Centeio	5,83
Milho	6,25
Arroz	5,95
Trigo	5,70
Farelo de trigo	6,31
Caroço de algodão	5,30
<b>Outros</b>	
Vegetais e produtos (exceto soja)	6,25
Feijões	6,25
Soja e produtos	5,71



# Método Kjeldahl



# Método Dumas

## Etapas

Massa da amostra: 100-500 mg levada a combustão na presença de O<sub>2</sub> e liberação de CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O e NO<sub>x</sub>

Determinação de N total, após combustão da amostra 700 – 800 °C em detector de condutividade térmica (TCD): NO<sub>x</sub> → N<sub>2</sub> → TCD

N determinado e convertido em teor de proteína

Detector calibrado com EDTA ou outro composto puro com concentração de N conhecida

## Vantagens

Mais rápido que Kjeldahl < 4 min por medida; Kjeldahl 1-2 h

Não requer compostos tóxicos nem catalisadores

Permite automatização (até 150 amostras)

Aplicável a todos os tipos de alimentos

## Desvantagens

Custo inicial elevado

Determinação de N proteico e não proteico

Requer amostras pequenas

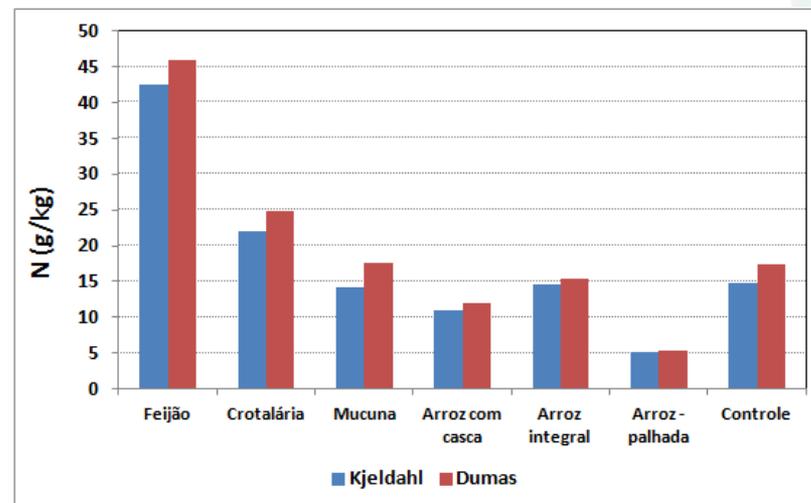
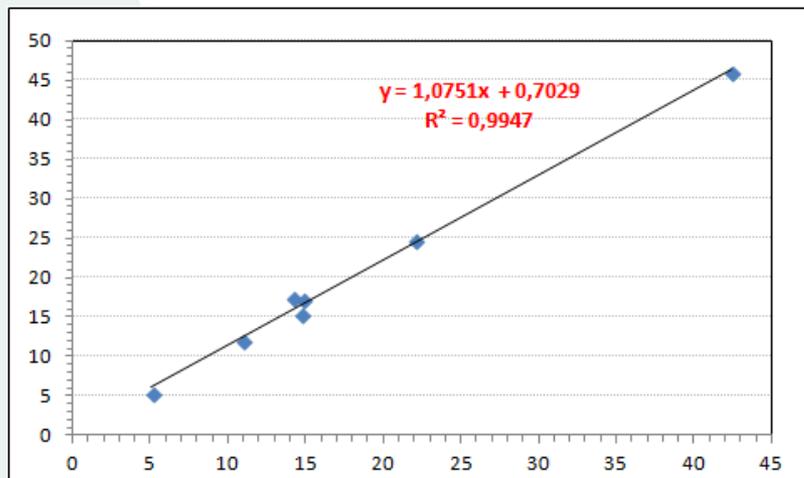
Difícil obter amostras representativas



## Análise de nitrogênio total em amostras de tecido vegetal pelos métodos de Dumas e Kjeldahl

Diego Armando da Silva Costa<sup>1</sup>, Wesley Gabriel de O. Leal<sup>2</sup>

Amostra	Método de Dumas			Método de Kjeldahl			Teste t
	N(g/kg)	Desvio	CV%	N(g/kg)	Desvio	CV%	
Feijão	45,94	0,45	1,0	42,45	0,29	0,7	0,377
Crotalária	24,76	0,33	1,3	22,03	0,17	0,8	0,260
Mucuna	17,54	0,24	1,4	14,15	0,27	1,9	0,254
Arroz com casca	12,04	0,09	0,7	10,95	0,09	0,8	0,089
Arroz integral	15,42	0,22	1,4	14,67	0,28	1,9	0,248
Arroz - palhada	5,38	0,19	3,6	5,08	0,28	5,5	0,241
Controle	17,36	0,21	1,2	14,86	0,20	1,3	0,203



Group	N recovery by Kjeldahl digestion
Azides (MeN <sub>3</sub> )	Recovery approx. 20% <sup>2</sup>
Azo compounds (-N=N-)	only partly <sup>3</sup>
Carbamine group	very good
Heterocycles	The higher the resonance stability the worse
Hydrazine (NH <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub> )	30-54%
Imides, oximes	up to 100%
Nitrates	1%
Nitrides	10%
Nitrites (Me-NO <sub>2</sub> )	0%
Nitro (R-NO <sub>2</sub> )	50%
Purines (uric acid, guanine, caffeine)	100%
Acid amides	100%

Table 8:

Nitrogen containing groups and typical recovery rates for nitrogen by means of Kjeldahl digestion.

<sup>2</sup> Produces explosive HN<sub>3</sub>

<sup>3</sup> Produces nitrogen N<sub>2</sub>

## Sugestões para CQ

**Amostra Padrão:** 3 a 4 kg de material; analisar com 15 a 20 repetições independentes; fazer a média e desvio-padrão dos resultados; considerar o intervalo aceitável =  $\pm 2,0$  SD.

**Padrão Químico (>99,7%):** Cloridrato de Lisina-HCl; Triptofano-L; Sais de Amônio (NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, Sulfato de Amônio); Uréia.

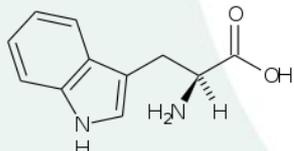
↳ Recuperação = >99%

## Repetibilidade:

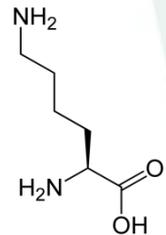
<20 de PB = 0,2% (valor absoluto)

>40% de PB = 0,4% (valor absoluto)

>20% e <40% = 1% (valor relativo)



**Triptofano-L**



**Lisina-L**

## Avaliação da repetibilidade e reprodutibilidade de métodos de proteína bruta: estudo colaborativo

Tabela 1. Teores médios de proteína bruta sob condições de repetibilidade.

Matriz	Kjeldhal	Dumas	NIRS	F Crítico	F	$p > 0,05$
A	7,77	7,82	7,63	2,67	0,43	0,661
B	14,77	15,09	14,74	2,57	2,53	0,103
C	19,08	19,16	19,55	2,64	0,90	0,427
D	44,60	45,20	44,91	3,49	1,49	0,265
E	63,84	65,07	64,22	3,89	2,31	0,142
F	90,22	92,39	90,10	-	-	

A= Milho; B= Farelo de trigo; C= Ração Bovinos; D= Farelo de Soja; E= Farelo de vísceras; F= Hemoglobina

## Avaliação da repetibilidade e reprodutibilidade de métodos de proteína bruta: estudo colaborativo

Tabela 2. Média dos laboratórios dos valores dos índices de repetibilidade.

Método	A	B	C	D	E	F
Kjeldhal	0,42	0,40	0,48	0,66	0,67	0,79
Dumas	0,18	0,19	0,44	0,43	1,16	0,91
NIRS	0,12	0,22	0,26	0,25	0,28	0,16

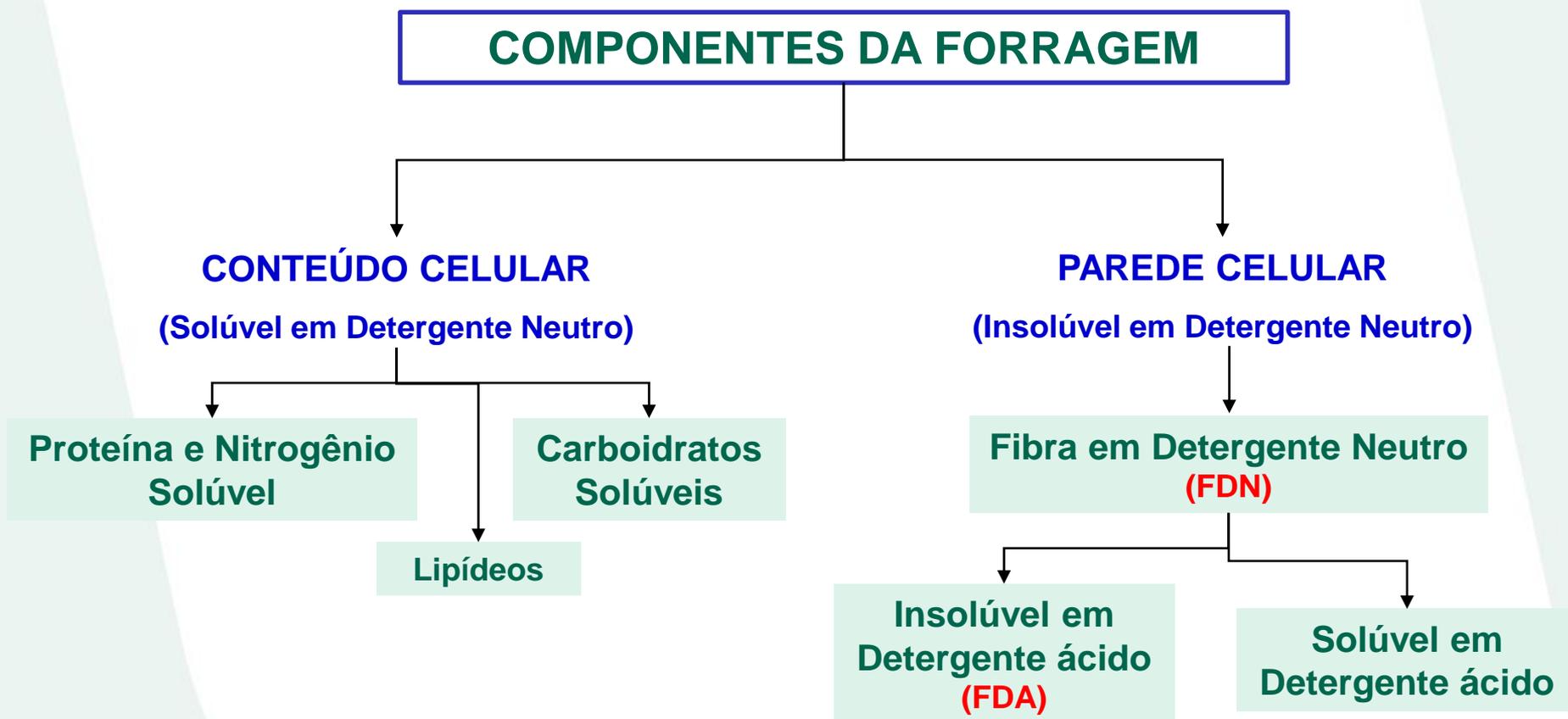
A= Milho; B= Farelo de trigo; C= Ração Bovinos; D= Farelo de Soja; E= Farelo de vísceras; F= Hemoglobina

Tabela 3. Valores dos índices de reprodutibilidade.

Matriz	KJ	Dumas	NIRS
A	0,46	0,20	0,25
B	0,57	0,52	0,33
C	0,59	0,48	0,40
D	0,81	0,66	0,51
E	2,41	1,04	0,67
F	2,03	1,06	0,33

A= Milho; B= Farelo de trigo; C= Ração Bovinos; D= Farelo de Soja; E= Farelo de vísceras; F= Hemoglobina

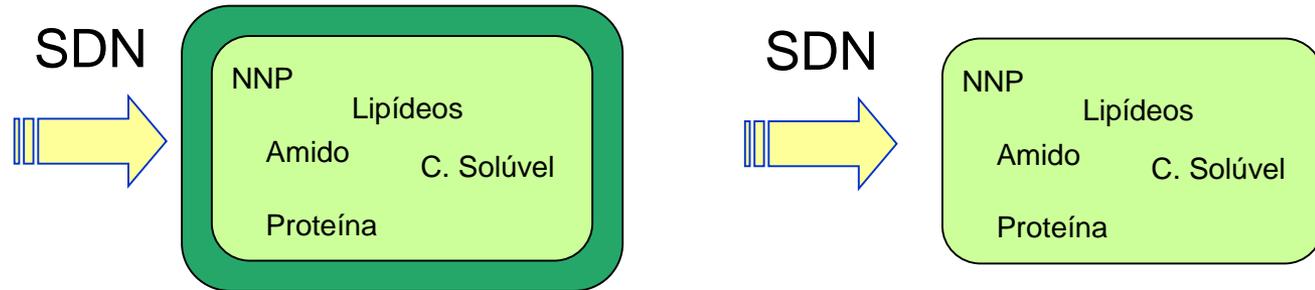
## Parede Celular: FDN e FDA



## solubilização do conteúdo celular

- solução de lauril sulfato de sódio
- tampão a pH 7,0
- fração insolúvel = parede celular

{ Hemicelulose, celulose, lignina, proteína insolúvel , cinzas }



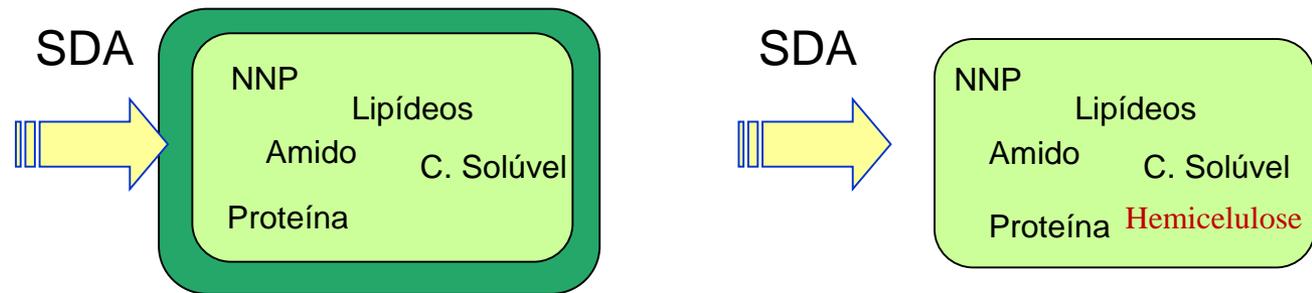
$$\% FDN = \frac{[(FDN + SAQ) - SAQ]}{Amostra}$$

# Fibra em Detergente Ácido (FDA)

## solubilização do conteúdo celular + Hemicelulose

solução de brometo de cetil trimetilamônio em  $H_2SO_4$

- fração insolúvel = parede celular  
{celulose, lignina, proteína danificada pelo calor, nitrogênio associado a lignina e cinzas}



$$\% FDA = \frac{[(FDA + SAQ) - SAQ]}{Amostra}$$

# Fibra em Detergente Neutro (FDN)

Van Soest 1963: avaliação da solução de Lauril Sulfato de Sódio em tampão borato-EDTA para remoção do nitrogênio em amostras de feno de alfafa.

Tratamento	Resíduo Insolúvel (%)	Nitrogênio Residual (%)	NT Dissolvido (%)
Lauril 3% + 16h – 30°C	52,2	1,09	66
Lauril 3% + 1h em refluxo	52,8	0,98	70
Lauril 3% + aquecimento e agitação 10 min	43,5	0,50	85
Lauril 3% + aquecimento e agitação 10 min (agitação com Polytron)	42,2	0,54	83
Refluxo com água + 1h	63,9	2,19	33
Pepsina + 20h + 45°C	49,5	0,58	82
Pepsina + 40h + 45°C	49,0	0,46	86

VAN SOEST, P.J. 1963 Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. A rapid method for the determination of fiber and lignin. J. Assoc. Official Agr. Chem. 46(5):829-835.

Van Soest 1963: avaliou também:

## Detergentes Aniônicos

- Lauril Sufato de Sódio (SLS)
- Sodium Aryl Alkyl Sulfonato (SAAS)
- Ox Bile
- Sodium Myristate



- Solução à 2%
- Refluxo por 1h

## Detergentes Catiônicos

- Cetyl Peridinium Chloride (CPC)
- Cetil Trimethylammonium Bromide (CTAB)
- Lauriyl Amine



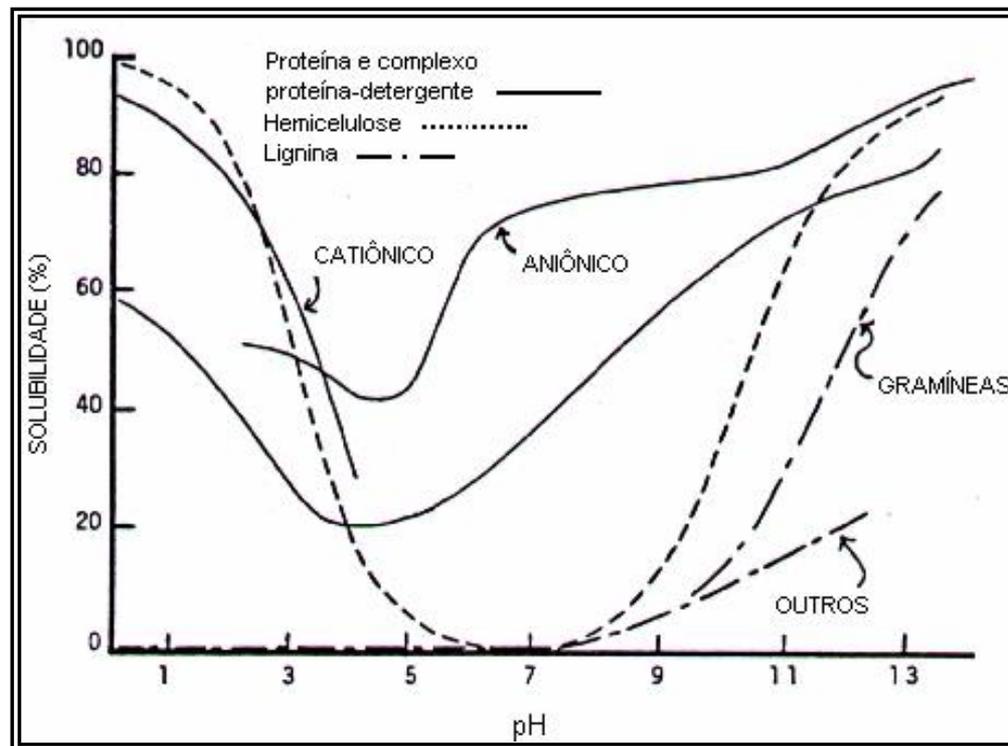
- $\text{Na}_2\text{CO}_3$  – 1N
- EDTA-Borato – pH 7,4
- Tampão Acetato pH 4,8
- Tampão Citrato pH 3,4
- Ácido Lático 1N, pH 2,1
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N

## Detergentes Não Iônicos

- Tween 21
- Tween 80
- Diethyleneglycol Monolaurate

# Fibra em Detergente Neutro (FDN)

Van Soest 1963: avaliou também:



- Detergentes aniônicos: remove N a pH mais altos = FDN
- Detergentes catiônicos: remove N a pH mais baixo = FDA

# Fibra em Detergente Neutro (FDN)

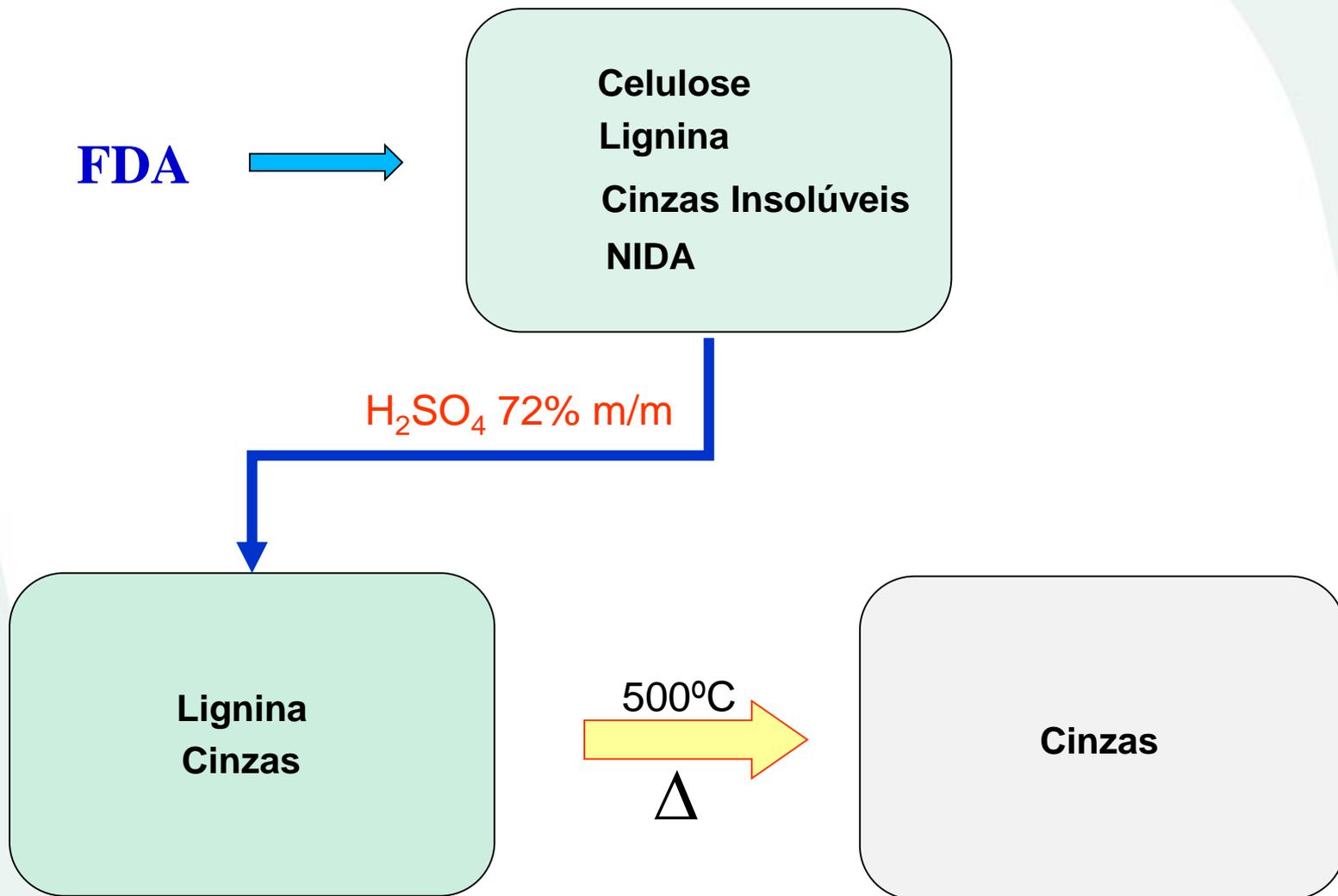
Van Soest 1991: OUTRAS CONSIDERAÇÕES

- **Uso do Sulfito de Sódio:** remoção de resíduos de queratina de origem animal
- **Uso de EDTA- $\text{Na}_2$ :** impedir a interferência de íons de metais pesados e alcalinos terrosos e remover a pectina
- **Trietileno glicol:** remoção de materiais não fibrosos
- **Acetona:** remoção de pigmentos
  
- **Interferência de Lipídeos (>10%):** breve aquecimento com etanol
- **Interferência do Amido e outros polissacarídeos solúveis em água:** uso de amilase termoestável e ureia 8 mol/L<sup>-1</sup>

**Amilase: Termamyl 120L → Liquozyme® Supra 2.2X**



# Determinação de Lignina



## Observações:

- Concentração do  $\text{H}_2\text{SO}_4 = 72\%$  (d:  $1,634 \text{ g/cm}^3$ )
- $\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 15^\circ \text{ C}$

# EXTRATO ETÉREO

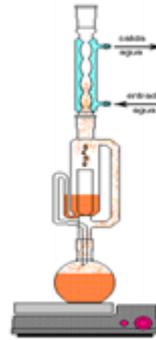
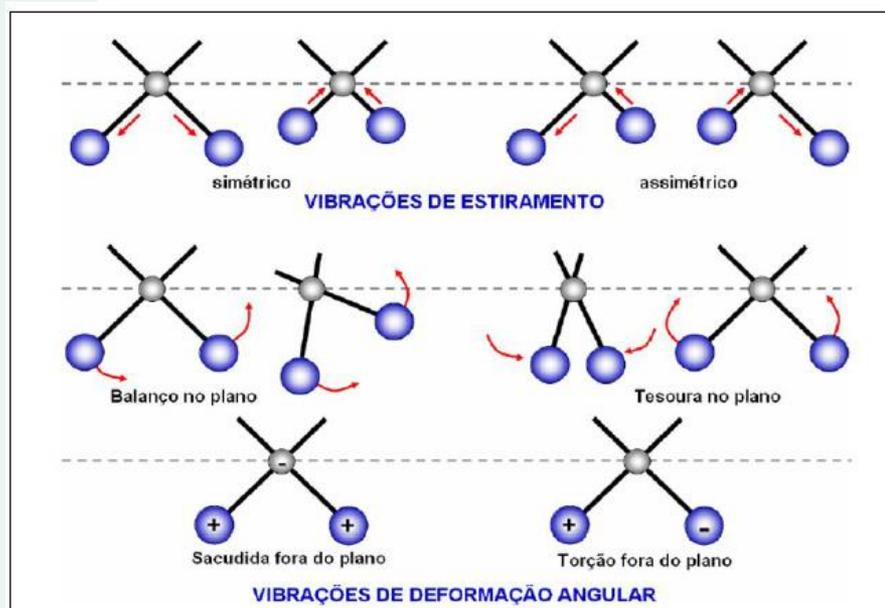


Fig. 3. Esquema de extracción Soxhlet.



Região	Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Comprimento de onda (nm)
NIR	12.800 - 4000	780 - 2500
MIR	4000 - 400	2500 - 5000
FIR	200 - 10	5000 - 100.000

Para que haja absorção da radiação IV é necessário que a molécula apresente variações no momento de dipolo como consequência do movimento vibracional ou rotacional

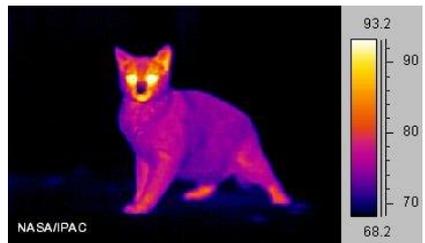
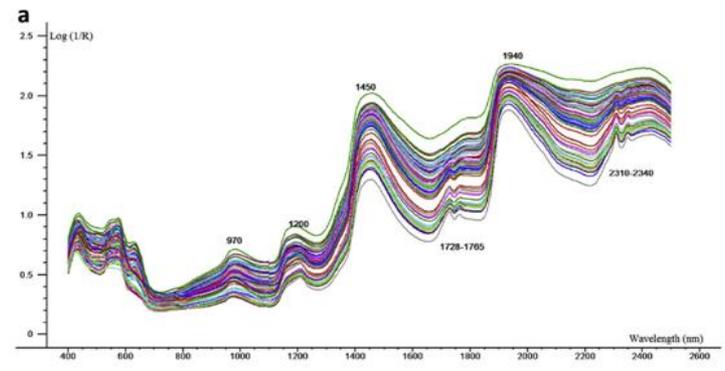


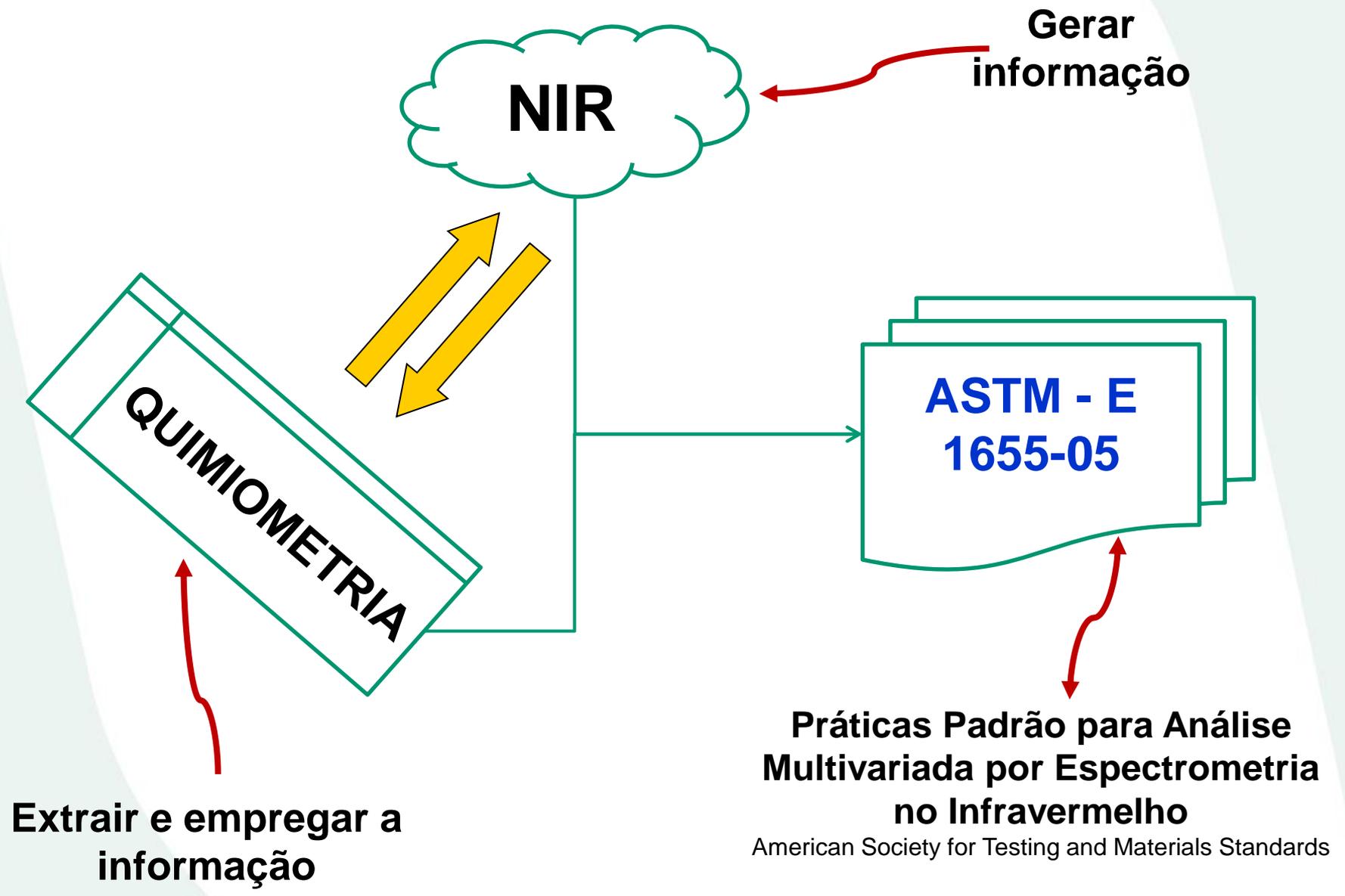
Bandas de absorção associadas principalmente a sobretons e combinações de vibrações fundamentais de ligações:

**N-H, C-H, O-H e S-H**

# ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO - NIRS

Comprimento de Onda, nm 	2500	<b>C - H</b>	Combinação de Vibrações	
	2200	<b>O - H   N - H</b>	Combinação de Vibrações	
	1800	<b>C - H</b>	Primeiro Sobretom	
	1600	<b>N - H   O - H</b>	Primeiro Sobretom	
	1420	<b>C - H</b>	Sobretom de Combinações	
	1300	<b>C - H</b>	Segundo Sobretom	
	1100	<b>N - H   C - H</b>		Terceiro Sobretom
	900			
800				





Gerar informação

NIR

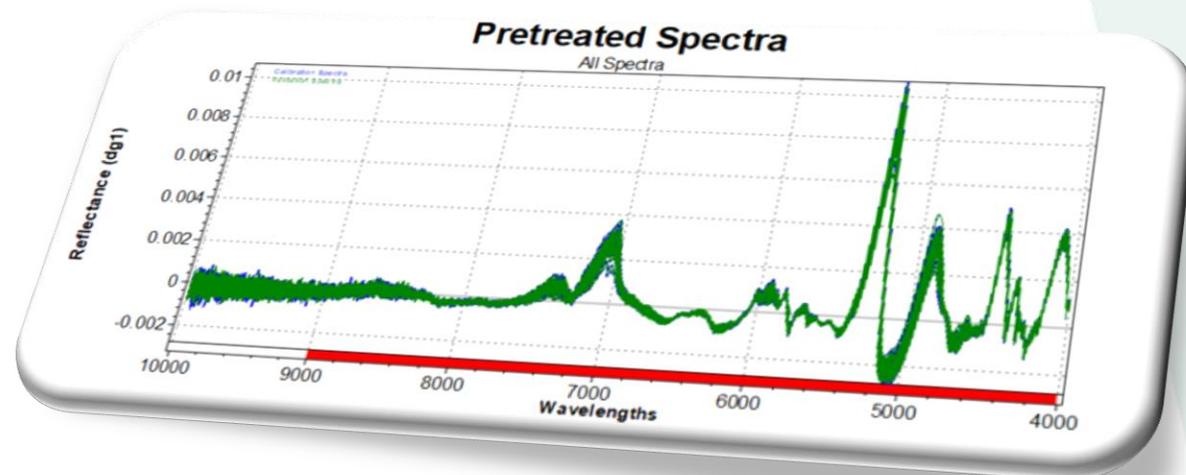
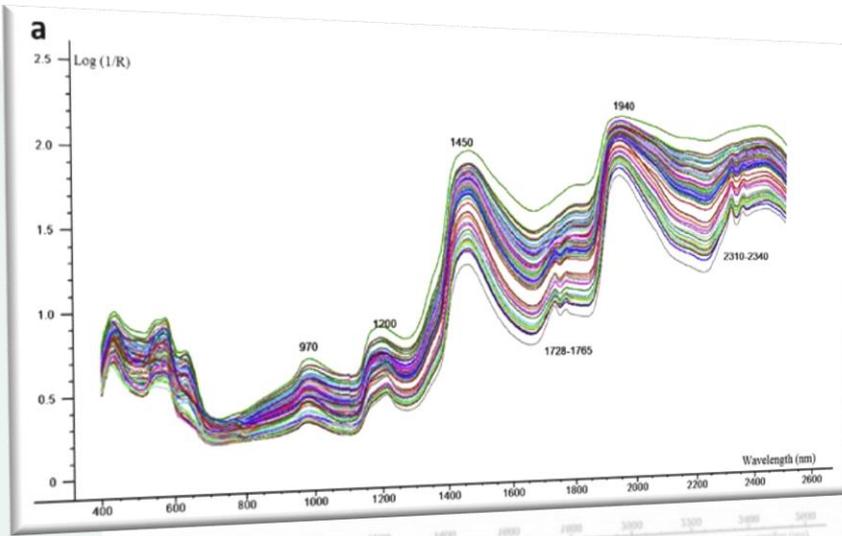
QUIMIOMETRIA

Extraír e empregar a informação

ASTM - E 1655-05

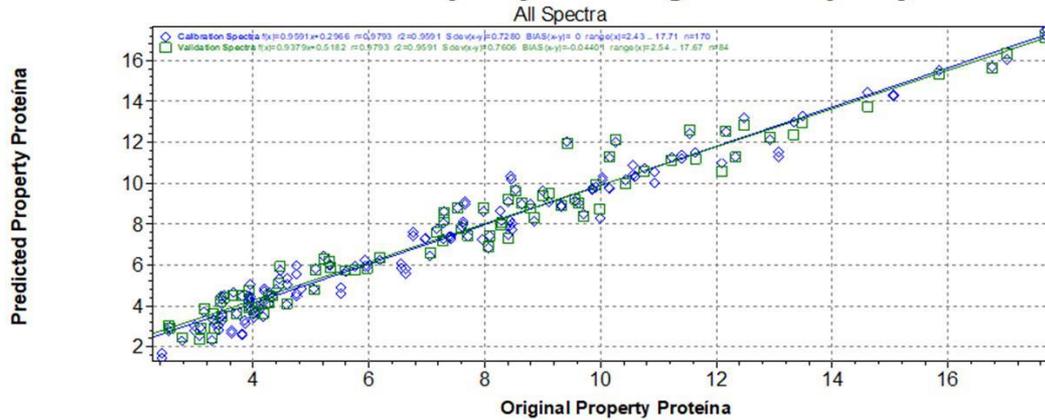
Práticas Padrão para Análise Multivariada por Espectrometria no Infravermelho  
American Society for Testing and Materials Standards

# PRÉ-PROCESSAMENTO DE DADOS

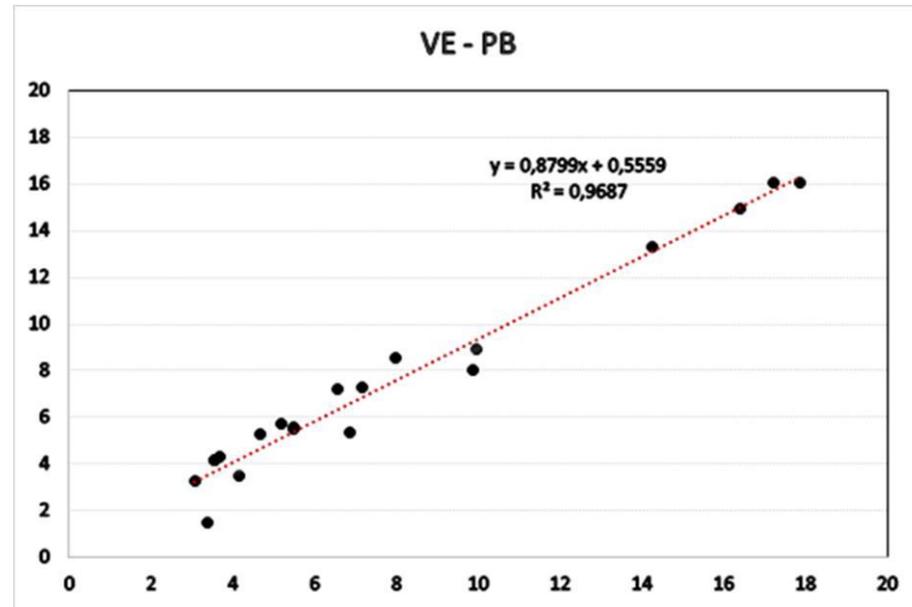
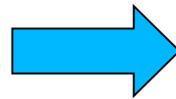


# CALIBRAÇÃO X VALIDAÇÃO INTERNA

## Predicted Property vs. Original Property



**VALIDAÇÃO  
EXTERNA**



**Obrigado**  
gilberto.souza@embrapa.br



MINISTÉRIO DA  
**AGRICULTURA, PECUÁRIA  
E ABASTECIMENTO**

