

# 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

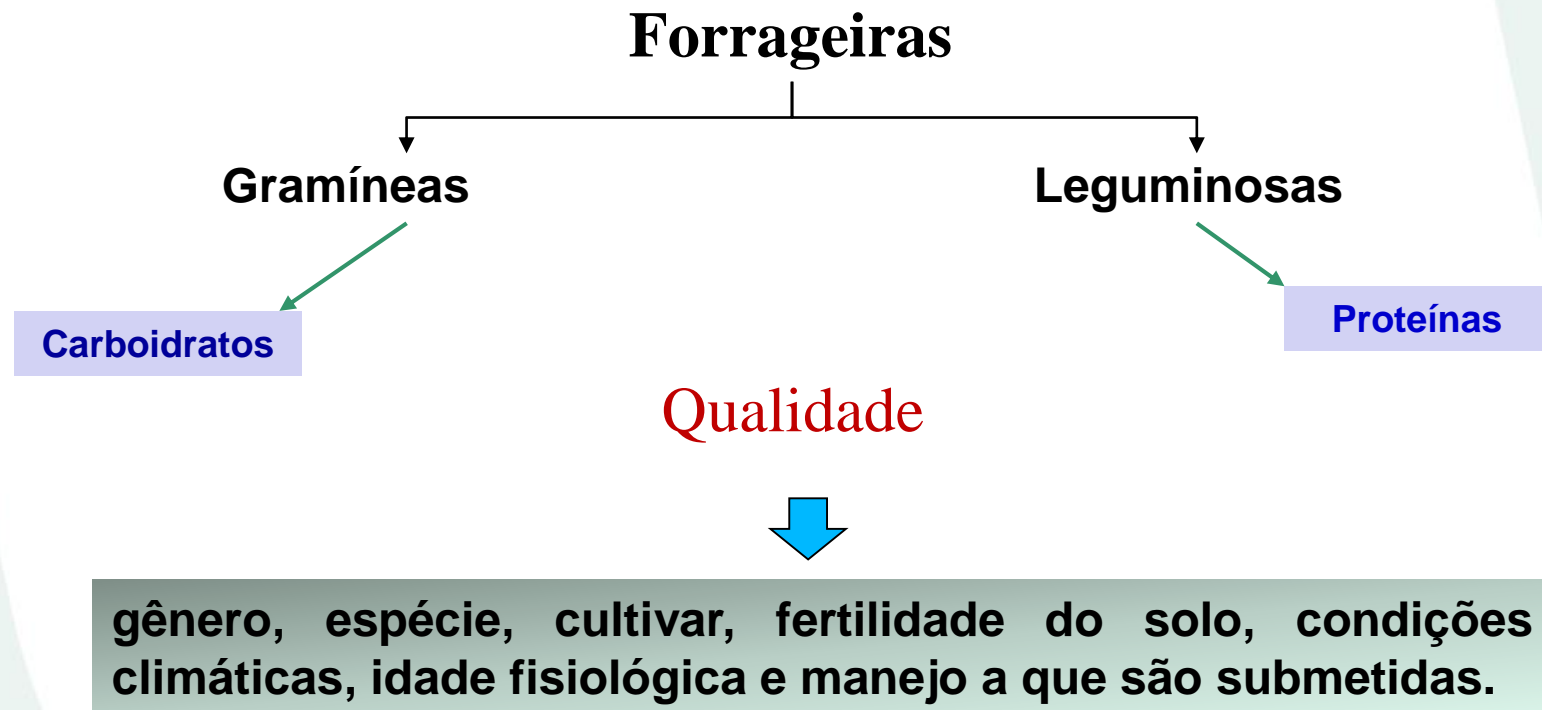
- ✓ Tortas de Algodão, Farelos de Soja
- ✓ Milho, Farelo de Trigo, Farelo de Arroz

### 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**

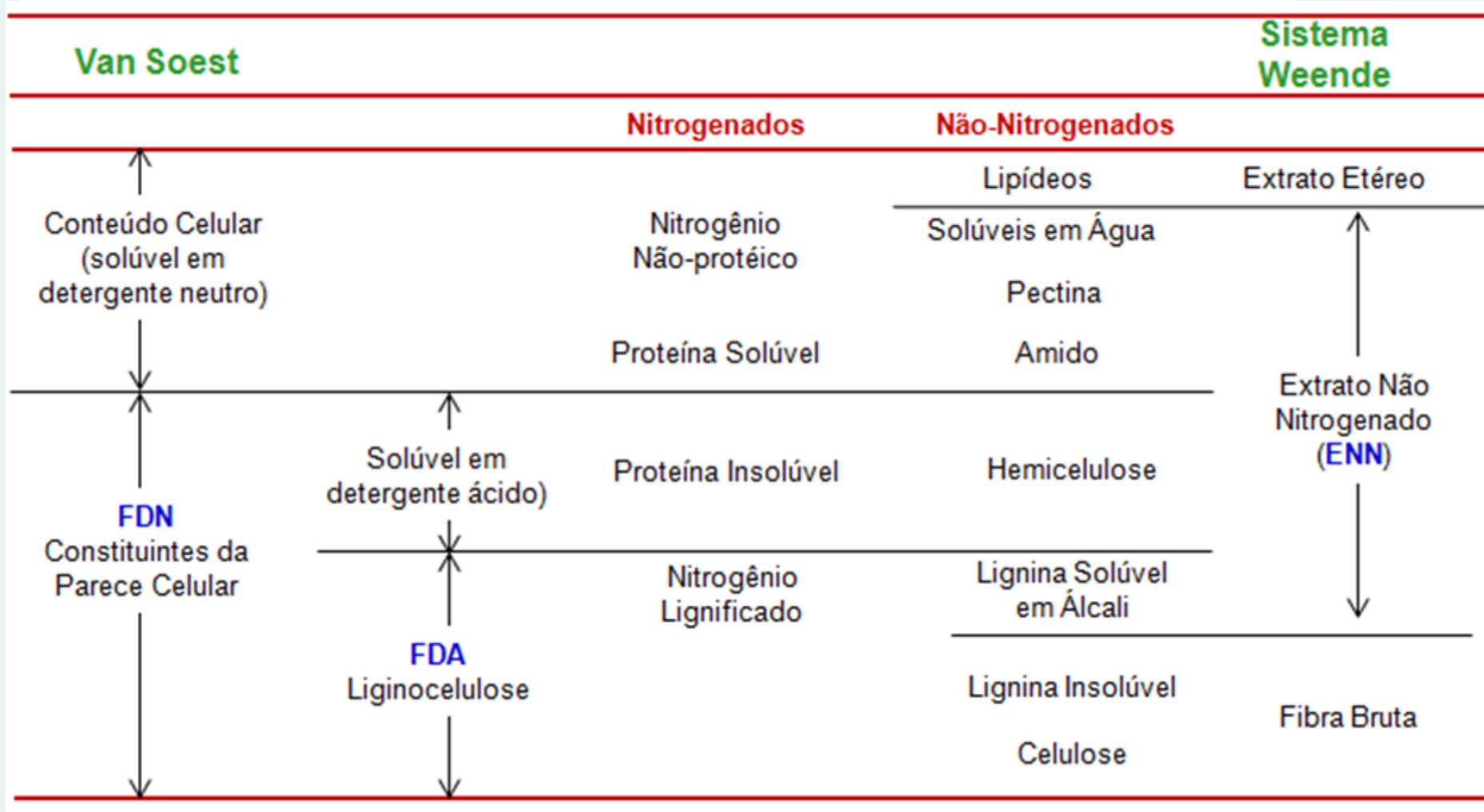
**CARBOIDRATOS**

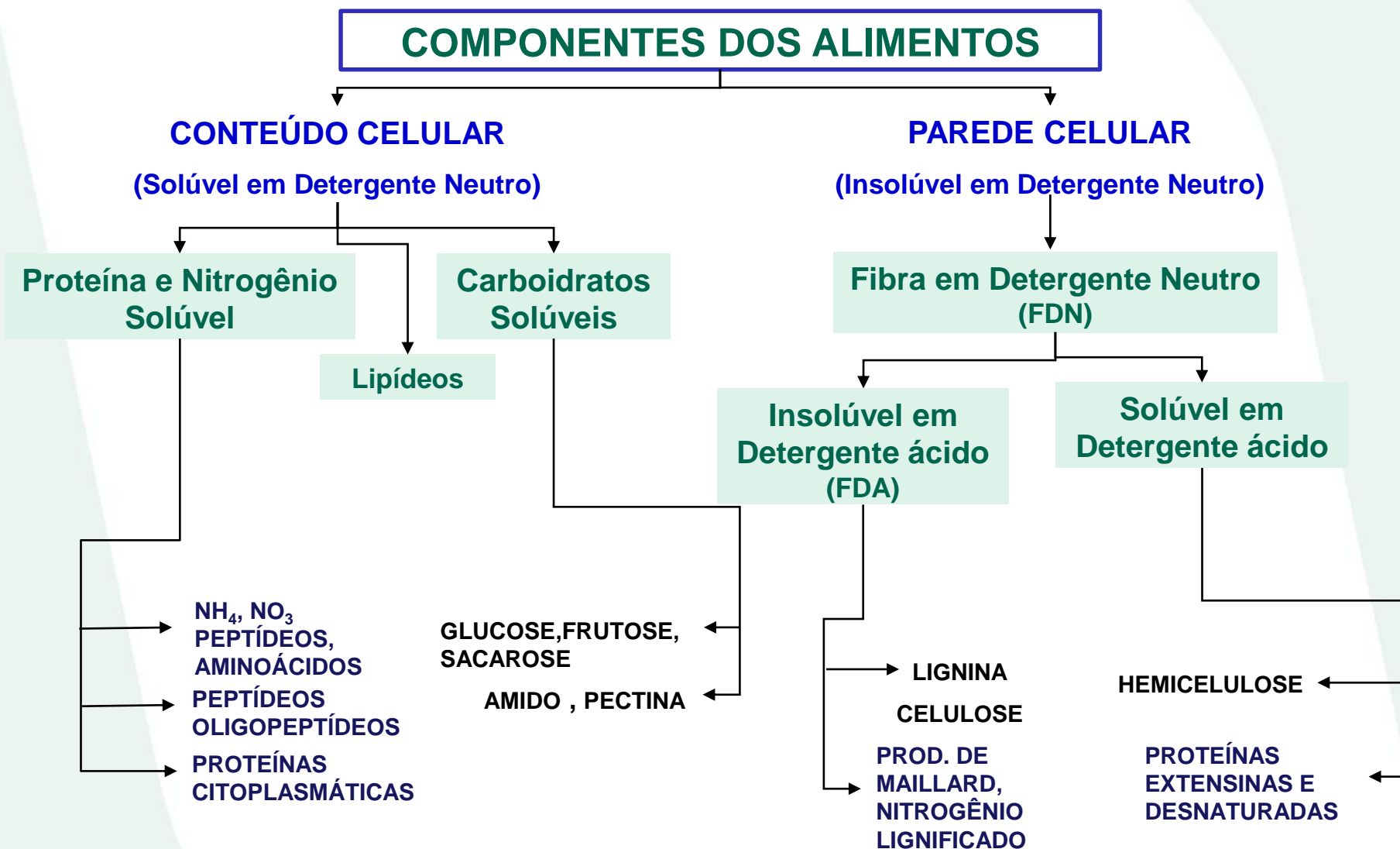
**GORDURAS**

**CINZAS**

**ÁGUA**

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

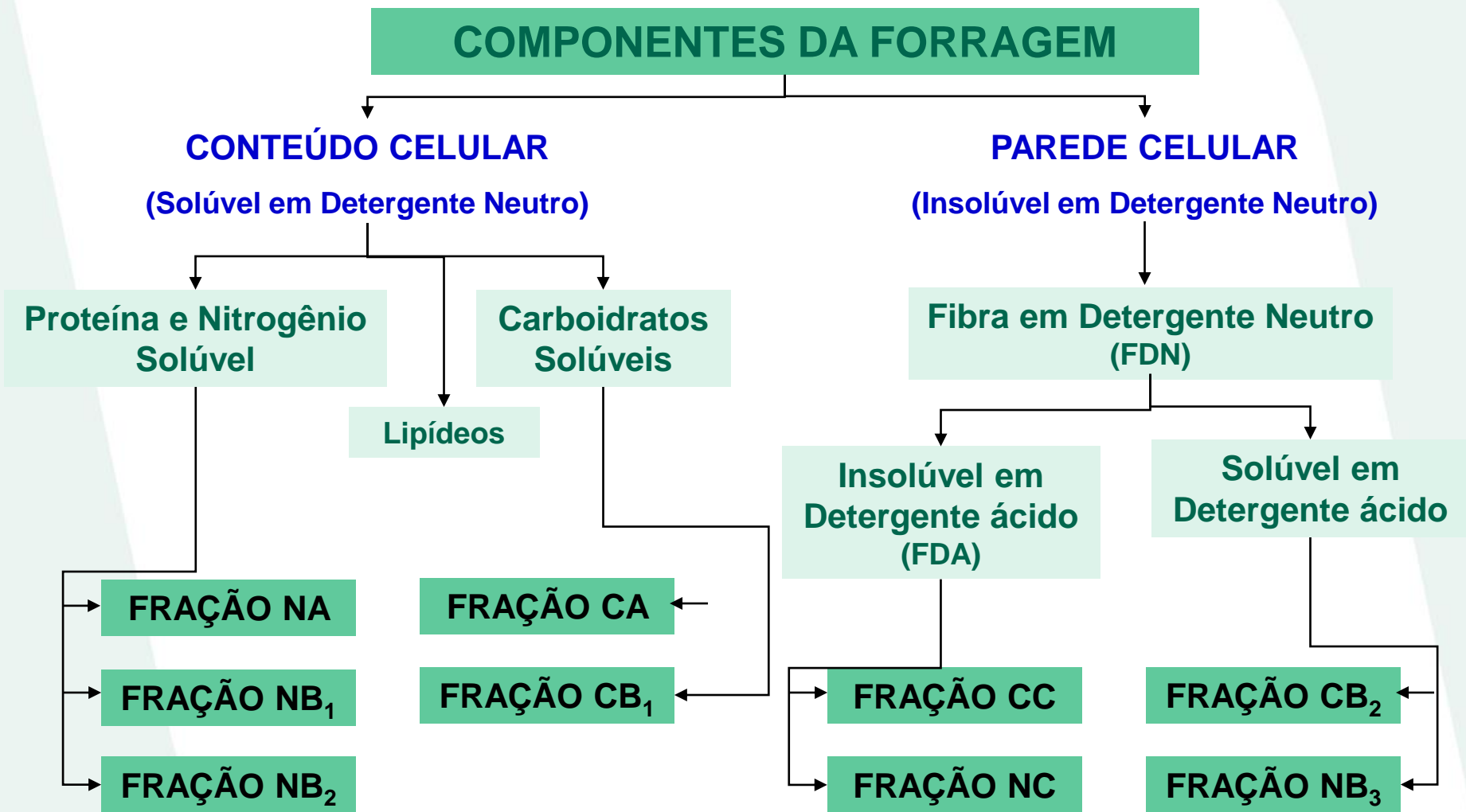




VAN SOEST & MOORE, In: INTERNATIONALGRASSLAND CONGRESS, 9 (1966) 783 - 789

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      |

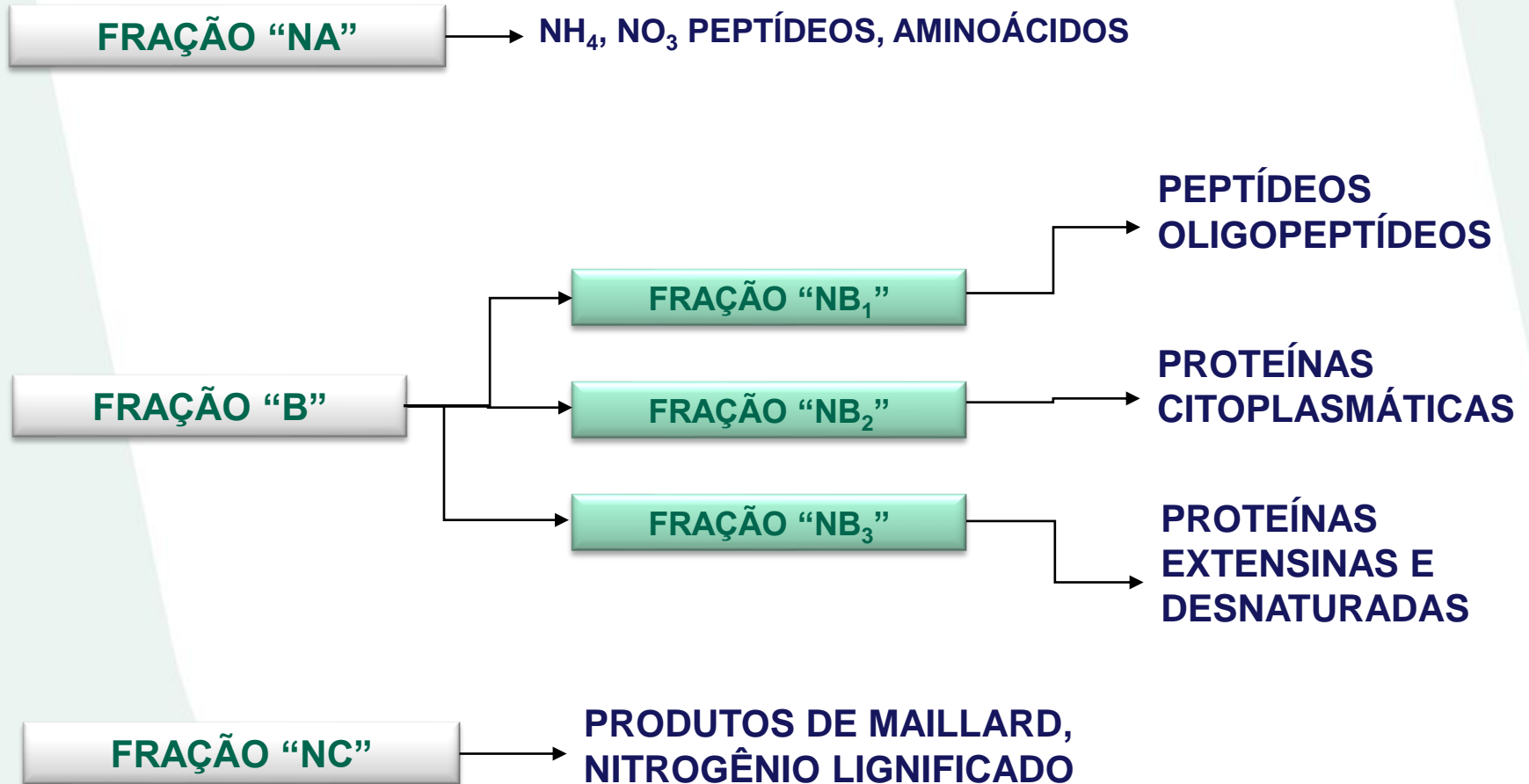
1. sementes leguminosas - soja
2. proteína de folhas de forrageiras
3. sementes de cereais - trigo



## CLASSIFICAÇÃO DE ACORDO COM A DEGRABILIDADE RUMINAL

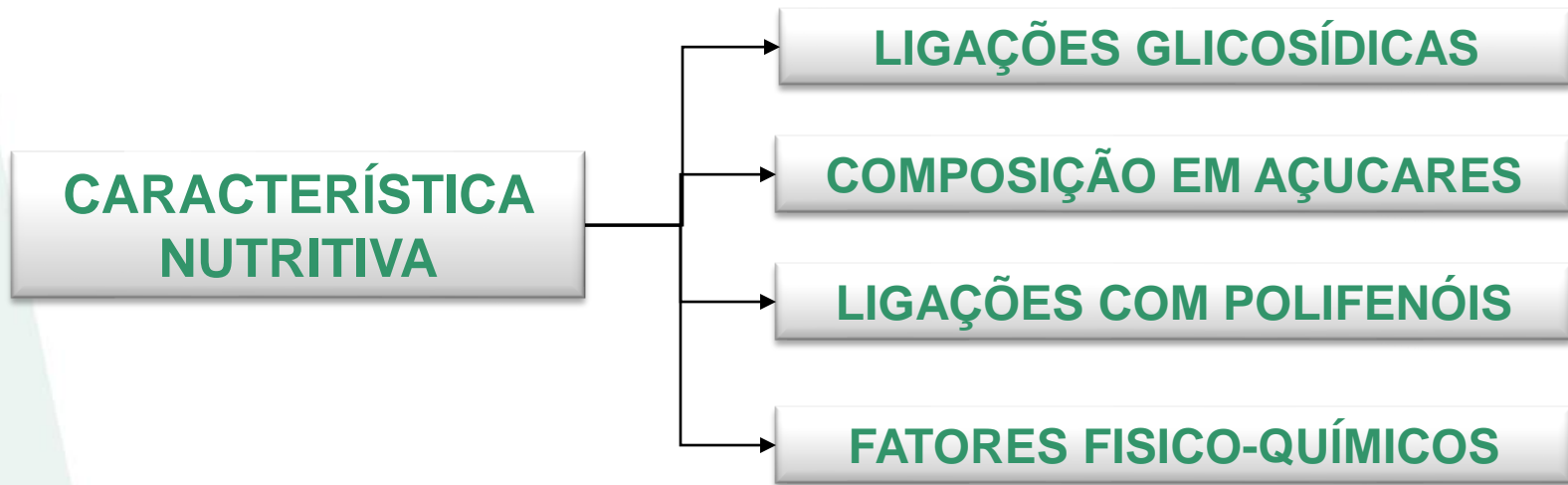
| FRAÇÃO                                   | Classificação | Degradação Enzimática |
|--|---------------|-----------------------|
| Nitrogênio Não Protéico                  | NA            | Solúvel               |
| Proteína Solúvel (TBF)                   | NB1           | Rápida                |
|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

## FRAÇÕES NITROGENADAS

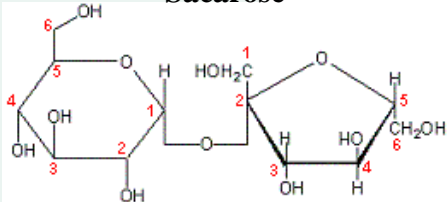


# CARBOIDRATOS

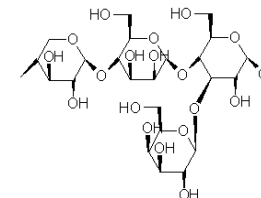
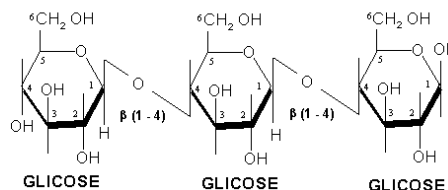
- ☀ **HIDRATOS DE CARBONO :  $C_n(H_2O)_m$**
- ☀ **CONSTITUEM DE 50 – 80% DA MS DAS PLANTAS E GRÃOS**
- ☀ **PRINCIPAL FONTE DE ENERGIA PARA RUMINANTES**



**Sacarose**

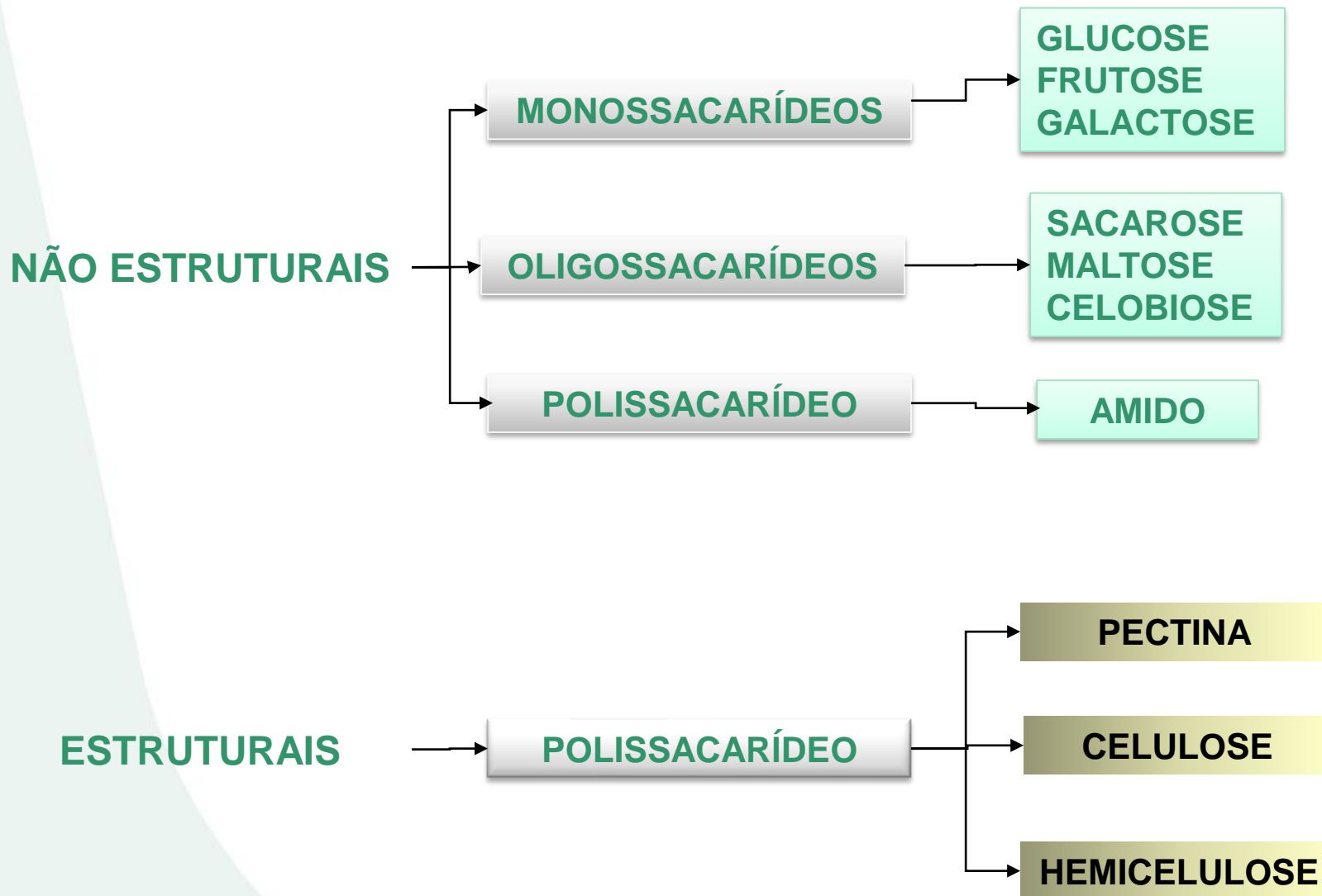


**CELULOSE**



- 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<br>FRUTOSE                        | SUCRASE     | COMPLETA        | GLUCOSE<br>FRUTOSE   |
| LACTOSE      | GLUCOSE<br>GALACTOSE                      | LACTASE     | COMPLETA        | GLUCOSE<br>GALACTOSE |
| AMIDO        | GLUCOSE                                   | AMILASE     | ALTA            | GLUCOSE              |
| PECTINA      | ARABINOSE<br>GALACTOSE                    | FERMENTAÇÃO | ALTA            | AGVs,<br>BACTÉRIAS   |
| CELULOSE     | GLUCOSE                                   | FERMENTAÇÃO | VARIÁVEL        | AGVs,<br>BACTÉRIAS   |
| HEMICELULOSE | ARABINOSE, XILOSE<br>MANOSE,<br>GALACTOSE | FERMENTAÇÃO | VARIÁVEL        | AGVs,<br>BACTÉRIAS   |

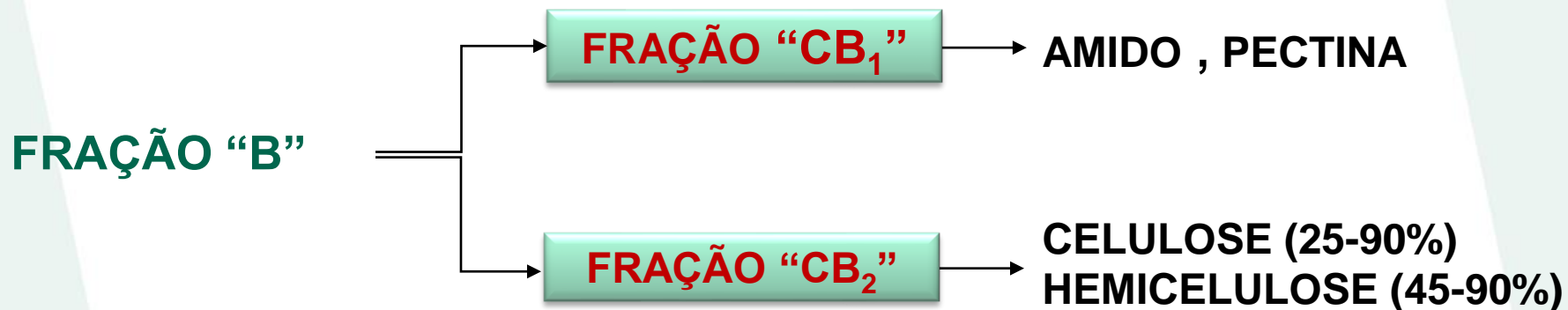
GALACTOSE  
 MANOSE  
 HEMICELULOSE ARABINOSE, XILOSE FERMENTAÇÃO VARIÁVEL BACTÉRIAS  
 AGVs

## 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

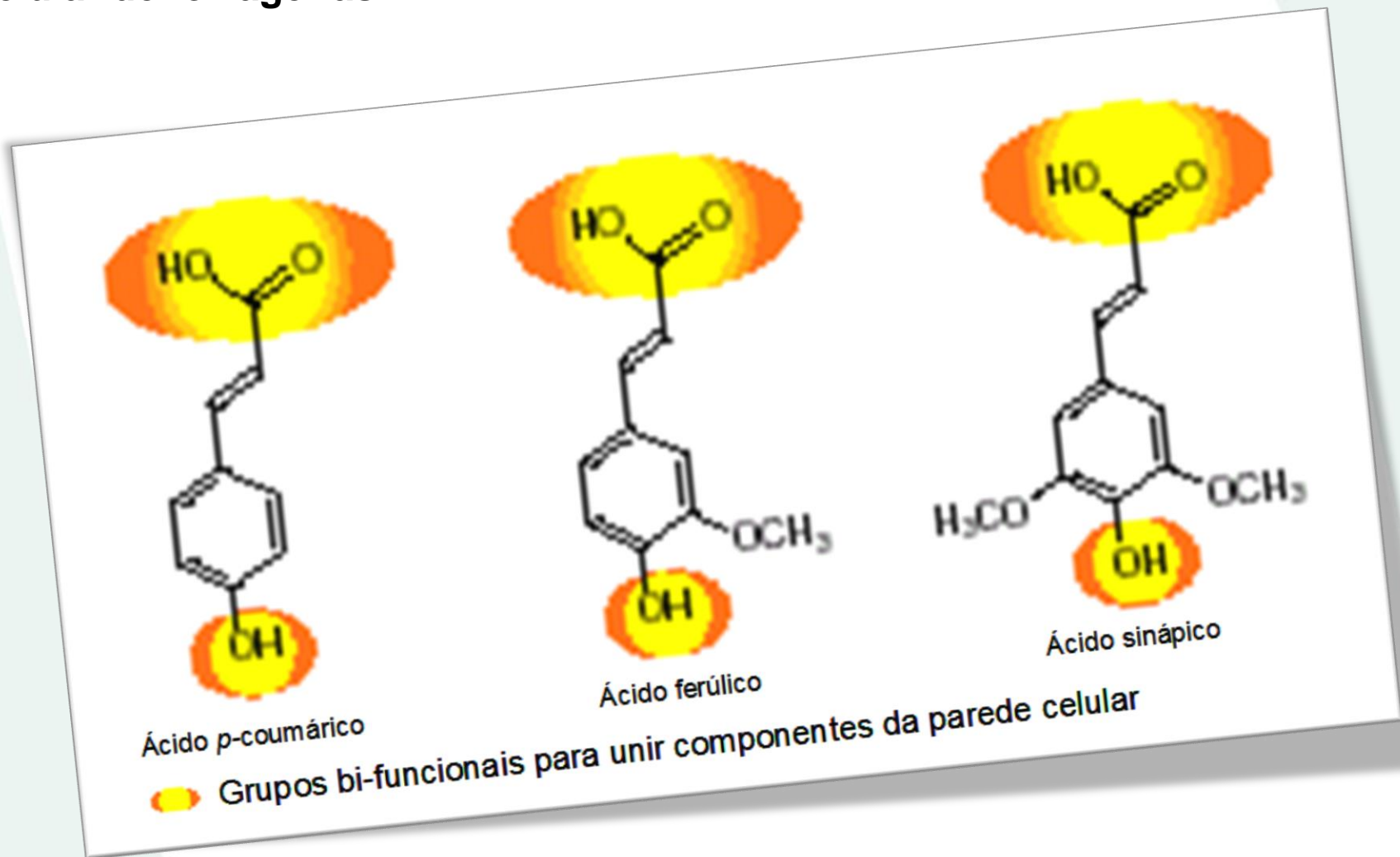
## LIMITAÇÃO

CORRELAÇÃO NEGATIVA  
COM A DIGESTIBILIDADE

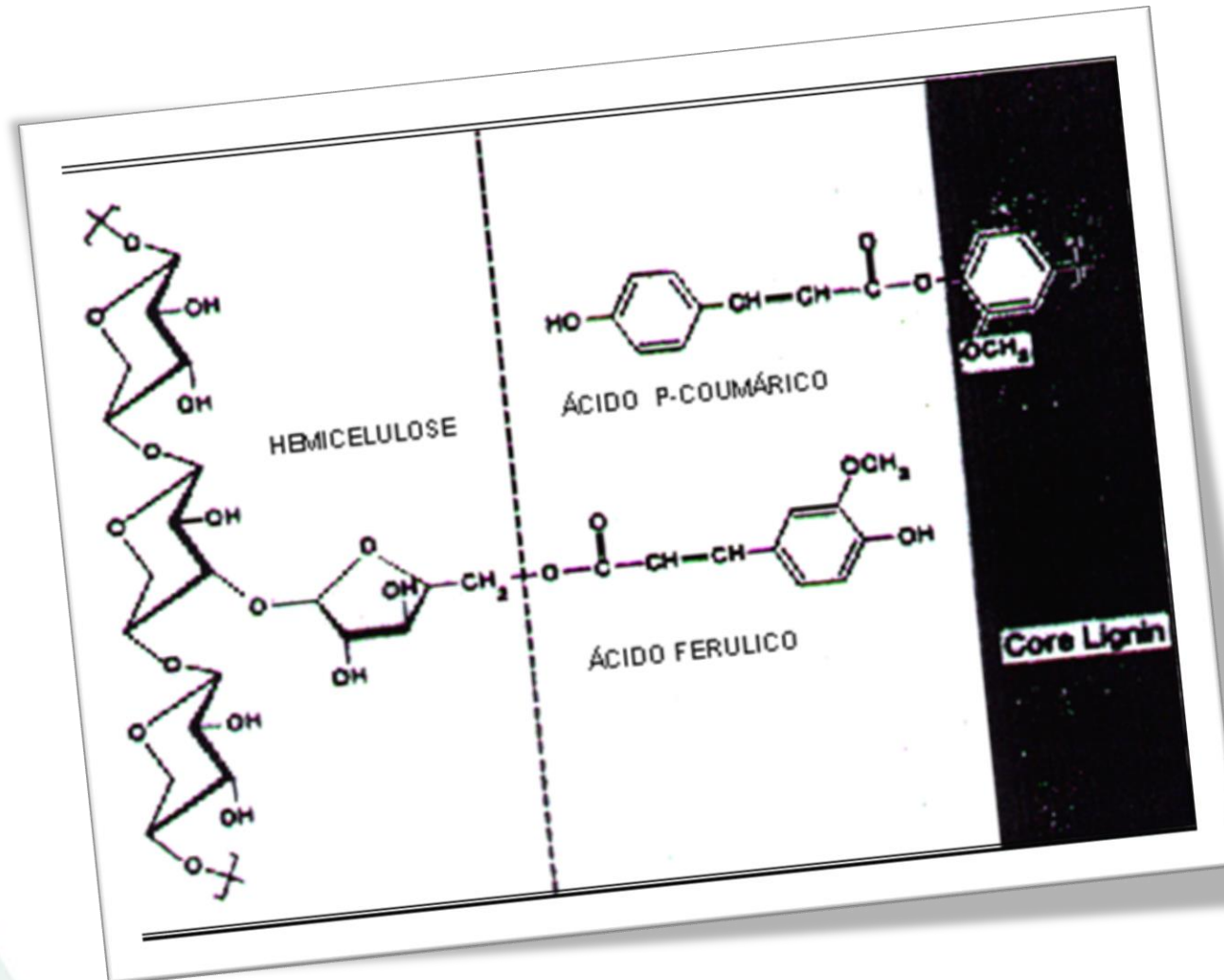
ASSOCIAÇÃO COM  
CELULOSE E HEMICELULOSE



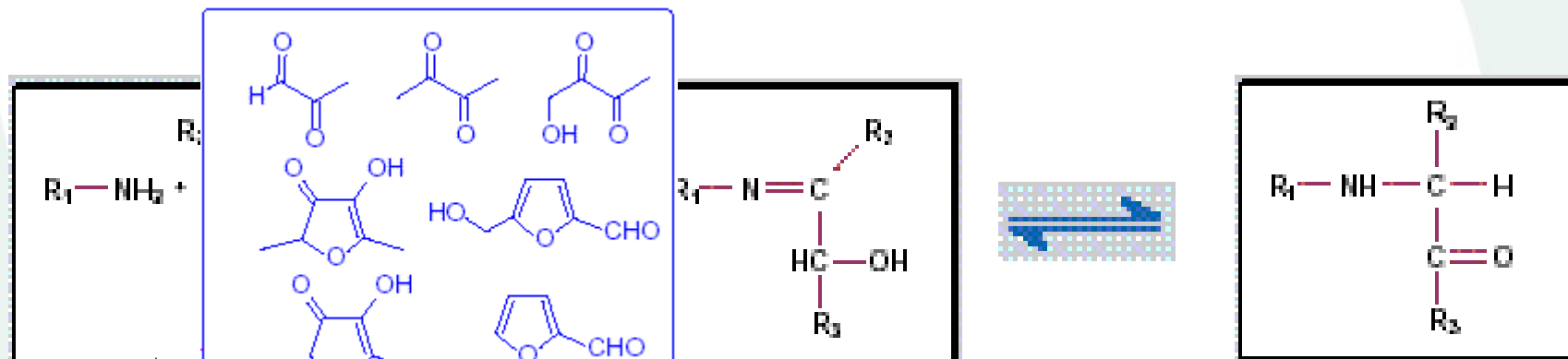
Estrutura química dos ácidos hidróxicinâmicos encontrados na parede celular de forrageiras



## LIGAÇÃO DA LIGNINA COM A HEMICELULOSE



# REAÇÃO DE MAILLARD



$R-NH_2 + \text{AÇÚCAR REDUTOR}$

BASE DE SHIFF

PRODUTO DE AMADORI

PRODUTOS INTERMEDIÁRIOS  $\rightarrow$  MELANOIDINAS

POLÍMERO NITROGENOSO DE  
COLORAÇÃO ESCURA

## ASPECTOS NUTRICIONAIS

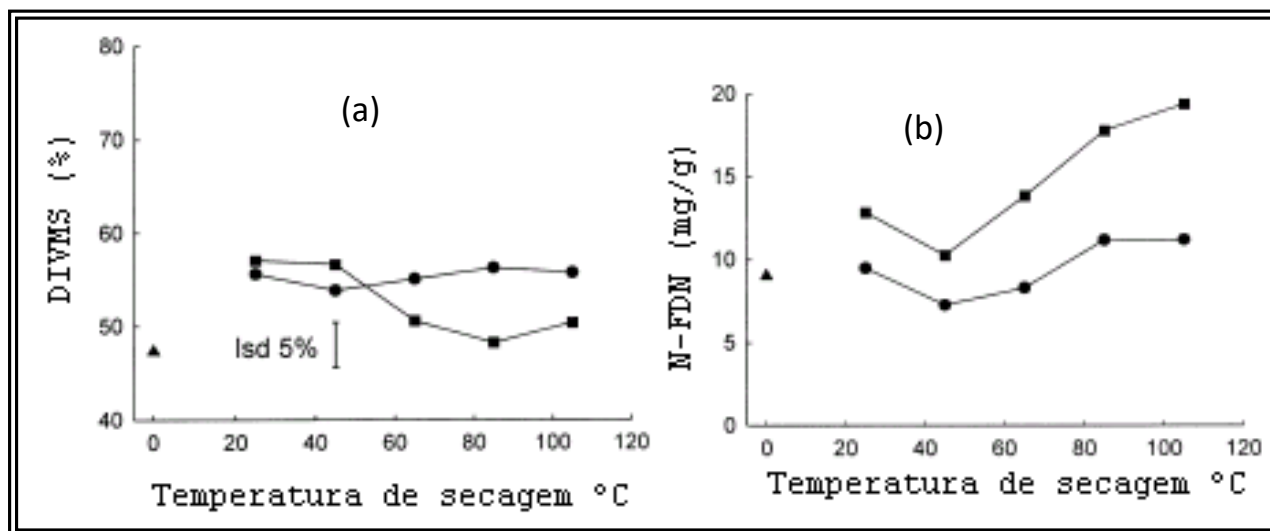
**REDUÇÃO DA BIODISPONIBILIDADE DOS AMINOÁCIDOS**

**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



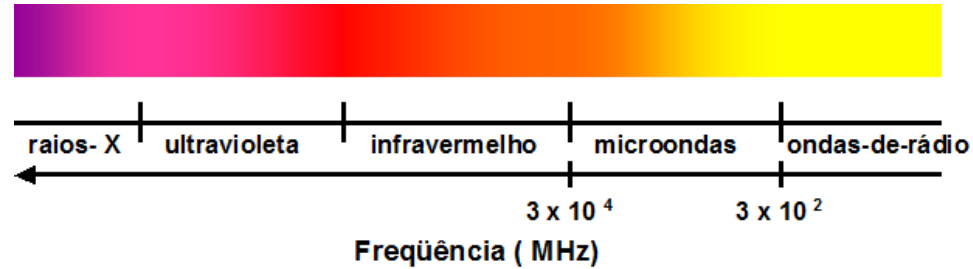
### Liofilização:

- 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

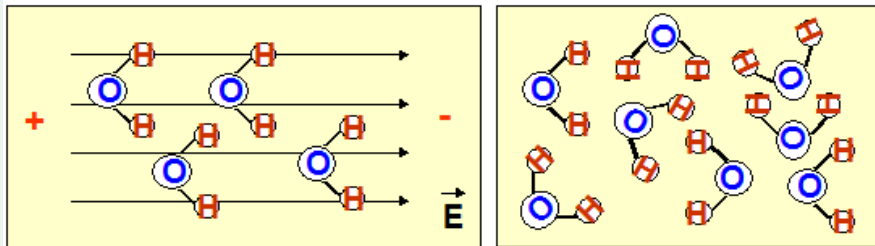
2450 MHz



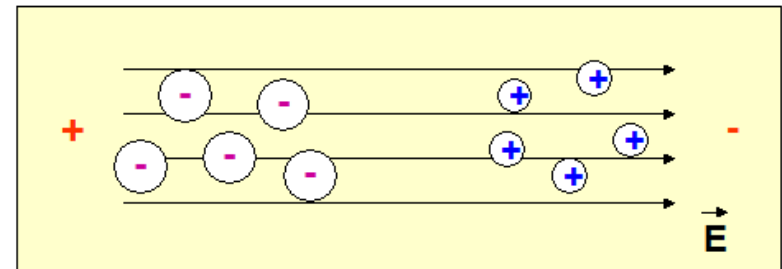
P = 600-700 watts

### 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 Luiz, 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 Luiz, 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 Luiz, 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**

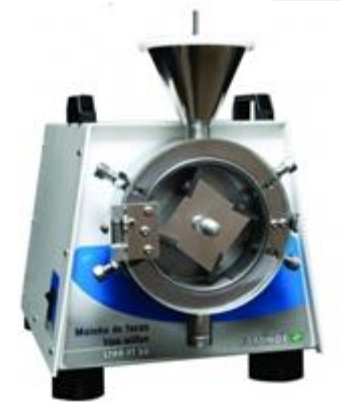
- **100 – 200 gramas de amostra**
- **aproximadamente por 48 h**



## 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

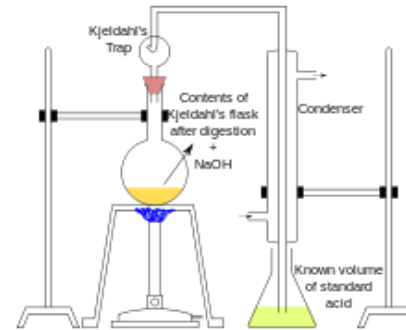
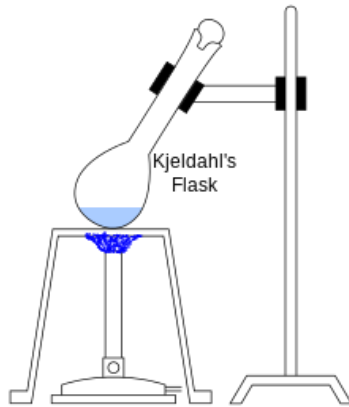
X  $\longrightarrow$  1g N

| Material                          | Fator geral<br>= 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                  |

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

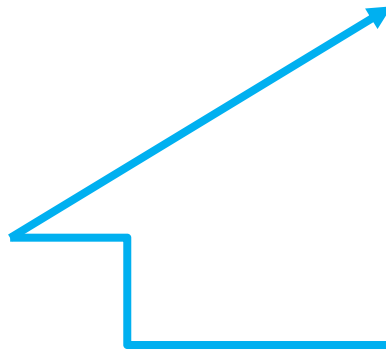


$$\%PB = 6,25 \times \%N$$





# 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

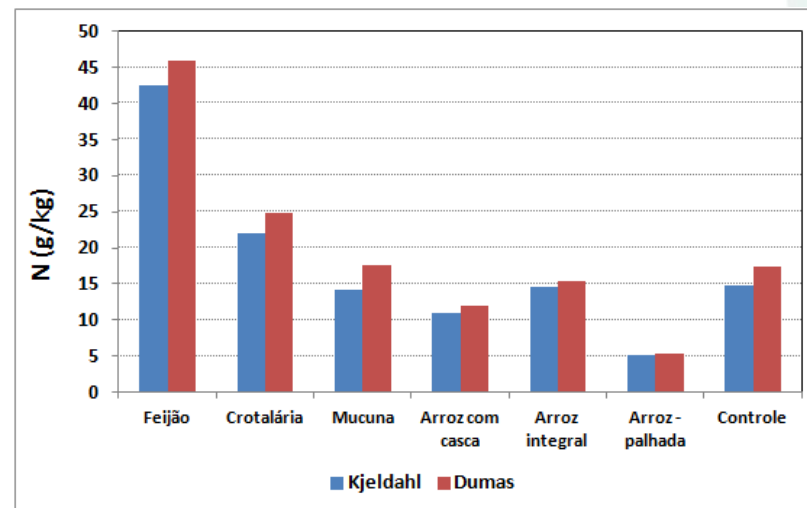
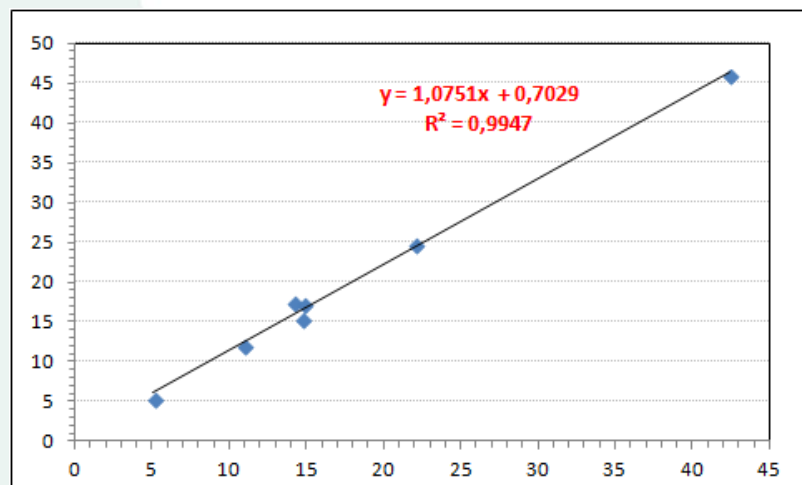
Difícil obter amostras representativas



## 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<br>(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.

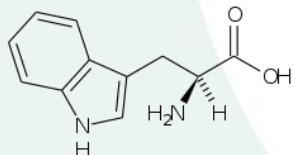
Recuperação = >99%

## Repetibilidade:

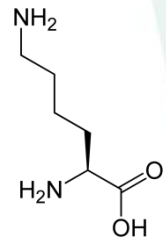
<20 de PB = 0,2% (valor absoluto)

>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 |

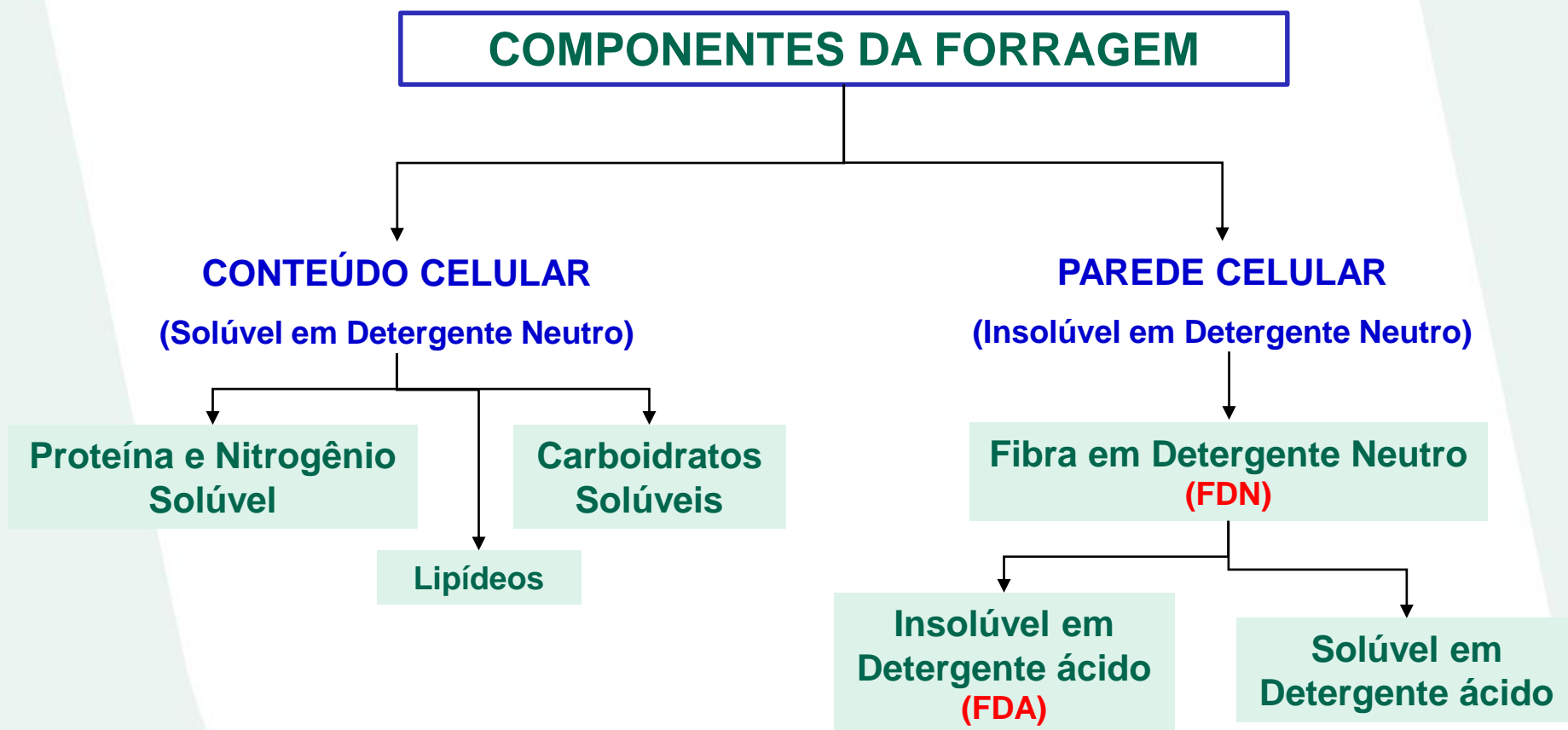
A= Milho; B= Farelo de trigo; C= Ração Bovinos; D= Farelo de Soja; E= Farelo de vísceras; F= Hemoglobina

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

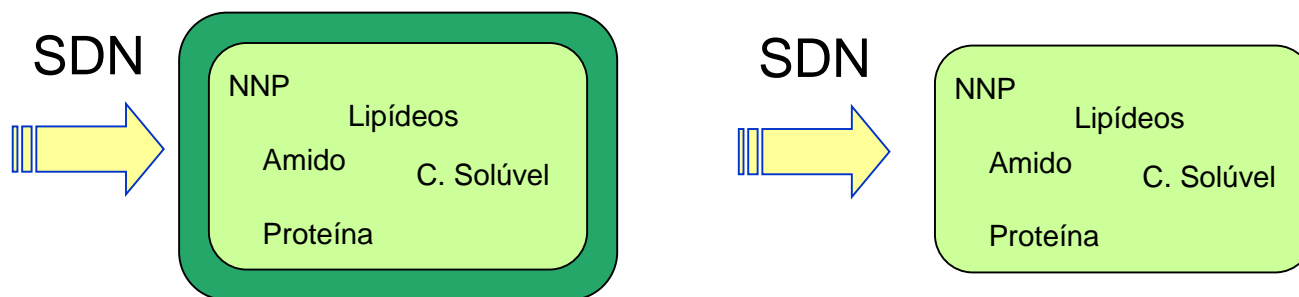




## solubilização do conteúdo celular

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

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



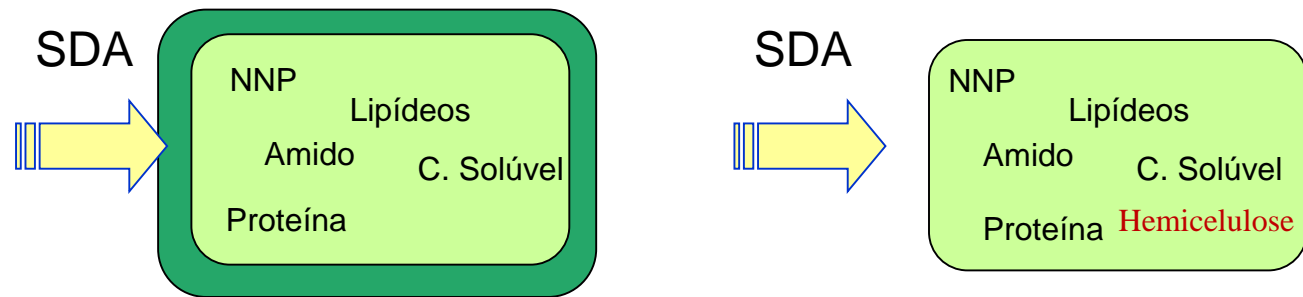
$$\% FDN = \frac{[(FDN + SAQ) - SAQ]}{Amostra}$$

# 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



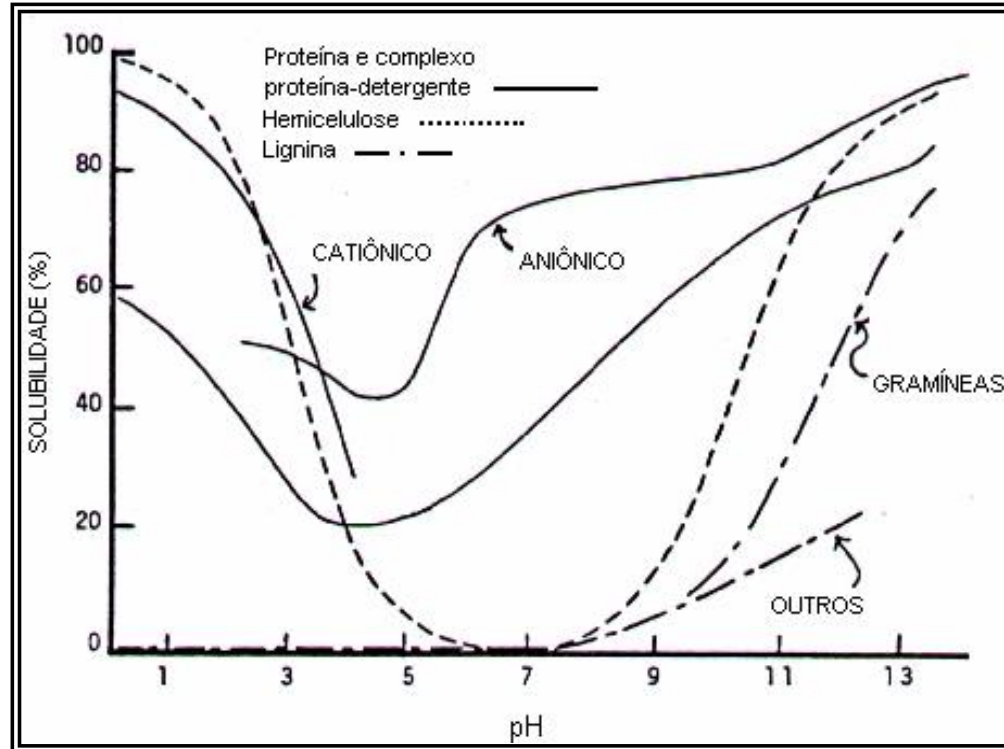
- $\text{Na}_2\text{CO}_3$  – 1N
- EDTA-Borato – pH 7,4
- Tampão Acetato pH 4,8
- Tampão Citrato pH 3,4
- Ácido Lático 1N, pH 2,1
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N

## Detergentes Não Iônicos

- Tween 21
- Tween 80
- Diethyleneglycol Monolaurate

# Fibra em Detergente Neutro (FDN)

Van Soest 1963: avaliou também:

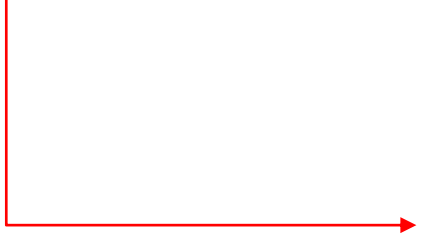


- **Detergentes aniônicos: remove N a pH mais altos = FDN**
- **Detergentes catiônicos: remove N a pH mais baixo = FDA**

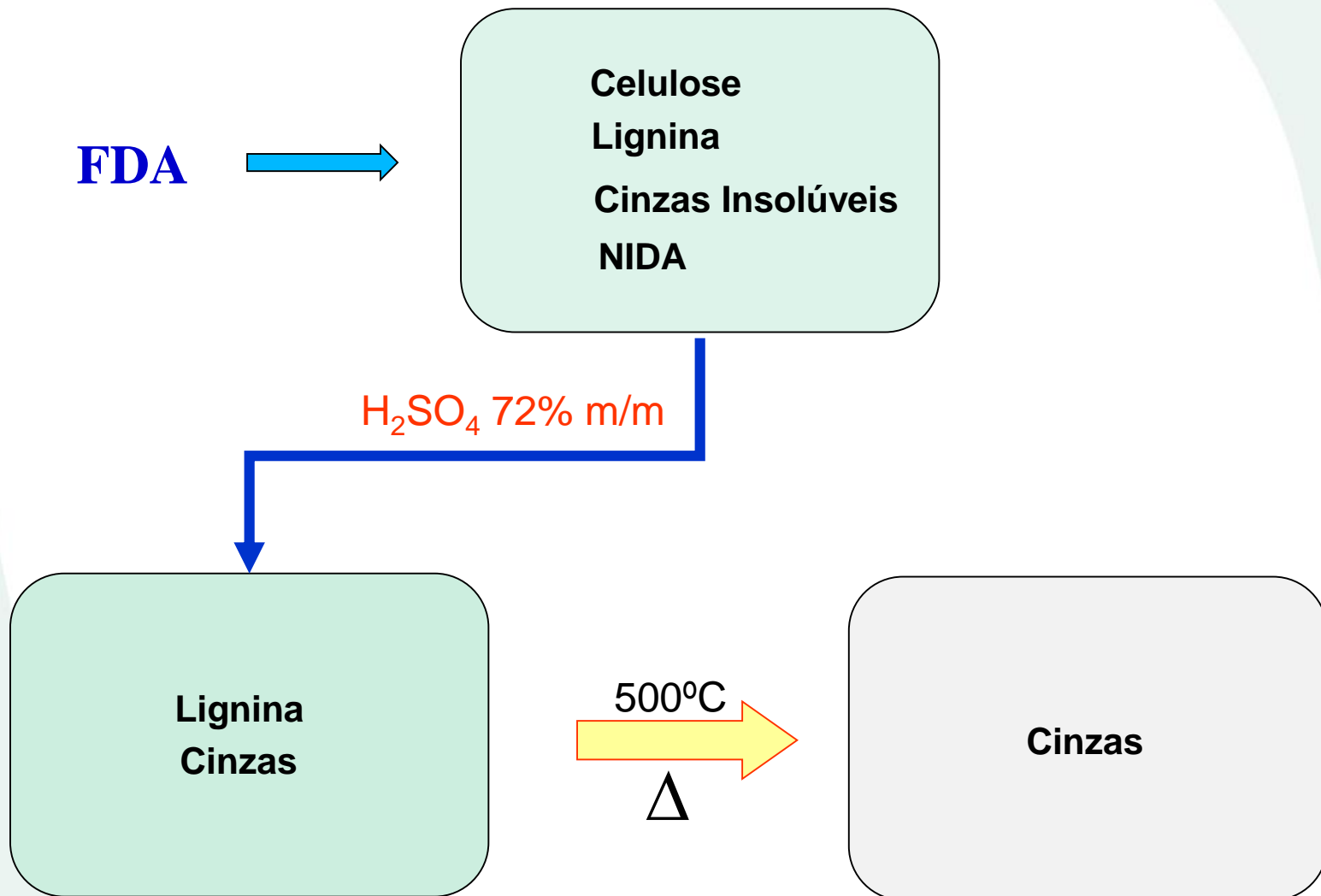
## Van Soest 1991: OUTRAS CONSIDERAÇÕES

- **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

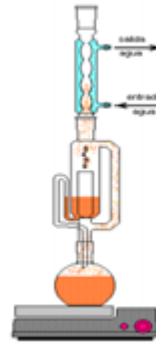
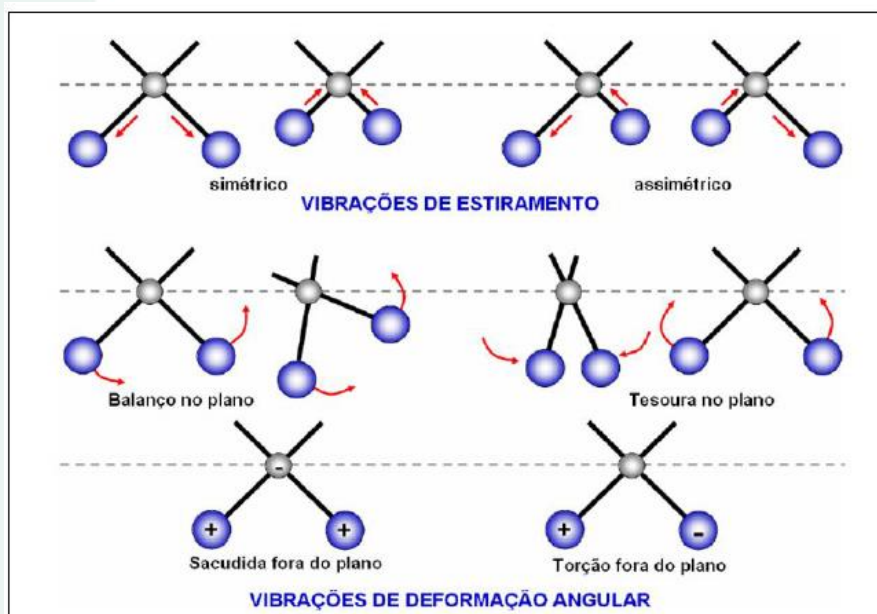


Fig. 3. Esquema de extracción Soxhlet.



| Região | Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ ) | 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

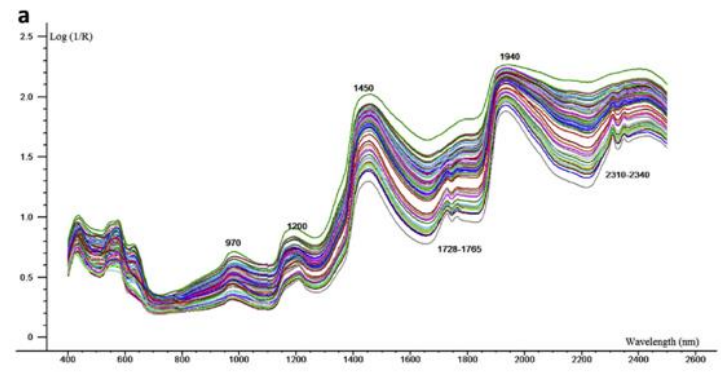


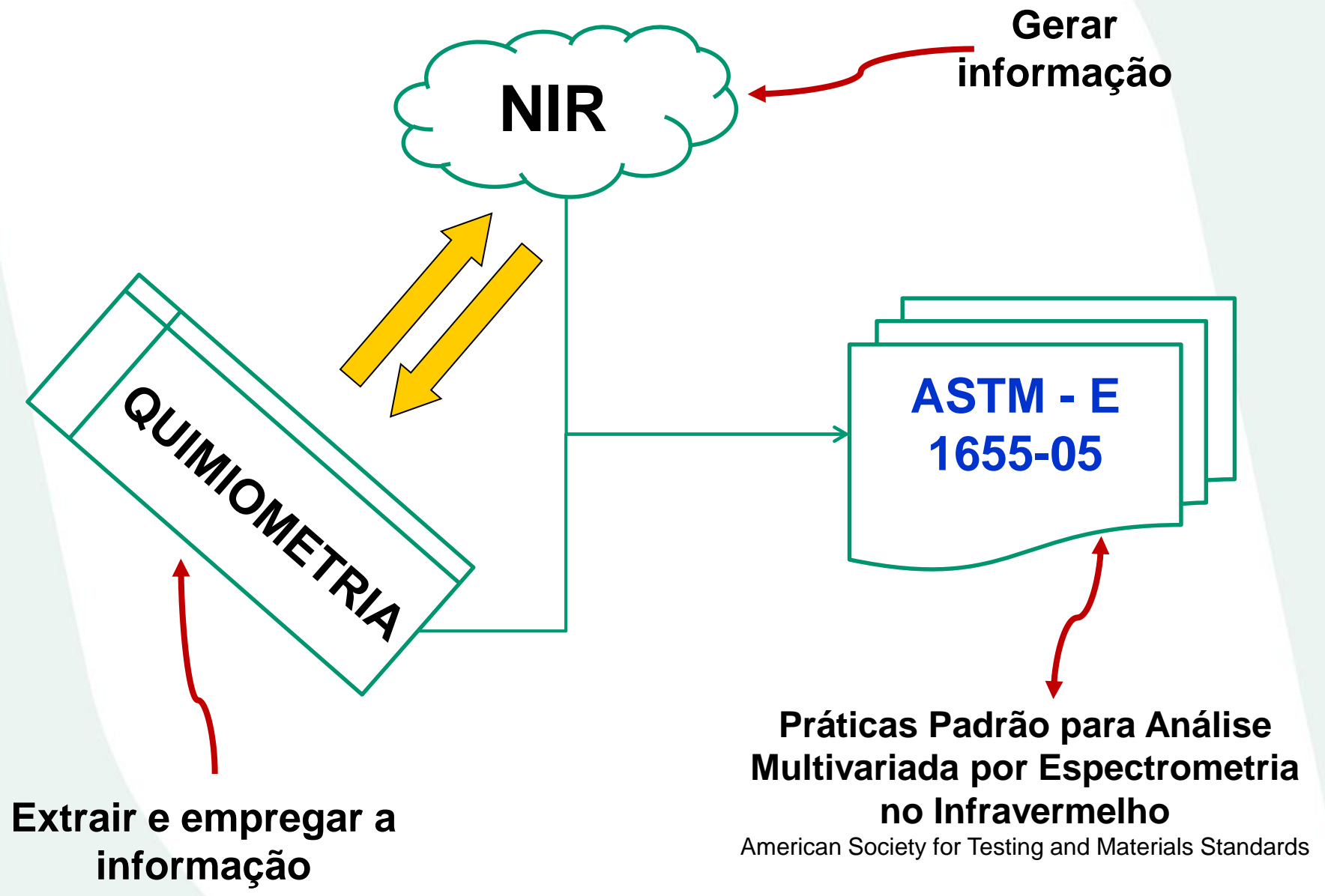
Bandas de absorção associadas principalmente a sobretons e combinações de vibrações fundamentais de ligações:

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

# ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO - NIRS

|                             |      |                      |                         |                   |
|-----------------------------|------|----------------------|-------------------------|-------------------|
| Comprimento de Onda, nm<br> | 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**

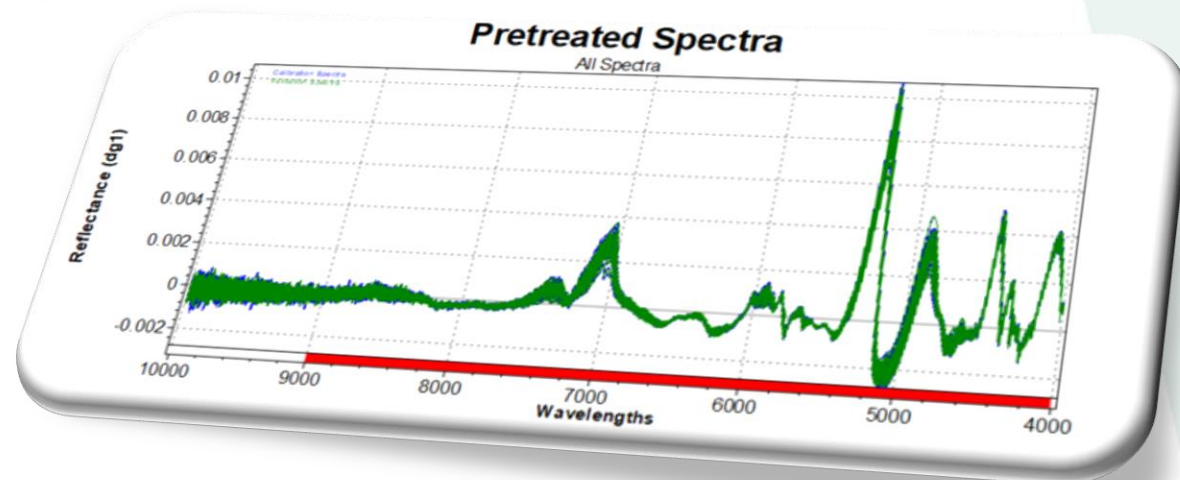
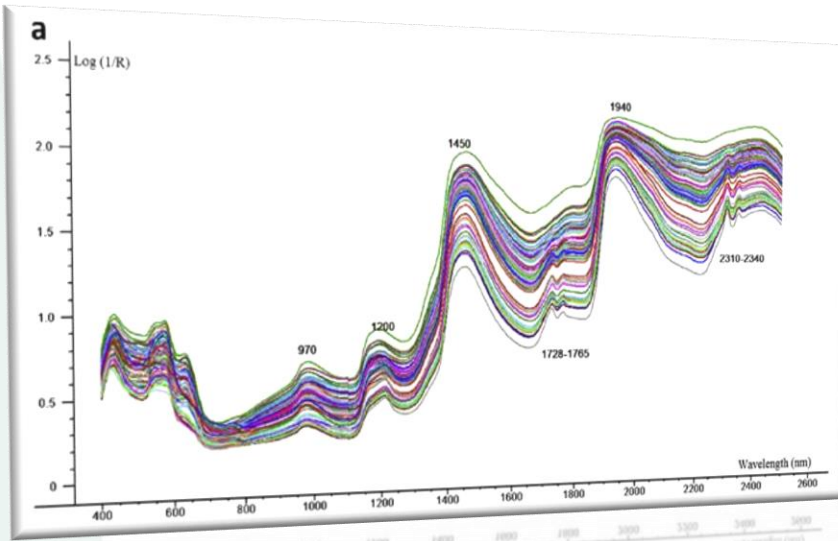
**QUIMIOMETRIA**

**Extraír e empregar a  
informação**

**ASTM - E  
1655-05**

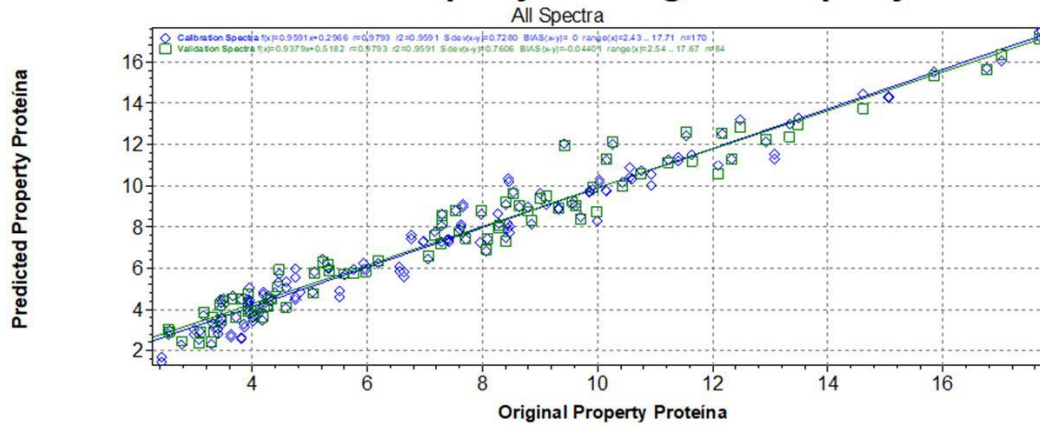
**Práticas Padrão para Análise  
Multivariada por Espectrometria  
no Infravermelho**  
American Society for Testing and Materials Standards

# PRÉ-PROCESSAMENTO DE DADOS

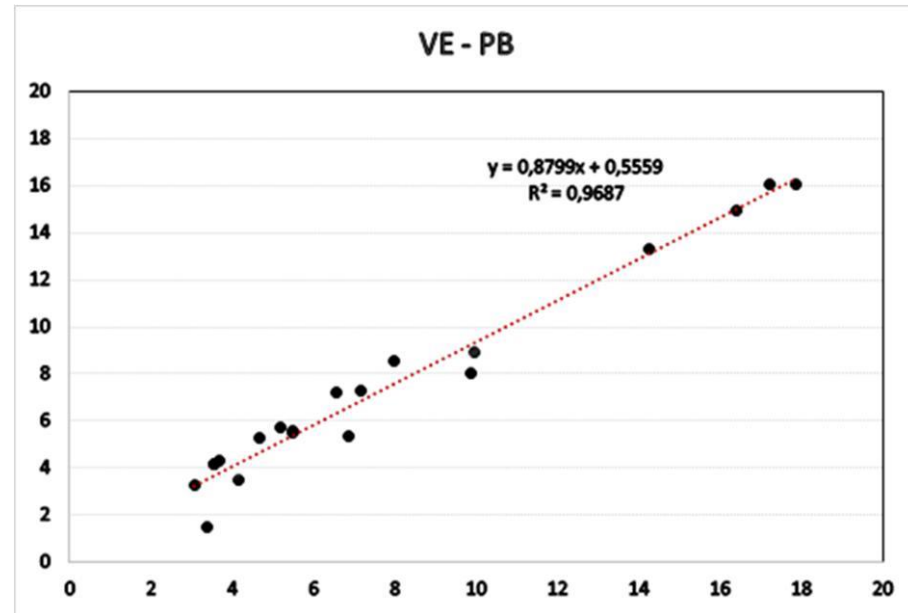
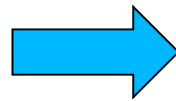


# CALIBRAÇÃO X VALIDAÇÃO INTERNA

## Predicted Property vs. Original Property



VALIDAÇÃO  
EXTERNA



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



MINISTÉRIO DA  
**AGRICULTURA, PECUÁRIA  
E ABASTECIMENTO**

