

## Adaptação de metodologia para eliminação do uso de acetona nas determinações de FDN e FDA



**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Tabuleiros Costeiros  
Ministério da Agricultura e Pecuária**

**BOLETIM DE PESQUISA  
E DESENVOLVIMENTO  
185**

**Adaptação de metodologia para  
eliminação do uso de acetona nas  
determinações de FDN e FDA**

*Daniel de Oliveira Santos  
Patrícia Santos da Silva  
Bruno Trindade Cardoso  
José Henrique de Albuquerque Rangel  
Evandro Neves Muniz*

**Embrapa Tabuleiros Costeiros**  
Aracaju, SE  
2023

**Embrapa Tabuleiros Costeiros**  
Av. Gov. Paulo Barreto de Menezes, nº 3250  
CEP 49025-040, Aracaju, SE  
Fone: +55 (79) 4009-1300  
www.embrapa.br  
www.embrapa.br/fale-conosco/sac

Unidade responsável pelo conteúdo e edição:

**Embrapa Tabuleiros Costeiros**

Comitê Local de Publicações  
da Unidade Responsável

Presidente  
*Viviane Talamini*

Secretária-Executiva  
*Ana da Silva Lédo*

Membros  
*Aldomário Santo Negrisoli Júnior, Ana Veruska Cruz da Silva Muniz, Angela Puchnick Legat, Elio Cesar Guzzo, Fabio Enrique Torresan, Josué Francisco da Silva Junior, Julio Roberto Araujo de Amorim, Emiliano Fernandes Nassau Costa, Renata da Silva Lopes de Santana*

Supervisão editorial e editoração eletrônica  
*Aline Gonçalves Moura*

Normalização bibliográfica  
*Josete Cunha Melo*

Projeto gráfico da coleção  
*Carlos Eduardo Felice Barbeiro*

Foto da capa  
*Daniel Oliveira dos Santos*

**1ª edição**  
Publicação digital - PDF (2023)

#### **Todos os direitos reservados**

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

#### **Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)**

Embrapa Tabuleiros Costeiros

---

Adaptação de metodologia para eliminação do uso de acetona nas determinações de FDN e FDA / Daniel de Oliveira Santos... [et al.]. – Aracaju : Embrapa Tabuleiros Costeiros, 2023.

18 p. (Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento / Embrapa Tabuleiros Costeiros, ISSN 1678-1961; 185).

ODS 12 : Assegurar padrões de produção e de consumo sustentáveis.

ODS 13 : Ação contra a mudança global do clima.

1. Nutrição animal. 2. Ruminante. 3. Fibra bruta. 4. Valor nutritivo. 5. Acetona. 6. Resíduo químico. 7. Eliminação de resíduo. I. Santos, Daniel de Oliveira. II. Silva, Patrícia Santos da. III. Cardoso, Bruno Trindade. IV. Rangel, José Henrique de Albuquerque. V. Muniz, Evandro Neves. VI. Série.

CDD 636.082 4

## Sumário

---

Resumo .....	4
Abstract .....	6
Introdução.....	7
Material e Métodos .....	9
Resultados e Discussão .....	13
Conclusões.....	20
Referências .....	20

# Adaptação de metodologia para eliminação do uso de acetona nas determinações de FDN e FDA

Daniel de Oliveira Santos<sup>1</sup>

Patrícia Santos da Silva<sup>2</sup>

Bruno Trindade Cardoso<sup>3</sup>

José Henrique de Albuquerque Rangel<sup>4</sup>

Evandro Neves Muniz<sup>5</sup>

**Resumo** – A caracterização dos alimentos para ruminantes é, em parte, definida por meio da análise proximal, que determina os teores de umidade, proteínas, lipídios, carboidratos e cinzas utilizando o método de Weende. Soma-se a essa análise a avaliação da fração fibrosa (Fibra em detergente neutro e Fibra em detergente ácido), quantificada pelo método de Van Soest. As análises de fibra são desafiadoras por conta das particularidades inerentes a essa classe de compostos, além da complexidade da metodologia e do custo dos reagentes utilizados. Em razão disso, alterações metodológicas que reduzem o uso de reagentes são alternativas que têm o potencial de melhorar esse panorama. Assim, o objetivo foi propor uma adaptação de metodologia para as análises da fração fibrosa de vegetais utilizados para a nutrição de ruminantes, eliminando a etapa de lavagem com acetona. A metodologia empregada consistiu em analisar 20 amostras com e sem a etapa de lavagem com acetona e comparar estatisticamente os tratamentos. De forma preliminar, foi constatado que a metodologia que faz a predição da fração fibrosa por meio de modelo e elimina o uso de acetona tem precisão

---

<sup>1</sup> Químico, analista da Embrapa Tabuleiros Costeiros, Aracaju, SE.

<sup>2</sup> Bióloga, mestranda em Ciência e Tecnologia de Alimentos, técnica da Embrapa Tabuleiros Costeiros, Aracaju, SE.

<sup>3</sup> Químico, mestre em Engenharia de Processos, analista da Embrapa Tabuleiros Costeiros, Aracaju, SE.

<sup>4</sup> Engenheiro-agrônomo, doutor em Agricultura Tropical, pesquisador da Embrapa Tabuleiros Costeiros, Aracaju, SE.

<sup>5</sup> Engenheiro-agrônomo, doutor em Zootecnia, pesquisador da Embrapa Tabuleiros Costeiros, Aracaju, SE.

comparável e não difere estatisticamente da metodologia de referência, podendo substituí-la. Porém o modelo deve contar com a adição de novas amostras com o intuito de melhorar sua robustez e abrangência e contemplar outras espécies vegetais.

**Termos para indexação:** Van Soest, fibra, resíduo, nutrição animal.

## Methodology adaptation for eliminating the use of acetone in NDF and ADF determinations

**Abstract** – The characterization of feedstuffs for ruminants is partially defined through proximate analysis, in which the content of moisture, proteins, lipids, carbohydrates, and ashes is determined using the Weende method. Additionally, the evaluation of the fibrous fraction (Neutral detergent fiber and Acid detergent fiber) is integrated into this analysis, quantified through the Van Soest method. Fiber analyses present challenges due to the inherent complexities of this compound class, alongside the intricacy of the methodology and the cost of reagents employed. Hence, methodological alterations reducing reagent usage present alternatives with the potential to enhance this scenario. The objective of the present study was to propose a methodological adaptation for fibrous fraction analyses of plants used for ruminant nutrition, eliminating the acetone washing step. The methodology employed involved analyzing 20 samples with and without the acetone washing step and statistically comparing the treatments. Preliminarily it was observed that the methodology which predicts the fibrous fraction through a model and eliminates the use of acetone has comparable precision and does not statistically differ from the reference methodology, making it suitable for substitution. However, the model should include the addition of new samples to enhance its robustness and encompass a broader range of plant species.

**Index terms:** Van Soest, fiber, residue, animal nutrition.

## Introdução

---

A aplicação da nutrição animal depende da correta caracterização dos alimentos e da determinação adequada das exigências nutricionais dos animais, ou seja, da identificação dos nutrientes que eles necessitam para construir e reconstruir os tecidos e exibir todas as manifestações vitais (Berchielli et al., 2006; Silva; Queiroz, 2006).

A caracterização dos alimentos, dentre outras avaliações, é realizada mediante a determinação da sua composição química por meio da análise proximal (Silva, Queiroz, 2006).

A análise proximal consiste em um conjunto de procedimentos que uma vez empregados a um determinado alimento são capazes de determinar a participação em porcentagem de cada um dos seguintes grupos de compostos: umidade, proteínas, lipídios, fibras, carboidratos e cinzas (Osman et al., 2019) para a totalidade da sua composição.

No caso específico da nutrição animal utiliza-se o método de Weende para a determinação dos teores de matéria seca, proteína bruta, gordura (estimada pelo extrato etéreo), fibra bruta, extrato não-nitrogenado (que estima o teor de carboidratos) e cinzas (Silva; Queiroz, 2006).

O método de Van Soest normalmente é utilizado para a quantificação da fração fibrosa, fibra em detergente neutro (FDN) e fibra em detergente ácido (FDA), (Berchielli et al., 2006). A fração fibrosa, ou fibra é reconhecida como um ingrediente dietético para muitas espécies de animais herbívoros e é necessária para o funcionamento normal do rúmen em ruminantes (Van Soest et al., 1991). A utilização do método de Van Soest para a quantificação da fração fibrosa, tem relação com particularidades associadas ao campo da nutrição de ruminantes.

A avaliação da fibra destinada à alimentação desses animais leva em conta tanto as características da fibra em si quanto a maneira como essas características repercutem na alimentação e no processo digestório do animal (Jung, 1997). O método proposto em 1967 por Van Soest, que consiste no fracionamento dos componentes fibrosos, possibilitou maior precisão na estimativa do valor nutritivo das forrageiras e, desde então, as análises de

FDN e FDA passaram a ser rotina frequente nos laboratórios de análises de alimentos para ruminantes (Berchielli et al., 2001).

Apesar dos avanços metodológicos, ainda há dificuldades inerentes à análise de fibras. Diferentemente de outras classes de compostos como proteínas e carboidratos, por exemplo, que são conceitualmente relacionadas a características moleculares, no campo de estudo da nutrição de ruminantes, a fibra é definida em função do papel que desempenha no vegetal. Em forrageiras, define-se fibra como sendo o material que constitui as paredes celulares das plantas (Lund et al., 2007). Essa definição, por sua vez, decorre de outra relacionada ao processo digestivo do ruminante. A fibra constitui a fração orgânica dos alimentos que é mais difícil de digerir (Segura et al., 2007) e essa fração coincide com a parede celular.

A maneira como a fibra é definida impõe uma dificuldade analítica, tendo em vista que diferentes substâncias pertencentes a diferentes classes de compostos químicos fazem parte da sua composição. Dentre essas substâncias estão a celulose e a hemicelulose que apresentam as maiores porcentagens, além de lignina e de pectinas (Segura et al., 2007; Alves et al., 2016).

Outros pontos a serem mencionados em termos da dificuldade de análise são o elevado custo dos reagentes (Lourenço et al., 2017), a problemática ambiental, os riscos à saúde e à segurança decorrentes do uso, como é o caso da acetona (Sigma-Aldrich, 2023). Qualquer medida que reduza ou elimine o uso desses reagentes é de grande relevância nesse contexto.

Deve-se considerar também que a eliminação do uso de reagentes, e a consequente redução da geração de resíduos está em linha com pelo menos três dos 17 Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) estabelecidos pela ONU em 2015: Objetivo 13 - Ação contra mudança global do clima; Objetivo 14 - Vida na água e; Objetivo 15 - Vida na terra. Os 17 ODS podem ser encontrados no portal da Embrapa (Embrapa, 2023).

O alinhamento anteriormente mencionado decorre da redução da demanda por reagentes com consequente diminuição de gases de efeito estufa ocorrido no processo de produção e da diminuição da geração de resíduos que podem contaminar a água, o solo ou serem incinerados gerando gases de efeito estufa.

O presente trabalho tem o objetivo de propor uma adaptação de metodologia para as análises de FDN e FDA, de vegetais utilizados para a nutrição de ruminantes, que elimine o uso da acetona e que gere resultados compatíveis com a metodologia de Van Soest com as modificações propostas por Detmann et al. (2012).

A técnica descrita visa à redução do custo com reagentes e também do volume de resíduos gerados nessas análises, sem prejuízo à qualidade dos resultados analíticos, e ainda, à diminuição da exposição dos funcionários e estagiários do laboratório, a solvente químico potencialmente prejudicial à saúde”.

## Material e Métodos

---

### **Amostras analisadas**

Vinte amostras de diferentes espécies vegetais, secas a 60 °C e moídas em moinho de facas foram analisadas em triplicata para os teores de FDN e FDA, conforme metodologias de referência e proposta, descritas a seguir. Essas amostras foram escolhidas por fazer parte do material analisado na rotina do laboratório de nutrição animal da Embrapa Tabuleiros Costeiros.

As 20 amostras analisadas estão listadas na Tabela 1 que contém a descrição de cada amostra e um código que será utilizado, posteriormente, para identificá-las.

**Tabela 1.** Amostras utilizadas no experimento de FDN e FDA.

<b>ESPECIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS</b>	<b>CÓDIGO/Nº LNA</b>
Milho em grão ( <i>Zea mays</i> ) (ensaio interlaboratorial da CBO)	EPCBO03
Milho em grão ( <i>Zea mays</i> ) (ensaio de proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal - Embrapa)	MRC 20
<i>Brachiaria brizantha</i> ( <i>Urochloa brizantha</i> ) cv. BRS paiguas (Ensaio de Proficiência Laboratório CBO)	EPCBO06
Moringa ( <i>Moringa oleifera</i> ) (folha) - campo experimental Jorge do Prado Sobral	250/17
Moringa ( <i>Moringa oleifera</i> ) (caule) - campo experimental Jorge do Prado Sobral	274/17
Glicírdia ( <i>Gliricidia sepium</i> ) (folha) - campo experimental Jorge do Prado Sobral	1146/19
Glicírdia ( <i>Gliricidia sepium</i> ) (caule) - campo experimental Jorge do Prado Sobral	1166/19
Glicírdia ( <i>Gliricidia sepium</i> ) (folha) - campo experimental Pedro Arle	1039/19
Glicírdia ( <i>Gliricidia sepium</i> ) (caule) - campo experimental Pedro Arle	1055/19
Silagem de glicírdia ( <i>Gliricidia sepium</i> ) - campo experimental de N.S. da Glória-SE (Embrapa Semiárido)	1091/19
Silagem de mata pasto ( <i>Senna obtusifolia</i> ) - campo experimental de N.S. da Glória-SE (Embrapa Semiárido)	110/19
Silagem de milho sertanejo ( <i>Zea mays</i> ) - campo experimental de N.S. da Glória-SE (Embrapa Semiárido)	1095/19
Silagem de sorgo ( <i>Sorghum bicolor</i> ) - campo experimental de N.S. da Glória-SE (Embrapa Semiárido)	1093/19
Silagem de erva besteira ( <i>Helleborus foetidus</i> ) - campo experimental de N.S. da Glória-SE (Embrapa Semiárido)	66/19
Bagaço de cana prensado - campo experimental Jorge do Prado Sobral	1414/19
Folha seca de cana - campo experimental Jorge do Prado Sobral	1442/19
Capim elefante-folha ( <i>Pennisetum purpureum</i> ) - campo experimental Jorge do Prado Sobral	1083/17
Capim elefante-caule ( <i>Pennisetum purpureum</i> ) - campo experimental Jorge do Prado Sobral	1103/17
Capim elefante-amostra geral ( <i>Pennisetum purpureum</i> ) - campo experimental Jorge do Prado Sobral	1059/17
Composto de casca de coco seco (cama de ovinos) -Aurantiaca/ Conde-BA	920/19

## Metodologia de referência (FDN-MR e FDA-MR)

A metodologia de referência (MR), originalmente desenvolvida por Van Soest e com modificações referentes ao uso de autoclave e de acomodação das amostras em sacos de TNT (Detmann et al., 2012) é descrita abaixo.

- a. Pesar 0,5 g de amostra e transferir para saco de TNT100 previamente tarado em estufa a 105°C por 2 h;
- b. Selar o saco de TNT e colocá-lo no frasco de vidro;
- c. Adicionar 350 mL de solução detergente neutra e 2,0 mL de alfa amilase;
- d. Fechar o frasco com a tampa e vedar com filme de PVC nas tampas;
- e. Colocar o frasco contendo o material na autoclave pré-aquecida. Manter o material na autoclave por 40 minutos contados a partir do momento que a temperatura atingir 111 °C (0,5 atm);
- f. Abrir a autoclave, seguindo o procedimento recomendado, retirar o frasco de vidro e esperar 10 min para abri-lo;
- g. Escoar a solução para recipiente de resíduos cuidando para que os sacos de TNT permaneçam no frasco;
- h. Colocar água quente ( $\pm 100$  °C) e agitar durante 5 minutos. Escoar a água da lavagem para o mesmo recipiente de resíduos. Repetir mais uma vez o procedimento desde a adição da água quente até o escoamento da solução;
- i. Transferir os sacos de TNT com FDN para frasco de vidro vazio (30 sacos/frasco) adicionando 300 mL de acetona (P.A. ou recuperada) e três (03) bolas de vidro para manter os sacos imersos. Marcar 5 min;
- j. Escoar o resíduo de acetona para recipiente próprio, transferir os sacos de TNT para bandeja metálica e secar por uma noite em estufa a 60 °C;
- k. Retirar os sacos de TNT da estufa a 60 °C e colocá-los em estufa a 105 °C por 4 h;
- l. Retirar da estufa, deixar esfriar em dessecador por 30 min e pesar;

m. Colocar os sacos com FDN após pesagem (inclusive os brancos) em frasco de vidro e adicionar 350 mL de solução detergente ácida. Realizar as etapas desde o aquecimento em autoclave até a pesagem;

n. Calcular %FDN por meio da equação:

$$\%FDN = [(A-B-C) / MA \times 100] \times (100 / \%MS \text{ a } 105 \text{ }^\circ\text{C})$$

Em que,

A é a Massa do Saco de TNT + FDN em g

B é a Massa do Saco de TNT em g

C é a Massa do Saco de TNT do branco (média de 6 de repetições - FDN) - em g

MA é a Massa da Amostra (g)

o. Calcular %FDA por meio da equação:

$$\%FDA = [(D-B-E) / MA \times 100] \times (100 / \%MS \text{ a } 105 \text{ }^\circ\text{C})$$

Em que,

D é a Massa do saco de TNT + FDA em g

B é a Massa do saco de TNT em g

E é a Massa do saco de TNT do branco (média de 6 de repetições - FDA) em g

MA é a Massa da amostra em g

## **Metodologia proposta (MP) (FDN-MP e FDA-MP)**

Consiste em eliminar a etapa “i” do procedimento. Essa modificação elimina o uso de acetona na análise e, conseqüentemente, a geração do resíduo correspondente.

## Análises estatísticas

A avaliação estatística foi baseada na comparação entre os resultados gerados pela metodologia proposta e a metodologia de referência usando o teste t pareado a 95% de probabilidade. O delineamento experimental foi o inteiramente casualizado com dois tratamentos (Metodologia Proposta e Metodologia de Referência) e 20 repetições. A correlação entre os dois métodos foi mensurada por meio do coeficiente de correlação de Pearson.

A estimativa da precisão de FDN e FDA quantificadas pelos métodos de referência (MR) e proposto (MP) (FDN-MR e FDN-MP) foi obtida por meio do desvio-padrão combinado descrito por Trafford et al. (1998) (adotado porque exclui do cômputo da precisão a variabilidade existente entre as amostras mensuradas), do coeficiente de variação (CV) obtido pela razão entre o desvio-padrão combinado e a média global das amostras e do CV de Horwitz (Horwitz, 1982).

Para a realização das análises estatísticas foi utilizado o software Google Planilhas, disponível gratuitamente para usuários Google, com os cálculos descritos por Mendham et al. (2002).

## Resultados e Discussão

---

Valores de FDN e FDA para MR e MP e análise estatística

Os valores de FDN-MR, FDN-MP, FDA-MR e FDA-MP são exibidos nas Tabelas 2 e 3, respectivamente.

**Tabela 2.** Valores médios de FDN obtidos para amostras de diferentes materiais analisadas pela metodologia de referência e metodologia proposta.

<b>Especificação das amostras</b>	<b>%FDN-MR</b>	<b>%FDN-MP</b>
<b>EPCBO2019-03</b>	10,16	14,12
<b>MRC 20</b>	20,97	20,87
<b>250/17</b>	37,82	40,21
<b>1146/19</b>	46,49	55,41
<b>1039/19</b>	48,80	57,38
<b>1091/19</b>	49,57	50,64
<b>110/19</b>	61,47	61,79
<b>EPCBO2019-06</b>	61,93	63,79
<b>1095/19</b>	62,52	64,31
<b>66/19</b>	63,16	65,25
<b>274/17</b>	64,19	65,64
<b>1055/19</b>	69,31	73,02
<b>1093/19</b>	71,51	72,05
<b>1414/19</b>	72,97	75,54
<b>1083/17</b>	73,54	74,58
<b>1166/19</b>	74,45	76,70
<b>1442/19</b>	76,75	80,14
<b>920/19</b>	77,42	79,23
<b>1059/17</b>	78,40	78,55
<b>1103/17</b>	83,58	83,89

%FDN-MR – média do teor de FDN analisado em triplicata com a metodologia de referência (Detmann et al., 2012); %FDN-MP – média do teor de FDN analisado em triplicata com a metodologia proposta (método descrito por Detmann et al. (2012) com eliminação do uso da acetona). Valor P: 0,0003 (Nível de rejeição da hipótese nula).

Intervalo de confiança: -3,556 to -1,254

**Tabela 3.** Valores médios de FDA obtidos para amostras de diferentes materiais analisadas pela metodologia de referência e metodologia proposta.

<b>Especificação das amostras</b>	<b>%FDN-MR</b>	<b>%FDN-MP</b>
<b>EPCBO2019-03</b>	2,28	2,50
<b>MRC 20</b>	2,30	2,64
<b>250/17</b>	17,13	18,13
<b>1039/19</b>	20,60	20,85
<b>1146/19</b>	23,04	23,76
<b>EPCBO2019-06</b>	29,33	29,29
<b>1091/19</b>	33,48	34,78
<b>1095/19</b>	33,85	34,86
<b>1083/17</b>	35,67	36,33
<b>66/19</b>	37,99	41,29
<b>110/19</b>	39,41	41,98
<b>1442/19</b>	39,63	40,39
<b>1414/19</b>	43,22	46,32
<b>274/17</b>	43,26	44,66
<b>1093/19</b>	44,17	44,76
<b>1059/17</b>	46,34	48,68
<b>1055/19</b>	50,29	50,54
<b>920/19</b>	51,42	56,77
<b>1166/19</b>	54,64	55,37
<b>1103/17</b>	54,96	59,56

%FDA-MR – média do teor de FDA analisado em triplicata com a metodologia de referência (Detmann et al., 2012); %FDA-MP – média do teor de FDA analisado em triplicata com a metodologia proposta (método descrito por Detmann et al. (2012) com eliminação do uso da acetona); Valor P: 0,0003 (Nível de rejeição da hipótese nula).

Intervalo de confiança: -2,238 to -0,8073

O teste t pareado identificou diferença significativa entre MP e MR tanto para FDN quanto para FDA. A razão dessa diferença estatística pode ser verificada no intervalo de confiança obtido para o teste t, que apesar de estreito, indicando a proximidade de MP com relação a MR, não inclui o zero. Em testes pareados, a não inclusão do zero no intervalo de confiança identifica a existência de erro sistemático. Nesse caso, embora os valores de MP e MR estejam sempre muito próximos, MP apresenta valores predominantemente superiores a MR o que gerou a diferença.

As diferenças observadas contrastam com as similaridades entre os dados, que podem ser observadas analisando-se linha a linha as duas tabelas anteriores e também pelos elevados coeficientes de correlação de Pearson ( $r = 0,9922$  para o ensaio de FDN e  $r = 0,9968$  para FDA) gerados entre MP e MR.

As médias e os desvios-padrão combinados correspondentes a MP e a MR também são próximos estando na mesma ordem de grandeza (Tabela 4).

**Tabela 4.** Médias expressas em fração mássica, desvios padrão combinados (DPCombinado), coeficientes de variação (CV) e faixas de coeficiente de variação de Horwitz para FDN-MR, FDN-MP, FDA-MR e FDA-MP.

Variáveis	Média (g/g)	DPCombinado	CV(%)	Faixa (CVHorwitz)
FDA-MR	0,352	0,006	1,67	1,17 - 1,57
FDA-MP	0,367	0,006	1,72	1,16 - 1,56
FDN-MR	0,603	0,010	1,73	1,08 - 1,45
FDN-MP	0,627	0,021	3,41	1,07 - 1,44

Com relação à faixa de CV de Horwitz, tanto a precisão do MP quanto a do MR estão um pouco acima; embora a precisão esteja fora do que seria esperado, isso não decorre da alteração realizada na metodologia.

A faixa de CV de Horwitz é utilizada para prever a variabilidade esperada para uma dada metodologia analítica a partir da magnitude do analito a ser quantificado. São considerados de boa precisão valores de CV iguais ou inferiores àqueles preditos pela equação de Horwitz. Entretanto, como a equação de Horwitz foi desenvolvida a partir de dados de ensaios interlaboratoriais faz-se necessário obter uma faixa de valores correspondentes à condição

intralaboratorial (essa é a condição do presente estudo) multiplicando o valor do Coeficiente de Horwitz por 0,5 (limite inferior) e por 0,67 (limite superior) da faixa (Horwitz, 1982). Deve-se observar ainda que a equação de Horwitz foi desenvolvida para concentrações expressas em fração mássica (m/m) e assim, para avaliar a precisão com base em Horwitz os dados de FDN e FDA na Tabela 4 estão convertidos para essa forma de expressão dos resultados, que difere da maneira como os dados são utilizados na área de nutrição animal.

## **Elaboração do modelo de predição de MR a partir de MP**

Em decorrência da proximidade dos valores de MP e MR, da sua excelente correlação e da relevância do uso de técnicas que usem menos reagentes e gerem menos resíduos, a estratégia utilizada para compensar o erro sistemático identificado, foi elaborar um modelo para predizer FDN-MR e FDA-MR a partir de FDN-MP e FDA-MP.

A lógica de construção do modelo de predição de MR a partir de MP, as etapas de elaboração e sua perspectiva de aplicabilidade são descritos a seguir: (i) os dados de MR (eixo y) são plotados em um gráfico de dispersão contra os dados de MP (eixo x); (ii) utilizando-se o método dos mínimos quadrados obtém-se uma equação linear do tipo  $Y = M \times X + B$ , na qual o Y corresponde ao valor de FDN ou de FDA correspondentes ao método de referência preditos a partir dos valores obtidos para o método proposto (MR-PRED), X corresponde a MP e M e B são parâmetros da equação gerados pela regressão linear. A equação fica então,  $MR-PRED = MP \times M + B$ ; (iii) a qualidade da reta obtida é avaliada por meio do  $R^2$ ; (iv) a reta é validada obtendo-se MR-PRED a partir de resultados de amostras independentes analisadas por MP; (v) Compara-se MR-PRED com MR por meio do teste t pareado.

Para a elaboração e avaliação do modelo, o mesmo grupo de 20 amostras mencionadas nas etapas anteriores do presente estudo foi dividido em dois grupos, sendo um de elaboração do modelo, contendo treze amostras, e outro de validação, contendo sete amostras. Essa distribuição considerou uma prática comum em elaboração e validação de modelos que consiste em reservar 2/3 das amostras para a obtenção do modelo e 1/3 para a validação. A escolha das amostras para cada um dos grupos foi feita por sorteio. As

amostras sorteadas para o conjunto de validação foram: 1039/19, 1091/19, 1083/17, 1414/19, 1093/19, 920/19 e 1103/17.

Os gráficos obtidos para a predição de FDN e FDA são exibidos a seguir (Figuras 1 e 2).

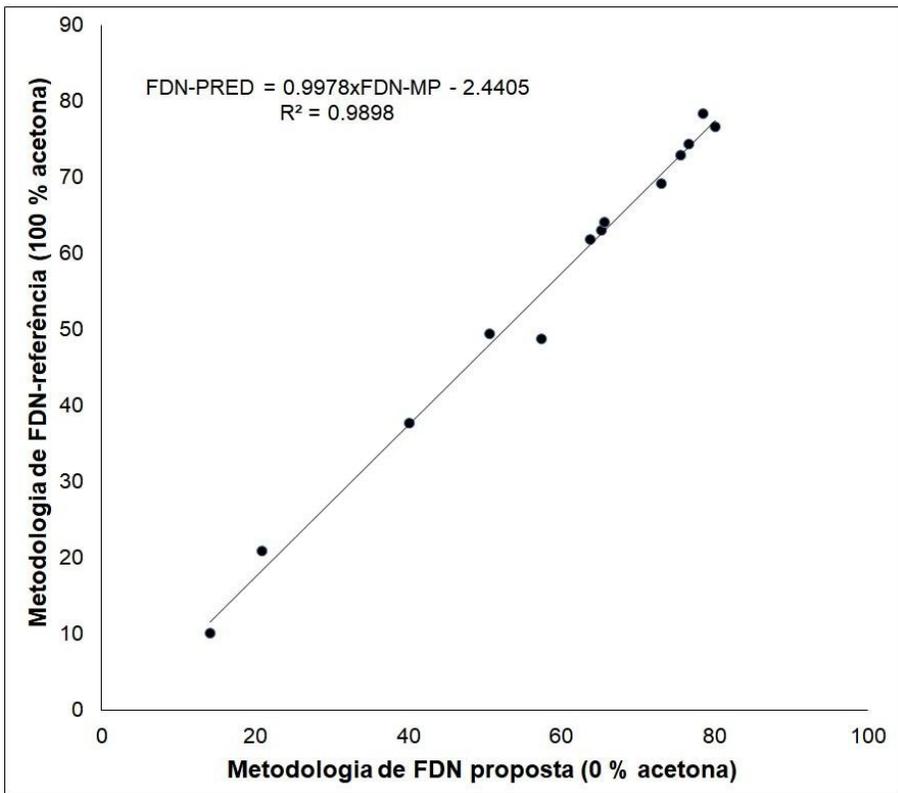
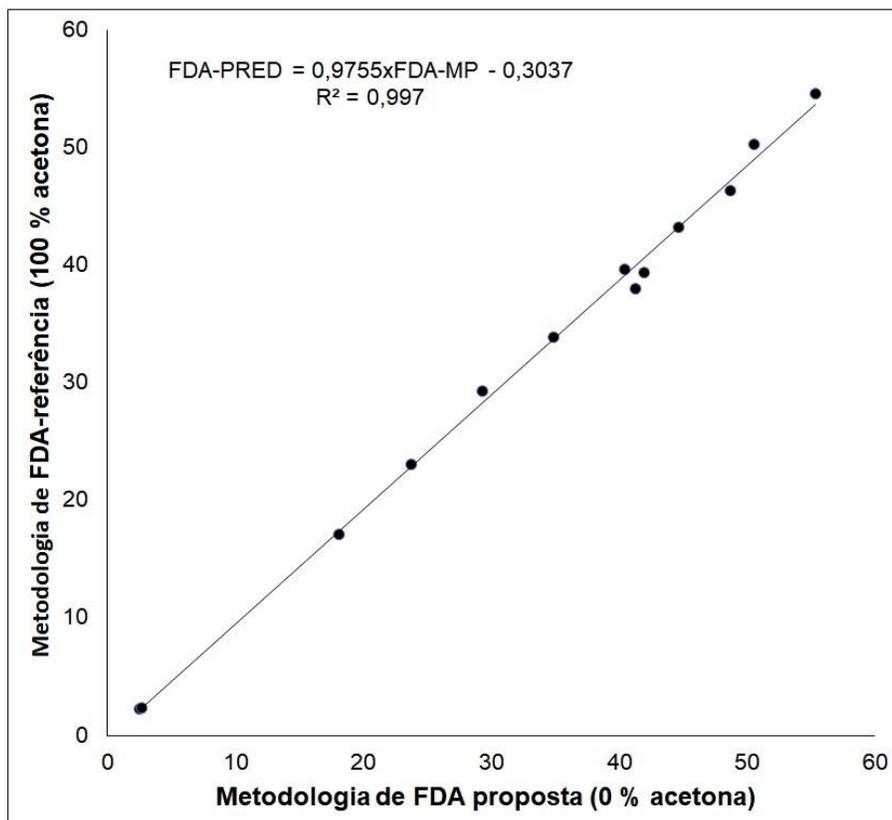


Figura 1. Retas de regressão linear da metodologia de FDN-PRED versus FDN-MP.



**Figura 2.** Retas de regressão linear da metodologia de FDA-PRED referência versus FDA-MP.

O teste t pareado não identificou diferença significativa entre FDN-PRED e FDN-MR ( $p = 0,2296$ ; Intervalo de confiança = -2,587 a 0,7588) nem entre FDA-PRED-FDA-MR ( $p = 0,6892$ ; Intervalo de confiança = -2,366 a 3,346), demonstrando a possibilidade de uso do modelo. Para esse caso específico, os intervalos de confiança foram estreitos e continham o zero, indicando ausência de erros sistemáticos em níveis que comprometessem a qualidade da predição.

## Conclusões

---

A eliminação da etapa de lavagem com acetona nas análises de FDN e FDA gera valores com boa precisão quando a metodologia adaptada é comparada com a metodologia de referência, apesar de um pouco superiores aos valores preconizados pela equação de Horwitz.

De forma preliminar, a elaboração de um modelo de predição para FDN e FDA permite a obtenção de resultados para esses parâmetros sem o uso de acetona e resolve a problemática dos erros sistemáticos. O dado predito pelo modelo não difere estatisticamente do método de referência, sendo aplicável às espécies e nas formas estudadas e para avaliações de alimento destinado a ruminantes. No entanto, devem ser realizadas etapas adicionais de validação para confirmar a possibilidade de uso do modelo na rotina do laboratório. Além disso, o modelo deve sempre ser alimentado com a adição de novas amostras com o intuito de melhorar sua robustez, abrangência e contemplar outras espécies vegetais.

## Referências

---

- ALVES, A. R.; PASCOAL, L. A. F.; CAMBUÍ, G. B.; TRAJANO, J. da S.; SILVA, C. M. da; GÓIS, G. C. Fibra para ruminantes: aspecto nutricional, metodológico e funcional. **Pubvet**, v. 10, n. 7, p. 568–579, jul. 2016.
- BERCHIELLI, T. T.; GARCIA, A. V.; OLIVEIRA, S. G. Principais técnicas de avaliação aplicadas em estudos de nutrição. In: BERCHIELLI, T. T.; PIRES, A. vaz; OLIVEIRA, S. G. de. **Nutrição de ruminantes**. Jaboticabal: Funep, 2006. cap. 14. p. 397-418.
- BERCHIELLI, T. T.; OLIVEIRA, A. P. de O.; TONANI, F. L.; PAZIANI, S. de F.; ANDRADE, P. de. Avaliação da determinação da fibra em detergente neutro e da fibra em detergente ácido pelo sistema ANKOM. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 30, n. 5, p. 1572–1578, out. 2001.
- DETMANN, E.; VALENTE, T. N. P.; BERCHIELLI, T. T. Avaliação da fibra insolúvel em detergente neutro e da fibra insolúvel em detergente ácido. In: DETMANN, E.; SOUZA, M. A. de; VALADARES FILHO, S. de C.; QUEIROZ, A. C. de; BERCHIELLI, T. T.; SALIBA, E. de O. S.; CABRAL, L. da S.; PINA, D. dos S.; LADEIRA, M. M.; AZEVEDO, J. A. G. **Métodos para análise de alimentos**. Visconde do Rio Branco: Suprema, 2012. cap. 7. p. 93-111.

- EMBRAPA. **Embrapa e a agenda 2030**: Objetivos de Desenvolvimento Sustentável: ODS. Disponível em: <https://www.embrapa.br/objetivos-de-desenvolvimento-sustentavel-ods/o-que-sao-os-ods>. Acesso em: 04 set. 2023.
- HORWITZ, W. Evaluation of analytical methods used for regulation of foods and drugs. **Analytical Chemistry**, v. 54, n. 1, p. 67A-76A, 1 jan. 1982.
- JUNG, H. J. G. Analysis of forage fiber and cell walls in ruminant nutrition. **The Journal of Nutrition**, v. 127, n. 5, p. 810S-813S, maio, 1997.
- LOURENÇO, M. do S. N.; MESSANA, J. D.; SADER, A. P. de O.; CANESIN, R. C.; MALHEIROS, E. B.; CASTAGNINO, P. S.; BERCHIELLI, T. T. Comparison of laboratory methods to assess fiber contents in feedstuff. **Revista Colombiana de Ciencias Pecuarias**, v. 30, n. 1, p. 21–29, jan. 2017.
- LUND, P.; WEISBJERG, M. R.; HVELPLUND, T. Digestible NDF is selectively retained in the rumen of dairy cows compared to indigestible NDF. **Animal Feed Science and Technology**, v. 134, n. 1, p. 1–17, 1 mar. 2007.
- MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. J. K. **Vogel**: análise química quantitativa. 6. ed. Rio de Janeiro: Ltc - Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2002. 462 p.
- SEGURA, S. F.; ECHEVERRI F. R.; PATIÑO LI A. C.; MEJÍA G. A. I. Descripción y discusión acerca de los métodos de análisis de fibra y del valor nutricional de forrajes y alimentos para animales. **Vitae**, v. 14, n. 1, p. 72–81, 2007.
- SIGMAALDRICH (ed.). **Ficha de informação de segurança de produto químico**: 179124. 179124. Disponível em: <https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/sds/sigald/179124>. Acesso em: 04 set. 2023.
- SILVA, D. J.; QUEIROZ, A. C. Conceitos gerais sobre análise de alimentos, preparação de amostras e determinação da matéria-seca. In: SILVA, D. J.; QUEIROZ, A. C. **Análise de alimentos**: métodos químicos e biológicos. 3. ed. Viçosa, MG: UFV, 2006. p. 15-38.
- OSMAN, N. S.; KHAMIL, I. A. M.; SAPAWE, N. Proximate analysis of animal feed pellet formulated from sunflower shell waste. **Materials Today**: Proceedings, v. 19, p. 1796–1802. 2019.
- TRAFFORD, A. D.; GRAHAM, P.; JEE, R. D.; MOFFAT, A. C. A rapid quantitative assay of intact paracetamol tablets by reflectance near-infrared spectroscopy. **Journal of Pharmacy and Pharmacology**, v. 50, n. S9, p. 88–88, 1998.
- 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, n. 10, p. 3583–3597, out. 1991.



---

*Tabuleiros Costeiros*

MINISTÉRIO DA  
AGRICULTURA  
E PECUÁRIA

