

AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA MATÉRIA SECA DE FORRAGENS E FEZES¹

João José Assumpção de Abreu Demarchi²
Gilberto Braun²
Celso Boin³

INTRODUÇÃO

O primeiro passo da análise de um alimento, para avaliação de sua composição química e importância do ponto de vista agrícola ou da nutrição animal, é a determinação da matéria seca, que representa o conjunto de todos os nutrientes aí presentes. Quando se compara o valor nutritivo de dois ou mais alimentos é necessário considerar seus teores de matéria seca, pois expressamos os nutrientes em base seca, ou seja, em relação à matéria seca total. Quando fazemos referência à produtividade de uma cultura, em termos comparativos, devemos fazê-la em termos de quilos ou toneladas de matéria seca por hectare, ou quando nos interessa a quantidade de nutrientes consumidos ou excretados por um animal para o cálculo da digestibilidade, faz-se necessária a correta estimativa do consumo e da excreção em termos de matéria seca. Segue-se, então, uma avaliação da composição desta em termos de nutrientes. Além disso, a coleta de amostras dos alimentos, visando à análise química, tem por finalidade obter amostra perfeitamente representativa da média do material a ser analisado. Torna-se portanto essencial todo cuidado na coleta de tais amostras, pois erros cometidos na amostragem não podem ser retificados ou

¹ Parte da Dissertação de Mestrado do primeiro autor.

² Instituto de Zootecnia/SAA – Caixa Postal 60 – CEP 13.460-000 – Nova Odessa, SP.

³ EMBRAPA/CNPQC – Caixa Postal 154 – CEP 79.002-270 – Campo Grande, MS.

compensados, por mais cuidadosas que venham a ser as futuras análises (SILVA, 1981). Segundo Gross & Averdunk, citados por McDONALD (1981), a amostragem é a principal causa de erros na determinação da matéria seca. Junte-se a isso a necessidade de manutenção da qualidade da amostra do local de coleta até o laboratório onde serão realizadas as análises físico-químicas.

Como mencionado, a determinação da matéria seca ou da umidade é o ponto de partida da análise de alimentos. Existem inúmeras formas de sua determinação, tais como: liofilização, secagem em estufa (com ou sem ventilação forçada), vácuo (com ou sem elevação da temperatura), destilação com tolueno, microondas, infravermelho, métodos químicos, etc. Contudo, a determinação em estufas é um dos mais simples e econômicos.

Silagens e outras forragens submetidas à fermentação podem sofrer, durante a secagem em estufa, perdas de determinadas substâncias, tais como: ácidos orgânicos, amônia, etanol, etc., que, segundo McDONALD (1981), podem ser superiores a 10%. WOOLFORD (1984) afirma ser possível a determinação da matéria seca de silagens secando-se as amostras em estufa a 100°C durante 16 horas, mas que ela é subestimada pela perda de compostos voláteis. Tais perdas, dependendo do teor de matéria seca e de ácidos graxos, pode ser maior que 22%. Para forragens e outras amostras não fermentadas, isso parece não ser problema.

AERTS et al. (1974), utilizando temperaturas de 70 e 100°C para fazer a pré-secagem em estufas de diversos tipos de amostras, não verificaram diferenças significativas entre os teores de matéria seca, apenas tendência de redução dos teores com o aumento da temperatura. Já BRAHMAKSHATRIYA & DONKER (1971), utilizando as mesmas temperaturas (70 e 100°C), detectaram aumento significativo nas perdas de matéria seca.

Para SILVA (1981) existe um método DIRETO, que se baseia na secagem das amostras em estufas, de preferência ventiladas, em temperatura de 70 a 80°C, durante aproximadamente 48h, tendo-se o cuidado de fazer a pesagem das amostras imediatamente após a

retirada da estufa, ainda a quentes. Isto difere do método tradicional, em que se espera o equilíbrio da amostra com a umidade relativa do ar por 12 a 24h e, posteriormente, se faz a correção com uma Segunda determinação da umidade residual. Este método fornece aproximação bastante razoável da matéria seca total, sem precisar calcular a matéria seca real (padrão). Presta-se, tanto para avaliar forragens a serem ensiladas e fenos para fins de conservação, como para estimativas de produtividade de qualquer planta forrageira. DEMARCHI *et al.* (1998) avaliaram este método para silagens de sorgo com perfil fermentativo adequado e verificaram que não diferiu do método de destilação com tolueno (método não corrigido). Contudo, os teores de matéria se ca determinados foram maiores do que os obtidos com estufas reguladas à 105°C ou em relação ao método tradicional ou padrão.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a efetividade dessa metodologia para forragens a serem ensiladas, sobras de silagens de ensaios de digestibilidade e fezes de ovinos.

MATERIAL E MÉTODOS

Durante o ciclo de uma cultura de sorgo (AG-2005-E/duplo-propósito), foram produzidas silagens em barricas de 220 L em cinco estádios de maturação dos grãos. A – grãos leitosos com 92 dias de ciclo; B – leitosos/pastosos/99 dias; C – farináceos/106 dias; D – farináceos/117 dias, E – duros/134 dias. Para cada estágio foram retiradas amostras de forragens antes do enchimento dos silos. As silagens produzidas foram avaliadas em ensaios de digestibilidade com ovinos em gaiolas de metabolismo pelo método de coleta total de fezes.

As amostras de plantas de sorgo picadas antes da ensilagem, sobras de silagens dos ensaios de digestibilidade e fezes, congeladas logo após suas respectivas coletas, foram descongeladas à sombra (12 horas), homogeneizadas e colocadas em quatro bandejas de alumínio, cada qual com os tipos de amostras e suas repetições, para secagem em estufa com circulação forçada de ar, regulada a 60°C, até peso

pesadas imediatamente após retiradas da estufa, com as bandejas ainda quentes, determinando-se quatro valores de matéria seca, denominadas de “%MS-DIRETA” (SILVA, 1981; DEMARCHI, 1993). As bandejas permaneceram 24 horas fora da estufa para atingir o equilíbrio com a umidade do ar, quando então foram novamente pesadas, determinando-se novos valores de matéria seca, denominados de “%MS60-PARCIAL” (SILVA, 1981). Após esta pesagem, duas das quatro bandejas retornaram à estufa, reajustada para 105°C, também para secagem até peso constante (24 h). A pesagem foi novamente realizada, imediatamente após a retirada das bandejas da estufa, calculando-se os valores de matéria seca, identificados como “%MS105-DIRETA” (SILVA, 1981). Este material foi descartado (Figura 1).

As amostras das bandejas restantes foram moídas em moinhos tipo Wiley, homogeneizadas em separadores, envasadas e identificadas. Foi determinada a matéria seca em cadinhos de porcelana (2g de amostra) e estufa sem ventilação forçada de ar, regulada a 105°C durante 12 horas (AOAC, 1984). A pesagem, feita após resfriamento da amostra em dessecador, foi denominada de “%MS105-PARCIAL” (SILVA, 1981). Os valores de %MS60 e %MS105-PARCIAIS foram utilizados para cálculo da matéria seca padrão nos laboratórios, multiplicando-se uma pela outra e dividindo-se por cem, sendo identificada como “%MS PADRÃO” (SILVA, 1981). O fluxograma completo do esquema de determinação da matéria seca é mostrado na Figura 1.

Uma segunda porção das amostras das forragens a serem ensiladas, ainda congeladas, foram moídas em liquidificador com copo de aço inoxidável, com gelo seco e nitrogênio líquido, para que a amostra não “empastasse” e houvesse significativa redução do tamanho das partículas e maior homogeneização da massa. Este procedimento teve como objetivo verificar se este método altera o teor de matéria seca, pois é utilizado para determinação da matéria seca de silagens pelo método de destilação com tolueno (DEMARCHI et al., 1998).

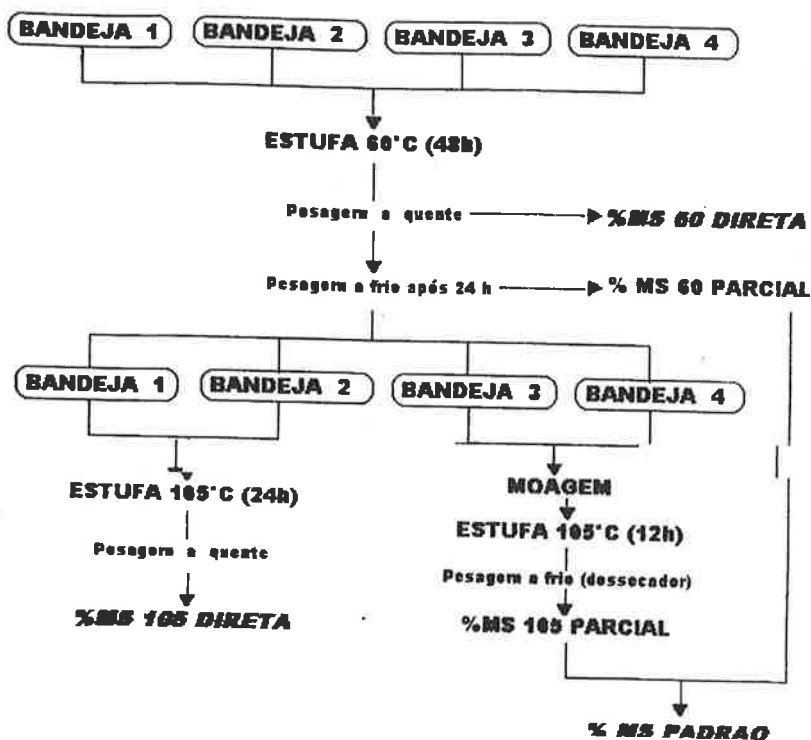


Figura 1. Fluxograma de determinação da matéria seca em estufas.

Os experimentos, inteiramente casualizados, com 5 repetições, foram fatoriais de 3 métodos de determinação da matéria seca × 5 estádios de maturação dos grãos, como já se descreveu. Aos dados de cada um deles se aplicou a análise de variância, associada à comparação das médias de Métodos e Estádios pelo teste de Tukey.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 mostra as médias de Matéria Seca, tanto para determinações em Bandejas de Alumínio (sem processamento), como em Placas de Petri (amostras processadas). Em ambos os casos a

Interação Métodos x Estádios deu valores de F inferiores à unidade, isto é, não houve o menor indício de Interação significativa, o que justifica a comparação separada entre Método ou entre Estádios. Por estes dados verificamos que, para a determinação da matéria seca em amostras processadas e colocadas em Placas de Petri, não houve diferença significativa entre os métodos. Contudo, há clara tendência de aumento das perdas de matéria seca com o aumento da temperatura das estufas, o que concorda com os resultados de AERTS et al. (1974), entre outros. Para as avaliações feitas em Bandejas, houve efeito significativo para Métodos, observando-se valores superiores da %MS60-DIRETA em relação à %MS105-DIRETA. A %MS-PADRÃO não pôde ser determinada em função da perda de amostras pela entrada de animais no galpão onde estavam armazenadas. De qualquer forma, o método proposto por SILVA (1981) parece equivaler ao método considerado padrão para amostras que não sofreram nenhum tipo de fermentação (Tabela 1).

Pode-se questionar também se toda a água foi realmente retirada da amostra no método %MS60-DIRETA, ou se carboidratos solúveis ou outro tipo de composto foram perdidos durante o processo nos demais métodos. Estes resultados são concordantes com os obtidos por BRAHMAKSHATRIYA & DONKER (1971). Para Estádios, houve efeito altamente significativo ($P > 0,001$), tanto para Bandejas de Alumínio, como para Placas de Petri, com efeito médio crescente em ambos os experimentos.

O processamento com gelo seco e nitrogênio líquido e posterior determinação da matéria seca em Placas de Petri não alterou significativamente os resultados, mas talvez tenha reduzido a possibilidade de detecção de diferença entre os métodos, devido ao reduzido tamanho da amostra colocada em estufa e ao aumento do coeficiente de variação, de 3,27%, nas Bandejas, para 6,69%, nas Placas.

Para as determinações de Matéria Seca em sobra de silagem de ensaios de digestibilidade com consumo à vontade ou restrito, da mesma forma que para forragens, não houve efeito significativo para a Interação Métodos x Estádios. Elas foram determinadas apenas em Bandejas de Alumínio e não foi verificado efeito de Método (Tabela 2). Contudo, houve forte tendência ($P < 0,0608$) de a %MS105-

DIRETA diferir das demais (%MS60-DIRETA e %MS-PADRÃO), que não diferiram entre si, ou seja, houve tendência de maiores perdas de matéria seca com o aumento da temperatura, de 60 para 105°C, da mesma forma verificada para as amostras de forragens.

Convém frisar a grande variabilidade na quantidade de sobras de silagem, dependendo do Estádio e do animal. Maiores sobras indicaram maior semelhança destas com a silagem oferecida, portanto, com maior possibilidades de perdas de compostos voláteis, enquanto sobras reduzidas foram caracterizadas quase exclusivamente por hastes, com baixa frequência de folhas e grãos, portanto com maiores semelhanças com forragens não fermentadas. Acredita-se que seja mais conveniente, para este tipo de amostra, utilizar os mesmos métodos de determinação da matéria seca usados para as silagens, ou seja, a %MS60-DIRETA ou %MS-TOLUENO.

A presença ou não de compostos voláteis associados às sobras pode ter sido a principal causa do aumento do coeficiente de variação (CV = 18,2%) em relação aos outros tipos de amostra e uma redução na probabilidade de detecção casual de diferenças entre os métodos. Houve efeito altamente significativo para Estádio ($P < 0,0001$).

As características físico-químicas determinadas para as silagens em estudo constam de trabalho de DEMARCHI *et al.* (1998), assim como alguns resultados relativos a sua análise estatística. Todas as silagens, nos cinco estádios de maturação, foram consideradas de boa qualidade fermentativa, pois tanto o pH (inferior a 4,2), quanto o nitrogênio amoniacal (menor que 13%), estão dentro de parâmetros considerados adequados (Wieringa; Breirem e Uvesli; Nilsson e Nilsson; Saue e Uvesli, citados por ANDRIGUETTO *et al.*, 1984; McDONALD, 1981).

A **Tabela 3** mostra as médias de Matéria Seca em amostras de fezes de ovinos dos dois ensaios de digestibilidade com diferentes níveis de consumo. Em ambos os casos a Interação Métodos \times Estádios deu valores de F inferiores à unidade, ou seja, não houve o menor indício de interação significativa, o que justifica, da mesma forma que para forragens e sobras de silagens, a comparação entre Métodos ou entre Estádios, separadamente.

Tabela 1. Porcentagens de matéria seca das forragens de sorgo a serem ensiladas.

Estádios de Maturação	Determinação da Matéria Seca em Placas de Petri (amostra processada)			Determinação da Matéria Seca em Bandejas de Alumínio (amostra íntegra)		
	%MS60 direta	%MS padrão	%MS105 direta	%MM60 direta	%MS padrão	%MS105 direta
A	32,0	30,8	31,2	32,3	...	30,5
B	37,0	35,5	36,4	36,3	...	34,5
C	38,1	37,1	37,4	36,6	...	36,0
D	45,9	44,5	43,3	46,0	...	45,0
E	48,9	47,9	47,9	51,6	...	50,1
Média	40,4a	39,2a	39,2a	40,6a	...	39,2b
s(m)	6,69	6,48	6,72	7,39	...	7,50

1. Médias seguidas de letras minúsculas iguais na mesma linha, ou maiúsculas na mesma coluna, não diferem entre si ao nível de 5,0% de probabilidade.

2. Não houve interação significativa Estádios × Métodos de determinação da matéria seca.

3. O CV para Placas de Petri foi de 6,69%, enquanto que para Bandejas de Alumínio foi de 3,27%.

4. Não houve efeito significativo para o processamento das amostras (Bandejas **versus** Placas de Petri).

Tabela 2. Porcentagens de matéria seca das sobras de silagem de sorgo.

Estádios de Maturação	Período de Coleta I (Consumo à vontade)			Período de Coleta II (Consumo restrito)		
	%MS60 direta	%MS padrão	%MS105 direta	%MS60 direta	%MS padrão	%MS105 direta
A	28,8	27,7	27,0			
B	30,8	29,5	28,6			
C	32,0	30,8	27,9			
D	40,1	38,6	29,9			
E	43,6	41,6	39,8			
Média s(\hat{m})	35,5a 8,65	34,1a 8,43	31,2a 6,87			

1. Médias seguidas de letras minúsculas iguais na mesma linha, ou maiúsculas na mesma coluna não diferem entre si a nível de 5,0% de probabilidade.

2. Não houve interação significativa Estádios × Métodos de determinação da matéria seca.

3. O CV da análise de variância foi de 18,5%.

Não houve sobras

Tabela 3. Porcentagens de matéria seca das fezes de ovinos.

Estádios de Maturação	Período de Coleta I (Consumo à vontade)			Período de Coleta II (Consumo restrito)		
	%MS60 direta	%MS padrão	%MS105 direta	%MS60 direta	%MS padrão	%MS105 direta
A	34,1	33,9	33,4	37,4	36,8	36,1
B	36,9	36,5	36,9	42,6	41,8	41,0
C	35,5	35,1	34,5	42,1	41,3	40,5
D	37,8	37,3	36,3	41,6	40,8	40,1
E	36,1	35,7	35,0	42,3	41,4	40,7
Médias (\hat{m})	36,1a 4,83	35,8a 4,75	35,2a 4,63	41,3a 6,55	40,5a 6,34	39,8a 6,24
			Média de Estádio			Média de Estádio
			33,8 ^A			36,8 ^A
			36,8 ^A			41,8 ^A
			35,0 ^A			41,3 ^A
			37,2 ^A			40,8 ^A
			35,6 ^A			41,5 ^A

1. Médias seguidas de letras minúsculas iguais na mesma linha, ou maiúsculas na mesma coluna não diferem entre si ao nível de 5,0% de probabilidade.

2. Não houve interação significativa Estádios \times Métodos de determinação da matéria seca.

3. Houve efeito altamente significativo ($P < 0,0001$) para período de coleta (35,7 **versus** 40,5%).

4. O CV para a análise da variância foi de 13,9% para a Coleta I e 16,4% para a Coleta II.

Não houve efeito significativo para Métodos, nem para Estádios, contudo, também houve uma pequena tendência de menores valores de matéria seca para temperaturas mais elevadas. Houve efeito altamente significativo ($P < 0,001$) para período de coleta, talvez em função do nível de restrição alimentar. Estes resultados foram devidos, provavelmente, à ausência de compostos que poderiam ser perdidos durante a secagem em estufa.

CONCLUSÕES

1. O preparo de amostras com gelo seco e nitrogênio líquido não alterou significativamente as porcentagens de matéria seca das forragens determinadas em Placas de Petri e estufas com circulação forçada de ar. Contudo, amostras pequenas como estas, aparentemente interferiram nos resultados pela menor sensibilidade em detectar perdas de alguns compostos, além de aumentar o coeficiente de variação.

2. A determinação da matéria seca pelo método %MS60-DIRETO é uma forma rápida, econômica e eficiente de prever a matéria seca de diversos tipos de amostras, não diferindo significativamente da %MS-PADRÃO na maioria das análises. Contudo, apresenta sempre valores numericamente superiores aos dos demais métodos, mesmo quando não significativamente diferentes.

RESUMO

Foram avaliados três métodos de determinação da matéria seca em estufa para plantas de sorgo picadas para ensilagem, sobras de silagens de ensaios de digestibilidade e fezes de ovinos, em cinco

estádios de maturação dos grãos: %MS-PADRÃO, %,MS60-DIRETA e %MS105-DIRETA. Não houve diferença significativa entre os Métodos para fezes e sobras de silagem. Para forragens de sorgo verificou-se diferença significativa entre a %MS60-DIRETA e %MS105-DIRETA apenas nas determinações em Bandejas de Alumínio. Portanto, para plantas de sorgo picadas para ensilagem, fezes de ovinos e sobras de silagens caracterizadas praticamente apenas por hastes, a %MS60-DIRETA pode ser utilizada como uma forma de avaliação rápida e eficiente da sua porcentagem de matéria seca. Entretanto, seus valores sempre são numericamente superiores aos dos demais métodos, ou por reduzir perdas de matéria seca, ou por não retirar a água presente na amostra.

Palavras-chave: Avaliação, determinação, estufa, fezes, matéria seca, métodos, secagem, sobras, umidade.

SUMMARY

EVALUATION OF METHODS OF FORAGE AND FECES DRY MATTER DETERMINATION

Three methods of dry matter determination were evaluated by oven drying in sorghum plant to be ensilages wastes of silages in digestibility essays and sheep feces, in five maturity stages: STANDARD-%DM, DIRECT-%60, DIRECT-%DM60 and DIRECT-%DM105. There wasn't significant difference among the three methods for waste of silages, sorghum plant in Petri plates and sheep feces. To sorghum plants, the DIRECT-%DM105 gave lower values than DIRECT-%DM60. So, for dropped sorghum plants to be ensilaged, sheep feces and silage wastes, the DIRECT-%DM60 can be used as a form of fast and efficient evaluation of dry matter content, meanwhile, its values always are numerically bigger than the other,

either by reduction of dry matter losses or by the incomplete withdrawal of water.

Key words: Evaluation, determination, dry matter, drying, feces, humidity, methods, oven, drying, wastes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AERTS, J.V.; BRANDADER, D.L. de & COTTYN, B.G., 1974. Comparison of Methods for Dry Matter Determination of High Moisture Roughages and Faeces. **J. Sci. Food Agric.**, **25**: 619-627.
- ANDRIGUETTO, J.M.; PERLY, L. & MINARDI, I., 1984. **Nutrição Animal**, Vol. 1, 3^a ed., Ed. Nobel, São Paulo, 395p.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS – A.O.A.C., 1984. **Official Methods of Analysis**, 15.ed. Washington, D.C., 1141p.
- BRAHMAKSHTRIYA, R.D. & DONKER, J.D., 1971. Five Methods for Determination of Silage Dry Mater. **J. Dairy Science**, Albany, **54**(10): 1470-75.
- DEMARCHI, J.J.A.A., 1993. Produção, Valor Nutritivo e Características do Sorgo (*Sorghum bicolor* L. Moench.), Colhidos em Cinco Estádios de Maturação, e de suas silagens. Piracicaba. 230p. (Mestrado – ESALQ/USP).
- DEMARCHI, J.J.A.A.; BRAUN, G. & BOIN, C., 1998. Determinação da Matéria Seca de Silagens. **Rev. da Agric.**, Piracicaba, **73**(1): 87-100.
- McDONALD, P., 1981. **Biochemistry of Silage**, Toronto, John Willey, 228p.
- SAS Institute Inc., 1988. **SAS-STAT User's Guide**, ed. Gary, N.C.

- SILVA, D.J., 1981. **Análise de Alimentos (Métodos Químicos e Biológicos)**. Viçosa, UFV, Impr. Univ., 166p.
- WOOLFORD, M.K., 1984. **The Silage Fermentation**. Hurley, The Grassland Research Institute. 350p.