

*ANÁLISE E CONTROLE DE QUALIDADE DOS
ALIMENTOS PARA ANIMAIS*

ACQAPA



Luiz Carlos Machado

***ANÁLISE E CONTROLE DE QUALIDADE DOS
ALIMENTOS PARA ANIMAIS***

ACQAPA

Autor:

Luiz Carlos Machado

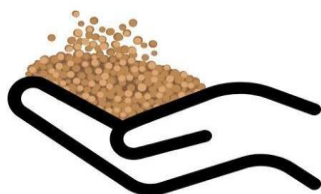
Colaboradores:

Revisão do conteúdo de química: Vássia Carvalho Soares

Revisão e ampliação geral: Sandra Regina Faria, Marcelo Gaspary Martins, Daviane Martinele Costa, Mariele Cristina Teles, Elizângela Aparecida, Mariana Leonarda Ribeiro Oliveira, Tiago Antônio Santos, André Machado dos Santos

Apoio:

OFICINA DA NUTRIÇÃO ANIMAL



Catálogo na Fonte Biblioteca IFMG - Campus Bambuí

M149a Machado, Luiz Carlos.

Análise e controle de qualidade dos alimentos para animais:
ACQAPA. / Luiz Carlos Machado. – [S.l.: s.n.], [2024].

235 p.: il. Color.

E-book, no formato PDF.

ISBN:

1. BPF. 2. Bromatologia. 3. Composição de alimentos. I.
Título.

CDD 636.084

Catálogo: Douglas Bernardes de Castro - CRB-6/2802

ISBN: 978-65-00-98424-8

É permitida a reprodução de partes desta obra, desde que citada a autoria.

Esta obra é gratuita como e-book. Caso queira a versão impressa, entre em contato com o autor através do e-mail luiz.machado@ifmg.edu.br. Será vendida num valor simbólico para cobrir as despesas de diagramação e impressão. A cada 10 cópias vendidas, uma será gratuitamente enviada a uma biblioteca pública de instituições que mantêm cursos de graduação relacionados.

Dedicatória

Dedico esta obra primeiramente à minha filha Tereza Cristina, meu filho João Paulo bem como a minha esposa Lindamar Isabel.

Dedico também a todos os que foram meus estudantes no curso de graduação em Zootecnia, nestes mais de 16 anos em que a disciplina de Análise e Controle de Qualidade dos Alimentos para Animais tem sido oferecida

Agradecimentos

Agradecer é sempre um ato importante para todos aqueles que almejam alcançar grandes feitos, pois nunca estamos sozinhos e devemos ser sempre gratos a todos aqueles que nos acompanham nesta caminhada, de maneira direta ou indireta. Todos colaboram conosco de alguma maneira.

Aos estudantes de todas as turmas que cursaram a disciplina, tão logo a mesma fora implementada no curso de graduação em Zootecnia. Foram muitos aprendizados bem como mudanças de opinião e melhor entendimento de conceitos, modelos mentais e da ciência em si. A sala de aula, conjugado ao laboratório, te proporcionam inúmeras oportunidades de aprimoramento, não só do ponto de vista técnico, mas principalmente humano.

Aos estudantes e profissionais que me ajudaram na revisão inicial da apostila de ACQAPA, citando aqui a querida profa. Sandra Regina e os estudantes (hoje Zootecnistas) Mariana, Daviane, Elizangela, Marcelo, Mariele, Matheus, Tiago e André (todos citados anteriormente como colaboradores). Todos foram peça chave para que os primórdios deste livro, na forma de uma apostila, fosse um material de fácil leitura e assimilação. Também agradeço à profa. Vássia pelo auxílio na revisão de conceitos químicos, os quais abordamos nesta obra de maneira sucinta. Além destes, agradeço aos outros professores da área de nutrição animal do IFMG Bambuí, incluindo aqui os colegas Adriano Geraldo, Jéferson, Vinícius e Silvana Lúcia, pois sempre trocamos ideias diversas sobre assuntos relacionados, e também às colegas da pós-graduação da FAZU, as professoras Renata e Letícia.

Aos colegas laboratoristas que colaboraram com nosso trabalho nestes anos, incluindo aqui Tiago Garcia, Maísa Paula, Maria Cristina, Fernanda Gonçalves, Ricardo Alexandre e Nayara Penoni, a qual foi também coautora de um dos meus primeiros trabalhos nesta área.

Agradeço aos consultores da Oficina da Nutrição Animal e alguns dos ex-alunos do curso de Zootecnia da nossa instituição, pois são hoje fontes inesgotáveis de conhecimento e vivência e que nos dão oportunidades diversas para diálogo e esclarecimento. Neste sentido citamos nossos colegas Aldo Salvador, Ednilson Fávaro, Juliana Ohara, Lucas Assis e Lucas Marques. Agradeço também a todos que colaboraram em eventos presenciais ou em nosso canal do Youtube com algum tema relacionado, incluindo aqui a Flávia de Castro, João Frans, Maria Lúcia e Elizangela Vilas Boas. Neste parágrafo, não posso deixar de agradecer também a colegas do MAPA que foram

fundamentais nos esclarecimentos iniciais sobre o BPF, incluindo aqui Alexandre Luiz e Antônio Samarão. Agradeço ainda a todos os responsáveis por fábricas de ração que nos receberam nos últimos anos e que colaboraram grandemente para conhecêssemos mais a realidade a nível de campo. Em nome de todos que nos receberam, agradeço ao colega Cleisson da Guabi e ao Giordano da Maná, o qual confiou em nós da Oficina da Nutrição Animal a readequação dos POPs de sua empresa.

Não poderia deixar de agradecer a todos aqueles que foram importantes em meu processo formativo neste tema, antes mesmo de iniciar meu período como professor. Neste sentido agradeço aos professores do núcleo de química do CEFET-MG. Agradeço a meus colegas do laboratório químico da AETHRA, principalmente a Maria do Socorro, que foi uma das peças fundamentais para formação da minha consciência profissional, Alexandro, Wellington, Leonardo e Oberdan. Também aos colegas dos laboratórios de nutrição animal da UFV e UFMG, incluindo aqui André Viana, Sérgio Penna, Darci Clementino, Toninho, Sandra Posada, Guilherme, Luciano (*in memoriam*) e Heloísa Saliba, a qual tenho grande admiração e pude absorver grandes conhecimentos como aluno e colega de trabalho e ao professor Walter Motta, nosso sempre orientador. Agradeço ao colega Eugénio Martínez da UPV-Espanha, pelo convívio, mesmo que curto dentro do laboratório.

Por fim agradeço a todos aqueles que mesmo de maneira indireta, deram sua parcela de contribuição para que esta obra um dia se tornasse realidade.

Sobre o autor

Luiz Carlos Machado iniciou seus estudos na área de análise e controle de qualidade dos alimentos para animais cursando o curso técnico de química no CEFET- MG. A seguir foi estagiário e técnico químico da AETHRA, indústria de autopeças, onde trabalhou durante alguns anos com os processos de fosfatização, pintura catódica e tratamento de efluentes, além de acompanhar todo o processo de implantação da ISO 9001 na empresa.



Como estudante de graduação em Zootecnia na UFV, trabalhou nos laboratórios de fisiologia pós colheita e nutrição animal, onde auxiliou o professor responsável na organização geral. Nesta época realizou também seu primeiro trabalho científico, avaliando diferentes misturas catalíticas para análise de proteína bruta. Como pós-graduando, realizou estudos nos laboratórios de Nutrição Animal da UFMG e da UPV-Espanha.

Como professor, organizou vários eventos presenciais diversos que contaram com palestras e discussões, bem como de maneira virtual no Youtube, através do canal Nutrição Animal Fácil. Nesta ferramenta também trabalha oferecendo conteúdo atualizado de qualidade, sendo este buscado por pessoas do Brasil e exterior. Realizou visitas diversas em fábricas de rações, buscando sempre associar teoria e prática. Além disso, orientou diversos estágios nos diferentes ramos das fábricas de rações e atualmente é responsável pelo programa de estágio orientado na fábrica de ração do IFMG Bambuí.

Orientou alguns trabalhos de conclusão de curso na área de marcos regulatórios e controle de qualidade dos alimentos para animais. Como convidado, também lecionou conteúdo para a pós-graduação em Gestão da Qualidade em Fábricas de Rações, da FAZU. Através de palestras técnicas, levou também esta área do conhecimento a algumas escolas no Brasil bem como em eventos técnicos.

Como coordenador da Oficina da Nutrição Animal (@oficinadanutricaoanimal) atuou voluntariamente em ações de extensão para revisão do manual de BPF de fábrica de ração, consultoria em análise de alimentos, avaliação nutricional de cães bem como desenvolvimento de planos nutricionais para animais de produção.

Prefácio

Este livro nasceu de uma apostila que foi melhorada ao longo de 16 anos e se destina a estudantes e profissionais da área de análise e controle de qualidade dos alimentos para animais. Para os estudantes, pode servir como um guia para construção lenta de uma base sólida e que forneça subsídios para melhor compreender os processos analíticos durante a graduação ou pós-graduação, ou os processos envolvidos na moderna indústria da alimentação animal. Para os profissionais, pode servir de um guia para buscar sanar dúvidas ou ainda novos conhecimentos, haja vista que este conteúdo é pouco estudado pela maior parte das profissões das ciências agrárias e áreas afins.

A obra está longe de esgotar o assunto, devendo os interessados buscarem conhecimento específico em obras que contemplam cada um dos tópicos aqui apresentado de maneira sucinta. Na atualidade há também muito conhecimento técnico de boa qualidade no Youtube, cabendo aos interessados selecionar as melhores fontes.

Lembramos também que os professores desta área específica podem adotar este livro como material didático, pois o mesmo apresenta roteiros de aulas práticas, listas de exercícios e ainda alguns materiais extras. Ao fim das aulas práticas, buscamos também discutir um pouco dos “segredos” do dia a dia do laboratório, aquelas informações que somente ficam restritas ao pessoal que trabalha no dia a dia deste ambiente.

Como organização didática, apresenta primeiramente os temas relacionados a análises mais simplificadas, passando a seguir por temas mais complexos, a partir de avançadas análises instrumentais. A seguir aborda diversas análises importantes para que a fábrica de ração trabalhe seu controle de qualidade, além de um tema de extrema pertinência, o das micotoxinas. Por fim, esta obra aborda os sistemas de qualidade em fábricas de ração, destacando-se aqui as Boas Práticas de Fabricação, ou BPF, que é o sistema de qualidade obrigatório para as fábricas de ração na atualidade.

SUMÁRIO

1) Introdução geral.....	14
1.1) Qual a importância das análises de alimentos para animais?.....	14
1.2) Quais as metodologias eu utilizo para realizar estas análises?.....	15
1.3) Onde estas análises são normalmente realizadas?.....	15
1.4) Mas ao invés de fazer análises, eu não poderia pegar meus dados em tabelas?.....	15
1.5) Como preparo minha amostra para análise?.....	16
1.6) Considerando as análises tradicionais, quais métodos irei utilizar?.....	16
1.7) Mas além dos métodos de Wende e Van Soest, pode-se realizar outras análises mais sofisticadas a partir de instrumentos?.....	18
1.8) E quais outros métodos podem ser específicos para as fábricas de rações?.....	19
1.9) Há alguma alteração química e biológica durante o armazenamento?.....	19
1.10) Mas porque hoje se fala tanto sobre qualidade na fábrica de rações?.....	20
1.11) Para saber mais.....	20
Apêndice 1 - Prática 1 – Segurança e regras no laboratório.....	21
Apêndice 2 - Prática 2 – Vidrarias e equipamentos no laboratório.....	24
Apêndice 3 - Lista de exercícios I.....	25
2) Amostragem, preparo do material e armazenamento da amostra.....	26
2.1) Amostragem.....	26
2.1.1) Amostragem de grãos a granel.....	27
2.1.2) Amostragem de sacarias.....	29
2.1.3) Amostragem de forrageiras frescas e ensilagem.....	31
2.2) Pré-secagem do material.....	33
2.3) Moagem do material seco.....	35
2.4) Estabilização, identificação, contraprova e armazenamento da amostra.....	37
2.5) Para saber mais.....	38
Apêndice 4 - Prática 3 - Amostragem e preparo de material para análise.....	39
Apêndice 5 - Lista de exercícios II.....	42
3) Uso de réplicas e validação dos resultados.....	44
3.1) Uso de réplicas.....	44
3.2) Interpretação dos resultados.....	45
3.3) Validação dos resultados.....	46
3.3.1) Validação pelo método da variação simples.....	46
3.3.2) Validação pelo método do coeficiente de variação.....	47
Apêndice 6 - Lista de exercícios III.....	49
Apêndice 7 - Modelo de relatório completo.....	50
4) Análises de matéria seca, umidade e matéria mineral.....	51
4.1) Matéria seca e umidade – o “yin yang” bromatológico.....	51
4.2) Atividade de água (Aw).....	52
4.3) Base em matéria natural e base em matéria seca.....	52
4.4) Determinação da matéria seca e umidade no laboratório.....	54
4.5) Análise de umidade por métodos rápidos nas empresas.....	55
4.6) Análise de umidade por métodos alternativos.....	56
4.6.1) Forno de micro-ondas.....	56
4.6.2) Air fryer, Koster e Dryer Bag.....	56
4.7) Análise de matéria mineral.....	57
Apêndice 8 - Prática 4 - Análises de matéria seca, umidade e matéria mineral.....	59
Apêndice 9 - Lista de exercícios IV.....	62

5) Análise de extrato etéreo.....	64
5.1) Polaridade de substâncias.....	64
5.2) Importância da análise de extrato etéreo e erros associados.....	64
5.3) O extrato etéreo na nutrição e alimentação animal.....	65
5.4) Metodologia para determinação do nível de extrato etéreo.....	66
Apêndice 10 - Prática 5 - Análise de extrato etéreo por sistema <i>Soxhlet</i>	68
Apêndice 11 - Lista de exercícios V.....	70
6) Análise de proteína bruta.....	72
6.1) Considerações gerais sobre a proteína bruta.....	72
6.2) Erros associados à determinação da proteína bruta.....	73
6.3) Uso do teor de proteína bruta na nutrição e alimentação animal.....	73
6.4) Alteração do teor de proteína bruta das rações.....	74
6.5) Metodologia <i>Kjeldahl</i> para determinação do teor de proteína bruta.....	75
6.6) Padronização da solução de HCl.....	77
6.7) Aquisição dos tubos para análise de proteína bruta.....	79
Apêndice 12 - Prática 6 - Análise de proteína bruta pelo método <i>Kjeldahl</i>	80
Apêndice 13 - Lista de exercícios VI.....	83
7) Análise de fibras.....	85
7.1) Conceitos iniciais sobre as fibras.....	85
7.2) Caracterização química das fibras.....	86
7.3) Análise de fibras pelo método tradicional.....	87
7.4) Críticas ao método tradicional da fibra bruta.....	88
7.5) Van Soest - “faça-se luz sobre as fibras!”.....	88
7.6) Análises de NIDA e NIDN.....	90
7.7) Equipamentos modernos para análise de fibras.....	91
7.8) Outros conceitos e formas de se analisar as fibras.....	95
Apêndice 14 - Prática 7 - Análise de FDA pelo método de Van Soest.....	97
Apêndice 15 - Lista de exercícios VII.....	99
8) Extrativo não nitrogenado e nutrientes digestíveis totais (NDT).....	100
8.1) Extrativo não nitrogenado.....	100
8.2) Nutrientes digestíveis totais - NDT.....	101
9) Análises de cálcio e fósforo.....	103
9.1) Considerações iniciais.....	103
9.2) Análise de cálcio.....	103
9.3) Análise de fósforo.....	104
Apêndice 16 - Prática 8 – Preparo da solução estoque.....	107
Apêndice 17 - Prática 9 -Análise de Cálcio por Permanganometria.....	109
Apêndice 18 - Prática 10 – Análise de fósforo pelo método Fotocolorimétrico.....	111
Apêndice 19 - Lista de exercícios VIII.....	113
10) Noções elementares sobre absorção atômica, cromatografia e bomba calorimétrica...114	
10.1) Espectroscopia de absorção atômica.....	114
10.2) Cromatografia.....	116
10.2.1) Conceitos iniciais.....	116
10.2.2) Princípio da técnica cromatográfica.....	117
10.2.3) Cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE ou HPLC).....	118
10.2.4) Cromatografia gasosa.....	118
10.2.5) Determinação qualitativa e quantitativa.....	119
10.3) Uso da bomba calorimétrica – calorimetria.....	120
Apêndice 20 - Lista de exercícios IX.....	121

11) NIRS – “Bem-vindos ao futuro!”	122
11.1) Conceitos iniciais e princípio.....	122
11.2) Tipos de aparelhos.....	123
11.3) Calibração e validação do NIRS.....	124
11.4) Vantagens da utilização do NIRS.....	125
11.5) Desvantagens da utilização do NIRS.....	126
11.6) Para saber mais.....	127
Apêndice 21 - Lista de exercícios X.....	128
12) Testes para controle de qualidade da soja e subprodutos	129
12.1) Atividade ureática.....	129
12.2) Solubilidade em KOH.....	130
Apêndice 22 - Lista de exercícios XI.....	133
13) Ensaio de digestibilidade <i>in vitro</i> para avaliação de farinhas de origem animal e plantas forrageiras	134
13.1) Considerações iniciais.....	134
13.2) Digestibilidade em pepsina para avaliação de farinhas de origem animal.....	135
13.3) Digestibilidade <i>in vitro</i> em plantas forrageiras - Método tradicional.....	136
13.4) Simulação das condições do trato gastrointestinal dos ruminantes no método tradicional... 137	
13.4.1) Temperatura.....	138
13.4.2) Inóculo ruminal.....	138
13.4.3) Anaerobiose.....	138
13.4.4) Poder tampão.....	138
13.5) Adaptações ao método original de Tiley e Terry.....	139
13.6) Métodos <i>in vitro</i> que envolvem a produção de gases (métodos metabólicos).....	139
Apêndice 23 - Lista de exercícios XII.....	142
14) Testes físicos – recebimento de milho e outros grãos	144
14.1) Considerações iniciais.....	144
14.2) Recebimento de grãos – o exemplo do milho.....	144
14.3) Diferentes categorias de grãos avaliados (defeitos graves).....	146
14.3.1) Grãos ardidos.....	146
14.3.2) Grãos mofados.....	146
14.3.3) Grãos brotados.....	147
14.3.4) Grãos chochos.....	147
14.3.5) Grãos quebrados (defeito leve).....	148
14.3.6) Grãos carunchados.....	148
14.3.7) Outras categorias de grãos.....	149
14.3.8) Impurezas.....	149
14.4) Avaliação da carga de milho – aceitação ou rejeição.....	149
14.5) Desafios relacionados à rejeição de uma carga de grãos.....	151
14.6) Para saber mais.....	151
Apêndice 24 - Prática 11 - Recebimento do milho - umidade e avariados.....	152
15) Granulometria de ingredientes, rações e ensilagem	153
15.1) Definições iniciais.....	153
15.2) Influência da granulometria no desempenho produtivo e no processamento de ingredientes e rações.....	154
15.3) Procedimento e cálculo para determinação da granulometria em ingredientes e rações.....	156
15.4) Uso da metodologia <i>penn state</i> para avaliação da granulometria em silagens.....	159
16) Microscopia de ingredientes e rações	160
16.1) Considerações iniciais sobre a importância da técnica de microscopia de rações.....	160
16.2) O que é necessário para implantação da microscopia de rações na fábrica?.....	161

16.3) Exemplos de materiais observados no estereoscópio.....	161
Apêndice 25 - Prática 12 - Microscopia de ingredientes e rações avariados.....	163
Apêndice 26 - Lista de exercícios XIII.....	164
17) Avaliação da qualidade da mistura.....	165
17.1) Considerações iniciais sobre os misturadores e o processo de mistura em fábricas de ração.....	165
17.2) Os diferentes tipos de misturadores na fábrica.....	167
17.3) Determinando a homogeneidade da mistura.....	168
Apêndice 27 - Lista de exercícios XIV.....	171
18) Armazenamento de ingredientes e rações – micotoxinas e rancidez oxidativa.....	172
18.1) Considerações iniciais sobre o armazenamento e qualidade.....	172
18.2) Umidade, aspecto chave para sucesso do armazenamento.....	173
18.3) Recepção, secagem, limpeza e armazenagem do milho.....	174
18.4) Micotoxinas, um vilão invisível.....	175
18.5) As aflatoxinas, um potente agente cancerígeno.....	176
18.6) Prevenindo problemas com as micotoxinas.....	177
18.7) Redução dos níveis e análise de micotoxinas.....	179
18.8) Noções elementares sobre rancidez oxidativa.....	180
18.9) Prevenção da ocorrência da rancidez oxidativa – os antioxidantes.....	180
18.10) Para saber mais.....	180
Apêndice 28 - Lista de exercícios XV.....	182
19) Aspectos gerais sobre a qualidade.....	184
19.1) Aspectos iniciais sobre a necessidade e importância dos sistemas de qualidade.....	184
19.2) O <i>Codex Alimentarius</i> - o embrião das normas de qualidade em alimentos.....	185
19.3) Itens cruciais para sucesso de um programa de garantia da qualidade.....	186
19.4) Alguns sistemas importantes para garantia da qualidade.....	188
19.4.1) Técnica 5S.....	188
19.4.2) ISO 9001.....	189
19.4.3) APPCC ou HACCP.....	190
Apêndice 29 - Lista de exercícios XVI.....	192
20) As boas práticas de fabricação na produção de rações.....	193
20.1) Considerações iniciais.....	193
20.2) Atribuição de responsabilidades para execução, verificação e monitoramento.....	194
20.3) As necessidades de treinamento.....	194
20.4) Principais pontos da normativa 04/2007.....	195
20.4.1) Manual da qualidade.....	195
20.4.2) Matérias primas.....	195
20.4.3) Edificações e instalações.....	196
20.4.4) Equipamentos e utensílios.....	197
20.4.5) Calibragem de equipamentos e utensílios.....	197
20.4.6) Limpeza e higienização das instalações.....	198
20.4.7) Higiene e saúde do pessoal.....	198
20.4.8) Contaminação cruzada.....	199
20.4.9) Processo de fabricação da ração.....	200
20.4.10) Identificação, armazenamento e transporte de matérias-primas e produtos acabados...201	
20.4.11) Controle e combate às pragas.....	202
20.4.12) Gestão da qualidade e segurança dos alimentos.....	202
20.4.13) Rastreabilidade.....	203
20.4.14) A manutenção preventiva.....	203

21) Os POPs - Procedimentos Operacionais Padrões.....	205
21.1) Considerações iniciais.....	205
21.2) Como elaborar um POP?.....	205
21.3) Procedimentos operacionais padrões obrigatórios.....	212
21.3.1) Qualificação de fornecedores e controle de matérias primas e de embalagens.....	212
21.3.2) Limpeza e higienização das instalações, equipamentos e utensílios.....	213
21.3.3) Higiene e saúde do pessoal.....	214
21.3.4) Potabilidade da água e higienização do reservatório.....	215
21.3.5) Prevenção de contaminação cruzada.....	215
21.3.6) Manutenção e calibração de equipamentos e instrumentos.....	217
21.3.7) Controle integrado de pragas.....	218
21.3.8) Controle de resíduos e efluentes.....	218
21.3.9) Programa de rastreabilidade e recolhimento de produtos (<i>Recall</i>).....	219
21.4) Por onde começo na elaboração do meu manual da qualidade?.....	220
21.5) Ferramenta para controle do BPF.....	220
Apêndice 30 - Lista de exercícios XVII.....	222
Apêndice 31 - Sugestão de Trabalho de BPF.....	225
22) Como me preparo para o trabalho de responsável técnico da qualidade em fábricas de ração?.....	227
22.1) Que virtudes devo desenvolver para ser o responsável pela qualidade?.....	227
22.2) Quero me especializar em BPF, o que faço?.....	228
22.2.1) Cursar disciplinas relacionadas.....	228
22.2.2) Trabalho de conclusão de curso relacionado ao BPF.....	228
22.2.3) Estágio interno e participação em projetos de extensão.....	229
22.2.4) Estágio supervisionado (obrigatório) em fábricas de rações.....	229
22.2.5) Estágio em escritório do MAPA acompanhando o trabalho do fiscal agropecuário.....	230
22.2.6) Cursos sobre o BPF bem como sobre legislação na produção de rações.....	230
22.2.7) Especialização em controle de qualidade na indústria de rações.....	230
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	232

1) Introdução geral

Nada melhor do que começar um livro respondendo a algumas perguntas básicas, as quais norteiam nossa compreensão inicial bem como enfatizam a importância deste assunto.

1.1) Qual a importância das análises de alimentos para animais?

Inicialmente devemos considerar que o setor da alimentação animal brasileiro é de extrema importância para o pujante agronegócio nacional, estando diretamente relacionado com diversas cadeias agroindustriais. O Brasil é um dos maiores produtores mundiais de ração e dados do SINDIRAÇÕES (2023B) apontam para uma produção de quase 90 milhões de toneladas de alimentos para animais em 2023. Todo este montante passa por rigoroso controle de qualidade, desde a recepção das matérias primas até o produto final acabado.

Para controle da qualidade de ingredientes e produtos acabados, como alimentos completos ou suplementos, as análises químico-bromatológicas constituem importante ferramenta que podem ser aplicadas para aferição da qualidade esperada, seja numa granja, fazenda ou fábrica de ração. A aferição dos níveis dos constituintes dos alimentos é de extrema importância também para a avaliação do valor nutritivo, possibilitando assim o equilíbrio eficiente das dietas oferecidas aos animais, bem como qualquer tomada de decisão no que se refere a preço, tempo de conservação, potencialidade de utilização, tipo de indicação, etc. Os valores aferidos poderão ser registrados em relatório a ser apresentado ao produtor, a um consultor técnico ou abastecerem as matrizes nutricionais dos programas de formulação de alimentos para animais nas fábricas.

1.2) Quais as metodologias eu utilizo para realizar estas análises?

Para execução das análises de alimentos para animais, algumas metodologias podem ser consideradas, sendo as mais comuns as descritas pelo *Official Methods of Analysis* (AOAC, 2019), os quais possuem validação internacional, as descritas no Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal (SINDIRAÇÕES, 2023A) ou ainda livros referência como Silveira e Queiroz (2006), Butolo (2010), Detmann et al. (2021), etc. Embora não seja usual na avaliação de alimentos para animais, as metodologias de análise indicadas pelo Instituto Adolfo Lutes (Instituto Adolfo Lutes, 2008) poderão ser também utilizadas.

1.3) Onde estas análises são normalmente realizadas?

Em relação aos locais de análise, grande parte das fábricas de ração de médio e grande porte contém também um laboratório, variando muito o grau de investimento para aquisição de equipamentos. Algumas marcas podem concentrar as análises em uma só unidade laboratorial em um diferente estado, a fim de otimizar equipamentos e mão de obra, trabalhando com o envio de amostras a longa distância. Outras fábricas podem utilizar de serviços de análises realizados por laboratórios credenciados, os quais podem atender também a consultores técnicos ou produtores rurais.

Merece destaque também a grande rede de laboratórios de análise de alimentos para animais, muitas vezes chamados de laboratórios de nutrição animal, das instituições de ensino e pesquisa brasileiras que mantêm cursos de ciências agrárias. Estes laboratórios podem prestar serviço de análises a interessados, além de suportarem parte da pesquisa científica em ciência animal. Não se deve desconsiderar também que algumas análises mais simples podem ser adaptadas e realizadas até mesmo no próprio estabelecimento comercial, como por exemplo a análise de umidade em silagens, a qual pode ser feita em fazendas a partir de equipamentos simples ou até mais sofisticados, como o NIRS portátil.

1.4) Mas ao invés de fazer análises, eu não poderia pegar meus dados em tabelas?

Realmente as tabelas de alimentos são um método fácil, rápido e praticamente com custo zero, nos auxiliando em grande parte das vezes que necessitamos da composição de um alimento. As tabelas brasileiras mais conhecidas e utilizadas na atualidade são Rostagno et al. (2024) para alimentos utilizados para animais não ruminantes e CQBAL 4.0 (CQBAL, 2024) para alimentos utilizados para ruminantes. Contudo, sabemos que as tabelas são construídas a partir de médias, bem como algumas análises são realizadas de maneira bem isolada, havendo muita variação regional na composição de um mesmo alimento. O teor de proteína bruta do milho, por exemplo, pode variar de acordo com a cultivar utilizada, idade da planta, teor de umidade do grão, teor de nitrogênio no solo, etc. Se por exemplo, um nutricionista registra o valor de 8,8% de proteína bruta na matriz de formulação e na realidade o material continha 7,5%, poderia haver falta de aminoácidos para o animal, o que comprometeria seu desempenho produtivo, saúde ou longevidade.

Também na pesquisa científica é necessário analisar a composição químico-bromatológica para que se trabalhe e se publique a situação real e detalhada de cada

ingrediente ou alimento completo, sendo importante também para que se equilibrem dietas experimentais adequadas. Além disso, um nutricionista de ruminantes a campo necessitará saber exatamente o valor nutricional da silagem a ser utilizada para que o equilíbrio da dieta seja adequado. Assim, as análises continuam sendo cruciais quando se quer uma precisão maior no processo nutricional.

1.5) Como preparo minha amostra para análise?

A preparação de uma amostra para análise exige uma série de cuidados afim de se garantir a sua representatividade. Neste sentido, a amostragem é um processo fundamental que tem elevada correlação com a qualidade dos resultados analíticos. Ainda no processo de preparo das amostras, o método de pré-secagem será essencialmente para se trabalhar com uma amostra seca que possa ser moída, pois o processo analítico exige uma amostra mais homogênea possível. Além disso, uma amostra seca e moída bem preparada poderá ser guardada por longos períodos. Nesta obra dedicaremos bastante informação sobre todo o processo de amostragem e preparo da amostra.

1.6) Considerando as análises tradicionais, quais métodos irei utilizar?

Esta pergunta é de resposta longa e para responder de forma minuciosa, precisamos inicialmente considerar que uma grande revolução no que diz respeito à propostas para determinação químico-bromatológica, visando aferir o conteúdo nutritivo dos alimentos, foi realizada entre os anos de 1859 e 1864 por Stohmann e Hennenberg na estação experimental de Weende na Alemanha, quando foram propostas as análises proximais. Grande parte desta metodologia é ainda hoje utilizada, com exceção do método para determinação da proteína bruta, a qual foi posteriormente substituída pelo método Kjeldahl. As análises comumente realizadas nesta metodologia são matéria seca (MS), a qual determina indiretamente a umidade, proteína bruta (PB), gordura ou extrato etéreo (EE), fibra bruta (FB), cinzas ou matéria mineral (MM) e extrativo não nitrogenado (ENN), sendo esta última fração determinada pela diferença entre o conteúdo total e os demais constituintes já analisados.

Algumas críticas devem ser feitas a esse método tradicional de Weende. Primeiramente, ele analisa grupos de compostos com alguma similaridade, porém, muitas vezes, os compostos analisados em um mesmo grupo podem possuir características químicas bastante diferentes.

O termo proteína bruta pode conter, além dos aminoácidos, uma série de compostos nitrogenados, tais como amônia, nitrito, nitrato, ureia, amidas, aminas, ácidos nucleicos, etc. A análise de fibra quantifica um grupo composto por substâncias insolúveis em soluções diluídas de ácido sulfúrico e hidróxido de sódio, que apresentam diferentes propriedades nutricionais, sendo ainda o conteúdo real de fibra subestimado. Além disso, pode ser constatado que a análise de extrato etéreo não quantifica somente lipídeos e sim substâncias solúveis em éter, contabilizando pigmentos, vitaminas lipossolúveis, dentre outros compostos. Assim, do ponto de vista nutricional, a metodologia proposta na estação experimental de Weende apresenta limitações diversas, bem como erros embutidos em suas metodologias. Não se deve então interpretar esses grupos como de substâncias quimicamente definidas e sim como de grupos de compostos com alguma semelhança.

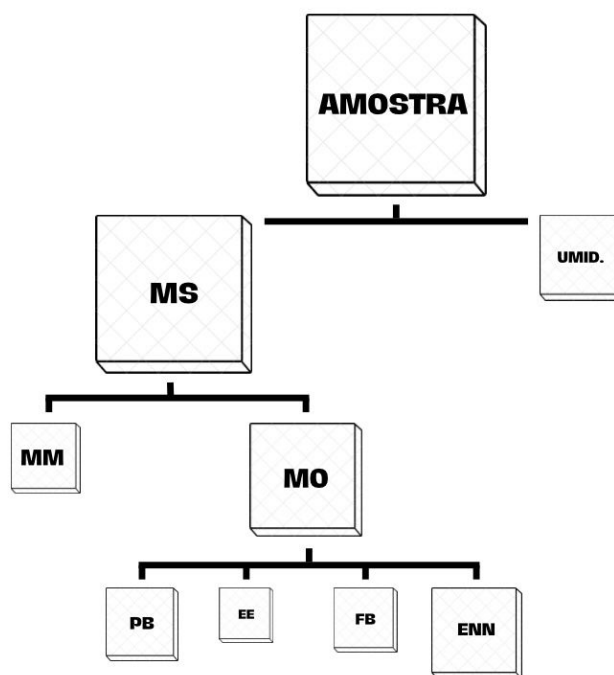


Figura 01 - Proposta da divisão químico-bromatológica do alimento conforme a metodologia de Weende
Elaboração – Thayná Becatini

Contudo, há que se destacar aqui que este método foi muito importante para toda a construção dos conhecimentos em nutrição animal, sendo de fácil aplicação e gerando resultados aplicáveis na nutrição a campo. Outro aspecto positivo do método é a sua simplicidade e utilização de reagentes facilmente encontrados. O próprio fato de ser ainda utilizado, mesmo após mais de 160 anos, corrobora com a sua grande aplicabilidade.

Por outro lado, talvez por uma grande defasagem de informações, falta de atualização por métodos mais aplicáveis, ou ainda pelos padrões analíticos e resultados comparativos estarem de acordo com o método de Weende, as análises proximais continuam sendo utilizadas nas fábricas de rações bem como para cálculo do NDT. É preciso enfatizar aqui que a legislação brasileira para rotulagem é em sua maior parte, ultrapassada e carente de informações técnicas que realmente reflitam a qualidade nutricional dos produtos, ou seja, embora grande parte dos nutricionistas de animais considerem conceitos modernos gerados pela pesquisa, para equilíbrio eficiente das fórmulas nutricionais, nossa legislação de rotulagem continua ultrapassada e não dá grandes informações sobre a real qualidade do produto final acabado.

Em continuação, para que haja melhor quantificação do conteúdo real de fibras e do parcelamento desse grupo em substâncias melhor definidas quimicamente, o químico estadunidense Van Soest, professor emérito da Universidade de Cornell, propôs, em 1967, o uso de detergentes e outras soluções para solubilização de determinadas substâncias e análise das diferentes parcelas da fibra de forrageiras. É como se Van Soest tivesse “jogado luz” em um grupo de substâncias cuja fama era de fatores antinutricionais e revelado a grande complexidade e potencialidade que existia dentro deste termo. Esse método permitiu a quantificação de ligninas, celulose, hemiceluloses, dentre outras substâncias. Do ponto de vista nutricional é bem vantajoso, pois possibilita a análise e principalmente o equilíbrio de cada uma destas frações na dieta, podendo torna-la mais eficiente e potencializar o desempenho produtivo e reprodutivo, além de saúde e longevidade animal.

1.7) Mas além dos métodos de Wende e Van Soest, pode-se realizar outras análises mais sofisticadas a partir de instrumentos?

Na atualidade, a fábrica de ração e os laboratórios de análise para prestação de serviço ou pesquisa podem estar equipados e capacitados não apenas para realizar as análises tradicionais descritas acima. Dezenas de outras análises podem ser utilizadas para identificação do valor nutritivo, pesquisa ou controle de qualidade na moderna indústria da alimentação animal. Neste sentido, existem técnicas instrumentais altamente avançadas, como a cromatografia líquida de alta eficiência, a cromatografia gasosa, a espectrometria de absorção atômica, bomba calorimétrica, dentre outros.

Ainda no que se refere aos métodos instrumentais, merece grande destaque a espectrofotometria no infravermelho próximo (NIRS), que é um método altamente

eficiente, rápido e que vem ganhando grande espaço nos laboratórios, substituindo as tradicionais análises de bancada. É fundamental que o profissional de campo ou pesquisa possua noções sobre estes métodos, afim de indicar a melhor metodologia de análise para cada constituinte alimentar, conforme o recurso que se tenha disponível.

1.8) E quais outros métodos podem ser específicos para as fábricas de rações?

Além dos métodos tradicionais de Weende, Van Soest e instrumentais, existem ainda grande variedade de métodos a serem utilizados nos laboratórios de pesquisa, prestação de serviço ou fábricas de ração para se aferir o valor nutricional ou a qualidade de ingredientes e produtos acabados. Podemos destacar a atividade ureática, a solubilidade em KOH, a digestibilidade em pepsina, dentre outros. Principalmente na pesquisa, os métodos de digestibilidade *in vitro* vem ganhando destaque por serem rápidos, práticos, apresentarem baixo custo para execução e não necessitarem da manutenção de grande número de animais vivos. Estes métodos vêm ganhando a preferência de grande parte dos pesquisadores e universidades.

Os testes físicos também são de extrema importância, se destacando a determinação da granulometria, essencial para otimização do desempenho animal. Também a microscopia de rações pode ser uma forte aliada dos laboratórios de controle de qualidade para determinação de fraudes em ingredientes e produto final acabado. Além disso, a avaliação dos aspectos externos dos grãos é fundamental para que se receba produtos dentro da qualidade esperada. A contagem de grãos avariados, associada a uma rápida aferição da umidade, serão peças fundamentais para aceitação de material adequado, podendo-se barrar cargas fora de conformidade, prevenindo-se assim problemas no armazenamento ou ainda à campo. Além disso, é necessário que se verifique periodicamente como está a eficiência do misturador, pois batidas mal misturadas, com baixa homogeneidade, podem comprometer o desempenho animal e gerar grandes prejuízos a nível de granja.

1.9) Há alguma alteração química e biológica durante o armazenamento?

Esta seria outra pergunta complexa que será respondida em detalhes no capítulo 16. Por agora, é necessário entender que o estudo do armazenamento das matérias primas e produtos acabados é de extrema importância para aqueles que vão trabalhar com a qualidade, haja vista que as alterações de ordem química e biológica afetam negativamente o valor nutricional ou ainda aumentam a toxidez para o animal ou espécie

humana, contribuindo para desenvolvimento de enfermidades agudas ou crônicas. Neste sentido, destaca-se aqui a possibilidade de haver contaminação por micotoxinas, substâncias que podem prejudicar, de forma imperceptível, o desempenho, bem-estar, longevidade e saúde animal. A rancidez oxidativa também é um problema de origem química que necessita ser compreendido e prevenido.

1.10) Mas porque hoje se fala tanto sobre qualidade na fábrica de rações?

Inicialmente temos que considerar que grande parcela da sociedade atual se mostra extremamente preocupada com a segurança dos alimentos consumidos, pois num passado recente, houveram vários acontecimentos que despertaram maior nível de insegurança para com os estabelecimentos fabricantes de rações. Desta maneira, as fábricas de rações brasileiras foram obrigadas a implantar um sistema que garanta a qualidade do produto final acabado. A implantação e manutenção de um sistema de “Boas Práticas de Fabricação (BPF)” foi então uma exigência do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA) para todos os estabelecimentos que produzem rações no Brasil, definida pela sua normativa 04 de 23 de fevereiro de 2007 (MAPA, 2007). Há que se destacar que esta foi uma grande revolução no que diz respeito ao tema de qualidade de rações e que criou uma nova área em que os profissionais das ciências agrárias e áreas afins podem atuar de maneira decisiva, contribuindo significativamente para o desenvolvimento sustentável da sociedade, considerando suas esferas social, ambiental e econômica.

1.11) Para saber mais...

Recomendamos a palestra “Análise de Alimentos: mitos e realidade”.

Professor Dr. Edenio Detmann (UFV)

Disponível em: https://www.youtube.com/watch?v=L_oHCWgE3QY



Apêndice 1 - Prática 1 - Segurança e regras no laboratório

Nesta primeira prática se objetiva apresentar e discutir normas gerais de segurança, haja vista que o ambiente laboratorial é crítico no que se refere ao risco de acidentes.

As regras a seguir foram desenvolvidas pela equipe de laboratoristas e professores do IFMG Bambuí, sendo adaptadas para este livro. O instrutor deverá fazer uma breve apresentação de cada item, bem como ilustrar melhor a partir de algum casos ocorridos.

- a) Siga rigorosamente as instruções fornecidas pelo instrutor;
- b) Evite trabalhar sozinho no laboratório, ou somente o faça quando for um profissional experiente;
- c) Evite “brincar” no laboratório, pois este é um ambiente onde se deve ser mantida a seriedade e que exige grande nível de atenção;
- d) Em caso de acidente, procure imediatamente o instrutor ou o laboratorista, mesmo que não haja danos pessoais ou materiais;
- e) Não fume, beba ou coma no laboratório;
- f) Use jaleco apropriado, preferencialmente de mangas longas, pois os braços são partes que apresentam grande susceptibilidade a acidentes;
- g) Caso tenha cabelos longos, mantenha-os presos durante os trabalhos;
- h) Nunca deixe frascos contendo solventes inflamáveis expostos ao sol ou próximos à chama do bico de Bunsen;
- i) Evite contato de qualquer substância com a pele;
- j) Trabalhe com calçados fechados e nunca de sandálias, sapatilhas abertas, chinelo ou salto alto;
- k) Todas as metodologias que envolvem a liberação de gases e/ou vapores tóxicos devem ser realizadas na câmara de exaustão de gases (capela);
- l) Ao preparar soluções aquosas diluídas de um ácido, coloque o ácido concentrado na água, nunca o contrário. Use as paredes do recipiente bem como adicione de forma lenta;
- m) Nunca pipete líquidos cáusticos ou tóxicos acoplado a boca à pipeta, utilize peras ou pipetadores automáticos;
- n) Para segurar vidrarias quentes, utilize uma pinça adequada ou ainda uma luva específica para altas temperaturas. Cuidado ao manipular líquidos quentes com a luva de amianto, pois poderá haver derramamento do líquido na pele;

- o) Cuidado com a direção da extremidade aberta de tubos de ensaios. Nunca a vire para algum colega ou para você mesmo quando estiver aquecendo-o ou numa reação exotérmica;
- p) Sempre que necessário proteja os olhos com óculos de proteção;
- q) Verifique as normas específicas para cada tipo de resíduo antes de elimina-los no ralo da pia. Há reagentes que devem ser armazenados para posterior recolhimento de empresa especializada;
- r) Não jogue vidro quebrado no lixo comum. Deve haver um recipiente específico para fragmentos de vidro. Comunique imediatamente ao instrutor ou ao laboratorista sobre a quebra ou ruptura de vidrarias;
- s) Não coloque sobre a bancada bolsas, agasalhos, ou qualquer material estranho ao trabalho que estiver realizando;
- t) Em caso de contato de algum produto químico com os olhos, boca ou pele, lave abundantemente com água. A seguir, caso haja necessidade, procure o tratamento específico para cada caso;
- u) Saiba a localização e como utilizar o chuveiro de emergência, extintores de incêndio e lavadores de olhos;
- v) Sempre que for montar o bico de Bunsen dentro da capela, observe bem se a mangueira que transporta o gás está protegida e longe da chama;
- w) Não é aconselhável testar um produto químico pelo odor, porém caso seja necessário, não coloque o frasco sob o nariz. Desloque com a mão, para a sua direção, os vapores que se desprendem do frasco. Além disso, antes de usar qualquer reagente, verifique com atenção o rótulo do frasco afim de ter certeza de que aquele é o reagente desejado;
- x) Dedique especial atenção a qualquer operação que necessite aquecimento prolongado ou que libere grande quantidade de energia. O único equipamento que pode permanecer ligado no laboratório é a estufa. Os demais equipamentos deverão ser desligados tão logo se saia do laboratório ou se termine o turno de trabalho;
- y) Verifique sempre a voltagem dos equipamentos antes de liga-los, colocando em letras capitais, na tomada e no cabo do equipamento, a voltagem utilizada;
- z) Qualquer anormalidade deverá ser comunicada imediatamente ao instrutor ou ao laboratorista.

Devemos lembrar também que um ambiente limpo e organizado é necessário para a qualidade do trabalho o bem-estar de todos os colaboradores. Um bom analista também

deve se preocupar com a organização e limpeza da bancada e dos vários equipamentos e vidrarias utilizados durante seu trabalho. Chamamos atenção para isso pois durante nossa vida acadêmica e profissional, pudemos verificar inúmeras situações de desleixo, as quais são potenciais causas de acidentes no laboratório e desrespeito ao patrimônio público. Lembre-se que o respeito ao próximo também pode ser demonstrado através da garantia de boas condições de trabalho que são necessárias a ele.

Apêndice 2 - Prática 2 - Vidrarias e equipamentos no laboratório

Esta segunda prática objetiva a capacitação do participante para reconhecimento e utilização das principais vidrarias e equipamentos utilizados no laboratório de bromatologia e nutrição animal, bem como conscientiza-lo e dota-lo de senso crítico para se evitar acidentes, além de inspirar mais confiança para realização das atividades (a confiança deve ser uma das virtudes de um bom laboratorista).

O instrutor poderá apresentar as vidrarias e os participantes poderão escrever, à frente de cada item, a sua principal função a partir daquilo que foi compreendido. Indica-se também que os participantes façam desenhos de cada vidraria/equipamento.

São indicados pelo menos os seguintes itens: béquer, erlenmeyer, balão volumétrico, proveta, pipeta volumétrica e pipeta graduada, pera de borracha, funil de vidro, bico de Bunsen, tripé de ferro, tela de amianto, cadinho de porcelana, cadinho filtrante, vidro de relógio, dessecador, bureta, Kitasato, bastão de vidro, pinça metálica, espátula, condensador, estufa, mufla, capela de exaustão de gases, balança analítica, bomba a vácuo, destilador de nitrogênio, extrator de fibras, extrator de gorduras e destilador de água.

Para cada um destes itens, o instrutor deverá fazer pequenos comentários destacando a sua importância para a realização das análises bem como suas particularidades.

É sugerido também o manuseio rápido de algumas vidrarias e utensílios. Para a pera de borracha, os participantes poderão realizar o processo de pipetagem. Para explanação sobre o funil de vidro, o instrutor já poderá ensinar o processo de montagem de um filtro utilizando papel específico. Também para explanação sobre a bureta e seu suporte, se poderá demonstrar as melhores formas para se agitar o erlenmeyer, sendo isso repetido pelos participantes. Também o manuseio de cadinhos com as pinças poderá ser praticado, inclusive com deslocamento pelo laboratório.

Sobre o condensador, o instrutor já mostrará o mesmo dentro de cada equipamento que o utilize. Como a balança analítica é um dos equipamentos mais sensíveis do laboratório, deve-se destacar a importância de sua limpeza e conservação. Por fim, considerando o grande cuidado que se deve ter com o dessecador de vidro e sua tampa, os participantes podem praticar o correto deslocamento com este equipamento nas mãos ao longo do laboratório.

Apêndice 3 – Lista de exercícios I

Esta lista se destina aos estudantes da disciplina de Análise e Controle de Qualidade dos Alimentos para Animais e deverá ser feita preferencialmente em grupo, onde os participantes poderão discutir e trocarem informações sobre as respostas.

- a) Sabidamente as análises representam um custo a mais aos interessados. Muito mais fácil e barato seria buscar toda a composição de alimentos em uma tabela pronta. Aponte então alguns motivos que justificam as análises dos alimentos para animais.
- b) Embora a metodologia de Weende seja ainda utilizada, esta apresenta diversos problemas de naturezas conceitual e analítica. Comente sobre isso.
- c) De uma maneira simples e direta, comente o que é o BPF, destacando a sua importância.
- d) Sua fábrica necessita de resultados rápidos de composição de matérias primas para que as rações sejam melhor ajustadas. Discuta alguma possibilidades.
- e) Quando estamos no campo ou na fábrica de ração, a todo momento tempo que decidir sobre dados tabelados ou realizar análises bromatológicas. Preencha a tabela a seguir apontando uma vantagem e uma desvantagem para cada uma destas formas de se obter os dados.

	COMPOSIÇÃO TABELADA	COMPOSIÇÃO ANALISADA
VANTAGEM		
DESVANTAGEM		

- f) Agora a empresa que você trabalha foi procurada para montar um laboratório de análises em alimentos para animais. Cite 5 tipos de equipamentos ou vidrarias que serão necessárias para análise de proteína bruta

2) Amostragem, preparo do material e armazenamento da amostra

Neste segundo capítulo o objetivo é discutir a importância de uma boa amostragem bem como do preparo do material que será analisado, além de sua identificação e armazenamento. Sabemos que grande parte dos interessados já se sentem empolgados e querem iniciar suas análises laboratoriais já nos primeiros dias de trabalho, mas recomendamos muita paciência e planejamento neste momento.

Ressaltamos que há atividades prévias que são tão importantes quanto as atividades de bancada e que merecem nossa minuciosa atenção. Neste sentido, todos os interessados deverão se programar para gastarem alguns dias afim de preencherem a documentação para trabalho no laboratório de pesquisa, preparo, identificação e armazenamento das amostras, além do preparo das soluções que serão posteriormente utilizadas. Todo este processo pode demorar semanas, principalmente se houver falta de algum reagente no laboratório. A conferência de tudo isso deverá ser feita pelo analista de maneira prévia, podendo contar com a colaboração do laboratorista responsável pelo laboratório.

2.1 – Amostragem

Em todo trabalho de laboratório, a coleta de material a partir dos métodos criteriosos de amostragem torna-se essencial, sendo este o início de nosso processo analítico. Deve-se destacar aqui que erros na metodologia de amostragem vão refletir em todos os resultados analíticos, os quais poderão não representarem a realidade. Além disso, erros na amostragem não são passíveis de correção. Como exemplos, nas fábricas de ração é comum a recepção de grandes quantidades de milho, farelo de soja, farinha de carne e ossos, ingredientes minerais, etc, e caso haja erro no processo de amostragem, os resultados analíticos estarão comprometidos, o que poderá impactar negativamente na formulação e posteriormente no desempenho, saúde ou longevidade dos animais. Também a campo, se a silagem de milho não for bem amostrada, os resultados estarão comprometidos, podendo refletir em queda no desempenho animal.

Mas o que seria a amostragem? A amostragem representa o conjunto de técnicas necessárias para garantia da representatividade da amostra, ou seja, somente uma pequena fração do material utilizado a campo ou recebido pela fábrica será enviado ao laboratório ou guardado como contraprova, devendo esta amostra final representar com grande acurácia e fidelidade todo o lote amostrado.

É importante salientar que o colaborador responsável pela amostragem deve ser dotado de grande nível de bom senso para que trabalhe de maneira adequada e criteriosa, sempre buscando garantir a representatividade da amostra que está elaborando. Este colaborador deve receber treinamento para tal função e estar conscientizado da importância de suas ações. Afim de já introduzir o assunto e já ligar algumas informações importantes, ressaltamos que numa fábrica de ração este treinamento será crucial dentro do procedimento operacional padrão (POP) número 1, assim como a metodologia de amostragem, a qual será descrita nos próximos itens.

2.1.1) Amostragem de grãos a granel

O procedimento de amostragem de milho e sorgo, dentre outros grãos, deverá considerar diferentes profundidades do caminhão/carreta bitrem. Há que considerar que poderá haver separação do milho de diferentes densidades durante o transporte, além de que fornecedores não idôneos podem “esconder” material de pior qualidade na parte inferior da carga.

Para amostragem em produtos a granel como milho e sorgo, que normalmente chegam em caminhões ou carretas de tamanho variável (normalmente 15 a 50 toneladas), pode-se usar sonda de profundidade colhendo em zigue-zague ou em pelo menos 9 pontos de coleta distintos ao longo do veículo, conforme mostrado na figura 02. Adaptações poderão ser implementadas pela equipe da qualidade bem como o número de pontos de coleta poderá ser superior, devendo tudo isso estar bem documentado no POP 1. A figura 2 apresenta os principais pontos a serem coletados para caminhões que contenham carga com mais de 1,20m de profundidade, ou mais de 8 aberturas da sonda preenchidas.

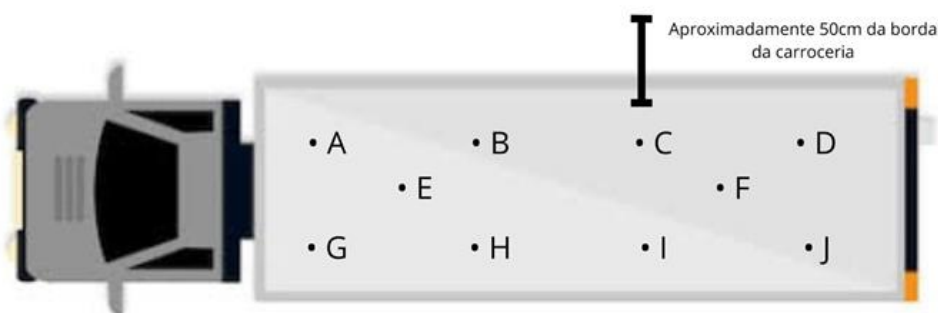


Figura 2 – Pontos de amostragem em caminhões ou carretas – Elaboração Thayná Becatini

No dia a dia da fábrica de rações ou silo de armazenamento, a sonda de profundidade é também chamada de calador e apresenta tamanho variável, podendo

chegar a 2,2 metros, o qual atende à necessidade de amostragem em carretas profundas. Algumas fábricas ou silos de armazenamento possuem ainda sistema de sucção a vácuo (sonda pneumática, figura 3), onde uma mangueira será introduzida perpendicularmente ao caminhão, coletando amostra em vários pontos.



Figura 3 - Amostragem em caminhão de milho por sonda pneumática
Cortesia SILO IJS

Na atualidade grande quantidade de grãos viaja em trem de ferro e conforme o vagão, pode haver limitações ou ser impossível se utilizar uma sonda de profundidade para coleta de material. Neste caso a aferição da qualidade poderia ser feita também na origem, principalmente considerando um fornecedor de grãos que envia para exportação. O procedimento de amostragem poderia estar sendo feito também no momento do descarregamento, a partir da coleta de material a cada intervalo de tempo.

Conforme a Instrução normativa 60/2011 (BRASIL, 2011) que trata da qualidade do milho, deve-se coletar material nos terços superior, meio e inferior da carga, devendo-se coletar pelo menos 2 kg por ponto amostrado. Para veículos de até 15ton, pode-se realizar a coleta em 5 pontos, para veículos de 15 a 30 ton, pode-se realizar a coleta em 8 pontos e para cargas maiores que 30 ton, deve-se coletar em pelo menos 11 pontos.

Após a coleta em cada ponto, todas as amostras deverão ser reunidas em uma amostra composta, a qual poderá ser bastante ampla. Assim, o peso deverá ser reduzido para cerca de 4 kg, sendo este dividido ao final, para que cerca de 1000 g seja enviada ao laboratório e cerca de 1000 g seja guardado como contraprova. Uma terceira amostra composta poderá também ser separada para envio ao fornecedor, se estabelecido em

contrato. Sendo assim, um novo procedimento de amostragem torna-se necessário, sendo este normalmente denominado de quarteamento. Deve-se lembrar que neste processo o principal critério é o bom senso, embora métodos oficiais possam ser empregados para isso. Como exemplo, citamos a utilização de equipamentos como o quarteador “Johnes”, o qual é mostrado na figura 04. Neste instrumento a amostra é sempre dividida pela metade, passando pelas aberturas internas do aparelho. O colaborador deverá realizar o quarteamento quantas vezes for necessário, afim de reduzir a amostra até o peso desejado.

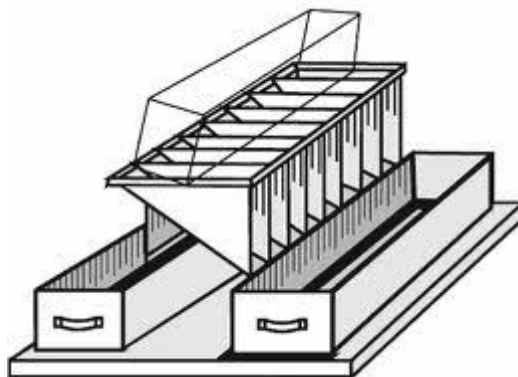


Figura 04 – Quarteador “Johnes” comumente utilizado para amostragem de grãos

Quaisquer observações ou anomalias observadas no material, tais como excretas de animais, odores, presença de bolores, etc, deverão ser registradas no campo de observações na identificação do material que será encaminhado ao laboratório, bem como no formulário/registo específico para recebimento de matérias primas, estando tudo isso em acordo com o POP 1.

2.1.2) Amostragem de sacarias

Para amostragem em sacarias de farelo de soja, farelo de trigo, farinhas animais, dentre outros, pode-se utilizar um instrumento calador (figura 5) de tamanho adequado em 3 diferentes pontos (superior, médio e inferior), sendo este introduzido no sentido diagonal afim de se coletar em diferentes alturas do saco.



Figura 05 – Caladores utilizados para coleta de material em sacarias

O número de embalagens amostradas é variável conforme o número de sacos recebidos pela fábrica. Uma proposta para amostragem de sacarias, que considera os grandes volumes de materiais recebidos pelas fábricas de rações, pode ser elaborada considerando-se que quanto maior o número de sacos recebidos, maior será o número de sacos amostrados e menor a proporção destes. Esta proposta é apresentada na tabela 01. Deve-se enfatizar aqui que a equipe da qualidade da fábrica de rações poderá fazer variações conforme a necessidade, critério, logística e disponibilidade de mão de obra em cada fabrica, devendo esta estar devidamente registrada no POP 1 do manual da qualidade.

Tabela 01 – Sugestão de quantidade e proporção de sacos a serem amostrados no momento do recebimento de sacarias

Quantidade de sacos recebidos	Quantidade de sacos amostrados	Proporção de sacos amostrados (%)
10	10 (todos)	100
50	15	30
100	20	20
500	25	5
1000	30	3
Acima de 5000	50	1

Dessa maneira, com o auxílio destes instrumentos, poderá ser obtida uma amostra de tamanho variável, podendo, se necessário, realizar nova amostragem do material coletado, enviando-se assim, cerca de 1000 g de material ao laboratório. Esta fração poderá ainda ser dividida em amostra para análise e contraprova, devendo para isso estar devidamente identificada.

No caso do recebimento de *big bags*, a equipe da qualidade deverá avaliar a facilidade para introdução do calador ou sonda de profundidade, afim de se coletar amostras em diferentes pontos, quantos forem possíveis.

2.1.3) Amostragem de forrageiras frescas e ensilagem

Já para a coleta de forragens no campo ou silagem nos silos das fazendas, o produtor, consultor técnico ou o pesquisador deverão também utilizarem de bom senso, sendo também criteriosos para coleta de material de maneira adequada, de acordo com cada metodologia. Isso será fundamental para que se possa equilibrar uma dieta de maneira satisfatória e assim contribuir para maior desempenho animal e maximização dos lucros.

Para coleta de forragem, pode-se utilizar um quadrado ou círculo balizador (figura 6), que será lançado em várias partes do local a ser amostrado, devendo-se coletar todo o material que estiver dentro do instrumento, considerando-se a altura do pastejo do animal ou ainda a altura de saída se estivermos amostrando em um piquete. Note então que a altura do pasto para retirada dos animais pode variar, devendo isto ser considerado pelos amostradores.



Figura 6 – Quadrado balizador utilizado para amostragem e coleta de forragem

A quantidade de pontos a serem amostrados dependerá da homogeneidade do local, ou seja, caso o campo de forrageiras apresente baixa homogeneidade, caracterizada por uma elevada quantidade de espécies forrageiras de diferentes alturas, a quantidade de pontos de coleta tende a aumentar. Já quando há praticamente uma só espécie forrageira e a altura das plantas é pouco variável, poderá se diminuir o número dos pontos de coleta. Como esse quadrado tem área definida, a massa total de forragem do local poderá também

ser estimada a partir do uso deste instrumento, sendo isso uma ferramenta importante para que o consultor técnico determine a quantidade de animais a ser colocada a área (carga animal) bem como o tempo de permanência.



Figura 07: Estudantes da disciplina de ACQAPA em aula prática coletando material forrageiro para pré-secagem

Para se lançar o instrumento, os amostradores poderão andar em zigue-zague pelo campo, buscando amostrar pontos equidistantes. Embora a quantidade de pontos amostrados possa variar, deve-se tentar coletar pelo menos em 10 pontos por hectare. Não se deve coletar material a menos de 5m da borda de riachos ou lagoas. Para reunir os vários materiais coletados e formar uma amostra composta, pode-se utilizar sacos de lixo de volume adequado. Recomenda-se que cada piquete forneça uma amostra composta, obtendo-se assim um resultado específico, ou seja, cada piquete fornecerá um resultado. Outro alimento importante que atualmente é muito utilizado a campo na alimentação de equinos e ruminantes é a silagem, a qual também requer bastante cuidado para sua eficiente amostragem. Para coleta de silagem fresca, no momento do preparo do silo, pode-se coletar 15 a 20 amostras vindas dos caminhões/carretas de transporte, coletando-se o material durante o descarregamento, antes da compactação. Para a silagem pronta, pode-se coletar amostras do silo aberto, tomando-se o cuidado de pegar pontos diferentes numa disposição em “W”. Deve-se coletar a 15cm de profundidade, descartando material de coloração anormal.

Após a coleta da silagem, deve-se proceder nova amostragem para que seja enviado cerca de 500g de material ao laboratório para análise. Conforme contato prévio com o laboratório, esta quantidade poderá ser inferior, haja vista que esta redução pode baratear o valor do frete. Esta silagem sempre deverá ser pega com as mãos viradas para cima, afim de não perder pequenas partículas que podem cair entre os dedos. O material

deve ser colocado em um saco previamente identificado e após, ser compactado e vedado com auxílio de fita. Caso não se possa entregar ao laboratório no mesmo dia, poderá ser congelado para posterior envio. Deve-se chamar atenção para o fato de que o gelo colocado na caixa térmica para transporte poderá descongelar durante o envio e assim contribuir para encharcamento do material. Neste sentido, a vedação completa da amostra torna-se fundamental para que não haja alteração.

2.2) Pré-secagem do material

Para moagem eficiente a amostra não deve conter elevado teor de umidade, pois caso haja, o moinho poderá “embuchar”, ou seja, não moer e ainda travar devido ao acúmulo de material em sua câmara de moagem. Assim, amostras que contêm alta umidade deverão sempre sofrer processo de pré-secagem. Embora o valor máximo de umidade para cada amostra possa variar, recomendamos a pré-secagem em casos onde a amostra contenha mais que 200g/kg (20%). Em laboratórios de bromatologia e nutrição animal, esse procedimento é normalmente realizado quando se faz análise de plantas forrageiras, silagem, frutas e sementes, carcaças animais e excretas. Outros materiais como rações, milho, farelo de soja, farelo de trigo, fenos, etc, não necessitarão de pré-secagem, devendo ir diretamente à moagem.



Figura 08 – Estufa com circulação de ar forçada utilizada para pré-secagem de amostras

A pré-secagem consiste em deixar o material em estufa com circulação de ar forçado (figura 08), durante 72 horas, a 55 a 60°C. Como a umidade perdida deverá ser quantificada, será necessária pesagem (precisão de 0,1g) da amostra antes e após o

procedimento. Pode-se utilizar bandejas descartáveis de alumínio (análise de carcaça, frutas, silagem e excretas) ou sacos de papel perfurados (forragem). Após 72h em estufa, retira-se o material e deixa-se resfriar sobre a bancada por pelo menos 10 minutos. Neste momento, uma planta forrageira deverá se apresentar como um feno, sendo flexível e dobrável, o que indica que poderá ser moída. O recipiente da amostra (bandeja ou saco de papel) deverá ser pesado previamente (figura 09), devendo-se registrar o valor para posterior desconto.



Figura 09 – Pesagem do saco de papel que receberá a amostra para pré-secagem.

Um amplo cuidado deve ser aplicado ao controle da temperatura, pois acima de 65°C, considerando este tempo prolongado, poderá haver ocorrência da reação de Maillard (complexação carboidrato-proteína), o que poderá comprometer os resultados analíticos conforme o tipo de análise a ser realizada posteriormente.

Salienta-se aqui que após a pré-secagem o material não estará completamente seco e ainda apresentará uma pequena parcela de umidade, podendo ser chamado de matéria pré-seca ou ainda amostra seca ao ar (ASA), como denominado por outros autores (Silva e Queiroz, 2006).

Uma trituração prévia pode ser necessária, principalmente quando se trabalha com forragens de folhas muito longas, tubérculos, etc. Para isso poderá ser utilizada tesoura, faca ou ainda máquinas picadoras.

Caso o material contenha elevado teor de substâncias lipídicas (carcaças animais, sementes de oleaginosas) pode-se fazer uma extração prévia a partir de um extrator de lipídeos específico, devendo a perda lipídica ser quantificada.

Conforme a rotina do laboratório, poderá ser impossível de se realizar o procedimento de pré-secagem tão logo o material chegue. Sendo assim, torna-se

necessário deixar a amostra guardada em congelador a -18°C , até que este procedimento possa ser realizado. Também por segurança, parte da amostra poderá permanecer congelada até que os resultados analíticos sejam obtidos. Contudo, não se esqueça de eliminar o material após as análises ou após a publicação dos resultados. É muito comum que alguns estudantes de diferentes níveis esqueçam suas amostras no laboratório, permanecendo durante anos ou ainda décadas, o que gera grande transtorno para os laboratoristas que gerenciam o ambiente.

2.3) Moagem do material seco

Para que se busque uma amostra mais homogênea possível (este é nosso objetivo), é importante que o material coletado seja previamente moído, preferencialmente utilizando a peneira de 1 mm ou 16 mesh. Este procedimento é necessário para proporcionar maior homogeneidade à amostra, o que diminuirá a variabilidade dos resultados analíticos. Assim, todo o material seco deve passar primeiramente por um moinho. Para essa operação pode ser utilizado moinho de facas, de martelo ou ainda moinho de bolas. Quando utilizado moinho de facas, o ajuste da distância entre as facas internas do moinho deverá ser realizado periodicamente, pois há desgaste com o tempo. Um moinho de facas muito comum em laboratórios de nutrição animal é o do tipo Willey, como o mostrado na figura 10.

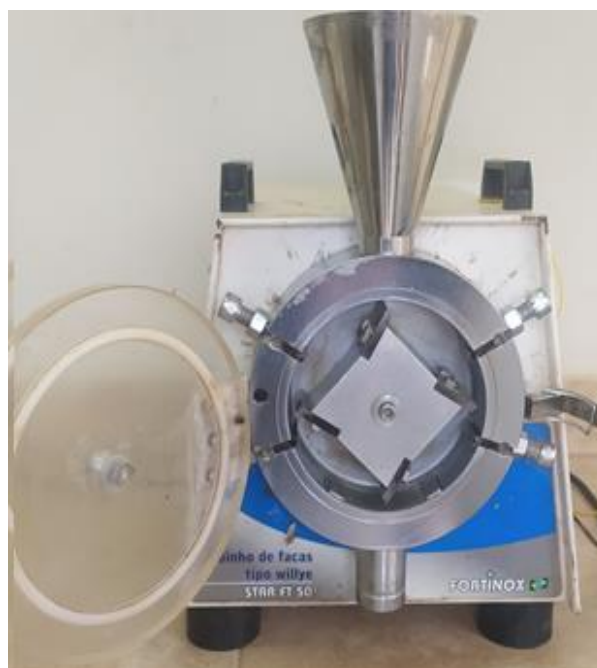


Figura 10 – Moinho de facas do tipo Willey utilizado para moagem e preparo de amostra

A limpeza prévia do moinho é fundamental, assim como entre diferentes moagens, mesmo que o material seja o mesmo, como normalmente acontece na pesquisa quando se tem diferentes repetições. Para esta limpeza, um pincel de pintura, de pelo menos 2cm de largura, pode facilitar o trabalho. Após a última moagem, a câmara interna, o moinho e a bancada devem ser limpos. Lembre-se que o respeito ao próximo também representa garantir a ele boas condições para trabalho.

Na prática pode acontecer de o material não chegar a um tamanho suficiente para passar pela peneira de 1 mm, sendo isso muito comum quando se trabalha com forragens, fenos, silagem ou fezes de animais herbívoros. Neste caso o material não moído, após considerado um tempo mínimo estipulado, deverá ser incorporado ao material moído que passou previamente pela peneira, e uma homogeneização da amostra deverá sempre ser realizada toda vez que se fizer pesagem em balança analítica. Nunca se deve descartar o material que não passou pelos crivos da peneira, pois caso isto ocorra, a amostra estaria descaracterizada e não representaria a situação real a campo, pois a fração que não passou na peneira apresenta constituição diferente daquela que passou pela peneira.

Sobre a padronização do tempo de moagem, quando se trabalha na pesquisa com dezenas ou até centenas de amostras, torna-se necessário estipular um tempo máximo para moagem, sendo este contado a partir do momento em que todo o material foi inserido no moinho. É comum se utilizar tempos que variam de três a cinco minutos. Deve-se enfatizar que existem materiais que não podem ser completamente moídos, mesmo após horas de moagem ou reajuste das facas dentro do moinho. Isso acontece devido à natureza das fibras vegetais presentes no material.

Outro ponto de atenção, praticamente desconsiderado ou esquecido pela literatura, se refere à necessidade de limpeza e organização da sala de moagem. Temos que lembrar que neste ambiente é produzida grande quantidade de pó, o qual tende a ficar suspenso e se depositar lentamente, podendo acumular de forma visível. Um ambiente assim é desagradável para todos, devendo esta situação ser sempre evitada a partir da colaboração individual de cada colaborador para que haja limpeza e organização após o uso. Este senso de limpeza e organização é importante em qualquer estudante ou colaborador, devendo ser considerada na sala de aula ou em treinamentos, sendo isso uma das peças chave para a implantação e manutenção do sistema de garantia da qualidade, além de ser um dos eixos do programa 5S (SEISO ou senso de limpeza).

Por segurança, parte da amostra não moída poderá ser guardada para alguma necessidade de reanálise ou caso se verifiquem erros nos procedimentos analíticos.

2.4) Estabilização, identificação, contraprova e armazenamento da amostra

Devido ao elevado atrito e elevação da temperatura, o procedimento de moagem pode retirar alguma umidade da amostra. Sendo assim, nas atividades de pesquisa científica, onde se exige maior precisão dos resultados, a amostra moída poderá ser estabilizada a partir do seu “descanso” por 24 h com a tampa aberta, para que haja contato das partículas com a umidade existente no ar. Isso será importante também para que a umidade da amostra moída se mantenha constante durante todo o período de análise.

Logo após a moagem, a amostra deverá ser devidamente identificada, pois isso é crucial para controle, logística e organização do laboratório. Há que se destacar que em alguns ambientes de pesquisa científica ou em algumas fábricas de ração, o armazenamento de amostras é intenso e exige um rigoroso controle logístico para se evitar que falte espaço. Como dito anteriormente, frisamos aqui que nos laboratórios de pesquisa há ainda um grande agravante, o de estudantes de graduação e pós-graduação que concluem seus trabalhos, publicam seus resultados e se esquecem de eliminar as amostras ou as deixam guardadas por alguma “precaução”.

Para identificação das amostras em fábricas de ração e laboratórios de pesquisa, recomendamos os dois modelos exemplificados na figura 11, os quais poderão sofrer adaptações conforme as necessidades da empresa ou instituição.

<p>IDENTIFICAÇÃO</p> <p>PARA LABORATÓRIO:</p> <ul style="list-style-type: none">➤ NOME DA AMOSTRA➤ DATA➤ RESPONSÁVEL <p>PARA A FÁBRICA (DEVIDAMENTE DESCRITO NO POP 1)</p> <ul style="list-style-type: none">➤ NOME DA AMOSTRA➤ DATA➤ RESPONSÁVEL DA COLETA➤ LOTE➤ OBSERVAÇÕES

Figura 11 – Dados para identificação da amostra em laboratório e em fábricas de rações. Para envio de plantas forrageiras ao laboratório, pode-se adaptar a segunda proposta

No momento da identificação a amostra já deverá estar acondicionada em embalagens adequadas de vidro ou plástico reforçado com tampa. Deve-se identificar o corpo do frasco, ao invés de somente a tampa, pois esta poderá ser trocada, situação comum no dia a dia dos laboratórios, principalmente quando se trabalha com centenas de amostras.

Como citado anteriormente, a fábrica de ração poderá guardar contraprovas para que dê suporte a seu processo de rastreabilidade (POP 9), sendo isso fundamental para que o consultor possa atender aos clientes em caso de reclamação. Este procedimento é importante até mesmo para que a fábrica se resguarde de alguma não conformidade observada posteriormente à expedição. O tempo de armazenagem pode variar conforme o tipo de amostra, sendo recomendado pelo menos o tempo de validade do produto final acabado.

A seguir a amostra já poderá ser analisada conforme metodologia analítica escolhida pelo laboratório ou descrita no manual da qualidade. O armazenamento deve ocorrer em local próprio. É comum, em laboratórios de médio ou grande porte, haver uma sala ou armário destinado ao armazenamento das amostras, as quais deverão estar muito bem identificadas e organizadas. Se bem preparada, esta amostra poderá ser mantida por anos.

2.5) Para saber mais...

Recomendamos a vídeo aula: “Amostragem e Processamento de Alimentos para Análise Bromatológica”.

Professor Leonardo Willian de Freitas (UFMT)

Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=PicgrmDmiJ8&t=1021s>



Apêndice 4 - Prática 3 - Amostragem e preparo de material para análise

Nesta terceira prática se objetiva a realização de amostragem em sacarias e campos agrostológicos, bem como realizar os procedimentos de pré-secagem, moagem de material, estabilização e identificação da amostra laboratorial.

Parte 01 - Amostragem em campo agrostológico e pré-secagem

Para amostrar um campo de plantas forrageiras será necessário um quadrado ou círculo balizador de dimensões definidas. Deve-se caminhar em zigue-zague e lançar o quadrado em diversos pontos do campo. Cortar e coletar o material que estiver dentro do quadrado, conforme a figura 06, utilizando para isso um instrumento cortante. A definição do número de pontos a coletar depende do tamanho e uniformidade da área. O responsável pela coleta deve utilizar principalmente bom senso para determinar o número e pontos de coleta. A altura de corte deverá refletir a altura de saída dos animais, simulando assim uma condição de pastejo.

Após coletar em diversos pontos, juntar toda a massa de forragem para se conseguir uma amostra composta, a qual deverá ser posteriormente misturada (fazer um *pool*). Uma nova amostragem deverá ser realizada, pois haverá grande quantidade de material. Caso as forrageiras sejam de folhas longas, será necessário o corte, utilizando-se uma tesoura. Para a pré-secagem pode-se utilizar sacos de papel, que deverão ser previamente pesados.

Pesar o material e colocar dentro do saco de papel tomando o cuidado de identifica-lo e perfura-lo em diversos pontos com auxílio de um lápis ou caneta. Esse procedimento é necessário para facilitar a circulação do ar dentro do saco e assim favorecer a retirada do excesso de umidade. Colocar em estufa com circulação de ar forçada a 55°C, durante 72h. Após esse tempo, retirar e deixar resfriar sob a bancada durante 30 minutos, procedendo uma nova pesagem.

Para cálculo do teor de umidade perdida, considere o que foi perdido de massa durante este processo. Lembre-se de descontar o peso do saco após a secagem.

Observações

O material obtido após este procedimento pode ser chamado de matéria pré-seca, pois ainda contém umidade, não sendo ainda o resíduo composto apenas de matéria seca. Alguns autores denominam este material de amostra seca ao ar (ASA).

A pré-secagem é realizada com o intuito de retirar o excesso de umidade do material e assim possibilitar a moagem, a qual será fundamental para proporcionar maior homogeneidade à amostra. Se não realizarmos a pré-secagem de materiais com mais de 20% de umidade, provavelmente “embucharemos” o moinho na primeira tentativa.

Parte dois - Amostragem em sacarias, moagem, estabilização e identificação de amostras laboratoriais

Cada grupo de participantes deverá escolher um material distinto para análise. Para amostragem em sacarias se utilizará um calador, o qual deverá ser introduzido em três pontos distintos (superior, médio e inferior) de cada saco (um saco por participante), introduzindo o calador sempre na diagonal. Se fará um *pool* com o material coletado (amostra composta).

Após a coleta, a amostra composta deverá ser levada para o laboratório de bromatologia e/ou nutrição animal, procedendo a moagem em moinho analítico equipado com peneira de 1mm. A fração que não passar na peneira deverá ser juntada com a fração que passou. Lembre-se que o procedimento de moagem visa somente aumentar a homogeneidade da amostra e a não incorporação desse material poderia descaracterizar quimicamente o material em análise.

Após a moagem, acondicionar o material em recipiente de vidro ou plástico reforçado e identificar com auxílio de uma etiqueta, anotando o tipo de material, responsável e a data. Esta etiqueta deverá ser pregada no corpo do frasco, devendo-se ter o cuidado de nunca pregar na tampa, a qual poderia ser facilmente trocada.

Para estabilização da umidade, esta amostra laboratorial deverá ficar destampada por um período de 24h, sendo posteriormente acondicionada em local adequado. Esta amostra pronta será base para as próximas análises descritas neste material.

Observações do dia a dia do laboratório

Bastante cuidado com o moinho, principalmente se o mesmo está sendo utilizado pela primeira vez no dia. Caso o material seja de difícil moagem, padronize um tempo de 3 a 5 minutos após a introdução de todo o material, e nunca desconsidere a fração que não passou na peneira de 1 mm. Entre as diferentes moagens, limpe o moinho, utilizando para isso um pincel de pintura.

Tenha em conta que esta fração não moída diminuirá a homogeneidade da amostra laboratorial e assim, todas as vezes que se for fazer uma pesagem, se deverá misturar a amostra anteriormente, utilizando para isso uma espátula.

Apêndice 5 – Lista de exercícios II

Esta lista se destina aos estudantes da disciplina de “Análise e Controle de Qualidade dos Alimentos para Animais” ou similar e deverá ser feita preferencialmente em grupo, onde os participantes poderão discutir e trocar informações sobre as respostas.

- a) Como discutido, o procedimento de amostragem é de extrema importância para a realização das análises. Qual a finalidade de se realizar esse procedimento? Explique.
- b) Que instrumentos podem ser utilizados para realização da amostragem em caminhões graneleiros ou em sacarias? Quais os principais procedimentos a se considerar?
- c) Como pode ser realizada amostragem em um silo trincheira? Como enviar a amostra coletada para análise?
- d) Você foi contratado para dar um treinamento sobre “amostragem na fábrica de ração e em fazendas” para os técnicos da fábrica bem como para os técnicos de campo da “Rações Montinho”. Você foi escalado para ser o instrutor. Assim, elabore um texto comentando sobre: “O que é amostragem”? “Amostragem em material a granel”, “amostragem em sacarias”, “amostragem em campos agrostológicos (forragem)” e “amostragem de silagem”. Seja completo e detalhista.
- e) Suponha que você está realizando pré-secagem de uma amostra de alfafa. Após amostragem, você pesou o saco vazio obtendo o valor de 14,6 g. Após taragem da balança, foi pesado 89,7 g de material que foi levado para estufa a 55°C, permanecendo durante 72 h. A seguir, foi retirado, resfriado e pesado novamente, obtendo-se 45,1 g (material pré-seco + saco). Calcule o teor de umidade perdida na amostra, bem como o teor de matéria pré-seca.
- f) Elabore dados (quaisquer valores) de maneira que sua matéria pré-seca seja de 35 - 36%, perdendo então 64 a 65% de umidade. Você deverá descrever tudo, peso do saco, peso do material antes e depois de 72 h na estufa a 55°C, etc (faça o exercício d invertido).
- g) Você está moendo uma amostra de capim tifton 85 e percebe que o moinho de facas tipo Willey não consegue moer parte do material para que passe pela peneira de 1 mm. Como proceder então com a fração não moída? Explique.
- h) Suponha que nos trabalhos de pesquisa para seu TCC, você trabalhará com palma forrageira, que é uma planta do semiárido brasileiro, que apresenta cerca de 80% de umidade. Descreva então como poderá ser o procedimento para preparo do material,

desde a amostragem até o momento de você guarda-lo pronto na estante para posteriores análises. Seja completo e detalhista.

- i) Imagine que você é responsável pelo controle de qualidade e está elaborando uma frequência para amostragem em sacarias, a qual ficará registrada no POP 1. Faça uma tabela mostrando o número e a porcentagem de amostrados. Se preocupe principalmente em demonstrar a tendência para cada variável.
- j) Agora estamos no laboratório realizando pré-secagem de silagem. Você pesou uma quantidade de amostra X e deixou numa bandeja dentro de uma estufa com circulação de ar forçado. Contudo, você sem querer deixou cair um pouco de amostra fora da bandeja e não percebeu. Você acha que o teor de umidade (perdida na pré-secagem) será igual ao real, menor que o real ou maior que o real? Explique.

3) Uso de réplicas e validação dos resultados

No laboratório de bromatologia e nutrição animal será fundamental que os analistas analisem criticamente os seus resultados obtidos, sempre comparando os valores com aquilo que era esperado, bem como com a literatura. Além disso, como as fontes de erro no laboratório são variadas, além de existir a possibilidade de se perder algumas provas, devemos sempre que possível trabalhar com réplicas (diferentes corridas) da mesma amostra. Este capítulo objetiva apresentar e discutir tudo isso.

3.1) Uso de réplicas

Chamamos de unicata a situação onde somente fazemos uma réplica (também chamada de prova ou corrida) de uma amostra, e portanto, chegamos a apenas um resultado analítico. É indicado que as análises não sejam realizadas em unicata, pois, a não ser pelo resultado esperado na literatura, não teríamos algum padrão para confirmação do valor.

Considerando que dificilmente os resultados analíticos serão exatamente iguais, é altamente desejável que se façam três réplicas de cada amostra (três provas ou corridas), obtendo-se três resultados. Isso ocorre devido a uma ligeira heterogeneidade da amostra no momento da pesagem (nenhuma amostra é exatamente igual a outra), bem como erros analíticos relacionados a pesagem, leitura em buretas, equipamentos, reagentes, etc. Lembre-se que a maioria das amostras que utilizamos no laboratório de bromatologia e nutrição animal não são excelentes em termos de homogeneidade, principalmente aquelas com grande conteúdo de fibras. O que recomendamos é sempre misturar o conteúdo da amostra com uma espátula antes da pesagem.

Outro fator a se considerar é que um baixo peso de amostra laboratorial, como aquele utilizado na análise de proteína bruta (cerca de 0,25 g por um dos métodos possíveis) colabora para que as réplicas forneçam resultados diferentes. Neste caso, o uso da triplicata torna-se fundamental. Por outro lado, quando se pesa uma quantidade maior (acima de 2,0 g), como nas análises de matéria seca, matéria mineral e extrato etéreo, a variabilidade dos resultados é menor. Nestes casos, pode-se trabalhar em duplicata.

Mas se temos então dois ou três resultados distintos, qual deles será o valor a ser aceito pelo laboratorista? O valor mais provável é sempre a média, desde que descartados valores discrepantes. O bom senso e a iniciativa para descartar valores inconsistentes é

fundamental no laboratorista e para auxiliá-lo nesta tomada de decisão, existem métodos matemáticos que serão abordados ainda neste capítulo.

Deve-se levar em conta que muitas vezes os recursos são limitados, o uso dos laboratórios é intenso e o tempo disponível para se realizar as análises é escasso (situação muito comum entre os pós-graduandos). Dessa maneira, muitos analistas costumam realizar os procedimentos somente em duplicata, assumindo-se uma variação máxima aceitável para os resultados, repetindo alguma prova quando necessário.

3.2) Interpretação dos resultados

Toda vez que chegamos a um resultado analítico, devemos nos fazer a seguinte pergunta: este valor é esperado? Não se trata aqui de estar certo ou errado, mesmo porque existem muitos fatores que podem haver impactado no valor encontrado. Por exemplo, não é porque está escrito nas tabelas brasileiras para aves e suínos (Rostagno, 2024) que o farelo de babaçu contém 203g/kg (20,3%) de proteína bruta que você encontrará exatamente este valor, provavelmente não. Lembre-se que os valores sugeridos em tabelas são normalmente médios e que o próprio teor de matéria seca da amostra influenciará diretamente no valor encontrado, dentre outras fontes de variação. Assim, falamos de valores esperados e não se está certo ou errado.

Quando analisamos uma ração, por exemplo, a embalagem cita os níveis de garantia de alguns princípios nutritivos. Se está citado o valor mínimo de 240g/kg (24%) de proteína bruta (PB), provavelmente será encontrado um valor ligeiramente superior, pois a formulação deve trabalhar com uma margem de segurança prevendo alguma variação na composição dos ingredientes ou devido a uma menor homogeneidade de mistura a nível do misturador.

Também as tabelas de composição de alimentos vão nos fornecer consideráveis informações sobre a composição esperada. Há ingredientes que variam pouco, como o farelo de trigo (152g/kg ou 15,2% de PB, como sugerido por Rostagno et al. (2024). Contudo há ingredientes de difícil padronização, como a farinha de carne e ossos, onde a composição pode variar consideravelmente. Neste último caso, os dados oriundos de tabelas não seriam boas referências. Conforme Rostagno et al. (2024), a farinha de carne e ossos pode conter desde 38 até 58% de proteína bruta.

Uma terceira forma de encontrar os valores esperados bem como comparar os resultados são as publicações científicas. Em seus experimentos, os pesquisadores em nutrição e produção animal normalmente analisam seus ingredientes e rações, publicando

valores que são bons referenciais, mas que, como explicamos anteriormente, nunca devem ser interpretados como valores absolutos.

Outro fator importante para seu resultado analítico é o nível de sensibilidade esperado. Quando trabalhamos num laboratório, considerando as casas decimais da balança analítica, bem como uma metodologia criteriosa, nossos resultados tendem a apresentar maior confiabilidade e exatidão quando comparados às análises feitas a campo, com instrumentos menos sensíveis. Assim, o nível de sensibilidade das análises vai variar de acordo com o propósito, bem como o local em que estamos trabalhando, considerando laboratórios de pesquisa, laboratórios de fábrica de ração, bancada de trabalho em uma fazenda, etc. Como exemplo, lembramos que no laboratório temos normalmente tempo suficiente para se determinar a umidade real do milho, chegando ao resultado com bastante precisão. Contudo, isso requer tempo considerável (várias horas), o que normalmente não temos quando recebemos um caminhão de milho numa fábrica de ração, quando dispomos de pouquíssimo tempo para tomar a decisão de aceitar, aceitar com restrições ou devolver a carga. Neste caso, não precisamos de exatidão, e sim de um método rápido e confiável que nos forneça um resultado adequado para esta situação.

3.3) Validação dos resultados

Com o intuito de validar os resultados encontrados, deveremos verificar se os mesmos se encontram dentro de uma faixa de variação aceitável. Como explicamos anteriormente, a variação numérica nos resultados entre as réplicas sempre vai existir, sendo ela inerente à diversos fatores. Assim, falaremos a seguir de dois métodos distintos de validação, sendo o primeiro mais simples de se calcular e mais rigoroso. Já o segundo envolve o cálculo do coeficiente de variação. Sugere-se aos laboratoristas utilizarem o EXCEL para registrarem seus resultados e já montarem uma planilha que avaliará a necessidade ou não de se repetir alguma amostra.

3.3.1) Validação pelo método da variação simples

Este método foi durante anos utilizado pelo autor desta obra e é aplicado quando se trabalha com apenas dois resultados (situação muito comum nos laboratórios quando se tem grande volume de amostras, pouco tempo e quantidade expressiva de interessados na fila de espera para executarem suas análises). Verifica-se a variação numérica e divide-se a mesma pela média dos dois valores, multiplicando-se o resultado por 100 para que esta proporção seja expressa em porcentagem. Sugere-se adotar o valor de 5% de variação

como limite máximo para aceitação. Embora pareça alto este valor, as amostras rotineiramente utilizadas nas análises comuns em nutrição animal normalmente proporcionam considerável variação entre réplicas, haja vista que sua homogeneidade normalmente apresenta limitações, sendo isso agravado em análise de plantas forrageiras ou fezes de animais herbívoros. Os pesquisadores podem também assumir valores que proporcionam maior ou menor rigor, como 3,0% e 6,0% respectivamente.

Como exemplo, imagine que se está analisando, em duplicata, o soro de leite em pó, obtendo-se os valores de 12,4% e 12,0% de PB. Para calcular a variação simples, realizaremos o seguinte cálculo:

Média: 12,2%

Varição nos valores numéricos: 0,4%

Então: $(0,4/12,2) \times 100 = 3,28\%$

Considerando o valor alcançado acima, não iríamos repetir a análise e nosso valor final seria o valor da média entre os dois resultados. Vejamos agora outro exemplo:

Em um laboratório de bromatologia a análise do farelo de soja foi realizada em duplicata e forneceu resultados de 45,05% e 47,52% de PB.

Média: 46,29

Varição nos valores encontrados: 2,47

Então: $(2,47/46,29) \times 100 = 5,33\%$

Como a variação final entre os resultados foi de 5,33%, poderá ser realizada uma nova corrida. Ainda neste último exemplo, imagine que foi realizada então uma terceira prova, obtendo-se o valor de 45,12% de PB. Logo, o analista poderá descartar o valor de 47,52%, assumindo-se, como resultado final, a média entre 45,05 e 45,12%.

É importante notar que não se trata aqui de uma variação entre os pontos de proteína obtidos (se assim fosse, nunca iríamos repetir a análise de alimentos que contêm baixíssima quantidade de proteína bruta), e sim uma variação percentual considerando-se a média.

3.3.2) Validação pelo método do coeficiente de variação

Este método é mais completo, sendo também sugerido por Butolo (2010). Se utilizado o EXCEL para tabulação e cálculo, pode ser uma ferramenta prática para a validação dos resultados de duplicatas e triplicatas. Indicamos também o aplicativo STATISTICS (disponível na Play Store) por se tratar de uma ferramenta gratuita e de fácil utilização.

Inicialmente temos que considerar as fórmulas do desvio padrão (S) e coeficiente de variação (CV):

$$S^2 = (\sum X^2 - ((\sum X)^2)/M)/N-1$$

$$CV = (S/M)*100$$

Onde:

X = valor encontrado

M = média dos valores encontrados

N = número de valores encontrados

S = desvio padrão

CV = coeficiente de variação

Utilizando o EXCEL ou o STATISTICS para cálculo do coeficiente de variação da análise de soro de leite, exemplificada no item 3.3.1., temos um CV = 2,32%. Já para o segundo exemplo do farelo de soja, temos um CV = 3,77%. Veja que neste último exemplo, diferentemente do método de variação simples, não necessitaríamos repetir nossa análise, o que sugere que esse método é menos rigoroso quando comparado ao método da variação simples.

Contudo, este método pode ser muito importante para se trabalhar validando o resultado com as triplicatas. Vejamos mais um exemplo:

Imagine que analisando uma amostra de milho em triplicata, chegamos aos valores de 7,34; 7,89 e 8,15%. Utilizando o EXCEL ou STATISTICS para cálculo, chegamos ao valor de CV = 5,31%. Logo, teríamos que repetir uma análise para se comparar e descartar algum valor discrepante. Normalmente quando temos um valor discrepante, dentre os três valores obtidos, associado a um elevado CV, podemos descartar este valor quando facilmente identificado. Isso não acontece para esta análise do milho, sendo necessária então nova análise.

Apêndice 6 – Lista de exercícios III

Sobre a eliminação dos resultados, o que não pode faltar no analista é bom senso. Verifique o que se pede:

- a) Num laboratório de nutrição animal, a utilização dos equipamentos por parte dos estudantes de pós-graduação está intensa. Assim, o pessoal não tem feito as análises de proteína em triplicata, mas sim em duplicata, considerando-se que a variação entre as réplicas deve ser menor que 5,0% em relação à média. Foi realizada então análise de proteína bruta do farelo de soja. A primeira réplica apresentou valor de 48,52% de PB e a outra 44,31% PB. Será necessária nova análise? Calcule e verifique utilizando a metodologia da variação simples.
- b) Caso tenha verificado a necessidade de nova análise, foi realizada uma terceira réplica para confirmação. O novo valor encontrado foi de 44,99%. Qual é o teor de PB da amostra?
- c) Agora, utilizando a metodologia para cálculo do coeficiente de variação (tente fazer pelo EXCEL ou STATISTICS), repita o cálculo do exercício 1 e tire suas conclusões.
- d) Veja os seguintes valores de PB obtidos para uma amostra de farelo de algodão: 36,8; 37,2 e 43,4%. Utilizando os recursos do EXCEL ou STATISTICS, verifique o coeficiente de variação. A seguir, tome uma das seguintes decisões e fundamente-a:
 - d.1) Não precisa repetir, pois a variação está dentro da margem de 5% esperada, bastando somente determinar a média entre os três valores
 - d.2) Repito a análise novamente
 - d.3) Como o coeficiente de variação está elevado (acima de 5%), descarto o valor discrepante e então faço a média dos demais valores.

Apêndice 7 – Modelo de relatório completo

Este modelo de relatório completo poderá ser utilizado pelos estudantes da disciplina de ACQAPA a partir da quarta aula prática, podendo ser também adaptado para relatório das aulas anteriores.

Análise e Controle de Qualidade dos Alimentos Para Animais (ACQAPA)

Relatório da aula prática de determinação da XXXXXX

ESTUDANTES

OBJETIVO

Determinar o teor de XXXXX da amostra de XXXXXX.

INTRODUÇÃO

Fazer uma introdução geral sobre esta análise, descrevendo o que é, como é feita, bem como sua importância. É essencial adicionar aqui pelo menos uma referência bibliográfica.

MATERIAL E MÉTODOS

Detalhar aqui como foi feita a análise, descrevendo a metodologia. Não é obrigatório descrever os equipamentos e vidrarias numa lista. Lembre-se de usar os verbos no passado bem como fazer referência a amostra que você está analisando. Fotos são sempre bem vindas neste tópico. A pesagem das amostras deverá ser aqui registrada.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Descreva aqui os cálculos realizados para chegar aos valores finais. Não se esqueça de expressar também os valores em base de matéria seca (valores de MM, EE, PB, FDA, Ca, P). Junte aqui argumentos para responder à pergunta: meu resultado está dentro do esperado? Faça comparações descritivas utilizando valores obtidos em outros trabalhos, tabelas de composição de alimentos ou nos rótulos das embalagens. Lembre-se que para todo valor encontrado deve ficar claro se era esperado ou não. Caso não seja, tente explicar os motivos. Aqui você deve usar pelo menos uma referência bibliográfica.

MATERIAL CONSULTADO

É necessário discriminar pelo menos duas referências bibliográficas.

4) Análises de matéria seca, umidade e matéria mineral

Neste capítulo iniciaremos o estudo das análises propriamente ditas, considerando que todos os procedimentos prévios foram bem realizados e que nossa amostra laboratorial é representativa. Discorreremos sobre conceitos importantíssimos para a qualidade dos ingredientes, desde o recebimento, armazenamento até a expedição do produto final acabado. Além disso, falaremos de parâmetros importantes na tentativa de se expressar a qualidade declarada na embalagem dos alimentos para animais.

4.1) Matéria seca e umidade - o “yin yang” bromatológico

Denomina-se matéria seca (ou massa seca) o conjunto de substâncias não voláteis a 105°C. Isto incluiria as parcelas de carboidratos, ligninas, lipídeos, proteínas, aminoácidos, vitaminas, minerais, quelatos, dentre outros, embora alguma pequena fração de alguns destes componentes pode ser volatizada durante sua determinação. Já o teor de umidade se refere ao conteúdo de água da amostra, embora a mesma fração volátil citada anteriormente possa também haver sido contabilizada em sua determinação.

Há uma complementariedade entre os teores de matéria seca e umidade, onde o somatório é sempre 100%. Como exemplo, sempre sugerimos que a umidade do milho deve ser de no máximo 13%, ou seja, um mínimo de 87% de matéria seca. Já as forragens *in natura* contem grande quantidade de umidade, principalmente plantas mais jovens, variando normalmente entre 60 a 80% de umidade, o que fornecerá 20 a 40% de matéria seca.

O teor de matéria seca será de extrema importância também para tomada de decisão no que se refere ao melhor momento para a realização de alguns processos, como o de ensilagem, afim de garantir a otimização do teor nutritivo. Deseja-se que a matéria seca da planta do milho esteja por volta de 30-35% para ser ensilada, conforme indicado por Megali (2024). Além disso, os nutricionistas de animais, principalmente de ruminantes e equinos, podem basear seus cálculos nutricionais na quantidade total de matéria seca a ser ingerida diariamente pelo animal. Embora seja um desafio, mensurar a quantidade de matéria seca ingerida pode ser o diferencial de uma propriedade de sucesso.

Para controle de qualidade, estes conceitos são de extrema importância, haja vista que as embalagens e rótulos de alimentos para animais, por exigência legal, devem discriminar o nível máximo de umidade.

Para efeito de comparação de diferentes alimentos, ou do mesmo alimento em diferentes circunstâncias, pode-se colocar os nutrientes em base na matéria seca. Isso torna-se necessário se considerarmos que o conteúdo de água dos alimentos é variável, e quanto maior esse conteúdo, menos concentrados tendem a estar os nutrientes da amostra.

4.2) Atividade de água (A_w)

Outro fato que consideramos pouco nos estudos de alimentação animal é que a água contida nos alimentos pode estar ligada ou livre. A água ligada se refere ao conteúdo que está ligado quimicamente à matéria seca e que, portanto, não está disponível para o animal, não participando de reações químicas no alimento bem como daquelas necessárias ao desenvolvimento de microrganismos. Esta fração tem mobilidade reduzida dentro das partículas do alimento. A outra fração de água corresponde às moléculas livres, as quais estão disponíveis para reação e multiplicação de microrganismos, podendo ser retirada do material com facilidade. Quando nos referimos ao teor de umidade de um alimento, na verdade estamos considerando o somatório das duas frações de água descritas anteriormente.

A atividade de água (A_w) se refere ao conteúdo de água livre no alimento que será armazenado. Nestas condições, valores ideais de A_w podem ser considerados e constituírem de uma importante ferramenta para auxiliar na manutenção da qualidade dos alimentos para animais. Quanto maior for o valor de A_w , mais perecível será o alimento. Estes valores variam de 0 (sem água livre) a 1 (água livre). O crescimento de microrganismos é altamente dependente de um elevado valor de A_w . Dentre estes microrganismos, os fungos são os mais resistentes à falta de água livre, sendo este um ponto de atenção importantíssimo, haja vista a grande preocupação com a ocorrência de micotoxinas na alimentação animal.

Manter a A_w próximo a 0,60 é importante para a conservação de ingredientes e dos produtos finais acabados na fábrica de ração. Abaixo de 0,55 a ração extrusada pode se apresentar muito seca e dura. Acima de 0,65 a ração pode desenvolver fungos e não ser aceita pelos animais.

4.3) Base em matéria natural e base em matéria seca

O teor das diferentes frações alimentares pode ser expresso em base de matéria natural e base em matéria seca. Consideramos matéria natural ou “como oferecido” o alimento na forma na qual é ingerido pelo animal. O milho em grão, o farelo de soja, o

feno de tifton, dentre outros ingredientes secos, rações em geral, quando analisados, fornecem valores em base de matéria natural. Já a base em matéria seca (MS) é utilizada para comparações entre alimentos diferentes ou ainda considerando o mesmo alimento em diferentes condições. Um elevado conteúdo de água no alimento colabora para diluição dos princípios nutritivos. Como exemplo, o milho com 140g/kg (14%) de umidade tende a apresentar um conteúdo de nutrientes menor que outro que apresente 100g/kg (10%), quando a concentração dos mesmos é expressa em base de matéria natural. Além disso, o teor em base de matéria seca é normalmente utilizado para cálculo de dietas para animais que recebem alimentos com alta quantidade de umidade, como os ruminantes e equinos. Em verdade, a concentração em base de matéria seca somente existe de maneira abstrata, pois em todo alimento há presença de alguma quantidade de água.

Quando colocamos o alimento em base de MS, desconsideramos a umidade, havendo a concentração dos princípios nutritivos, ou seja, o teor dos mesmos se elevará. A figura 12 apresenta esquematicamente o conteúdo de PB dentro da amostra de uma planta forrageira. Inicialmente, note que o conteúdo de PB representa uma pequena fração do conteúdo total de amostra (a). Quando se coloca o teor do nutriente em base seca, ou seja, se desconsidera a umidade, a parcela de PB, em relação ao conteúdo total, é maior (b).

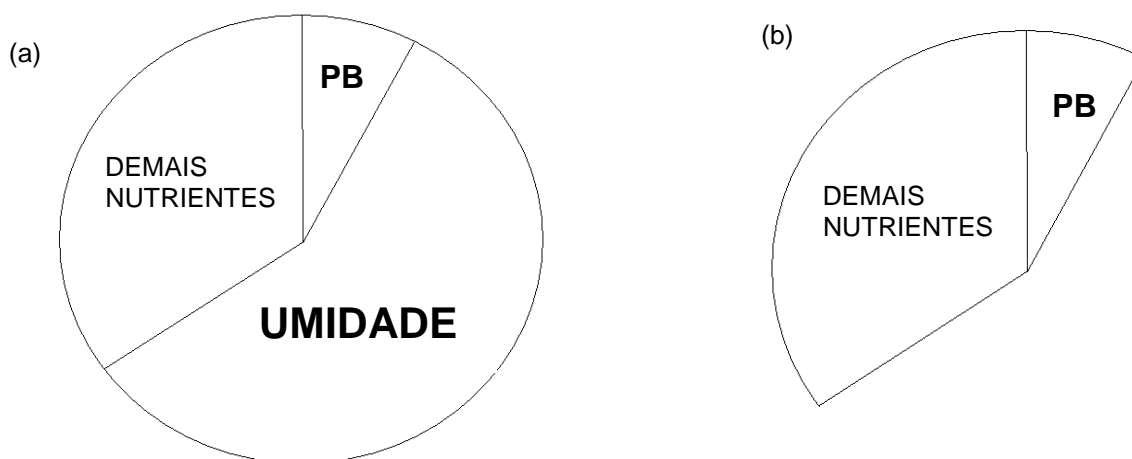


Figura 12– Representação do conteúdo de proteína bruta (PB) na matéria natural (a) e na matéria seca (b).

Para transformar o teor do nutriente de base em matéria natural para base em matéria seca, basta realizar uma regra de três simples. Num exemplo, consideramos uma forragem que apresenta 3,5% de proteína bruta na matéria natural, e que apresente 73% de umidade, tendo, portanto 27% de matéria seca.

$$\begin{array}{rcl} 3,5\% \text{ de PB} & \text{-----} & 27\% \text{ de MS} \\ X & \text{-----} & 100\% \text{ de MS} \end{array}$$

Onde o valor de X será de 12,96% de PB em base de MS.

Note que se dividirmos 3,5 por 0,27 (fração da matéria seca no alimento como oferecido) vamos obter o mesmo valor. Na prática do dia a dia, este é o método mais rápido para este fim.

4.4) Determinação da matéria seca e umidade no laboratório

Antes de iniciar devemos destacar que todas as análises são independentes, ou seja, não necessariamente precisamos realizar a de matéria seca para depois realizar as demais.

Na metodologia direta utilizada em laboratório (secagem definitiva) essa fração alimentar é obtida após volatilização da água em estufa a 105°C, durante 4 horas. A matéria seca será o resíduo obtido após este processo. Outras substâncias podem ser volatilizadas nesta temperatura, o que pode proporcionar erros nesta estimativa. Assim, a análise pode ser resumida no seguinte esquema:



Para cálculo do teor de matéria seca se poderia se aplicar uma fórmula, não sendo o objetivo deste livro, que propõe a dedução dos cálculos, os quais são muito simples, desde que o processo seja bem compreendido. Em resumo, basta se comparar a relação entre o peso do resíduo seco após a secagem, e a amostra que fora pesada anteriormente (uma divisão simples). Para colocar em porcentagem esta relação menor que 1, basta multiplica-la por 100. Não se deve esquecer que a pesagem final leva em conta também o peso do cadinho, recipiente que continha a amostra durante a secagem, devendo este peso ser descontado. Sendo assim, a pesagem inicial do cadinho é fundamental.

Como exemplo, consideremos uma análise de matéria seca onde foi pesado 3,3214 g de milho, e o cadinho vazio pesou 23,4352 g. Após 4 h na estufa a 105°C, o material foi retirado e resfriado em dessecador. Após, o conjunto (cadinho + resíduo seco) foi pesado em balança analítica, fornecendo o valor de 26,3948 g. Calcule os teores de matéria seca e umidade.

Primeiramente deve-se descontar o peso do cadinho vazio para se chegar ao peso do resíduo seco. Então: $26,3948 - 23,4352 = 2,9596$ g. Para verificar o quanto esse resíduo

representa em porcentagem basta dividir esse valor pelo peso da amostra e multiplicar por 100.

Então: $(2,9596/3,3214) \times 100 = 89,11\%$ de matéria seca.

Uma regra de três simples também pode ser utilizada para o mesmo cálculo acima. Como há na amostra somente matéria seca e umidade, o teor deste último será dado por:

Umidade = $100 - 89,11$

Umidade = 10,89%

4.5) Análise de umidade por métodos rápidos nas empresas

No dia a dia da fábrica de ração e silos de armazenamento as cargas devem ser liberadas de maneira rápida, sendo necessários métodos que proporcionem resultados satisfatórios em poucos minutos. Nesta situação, a precisão do resultado de umidade será menor quando comparado aos resultados obtidos pela metodologia tradicional, mas neste ambiente, a rapidez e praticidade serão os aspectos mais importantes.

Os determinadores de umidade digitais ou analógicos (figura 13) são então de extrema importância no laboratório destas empresas para o procedimento de recepção de materiais e tomada de decisões. Os mesmos já vêm ajustados de fábrica e devem receber calibração periodicamente, conforme POP 6 do manual de BPF. Normalmente são de fácil e simples manuseio, devendo o responsável pela qualidade treinar seus colaboradores para uso dos aparelhos.



Figura 13 – Determinador de umidade digital utilizado para recebimento de grãos

4.6) Análise de umidade por métodos alternativos

A nível de campo, em fazendas e granjas, podem ser necessários métodos mais práticos a partir de equipamentos de fácil aquisição. Através de metodologias alternativas, os teores de matéria seca e umidade podem ser estimados de maneira satisfatória para cada situação. Normalmente o material é deixado nestes equipamentos por um tempo suficiente para se atingir peso constante, podendo-se deixar por algum tempo a mais, quando necessário. Deve-se destacar que todos estes métodos necessitam de uma balança com precisão de 0,1 g, a qual deverá ser adquirida pelos interessados.

4.6.1) Forno de micro-ondas

O forno micro-ondas é um equipamento de fácil aquisição e preço bem acessível, podendo ser uma ferramenta valiosa na avaliação de alimentos e tomada de decisões. A determinação da matéria seca em plantas forrageiras pode ser fundamental para se determinar o correto ponto de colheita ou auxiliar o consultor técnico no cálculo de dietas para animais. O método consiste em deixar cerca de 100g de silagem ou forrageiras picadas ou trituradas, imediatamente após a coleta, por 14 minutos em forno micro-ondas. Este tempo pode variar conforme a potência do forno, sendo importante também se alcançar um peso constante e, portanto, este tempo pode variar. É necessário que se coloque um copo contendo água próximo do material, para que se evite queima. Na prática uma balança simples que tenha divisão de grama em grama pode ser suficiente, sendo indicado que a propriedade mensure a matéria seca diariamente afim de corrigir a quantidade de nutrientes ingerida diariamente.

Esta metodologia apresenta 95% de confiança e pode ser empregada a campo. Maiores informações podem ser adquiridas na circular técnica da EMBRAPA “Determinação de matéria seca e umidade em solos e plantas com forno de micro-ondas doméstico” (SOUZA, et al., 2002) e no comunicado técnico da EMBRAPA “Como medir a matéria seca (MS%) em forragem utilizando forno de micro-ondas (OLIVEIRA et al., 2015). Este último documento traz a metodologia analítica de maneira bem detalhada.

4.6.2) Air fryer, Koster e Dryer Bag

Outro método muito moderno que utiliza um equipamento muito comum na atualidade é a estimação da umidade utilizando *Air Fryer* (panela com ventilação a quente). Nesta proposta, se pesa a silagem ou a forragem após ser colhida e picada, e se

submete a mesma a uma temperatura de 105°C até peso constante, o que acontecerá com cerca de 45 a 60 minutos de ventilação.

Outra possibilidade é a utilização do método Koster, que utiliza equipamento de mesmo nome. Neste caso o investimento será maior, haja vistas que será necessária a compra de equipamento bem mais caro, quando comparado aos métodos anteriores. No entanto este equipamento possibilita a estimacão do teor de matéria seca de grãos, além das plantas forrageiras.

Um outro método bastante recente foi proposto na Universidade Federal de Viçosa, sendo denominado *Dryer Bag*, consistindo de um saco de tecido que recebe a amostra não compactada, que será seca a partir da utilização de um secador elétrico (figura 14). Se gastará cerca de 60 minutos até a estabilização do peso. A técnica completa pode ser visualizada em <https://www.youtube.com/watch?v=W5yT2v0rcSc>.



Figura 14 – Materiais utilizados no método *Dryer Bag*

4.7) Análise de matéria mineral

Chamamos de cinzas ou matéria mineral o conteúdo total de minerais obtido após oxidação completa da matéria orgânica de uma amostra. Esse processo acontece quando por exemplo, queimamos lenha em uma fogueira, ficando apenas as cinzas. Há de salientar que o teor de cinzas não fornece detalhes qualitativos sobre os minerais,

fornecendo somente o valor referente ao somatório da quantidade de todos os minerais contidos na amostra.

A análise de cinzas é de extrema importância para controle de qualidade do produto final acabado, pois todo rótulo ou embalagem de ração, alimento completo ou suplementos deve indicar o nível máximo desta fração alimentar, muitas vezes registrado como matéria mineral. Assim, normalmente se associa o excesso de matéria mineral à baixa qualidade de uma ração para animais, embora isso seja muito relativo. Para melhor entender este fato, temos que considerar que o calcário, dentre outras fontes, pode ser utilizado em níveis superiores ao recomendado, visando barateamento da fórmula e preço mais competitivo, o que elevará o teor de matéria mineral e impactará negativamente na qualidade da ração.

Outra importância desse procedimento se refere ao fato de que para a confecção de uma solução estoque, que será utilizada para análise de minerais, é necessário a oxidação completa da matéria orgânica e abertura da matéria mineral com um ácido forte. O princípio da análise de matéria mineral consiste na oxidação completa da matéria orgânica a 600°C, restando apenas o resíduo de cinzas. Para se alcançar essa temperatura no laboratório, se utiliza o forno mufla. Para se calcular o teor de matéria mineral basta utilizar a mesma metodologia apresentada anteriormente para a análise de matéria seca.



Há que se considerar também que o teor de matéria orgânica poderá ser calculado a partir desta análise, bastando para isso, descontar o teor de matéria mineral do teor de matéria seca. Em outras palavras, o teor de matéria orgânica é a diferença entre o teor de matéria seca e matéria mineral.

Embora não seja utilizado para equilíbrio de rações ou controle de qualidade, o teor de matéria orgânica pode dar uma noção do conteúdo total dos princípios nutritivos existentes no alimento. Além disso, a digestibilidade da matéria orgânica pode ter elevada correlação com a digestibilidade geral dos princípios nutritivos, principalmente energia.

Apêndice 8 - Prática 4 - Análises de matéria seca, umidade e matéria mineral

Nesta quarta prática objetivamos a determinação dos teores de matéria seca, umidade e matéria mineral das amostras de ingredientes e rações, procedimentos fundamentais para todo analista que trabalha no laboratório de bromatologia e nutrição animal.

Metodologia de trabalho

Para determinação da matéria seca e umidade, cada grupo de participantes (duas ou três pessoas) trabalhará com uma determinada amostra previamente moída na prática 3. Conforme o número total, se recomenda que cada participante faça sua prova/corrida e o grupo trabalhe com o valor médio alcançado. Esta análise também é comumente chamada de “umidade e voláteis”. Poderá ser utilizada a seguinte marcha analítica simplificada, sendo indicada a realização de duplicatas.

- 1) Preparar um cadinho de porcelana deixando-o 30 minutos na estufa a 105°C;
- 2) Resfriar o cadinho em dessecador por pelo menos 30 minutos;
- 3) Pesar o cadinho vazio e registrar sua massa em papel ou planilha de dados;
- 4) Pesar 3 a 5 gramas da amostra neste cadinho de porcelana;
- 5) Colocar o conjunto na estufa a 105°C, deixando por pelo menos 6 horas ou até peso constante;
- 6) Retirar da estufa e deixar em dessecador durante 30 minutos;
- 7) Proceder a pesagem de todo o conjunto em balança analítica.

Cálculo: Pode-se verificar o teor de matéria seca pela comparação do peso do resíduo final (após descontar o peso do cadinho) com o peso da amostra, multiplicando-se o resultado por 100. O teor de umidade será determinado pela diferença entre 100 e o teor de matéria seca determinado.

Para determinação do conteúdo de matéria mineral, cada grupo usará a mesma amostra utilizada anteriormente para a determinação da matéria seca. Utilizar a seguinte marcha analítica, sendo indicada a realização de duplicatas.

- 1) Preparar um cadinho de porcelana deixando-o 30 minutos na estufa a 105°C;
- 2) Resfriar o cadinho em dessecador por pelo menos 30 minutos;
- 3) Pesar o cadinho vazio e registrar sua massa em papel ou planilha de dados;
- 4) Pesar 3 a 5 gramas da amostra em cadinho de porcelana;

- 5) Queimar em bico de Bunsen até que não haja emissão visível de gases;
- 6) Colocar em forno mufla, elevar a temperatura a 550-600°C e deixar durante 4 horas;
- 7) Desligar a mufla e deixa-la resfriar lentamente até que se atinja uma temperatura próxima a 300°C;
- 8) Retirar o cadinho da mufla e deixar resfriar sobre placa de porcelana (ver observações) ou no dessecador com fundo de porcelana durante 40 minutos;
- 9) Proceder a pesagem de todo o conjunto em balança analítica.

Cálculo: Pode-se verificar o teor de matéria mineral pela comparação do peso do resíduo final de cinzas (após descontar o peso do cadinho) com o peso da amostra, multiplicando-se o resultado por 100. O teor de matéria orgânica será determinado pela diferença entre o teor de matéria seca e o teor de matéria mineral.

Observações do dia a dia do laboratório:

A análise de cinzas pode ser realizada com a mesma amostra utilizada na análise de matéria seca, devendo o resíduo seco receber pré-queima. Uma alternativa ao procedimento de pré-queima é a colocação das amostras no forno mufla desligado, sem prévio aquecimento, deixando-se aquecer lentamente. Deve ser destacado que caso se coloque o material diretamente na mufla a 600°C, a combustão é imediata, podendo gerar grande quantidade de fumaça, o que pode desencadear uma situação de pânico no laboratório. O bloco digestor, desde que mantido também para digestão de amostras de proteína bruta, pode também ser utilizado para pré-queima da amostra, aproveitando-se o espaço e a temperatura.

Após a retirada da mufla os cadinhos estarão muito quentes, podendo derreter a base do dessecador caso esta seja feita de plástico ou acrílico. Além disso, haverá maior pressão interna no dessecador, o que faz com que a sua tampa deslize com maior facilidade, sendo a quebra de tampas um fato comum em vários laboratórios. Recomenda-se deixar a mufla desligada para que todo o material se esfrie de forma lenta, deixar a sua porta aberta pela metade, ou ainda retirar os cadinhos deixando-os sobre uma placa de cerâmica, e após, direcioná-los ao dessecador a partir do momento que se poder aproximar a mão a cerca de 5 cm dos mesmos.

Nos laboratórios de nutrição animal é muito comum se deixar as amostras na estufa durante todo o período noturno, se retirando no dia posterior. Para a análise de

matéria mineral, isto não é possível, haja vistas que o forno mufla consome grande quantidade de energia, além do elevado perigo em deixá-lo ligado sem nenhuma supervisão.

Quando se trabalha com forragens úmidas ou ensilagem, para determinação do teor de matéria seca na matéria natural (como oferecido), se deverá multiplicar o teor de matéria seca encontrado na secagem definitiva pelo teor de matéria pré-seca previamente determinado na pré-secagem, dividindo o produto por 100.

Apêndice 9 – Lista de exercícios IV

- a) Para a determinação da matéria seca e umidade, foi pesado 3,8750 g de farelo de soja. O cadinho vazio pesou 32,5429 g. Após 4 h na estufa a 105°C, o conjunto cadinho+resíduo seco pesou 35,9689 g. Calcule o teor de umidade e matéria seca da amostra.
- b) Um cadinho, de tara 10,4352 g, foi usado para análise de matéria seca e matéria mineral. Pesou-se 3,5643 g de amostra e após secagem a 105°C, o peso do cadinho + resíduo era de 13,5987 g. Após queima na mufla a 600°C, durante 4 h, o cadinho mais as cinzas pesava 10,7342 g. Calcule a % de matéria seca, umidade e matéria mineral. Coloque o teor de cinzas também em base de matéria seca.
- c) Suponha que vamos fazer análise de uma forragem. Após amostragem no campo, pesamos 76,98 g de amostra e o saquinho de papel pesou 12,65 g. Após 72 h na estufa a 60°C (pré-secagem) o conjunto (saquinho + papel) pesou 36,98 g. Após o material foi moído e identificado para a realização das análises a seguir:
- c.1) Para análise de matéria seca e umidade, foi pesado 3,2456 g da amostra pré-seca. A tara do cadinho era de 34,3235 g. Após 6 h na estufa a 105°C, o conjunto (cadinho + resíduo seco) pesou 37,2897 g. Calcule o teor de MS na amostra pré-seca e na matéria natural (como oferecido).
- c.2) Após o procedimento acima, a mesma amostra acima foi queimada sob o bico de Bunsen sendo então direcionada ao forno mufla a 600°C durante 4 h. Após este procedimento e resfriamento, o conjunto pesou 34,6532 g. Qual é o teor de MM da amostra pré-seca, na matéria seca e na matéria natural?
- d) Elabore cálculos de tal maneira que você consiga um teor de 91,2% de matéria seca numa amostra de ração. Sugira tudo, peso do cadinho, amostra, cadinho+resíduo, etc.
- e) Agora você está no laboratório de uma empresa realizando análises de três amostras de milho para que se tome uma decisão de qual fornecedor deve-se comprar. A amostra do fornecedor ALFA obteve 7,39% de proteína bruta e 9% de umidade. Já a amostra do fornecedor BETA apresentou 7,22% de proteína bruta e 13% de umidade. Por fim, a amostra do fornecedor GAMA apresentou 7,50% e 8% de umidade. A empresa havia anunciado que compraria a amostra de maior nível de proteína bruta considerando a base em matéria seca, já que o preço desta commodity é tabelado. Assim, verifique qual dos três fornecedores oferecerá milho com maior teor de PB/MS, justificando a escolha através dos cálculos.

- e) Você trabalha numa empresa de consultoria em fazendas leiteiras, elaborando dietas completas para vacas. Te deram a incumbência de fazer o orçamento para a implantação de três técnicas rápidas, de uso na fazenda, para a determinação da matéria seca da silagem. Cite então três métodos a serem apresentados à equipe.
- f) Descreva quimicamente os princípios das análises de matéria seca e matéria mineral.
- g) A análise de matéria mineral nos fornece detalhes qualitativos e quantitativos de cada mineral? Explique.

5) Análise de extrato etéreo

O extrato etéreo se refere ao conjunto de substâncias solúveis em éter, ou em outras palavras, de compostos de caráter predominantemente apolar. Assumimos que a maior parte destas substâncias são lipídeos, as quais são importantes para provimento de energia bem como ácidos graxos essenciais aos animais.

5.1) Polaridade de substâncias

É essencial se compreender inicialmente que há substâncias muito diferentes das outras no que se refere à sua polaridade, a qual está relacionada com a existência de polos na molécula (um positivo e outro negativo). Algumas substâncias são compostas de átomos bastante diferentes, com distintas capacidades de atração de elétrons, o que chamamos de eletronegatividade, sendo esta uma propriedade periódica. Além disso deve-se considerar também a geometria molecular de cada composto.

Átomos muito eletronegativos como o cloro tendem a atrair os elétrons, criando um polo negativo na molécula. Quando a diferença de eletronegatividade entre os átomos que formam uma molécula é elevada, e os vetores das moléculas não se anulam, dizemos que a substância é polar. Quando há pouca diferença de eletronegatividade e os vetores da molécula se anulam, dizemos que não há polos, sendo a molécula denominada de apolar. Contudo, há que se considerar aqui que existem substâncias com polaridade intermediária, por isso normalmente utilizamos a expressão “predominantemente”.

A análise de extrato etéreo quantifica substâncias de caráter predominantemente apolar a partir da extração com o éter (solvente apolar). Para melhor compreensão desta análise, devemos recordar da regra geral da solubilidade, onde semelhante dissolve muito bem semelhante, ou seja, substâncias apolares serão solubilizadas em solventes apolares como o éter ou clorofórmio. Já a água solubilizará substâncias de caráter predominantemente polar, como o ácido clorídrico.

5.2) Importância da análise de extrato etéreo e erros associados

Embora normalmente sejam contabilizadas como extrato etéreo outras frações alimentares, esta análise nos dá um bom indicativo do conteúdo total de lipídeos (óleos e gorduras) de uma amostra, podendo estar relacionado com o teor de triglicerídeos, conforme o tipo de amostra. A quantificação do teor de extrato etéreo é de extrema importância para a determinação do valor nutricional dos alimentos, embora o equilíbrio desta fração não seja obrigatório para a maioria das formulações de rações para os animais

e nem é considerado na maior parte das tabelas de exigências nutricionais. Em grande parte das vezes é mais interessante ao nutricionista de animais equilibrar e garantir a presença de quantidades mínimas de ácidos graxos essenciais, como acontece em algumas tabelas que trazem a necessidade de ácido linoleico para galinhas poedeiras e ácido araquidônico para gatos.

Em nutrição animal, o grupo de lipídeos mais importante é o dos triglicerídeos, que são os principais fornecedores de energia para os animais. Substâncias como esteróis, resina, vitaminas lipossolúveis, pigmentos como clorofila e xantofila, etc, são solubilizadas na análise pelo solvente, o que pode vir a mascarar o conteúdo total de lipídeos. Quando se faz o extrato etéreo de plantas forrageiras, por exemplo, se observa que o conteúdo extraído tem a coloração verde, pois a clorofila é extraída juntamente com os lipídeos. Já quando se analisa milho o resíduo terá a cor amarela, devido principalmente à extração de alguns carotenoides. Dessa maneira há um erro associado a esta metodologia.

Contudo, esta análise é importante para o controle de qualidade dos produtos acabados, onde por força da legislação, as embalagens de produtos destinados a animais necessitam apresentar os níveis mínimos de extrato etéreo. Também é necessário em algumas equações, como a de nutrientes digestíveis totais (NDT), ou ainda equações de predição para determinação do valor energético dos alimentos. Além disso, devemos dar destaque ao fato de que em algumas tabelas de necessidades nutricionais é verificado a exigência de um nível mínimo de extrato etéreo, como acontece em alguns materiais disponibilizados para elaboração de alimentos para peixes, cães e gatos. Outro fato importante é que a metodologia de extração da fração lipídica dos alimentos também é um passo importante para que estudos avançados sobre a composição de ácidos graxos das fontes lipídicas sejam realizados.

5.3) O extrato etéreo na nutrição e alimentação animal

A quantidade de extrato etéreo numa ração pode estar diretamente relacionada com a energia disponibilizada aos animais, pois os lipídeos são excelentes fontes deste princípio nutritivo, fornecendo cerca de 9,0 kcal de energia bruta por cada grama. Contudo, podem haver alimentos completos com elevados níveis de extrato etéreo que apresentem ainda baixo conteúdo energético, o que acontece normalmente quando algumas rações têm conteúdo muito elevado de fibras de baixa digestibilidade. Assim, é

necessário destacar que nem sempre uma ração com elevado nível de extrato etéreo terá elevado valor energético, outros fatores devem ser considerados.

Altos níveis de extrato etéreo proporcionam menor tempo de conservação da ração, pois os lipídeos, principalmente os poli-insaturados, podem receber ataque do oxigênio livre sobre sua dupla ligação, quebrando sua estrutura e gerando compostos potencialmente tóxicos, sendo esse processo denominado de rancidez oxidativa. Nesta situação, torna-se necessária a adição de um aditivo antioxidante.

Além disso, o nível de extrato etéreo deverá ser muito bem ajustado em formulações de alimentos que serão processados na peletização e extrusão. A elevação do teor de extrato etéreo prejudica a qualidade do péletes formados, diminuindo a sua resistência, característica que denominamos de PDI (índice de durabilidade dos péletes). Também para a boa formação do *kibble* (grânulo extrusado), o nível de extrato etéreo deverá ser muito bem ajustado na fórmula.

5.4) Metodologia para determinação do nível de extrato etéreo

O procedimento analítico pode consistir em se utilizar um extrator de lipídeos tipo *Soxhlet*, deixando a extração acontecer por seis horas (figura 15). Neste local, o éter será volatilizado, e a partir de um condensador, voltará ao estado líquido, caindo a seguir sobre a amostra que estará dentro de um cartucho, extraindo assim os lipídeos para o copo. Como o ponto de ebulição dos lipídeos é superior ao do éter, os mesmos se agregarão no fundo do copo durante o procedimento de destilação.



Figura 15 – Aparelho extrator de lipídeos do tipo *Soxlet*

Após secagem do copo em estufa e pesagem, a diferença entre o peso do conjunto (copo mais resíduo) e o peso do copo vazio será utilizada para se calcular o conteúdo de extrato etéreo, bastando-se para isso se dividir esta diferença pelo peso da amostra, multiplicando-se por 100, ou através de uma regra de três simples. Para análise de extrato etéreo, a marcha analítica descrita na prática 5, poderá ser utilizada.

O método de extração *Soxhlet*, aqui exemplificado, é bastante comum e simples, devendo-se destacar que hoje existem vários determinadores de lipídeos no mercado, em sua maioria automatizados, e que a metodologia pode ser distinta para cada um deles.

Apêndice 10 - Prática 5 - Análise de extrato etéreo por sistema Soxhlet

Nesta quinta prática objetivamos a determinação do teor de extrato etéreo das amostras de ingredientes e rações, procedimento importante para todo analista que trabalha no laboratório de bromatologia e nutrição animal.

Metodologia de trabalho

Cada grupo de participantes realizará a análise de extrato etéreo a partir da amostra moída anteriormente.

Poderá ser utilizada a seguinte marcha analítica simplificada:

- 1) Lavar as mãos com detergente e água de maneira que se elimine quaisquer resíduos de lipídeos;
- 2) Deixar o copo específico (ou balão, conforme o tipo de equipamento) em estufa a 105°C durante 30 minutos;
- 3) Retirar, resfriar em dessecador durante 40 minutos e proceder a pesagem, registrando o peso em papel ou planilha;
- 4) Pesar 2 a 5 g de amostra e transferir para um cartucho feito a partir de papel de filtro. Este cartucho deverá receber algodão nas extremidades e ser fechado a partir de grampos, tomando-se o cuidado para não perfurar no local onde se encontra a amostra;
- 5) Introduzir o cartucho no extrator de lipídeos tipo *Soxhlet*;
- 6) Abrir a alimentação de água para os condensadores;
- 7) Adicionar cerca de 80 ml de éter etílico e deixar extrair durante 6 horas, numa velocidade de 2 a 4 gotas por segundo. Ajustar a temperatura do equipamento conforme a velocidade de gotejamento;
- 8) Após seis horas de extração, recuperar o éter no aparelho. Este procedimento pode ser complexo, necessitando, ao início dos trabalhos, auxílio de um técnico do laboratório ou a leitura do manual;
- 9) Proceder a retirada do copo (ou balão);
- 10) Secar o conjunto em estufa a 105°C durante 30 minutos. Caso não se tenha recuperado todo o éter e se verifique visualmente que há éter no fundo do copo, será necessário um tempo maior de secagem;
- 11) Retirar e resfriar em dessecador durante 30 minutos, procedendo-se a pesagem.

Cálculo: Pode-se verificar o teor de extrato etéreo dividindo-se o peso do resíduo extraído pelo peso da amostra, multiplicando-se por 100. Para determinar o peso do resíduo, o

peso do balão vazio deve ser descontado. Uma regra de três simples também poderá ser utilizada para essa determinação.

Observações do dia a dia do laboratório:

A quantidade de éter adicionada ao extrator para cada prova pode variar conforme o tipo de aparelho, sendo normalmente utilizado um volume próximo a 80 ml. Este éter deverá ser recuperado (reciclado) ao final do processo para ser reutilizado nas análises posteriores. Como se trata de um processo de destilação a uma temperatura controlada, este éter reciclado ainda apresentará elevada pureza.

Recomenda-se grande atenção à quantidade perdida de éter durante a análise, sendo necessária observação visual da saída dos condensadores. Caso se verifique a existência de grande quantidade de vapor, verifique a velocidade de passagem da água pelos condensadores bem como diminua a temperatura de aquecimento do copo.

Apêndice 11 – Lista de exercícios V

a) Suponha que vamos fazer análise de uma forragem. Após amostragem no campo, pesamos 76,98 g de amostra e o saquinho de papel pesou 12,65 g. Após 72 h na estufa a 60°C (pré-secagem) o conjunto (saquinho + papel) pesou 36,98 g. Após o material foi moído e identificado para a realização da seguinte análise:

Para a determinação do extrato etéreo, foi pesada amostra de 3,2353 g e colocada num cartucho para extração. O balão vazio pesou 43,4532 g. Após 6 horas de extração o balão foi retirado e deixado por 30 minutos em estufa a 105°C. Após resfriar o conjunto balão+resíduo pesou 43,6599 g. Calcule o teor de extrato etéreo expressando os valores em base na matéria natural (como oferecida), base em matéria pré-seca (material após a pré-secagem) e em base de matéria seca.

b) Você está determinando o teor de extrato etéreo de um ingrediente X. O balão utilizado pesou 45,9810 g e a amostra utilizada pesou 4,2363 g. Após o processo, o conjunto balão+resíduo pesou 46,1339 g. Calcule o teor de extrato etéreo deste ingrediente X.

c) Consulte a tabela de Rostagno et al. (2024) e verifique qual pode ser o ingrediente X analisado no exercício anterior.

d) A partir do exercício anterior, qual deveria ser a coloração do resíduo oleoso após a extração? Por que isso acontece? Explique.

e) Agora vamos inverter o raciocínio. Elabore uma sequência analítica bem como dados coletados em laboratório para uma análise de extrato etéreo que tenha fornecido um valor de 5,32%.

f) Qual o princípio da análise de extrato etéreo (em que ela se baseia)? Explique.

g) Mesmo sabendo que a forma de anotação dos dados em análises exige critério e organização (muitos tem insistido em apenas tirar foto de tudo), você perdeu o peso do copo+resíduo na análise de extrato etéreo bem como a sua identificação. Na verdade vocês estão analisando o milho e a sua composição esperada pode ser vista abaixo em Rostagno et al. (2017).

Milho, Grão 7,86% PB (Média)

	Principais Componentes (%)				Principais Componentes (%)		
	Média	n	DP		Média	n	DP
Matéria Seca	88,9	245	2,35	Mat. Orgânica (MO)	87,8	-	-
Proteína Bruta (PB)	7,86	402	0,94	Coef. Dig. MO Suínos	86,0	-	-
Amido	63,4	148	2,51	MO Dig. Suínos	75,5	-	-
Fibra Bruta (FB)	1,73	151	0,19	MO Não Dig. Suínos	12,3	-	-
Coef. Dig. FB Suínos	41,4	1	-	Extrato Etéreo (EE)	3,81	157	0,29

O peso da amostra você tem, que foi de 3,279g. O peso do copo vazio foi de 46,097g.

Para salvar sua análise, um colega havia pesado vários “copo+resíduo”, sendo um deles o que você utilizou. Assim, escolha o peso abaixo que seja o mais provável e calcule o teor de extrato etéreo da amostra.

46,659g

45,645g

45,980g

46,228g

49,057g

6) Análise de proteína bruta

As proteínas são macromoléculas orgânicas que fornecem aminoácidos para os animais e embora haja diversas ressalvas no processo tradicional de quantificação deste princípio nutritivo, o método da determinação da proteína bruta continua sendo muito utilizado no laboratório de bromatologia e nutrição animal, fornecendo, de forma rápida e a baixo custo, uma boa estimativa do teor proteico da amostra.

6.1) Considerações gerais sobre a proteína bruta

O termo proteína bruta (PB) se refere a todo nitrogênio contido na amostra, podendo ter alta correlação com o conteúdo total de aminoácidos. O método *Kjeldahl* substituiu o método original de Weende e hoje é largamente utilizado nos laboratórios de bromatologia, nutrição animal, pesquisa científica ou fábricas de ração, sendo muitas vezes denominado simplesmente de “análise de nitrogênio”.

Outro método bastante eficiente é o de Dumas, que também é aceito internacionalmente, sendo proposto em 1826. Neste método uma amostra é queimada dentro de um aparelho, sendo a quantidade de nitrogênio liberada determinada por um detector. Este método foi por muito tempo pouco utilizado, devido principalmente a sua dificuldade de reprodução, sendo na atualidade bastante utilizado, embora dependa de equipamentos modernos de elevado custo para aquisição.

O método *Kjeldahl* considera a determinação do nitrogênio do grupamento amina de um aminoácido (figura 16) e assim, bastaria se considerar a proporção média de nitrogênio nos aminoácidos, realizando-se uma regra de três simples para chegar ao resultado de PB. Em outras palavras, considerando que os aminoácidos contem em média 160 g/kg (16%) de nitrogênio, basta dividir 1000 (total de proteína) por 160 (ou dividir 100 por 16), para chegarmos ao fator 6,25. É dizer, o conteúdo de PB é 6,25 vezes maior que o teor de nitrogênio.

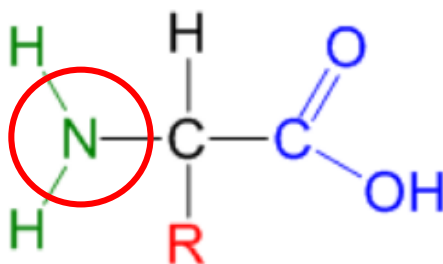


Figura 16 – Estrutura básica de um aminoácido. O nitrogênio circulado é exatamente o que buscamos analisar quando realizamos a análise de proteína bruta. O radical “R” é o que diferencia cada um dos diferentes aminoácidos

6.2) Erros associados à determinação da proteína bruta

Deve-se chamar atenção para o fato de que outros compostos nitrogenados, diferentes dos aminoácidos, estarão presentes na maioria das amostras. Estes compostos constituem-se basicamente de aminas, amidas, lecitinas, ácidos nucléicos e outros compostos inorgânicos como nitritos, nitritos, amônio, ureia, dentre outros. O nitrogênio advindo destas substâncias será também quantificado, podendo assim “mascarar” o conteúdo real de proteína. Em termos nutricionais, a análise de PB não nos oferece informações claras e precisas sobre a qualidade nutricional e valor biológico desta proteína e, portanto, elevado teor de PB não é sinônimo de alta qualidade proteica. Infelizmente isto não é considerado na legislação brasileira de rotulagem em alimentos para animais, a qual em geral se encontra de maneira muito ultrapassada. Este fato, associado a uma situação de um número insuficiente de fiscais agropecuários para fiscalização da qualidade em fábricas de rações, contribui para que haja um grande volume de alimentos de qualidade duvidosa no mercado.

Outro ponto a ser discutido é que a proporção de nitrogênio vindo de aminoácidos pode variar conforme o alimento analisado. Para forrageiras, por exemplo, a maior parte do nitrogênio é advindo de aminoácidos, sendo a proporção variável conforme a idade, espécie, fertilização nitrogenada, dentre outros. Outra crítica a ser feita é que nem toda proteína apresenta em média 160 g/kg (16%) de nitrogênio, sendo esse o valor específico para o milho, ingrediente que representa a maior parte das rações brasileiras. Um fator de correção específico para cada alimento poderia ser utilizado, conforme a forma de trabalho de cada laboratório. De toda maneira, o fator 6,25 é amplamente utilizado hoje na maioria dos laboratórios de bromatologia e nutrição animal.

6.3) Uso do teor de proteína bruta na nutrição e alimentação animal

O fornecimento de aminoácidos em quantidade e qualidade adequadas é essencial para a expressão otimizada do potencial produtivo e reprodutivo, saúde, bem-estar e longevidade, considerando aqui animais de produção, laboratório, cativo ou de companhia. Praticamente, em todos os alimentos completos, concentrados e dietas completas para ruminantes e equinos, equilibramos o nível de PB, embora para suínos e aves haja uma tendência em se dar preferência ao equilíbrio dos aminoácidos limitantes principais, principalmente considerando sua relação ideal com a lisina.

Para controle da qualidade em fábricas de ração, esta análise é importantíssima, pois de acordo com a legislação vigente, todos os rótulos de ração devem apresentar o nível mínimo de PB.

Outro procedimento de extrema importância está relacionado ao ajuste dos valores nutricionais em matrizes de formulação nas fábricas de rações, pois conforme o ingrediente, existe variação inerente à época, condições de solo, lote, etc. Esta correção será fundamental para se atingir com maior exatidão, o nível mínimo indicado de PB no momento da formulação, evitando-se erros ou a falta de nutrientes para os animais.

Também consultores a campo necessitam dos níveis de PB das forrageiras e silagem para equilíbrio eficiente das dietas para ruminantes e equinos. Além de tudo isso, várias fórmulas ou equações de predição do valor nutricional dos alimentos necessitam do teor de PB para seu cálculo, sendo a própria equação do NDT um exemplo.

6.4) Alteração do teor de proteína bruta das rações

A qualidade dos alimentos destinados a animais é muito variável, mesmo após a implantação da normativa 04/2007 do MAPA, que trouxe a necessidade de um sistema para garantia da qualidade nas fábricas que comercializam seus produtos. Isso se deve principalmente à grande variação de tipos de ração no mercado, além dos diferentes níveis de qualidade perseguidos por cada fábrica de ração, mas também devido à falta de padrões oficiais para a maior parte das espécies animais.

Há que se chamar atenção que fábricas de rações não idôneas podem colocar ureia em rações para animais não ruminantes e assim elevar o conteúdo de proteína bruta, constituindo-se este ato de uma fraude. A ureia apresenta cerca de 45% de nitrogênio, o que geraria um valor teórico de cerca de 280% de proteína bruta. Sabemos que a ureia não apresenta aminoácido algum, além de que, se deve ter em conta, que é bastante ilógico que algo tenha mais de 100% de outro constituinte. Percebe-se então que este erro é originado a partir da metodologia proposta, a qual analisa o nitrogênio e não a proteína verdadeira.

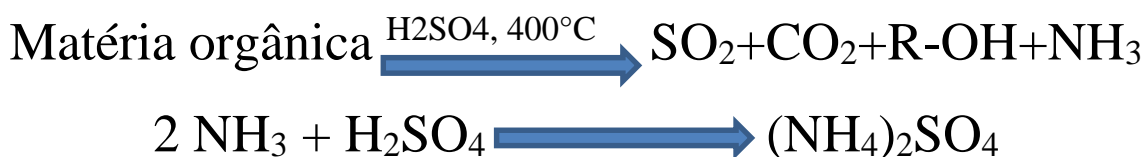
Métodos eficientes de avaliação da qualidade proteica devem ser utilizados quando se deseja um maior detalhamento da qualidade da proteína dos alimentos para animais. Para a determinação real do teor proteico de uma amostra seria necessária a análise de proteína verdadeira ou ainda de nitrogênio não proteico, não discutidas nesta obra. Outro ponto importante para se determinar a qualidade deste princípio nutritivo é o

valor de proteína digestível de um alimento, o qual se aproxima mais do conteúdo real de aminoácidos a serem absorvidos pelo animal.

6.5) Metodologia *Kjeldahl* para determinação do teor de proteína bruta

A metodologia analítica mais tradicional e utilizada na atualidade é dividida em três fases distintas, sendo digestão, destilação e titulação. Na digestão os compostos nitrogenados são decompostos na presença de H₂SO₄ concentrado a quente (figura 17), considerando uma temperatura de 350-440°C conforme os equipamentos utilizados. Neste momento utiliza-se mistura catalítica composta de Na₂SO₄ e CuSO₄.5H₂O, na proporção de 9:1, podendo esta mistura ser confeccionada a partir de vários outros compostos como selênio e mercúrio. A mistura catalítica tem ação catalisadora, ou seja, facilita as reações de dissociação dos componentes, acelerando todo o processo. Além disso, esta mistura atua elevando o ponto de ebulição do ácido sulfúrico, o qual seria mais facilmente evaporado durante o processo de digestão da amostra.

Assim, durante a fase da digestão, as seguintes reações estão acontecendo:

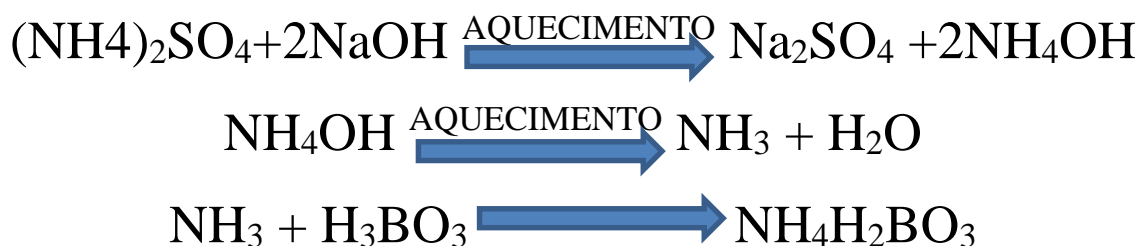


Chama-se atenção para o fato de que o (NH₄)₂SO₄ está em equilíbrio com o meio sendo produzidos NH₄⁺ e SO₄²⁻.



Figura 17 - Amostra sendo aberta a partir da utilização de bloco digestor. Esta operação deverá ser realizada dentro da capela de exaustão de gases.

Na fase de destilação o tubo digestor, que é feito de vidro temperado e no tamanho correto para se acoplar aos equipamentos, é colocado no aparelho destilador *Kjeldahl* para que seja feita a destilação (figura 18). O $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ formado na reação com solução concentrada de NaOH, libera NH_3 quando o meio estiver básico. O Na_2SO_4 será visível neste momento e o meio dentro do tubo adquirirá uma coloração amarronzada. Esse NH_3 será recolhido em solução de H_3BO_3 saturada, formando um sal de caráter básico o qual contribuirá para elevação do pH do meio e alteração da coloração da solução de ácido bórico adicionada de indicador misto. Neste momento, as seguintes reações estarão acontecendo:



Na fase de titulação, a solução formada, de coloração esverdeada, é então titulada com HCl de concentração exata (por isso realizamos a padronização). Quando acabar a reação haverá sobra de HCl e a primeira gota já será suficiente para reduzir o pH, sinalizando assim o final da reação, sendo isto visualizado pela mudança na coloração do meio, que vai de verde para rosa. Neste momento, a seguinte reação estará acontecendo:



Figura 18 – Aparelho destilador *Kjeldahl* tradicional

Embora a concentração expressa em normalidade ainda seja muito utilizada em ciências agrárias, ela vem sendo banida e atualmente se utiliza a molaridade, sendo esta expressa em mol/L. Utilizaremos esta unidade para este livro.

Uma prova em branco deve ser realizada para a quantificação do erro analítico, ou seja, a partir de uma prova/corrída sem amostra, poderemos quantificar alguma fonte de nitrogênio externa, advinda do próprio equipamento, vidrarias ou reagentes. A própria fórmula da proteína considera a análise de uma prova em branco. Diferentemente das análises anteriormente discutidas, a dedução da fórmula para cálculo da proteína bruta é complexa e por isso será aqui apresentada.

$$\% \text{Nitrogênio} = \frac{(V_a - V_b) \times 0,014 \times FC \times M \times 100}{P}$$

P

$$\% \text{ Proteína bruta} = 6,25 \times \% \text{Nitrogênio}$$

Onde:

V_a = Volume de HCl gasto na titulação, em ml

V_b = Volume de HCl gasto na titulação do branco, em ml

FC = Fator de correção do HCl

M = Molaridade do HCl

P = peso da amostra, em gramas

Deve-se chamar atenção para o fato de que para reduzir a influência do erro de leitura sobre o resultado final, torna-se necessário um volume mínimo de HCl a ser gasto na titulação. Se indica então gastar mais de 10 ml do ácido, e caso necessário, o ácido clorídrico poderá ser previamente diluído para isso. Se deve dar prioridade a concentrações mais baixas, como a de 0,025 mol/L, desde que o volume final do HCl não seja demasiadamente elevado, o que tomaria muito tempo do analista durante a titulação. Tudo isso se deve à dificuldade que temos no laboratório para contabilizar o volume exato de HCl na bureta bem como determinar o ponto exato de viragem. Lembre-se que um erro de leitura de 0,1 ml em 2,0 ml gastos na titulação, poderia gerar um erro de 5% no valor final, somente considerando a leitura da bureta (existem diversas outras fontes de erro associadas).

6.6) Padronização da solução de HCl

Para a determinação da concentração exata do HCl, deve-se realizar previamente a sua padronização a partir de uma substância padrão primário, como o Na₂CO₃. A padronização é um assunto complexo e o primeiro a se entender e aceitar é que, embora

o HCl preparado tenha uma concentração prévia, esta não é exata. O fato é que há grande dificuldade em se preparar uma solução de ácido clorídrico com concentração exata, haja vista que sua pureza pode variar (36,5 a 38,0%), sendo próxima a 37%, além do fato de que o volume medido em pipeta graduada não é tão preciso quando comparado, por exemplo, a uma balança analítica. Uma substância padrão primário deve apresentar elevado grau de pureza, não ser higroscópica e apresentar preferencialmente elevado peso molecular. Consideramos então que uma solução feita com um padrão primário apresenta concentração exata e conforme calculado previamente.

Para cálculo do fator de correção, metodologias diferentes podem ser utilizadas.

Alternativa a: utilizar a fórmula $V \times M = V' \times M'$

Onde:

V = volume de Na_2CO_3

M = molaridade do Na_2CO_3

V' = volume de HCl gasto na padronização

M' = molaridade corrigida ou real do HCl

Após, deve-se aplicar a fórmula: $MI \times FC = MC \Rightarrow FC = MC/MI$

Onde

MI = molaridade inicial ou molaridade teórica

FC = fator de correção

MC = molaridade corrigida ou molaridade verdadeira

Tenha em conta que a molaridade do HCl não é aquela indicada no preparo desta solução e que este procedimento é realizado exatamente para se descobrir a molaridade real deste ácido. Note também que na fórmula para cálculo do nitrogênio, os termos “FC x M” podem ser substituídos pelo valor de molaridade corrigida (o papel do fator de correção é exatamente o de corrigir a molaridade).

Alternativa b: utilizar o raciocínio lógico para se chegar ao fator de correção

Para entender esta forma de raciocínio, considere inicialmente uma titulação onde você gasta menos ácido do que o volume esperado e que as concentrações de Na_2CO_3 e HCl sejam numericamente iguais (como 0,1 mol/L). Assim, o ácido estará mais forte que o normal, ou seja, seu fator de correção será maior que 1, bastando-se para isso dividir o volume gasto de Na_2CO_3 pelo do ácido. Para esclarecer melhor, imagine que foram gastos 9,8 ml de HCl 0,1 mol/L para neutralizar 10 ml de Na_2CO_3 0,1 mol/L. Assim, $10/9,8 = 1,02$ (fator de correção). Já numa segunda situação, se gastarmos mais ácido que o volume de Na_2CO_3 , o ácido estará mais fraco e assim seu fator de correção será menor que um,

podem-se dividir o volume de Na_2CO_3 pelo do ácido novamente. De qualquer forma, caso as concentrações não sejam as mesmas pode-se calcular o volume equivalente e para isso tomaremos um exemplo: teoricamente, a que volume de HCl 0,05 mol/L corresponderia a neutralização de 10 ml de Na_2CO_3 0,1 mol/L? Como a concentração do HCl é a metade, seria necessário o dobro do seu volume para neutralização.

6.7) Aquisição dos tubos para análise de proteína bruta

A nível prático, uma grande dúvida quando na aquisição de equipamentos para o laboratório, se refere à compra de tubos digestores grossos ou finos. Os tubos finos têm a vantagem de que alguns blocos digestores podem receber até 40 provas de uma só vez, economizando tempo e energia. Contudo a quantidade de amostras perdidas poderá ser maior (a mistura pode ficar impregnada nas paredes do tudo), bem como o tempo necessário para digestão, o qual costuma ser superior a 2 h, considerando-se uma temperatura máxima para trabalho da ordem de 380-400°C. Deve-se chamar atenção para o fato de que nestas condições o bloco digestor deverá ser lentamente aquecido, preferencialmente ligado logo após serem colocados todos os tubos em análise, a fim de se evitar a perda de grande número de provas.

Já os tubos grossos podem trabalhar em temperatura de até 440°C, o que acelera o processo, podendo ser feito em cerca de 40 minutos, praticamente não havendo perdas de amostras. Como desvantagem, um bloco para tubos grossos leva somente de 8 a 12 tubos por vez, necessitando-se também de um pequeno funil na sua parte superior para condensação do H_2SO_4 . Quando se utilizam tubos finos, as próprias paredes do tubo serão suficientes para garantir esta condensação do ácido.

Apêndice 12 – Prática 6 - Análise de proteína bruta pelo método Kjeldahl

Nesta sexta prática objetivamos a determinação do teor de proteína bruta das amostras de ingredientes e rações, sendo este um dos procedimentos mais realizados dentro do laboratório de bromatologia e nutrição animal.

Metodologia de trabalho

Cada grupo de participantes realizará a análise de proteína bruta a partir da amostra preparada anteriormente. Conforme o número total de participantes, se recomenda que cada um faça sua prova/corrida e o grupo trabalhe com o valor médio alcançado.

Utilizar a seguinte marcha analítica simplificada (semimicro *Kjeldahl*):

- 1) Caso se observe heterogeneidade na amostra, misture-a previamente utilizando uma espátula;
- 2) Pesar entre 0,2-0,3 g de amostra em canaleta de superfície lisa e transferir para tubo de digestão sem que fique material aderido nas paredes do tubo;
- 3) Adicionar cerca de 8 ml de H₂SO₄ concentrado e quantidade suficiente de mistura catalítica (cerca de 2 gramas, ou seja, uma ponta de espátula);
- 4) Colocar em bloco digestor que deverá estar a no máximo 150°C, elevando-se a temperatura gradualmente até que se atinja 380 a 440°C, conforme o tipo de bloco utilizado;
- 5) Deixar em digestão até que o conteúdo esteja azul esverdeado e transparente (esta coloração se deve ao CuSO₄.5H₂O solubilizado);
- 6) Deixar esfriar por pelo menos 30 minutos e após, adicionar lentamente água pelas paredes do tubo até duplicar o volume. Esta operação é perigosa e deve ser feita com muito cuidado (lembre-se que a dissociação do H₂SO₄ é bastante exotérmica e neste sentido, nunca aponte o tubo para você ou para outro participante);
- 7) Adicionar 25 ml de solução de H₃BO₃ com indicador misto em um erlenmeyer de tamanho médio para recepção do nitrogênio e adapta-lo ao destilador de nitrogênio tipo *Kjeldhal*;
- 8) Encaixar o tubo digestor no destilador e adicionar suficiente quantidade de solução de NaOH 40% até mudança de coloração para marrom;

- 9) Deixar destilando até a obtenção de quantidade suficiente de líquido no erlenmeyer (normalmente 100- 150 ml, conforme a intensidade de ebulição da caldeira). A coloração da solução de H_3BO_3 mudará de rosa para verde;
- 10) Proceder a titulação com HCl, previamente padronizado, até viragem de verde para rosa;
- 11) Anotar o resultado em papel ou planilha.

Deve-se lembrar também que para cada bateria de tubos, deve-se colocar uma prova em branco, sem amostra, devendo esta receber todos os reagentes e procedimentos. Observação: Cálculos disponível no item 6.5.

Padronização do HCL

Para a padronização do HCl pode-se utilizar solução padrão primário de Na_2CO_3 0,05 ou 0,1 mol/L. A seguinte marcha analítica simplificada poderá ser utilizada:

- 1) Recolher uma alíquota de 10,0 ml da solução de Na_2CO_3 e transferir para um erlenmeyer;
- 2) Adicionar água destilada até que se atinja um volume de cerca de 50 ml;
- 3) Adicionar 3 a 4 gotas de indicador vermelho de metila;
- 4) Titular com a solução de HCl até viragem de amarelo para levemente rosa.

Observação: Cálculos disponível no item 6.6.

Observações no dia a dia do laboratório:

A solução saturada de H_3BO_3 deve conter os indicadores verde de bromocresol e vermelho de metila. Para preparo desta solução, recomenda-se a consulta ao Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal ou literatura semelhante.

Quando se trabalha com tubos finos em bloco digestor, é normal ligar o aparelho após colocar todos os tubos. Embora isso aumente o tempo demandado para digestão, se perderá menos amostras quando comparado a uma situação onde o bloco já está pré-aquecido.

O volume de 100-150 ml obtido no erlenmeyer após a destilação é uma mera sugestão que pode variar conforme o laboratório e regulagem do equipamento. Deve-se garantir tempo suficiente para que todo o nitrogênio seja volatilizado e recolhido pela solução de ácido bórico, o que normalmente demanda cerca de 6-8 minutos.

A intensidade da caldeira deve ser previamente regulada de forma que o material destilado que chegue ao erlenmeyer esteja em temperatura ambiente após a sua passagem

pelo condensador do aparelho. Caso se perceba que o líquido recolhido no erlenmeyer está quente, deve-se conferir se o fluxo de água no condensador está normal e se a intensidade da resistência que aquece a caldeira do destilador está muito elevada, podendo-se diminuir o valor. Recomenda-se testar o aparelho inicialmente em nível 6-7 (regulagem da caldeira).

Para medição da quantidade de mistura catalítica, alguns laboratórios utilizam a tampa interna de vedação dos frascos de vidro (batoque) associada a um suporte de arame, como se fosse uma colher de medida.

O volume de 8 ml de H_2SO_4 é uma sugestão para a quantidade de amostra sugerida. Caso seja pesado maior quantidade de amostra, poderá ser necessário mais ácido. Mas devemos considerar que quanto mais ácido se adicionar, mais NaOH 40% se gastará para neutralização.

Uma maior quantidade de amostra pesada inicialmente colaborada para redução da variação entre as réplicas e redução do erro analítico. Porém, um maior tempo de digestão e um maior volume do ácido também poderá ser necessário.

Sobre a concentração do ácido, sugere-se trabalhar com 0,025 a 0,05 mol/L, podendo-se alterar estes valores. Caso se esteja gastando um volume abaixo de 10 ml na titulação, deve-se diluir o ácido e trabalhar com concentrações mais baixas.

Apêndice 13 – Lista de exercícios VI

- a) Fábricas de ração não idôneas podem facilmente elevar o conteúdo proteico de suas rações para monogástricos adicionando quantidades mínimas de ureia. Imagine que uma fábrica adicione 1% de ureia numa ração para suínos. Essa inclusão será responsável por qual fração da proteína bruta, numa ração de 16% deste princípio nutritivo?

Para pesquisar: Descreva um método eficiente para identificação desta adulteração.

- b) Toda proteína têm 16% de nitrogênio? Explique. Se estivesse no laboratório realizando análises deste princípio nutritivo, como você poderia corrigir este erro?
- c) Todo nitrogênio analisado é advindo de aminoácidos? Explique em detalhes.
- d) Suponha que vamos fazer análise de uma forragem. Após amostragem no campo, pesamos 76,98 g de amostra e o saquinho de papel pesou 12,65 g. Após 72 h na estufa a 55°C (pré-secagem) o conjunto (saquinho + papel) pesou 36,98 g. Após o material foi moído e identificado para a realização da seguinte análise:

Para a determinação da proteína bruta foi pesado 0,3245 g da amostra. Após análise, foi gasto 11,4 ml de solução HCl 0,05 mol/L e para titulação do branco foram gastos 0,1ml. Para a padronização do HCl, foi utilizado 10 ml de Na₂CO₃ a 0,1mol/L, gastando-se 22,3 ml do HCl para neutralização. Calcule o teor de PB na amostra pré-seca, na matéria seca e na matéria natural.

- e) Você está fazendo análise de proteína bruta da farinha de carne e ossos, sendo pesado 0,2321 g de amostra. Ao final, foram gastos 22,5 ml de solução HCl 0,05 mol/L e de FC 1,01 e 0,2ml para a prova em branco. Calcule o teor de proteína bruta em base de matéria natural e em base de matéria seca, sabendo que a mesma continha 12,5% de umidade.
- f) Agora vamos reverter o raciocínio. Elabore a sequência analítica bem como os dados de maneira com que o resultado analítico de uma amostra esteja entre 35 e 36%.
- g) Você é o responsável pelo laboratório de garantia da qualidade da “Rações Montinho”, que produz a seguinte ração para gatos (níveis de garantia).

NÍVEIS DE GARANTIA	
UMIDADE (MÁX.)	120 g/kg
PROTEÍNA BRUTA (MÍN.)	360 g/kg
EXTRATO ETÉREO (MÍN.)	130 g/kg
MATÉRIA FIBROSA (MÁX.)	50 g/kg
MATÉRIA MINERAL (MÁX.)	75 g/kg

Para verificar a conformidade da sua ração, foram feitas diversas análises, descritas a seguir:

MS/Umidade/MM: Num cadinho de peso 34,4387 g foi pesado 4,7802 g de amostra.

Após 4 h na estufa a 105°C, o conjunto cadinho mais resíduo pesou 38,8123 g. Após, o cadinho foi colocado na mufla e deixado a 600°C por 4 horas. Na pesagem final se registrou 34,8865 g para o conjunto (cadinho + resíduo seco).

Extrato etéreo: O copo pesou 124,3452 g. Para fazer a amostra, você pesou 2,3490 g e colocou em um cartucho. Após extração e secagem na estufa, o conjunto copo + resíduo pesou 124,6543 g.

Matéria fibrosa (veja próximo capítulo): Você pesou 1,3245 g de amostra e fez a digestão com H₂SO₄ 1,25% e NaOH 1,25%. Logo após você usou um cadinho filtrante de peso 23,4357 g. Após secagem, o conjunto cadinho + resíduo pesava 23,4908 g. Assim, para concluir a análise, você levou ao forno mufla a 550°C por 4 horas e após resfriamento, o conjunto pesava 23,4586 g. Lembre-se que a quantidade de fibra analisada é aquela que foi oxidada na mufla. Caso tenha dúvidas em relação a esta metodologia de cálculo, consulte o próximo capítulo de fibras.

Proteína bruta: Foi realizada em triplicata, pesando-se 0,2002; 0,2145 e 0,1985 g da amostra de ração, transferindo-se para tubo e procedida a digestão. Após destilação e titulação, foi observado o gasto de 7,9; 8,2 e 7,8 ml de HCL 0,1mol/L respectivamente. Na prova em branco foi gasto apenas 0,1 ml de HCl 0,1mol/L. Para padronização deste ácido, foi utilizada alíquota de 10 ml de Na₂CO₃ 0,1 mol/L, gastando-se 9,5 ml do HCl 0,1 mol/L.

Assim, verifique se este alimento completo para gatos atende aos níveis de garantia especificados. Faça um texto sobre a conformidade (se está conforme ou não conforme e porque) dessa ração.

- h) Agora você está respondendo a um e-mail pela sua empresa de consultoria e um técnico de laboratório te envia a seguinte dúvida: Proteína bruta é a mesma coisa que proteína verdadeira? O que você responderia?
- i) Você está no laboratório realizando análise de proteína bruta. Para a padronização do HCL, você utilizou 10 ml de solução de Na₂CO₃ (padrão primário) 0,05N, gastando-se 10ml de solução de HCl 0,05N. Calcule e interprete (em palavras simples) o valor do fator de correção encontrado.

7) Análise de fibras

De uma maneira bem didática, há algumas décadas atrás, as fibras eram consideradas como “bandidas”, fatores antinutricionais dos alimentos, e a partir de um novo olhar sobre a sua composição e complexidade, as mesmas são atualmente consideradas como “mocinhas”, algo de extrema importância para a eficiente nutrição e saúde intestinal, principalmente quando considerados os ruminantes, animais de ceco e cólon funcionais e cães e gatos. Um dos responsáveis por este feito foi o saudoso químico estadunidense Van Soest, que “jogou luz” sobre as fibras, mostrando que diversos são os seus componentes, como contaremos nos itens a seguir.

7.1) Conceitos iniciais sobre as fibras

Do ponto de vista nutricional, a fibra se refere às substâncias contidas na parede celular vegetal que não são digeridas pelas enzimas produzidas pelos animais, sendo a soma de polissacarídeos não amiláceos, ligninas e algumas substâncias minoritárias. Alguns desses componentes são hidrolisáveis apenas a partir de enzimas de bactérias, tais como as que colonizam o rúmen e outras câmaras fermentativas nos animais.

Há que se destacar que nos últimos anos a fibra deixou de ser considerada um fator antinutricional para se tornar um assunto complexo e altamente relevante para promoção da eficiente nutrição e saúde intestinal, bem como excreção de fezes de boa qualidade, principalmente se considerada sua consistência e odor, sendo isso de extrema importância para a nutrição de cães e gatos. Em linhas gerais, o conteúdo de fibra, bem como o equilíbrio entre as diferentes parcelas fibrosas na dieta animal, devem estar bem ajustados, pois influenciam também na taxa de passagem dos alimentos, renovação e saúde intestinal, absorção de nutrientes, produção de energia para o enterócito, dentre outros.

Outra grande importância da fração fibrosa está relacionada com a estimulação da função de ruminação, devendo haver um conteúdo mínimo de fibra efetiva para que a produção de saliva seja estimulada, proporcionando efeito tampão, bem como favorecendo o desenvolvimento de microrganismos que serão peça chave na nutrição dos animais ruminantes.

A fração fibrosa é uma matriz complexa localizada na parede da célula vegetal, onde estão inseridas diferentes tipos de substâncias, sendo constituída principalmente por celulose, hemiceluloses, pectinas e ligninas (as três últimas palavras devem vir sempre

no plural por se tratarem de grupos de substâncias), além de outras substâncias minoritárias como a cutina, tanino, proteína lignificada (proteína presa na parede celular), sílica, dentre outros.

A jovem célula vegetal em crescimento é gradualmente envolvida por uma parede primária que contém poucas microfibrilas de celulose e alguns componentes não celulósicos como as substâncias pécticas (pectinas) e hemiceluloses. Durante o crescimento as células desenvolvem uma parede celular secundária compacta, que dá maior proteção e sustentação à planta, consistindo em sua maior parte de celulose e ligninas, havendo também hemiceluloses, pectinas, proteína lignificada e alguma quantidade de substâncias minoritárias. Quanto maior a idade da planta, maior será o teor de ligninas em suas células, havendo estreita relação com a sustentação. Ligando as paredes celulares de células adjacentes há uma mistura de substâncias com ação cimentante, numa região denominada de lamela média, sendo composta basicamente pelas pectinas, as quais normalmente têm alta solubilidade no meio intestinal bem como nas câmaras fermentativas.

7.2) Caracterização química das fibras

A celulose é um polímero linear composto por moléculas de glicose, unidas por ligações β -1,4, sendo altamente polimerizado (figura 19). Esta celulose poderá ser lentamente fermentada em câmaras fermentativas e uma quantidade otimizada será fundamental para se potencializar a nutrição de animais ruminantes.

Já as hemiceluloses são formadas por diferentes polissacarídeos, principalmente xilanos, arabinanos, betaglucanos, mananos e glucomanos, que apresentam digestibilidade considerável em ruminantes. Na nutrição dos animais monogástricos, costumamos nos referir a esta fração, juntamente com o conteúdo de celulose, simplesmente como polissacarídeos não amiláceos, que devem ter o seu conteúdo máximo controlado, afim de se evitar problemas como a queda na digestibilidade dos nutrientes.

As pectinas são um grupo de substâncias formadas pelo ácido 1,4 β -D-galacturônico, arabinose e resíduos de galactose, possuindo alta solubilidade em meio aquoso. Para animais que possuem câmaras fermentativas, alimentos ricos em pectinas devem ser administrados com cuidado, haja vista que, assim como o amido, estas substâncias são facilmente fermentáveis e podem alterar o pH da câmara em um

velocidade incompatível como a capacidade tampão, reduzindo rapidamente o valor de pH, o que desequilibra todo o processo.

Já as ligninas, diferentemente das frações anteriores, não são carboidratos, sendo macromoléculas altamente resistentes. Consistem de diferentes unidades de álcoois fenilpropanóides interligados por diferentes tipos de ligações, sendo o p-cumárico, corifenílico e sinapílico os precursores, além de ácidos fenílicos e p-cumárico (figura 19). A rigidez da parede celular está relacionada principalmente ao conteúdo de lignina da planta. Esta fração do alimento é praticamente inaproveitada pelo animal e muito influenciara na taxa de passagem.

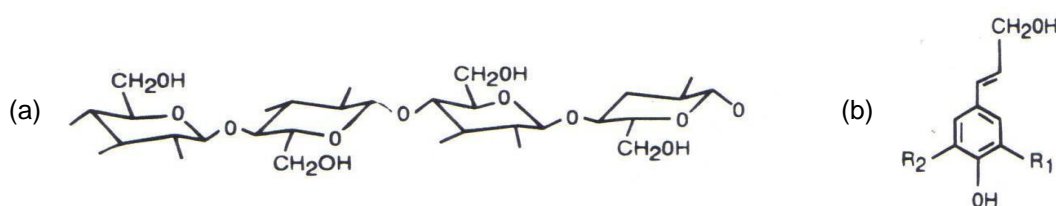


Figura 19 - a) Esquemática de uma microfibrila de celulose (polímero de Glicose unido por ligações β -1,4). b) Estrutura das unidades formadoras da macromolécula de lignina (Onde R1 = R2 = H: álcool p-cumárico; onde R1 = H e R2 = OCH₃: álcool conifenílico; onde R1 = R2 = OCH₃: álcool sinapílico).

Fonte – McDougall et al. (1996)

7.3) Análise de fibras pelo método tradicional

Para análise deste conjunto de substâncias, vários métodos foram desenvolvidos ao longo do tempo. Estes métodos consistem basicamente em solubilizar o conteúdo celular (o que está dentro da célula ou fora da parede celular) e elimina-lo através da filtração, pesando-se o resíduo de fibra restante, calculando assim o seu teor na amostra. Teoricamente, quando realizamos este procedimento, estaríamos descartando a proteína, os lipídeos, vitaminas, minerais e carboidratos solúveis, ficando apenas o conteúdo de parede celular, o qual nos interessa para este fim. Contudo, há que se destacar que, didaticamente, há uma divisão que considera o conteúdo celular e as fibras, estando as pectinas dentro do primeiro grupo (mesmo estando fora da célula), devido à sua alta solubilidade no meio aquoso.

O método tradicional de análise de fibras foi desenvolvido na estação experimental de Weende e é ainda hoje utilizado nos laboratórios de fábricas de ração. É então um dos métodos oficiais para controle de qualidade das rações, as quais em sua embalagem, devem declarar nível máximo de matéria fibrosa. Oficialmente, este método está registrado na atualidade sob os números AOCS BA 6-84 – AOAC 962.09. Nesta

metodologia, a amostra é digerida inicialmente em solução ácida (H_2SO_4 , 1,25%) durante 30 minutos, sofrendo filtração posteriormente. A seguir, a amostra é novamente digerida durante 30 minutos em uma solução básica (NaOH 1,25%), havendo a solubilização de uma nova parte do conteúdo celular. A fração de fibra bruta ou matéria fibrosa será determinada a partir da diferença de peso entre o resíduo obtido após o processo acima descrito e o resíduo obtido após a incineração a 500°C .

7.4) Críticas ao método tradicional da fibra bruta

Algumas críticas devem ser feitas a esse método. O tempo de fervura e a concentração dos reagentes são empíricos, além de que poderão haver também erros inerentes a granulometria, intensidade da ebulição, alto teor de gordura na amostra, demora na filtração, tempo de digestão de difícil controle, elevado índice de erro humano, etc. Além disso, haverá solubilização parcial de alguns constituintes da fibra (como a celulose), proporcionando subestimação do conteúdo real dessa fração alimentar.

Se deve considerar também que do ponto de vista nutricional, o teor de fibra bruta não atende a todas as expectativas dos nutricionistas de animais, pois quantifica um grupo de substâncias com características nutricionais diferenciadas, podendo haver amostras de mesmo conteúdo de fibra bruta, mas com características nutricionais bastante diferentes. Como exemplo didático, se pode imaginar dois alimentos distintos, mas que apresentam teor de fibra bruta da ordem de 20%. No alimento “A” metade desta fibra é composta por lignina e no alimento “B” somente 1% desta fração será composta por lignina. Assim, o comportamento nutricional proporcionado pela fibra destes alimentos será diferente, embora apresentem a mesma quantidade de fibra bruta. Para se otimizar o processo de nutrição animal, o equilíbrio da quantidade de várias das frações fibrosas, bem como a relação entre estas frações, será necessário.

7.5) Van Soest - “faça-se luz sobre as fibras!”

Peter Van Soest (figura 20), sempre lembrado nas aulas de nutrição de ruminantes ou em qualquer tema que envolva as análises de fibras, foi um químico estadunidense e professor emérito da Universidade de Cornell-EUA, que veio a falecer em 2021 durante o período de pandemia. Sempre lembrado com carinho, os que o conheceram sempre comentam sobre sua personalidade pitoresca.

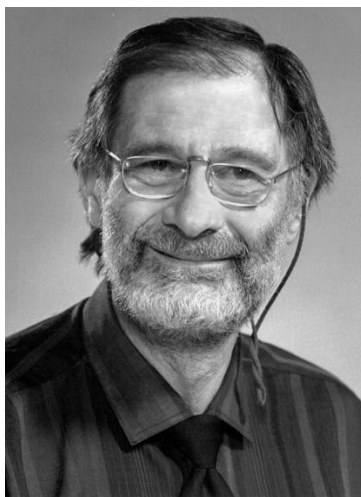


Figura 20 – Peter Van Soest – Professor Emérito da Universidade de Cornell-EUA

A fim de buscar um maior detalhamento sobre a composição das fibras, Van Soest propôs o uso de detergentes associados a outras substâncias, para análise de plantas forrageiras. Deve-se destacar aqui a relevante contribuição deste cientista, o qual “jogou luz” sobre o termo fibra. O teor das substâncias analisadas por estes métodos nos dão maiores informações sobre a qualidade da fibra, sendo nutricionalmente mais adequados para que se alcancem formulações mais eficientes. Van Soest sugeriu a utilização dos detergentes para solubilização do conteúdo celular e de parte da parede celular vegetal, conforme a mistura empregada.

Chamamos de fibra em detergente neutro (FDN) ao resíduo obtido após a digestão da amostra com o detergente neutro durante 60 minutos. Essa solução é uma mistura de diversas substâncias necessárias para solubilização conteúdo celular (incluindo a pectina) e para sua confecção, utilizamos borato de sódio, E.D.T.A dissódico, fosfato dissódico, lauril sulfato de sódio e trietilenoglicol, onde cada um destes reagentes será responsável pela solubilização de determinados constituintes do conteúdo celular. O resíduo de FDN é comumente chamado de parede celular vegetal e será composto basicamente por celulose, hemiceluloses, ligninas e substâncias minoritárias. Uma quantidade otimizada de FDN para os ruminantes será crucial para a correta mastigação, salivação, ruminação e motilidade ruminal, além de partículas de tamanho adequado.

Chamamos de fibra em detergente ácido (FDA) ao resíduo comumente denominado como lignocelulose, obtido após a digestão da amostra com o detergente ácido durante 60 minutos, sendo composto basicamente de celulose, ligninas e substâncias minoritárias. O teor de FDA pode ser utilizado para equilíbrio da fração indigestível em algumas espécies, o que contribuirá para regular a taxa de passagem e

contribuir para maior saúde intestinal, como acontece na formulação de alimentos completos para coelhos. O detergente ácido é composto por H_2SO_4 e Brometo de Cetiltrimetilamônio, sendo esta substância comumente conhecida no mercado como CTAB ou Cetrimida, apresentando custo elevado para aquisição. Um exemplo de CTAB pode ser encontrado no site <https://www.splabor.com.br/produto/ctab-brometo-de-cetiltrimetilamonio-cetrimida/>.

Conforme apontado posteriormente por Van Soest, como a solução de detergente ácido apresenta eficiência limitada na solubilização do conteúdo de pectinas, é extremamente indicado que se faça a análise de FDA sobre o resíduo de FDN. O conteúdo de hemiceluloses da amostra poderá ser estimado pela diferença entre os valores de FDN e FDA.

A determinação da parcela de FDA é também o ponto de partida para quantificação dos conteúdos de lignina, celulose, cutina e sílica (figura 21). O resíduo de FDA poderá receber H_2SO_4 72% para solubilização e quantificação do teor de celulose, a qual será determinada gravimetricamente pela diferença de peso após filtragem, lavagem do resíduo com água quente e secagem em estufa. Para determinação das ligninas, a partir do resíduo de FDA ou após a extração da celulose, deve-se tratar o material em análise com solução de $KMnO_4$. Após filtragem, lavagem do resíduo com água quente e secagem em estufa, o teor de ligninas será determinado gravimetricamente pela diferença de peso. Veja que o analista poderá escolher qualquer uma das ordens apresentadas aqui.

Após a extração de ligninas e celulose, este último resíduo ainda contém sílica e cutina. Para a determinação de cada uma destas frações, o resíduo deverá ser queimado em forno mufla a $550^\circ C$. Conforme o laboratório, poderá haver alguma pequena mudança nesta metodologia.

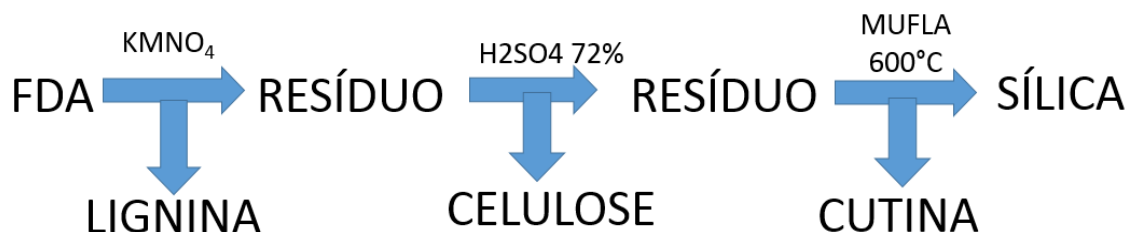


Figura 21 – Esquematização da análise do método de Van Soest a partir do resíduo de FDA

7.6) Análises de NIDA e NIDN

Deve-se chamar atenção para o fato de que a parede celular vegetal ainda pode conter alguma quantidade de proteína incrustada, sendo esta de difícil acesso pelas

enzimas animais, variando o seu aproveitamento conforme a estratégia fisiológica de cada espécie. Coelhos por exemplo, através do processo de cecotrofia, conseguem ter acesso a parte destes aminoácidos, incrementando a digestibilidade da fração proteica dos alimentos.

A determinação desta fração de “proteína lignificada” se torna possível a partir das análises de NIDN (nitrogênio insolúvel em detergente neutro) e NIDA (nitrogênio insolúvel em detergente ácido), as quais consistem em se determinar o teor de nitrogênio do resíduo obtido após a extração pelo detergente neutro (NIDN) ou detergente ácido (NIDA). A quantidade de proteína presa na parede celular tem relação inversa com a digestibilidade da proteína bruta dos alimentos, conforme sugerido através da fórmula a seguir obtida em rações para coelhos (Machado, 2010).

$$Y = -0,6555X + 80,33$$

$$(R^2 = 0,7223)$$

Onde:

Y = coeficiente de digestibilidade da proteína bruta das rações

X = teor de proteína lignificada (em % da proteína bruta)

R² = Coeficiente de determinação da equação

7.7) Equipamentos modernos para análise de fibras

Os equipamentos mais básicos para análise de fibras se constituem de digestores equipados com resistência elétrica e condensador. Normalmente se consegue realizar seis provas por vez utilizando-se estes digestores, o que pode ser um gargalo em laboratórios de bromatologia e nutrição animal, pois em épocas de trabalho intenso, haverá grande número de amostras para análise. Há pesquisadores que trabalham com centenas de amostras, as quais serão analisadas em duplicata ou triplicata. Além disso, deve-se destacar que a metodologia tradicional depende da filtragem do material após digestão, o que normalmente se realiza sem problema algum. Contudo, conforme algumas condições analíticas como tipo de amostra, integridade do cadinho filtrante, etc, este procedimento de filtragem pode ser extremamente trabalhoso, estressante, demorado e eliminar parte considerável de provas em análise, haja vista que os resultados apresentaram algum tipo de erro associado.

Neste sentido, se tem desenvolvido vários equipamentos que proporcionam a realização de maior número de provas por corrida (até 30 provas por vez), contribuindo também para maior nível de automatização do processo, o qual é muito susceptível ao

erro humano, além de eliminar a necessidade de filtração da amostra, o que proporciona mais agilidade e praticidade no processo. Se destacam os equipamentos da ANKON, distribuídos no Brasil pela empresa TECNOGLOBO, sendo estes muito comum nos laboratórios da atualidade (figura 22). Os resultados de análises de fibras obtidos a partir destes equipamentos apresentam elevada correlação com os métodos tradicionais, já estando validados. Outras empresas diversas comercializam equipamentos para estas análises de fibras.



Figura 22 – Moderno equipamento utilizado para análise de FDN, FDA e fibra bruta

Cortesia TECNOGLOBO

Quando se utilizam estes equipamentos é necessário colocar a amostra em saquinhos porosos que permitirão a passagem do conteúdo celular, bem como outras substâncias solubilizadas. Estes saquinhos serão lacrados para que não haja vazamento de amostras e colocados em pratos fixados dentro do aparelho para digestão. Os saquinhos originais são vendidos a cerca de U\$ 3,00 cada, sendo este um custo considerável para execução de um grande número de amostras.

Adaptações laboratoriais de baixo custo foram propostas por laboratórios diversos afim de simular o sistema da ANKON, oferecendo a possibilidade de se realizar a análise de fibras a um custo mais baixo. Antes da utilização, os interessados devem pesquisar sobre a validação de cada uma destas adaptações. Outros detalhes referentes ao procedimento analítico envolvendo as análises de fibras são apresentados no item “observações no dia a dia do laboratório”, dentro da prática de análise de FDA.

Uma alternativa utilizada em alguns laboratórios é a confecção do saquinho a base de tecido TNT, sendo facilmente cortado e selado a partir de máquina seladora a quente com regulagem de temperatura. Este saquinho deverá inicialmente ser cortado em

tamanho 10 x 5 cm, dobrado ao meio e selado em suas laterais. Após receber a amostra, este saquinho poderá ser selado em sua parte superior. Ao final, o saquinho terá tamanho 5 x 5 cm e se encaixará nos equipamentos ou adaptações. A malha do TNT deverá ser de 110 μ (micras) para maior eficiência. Quando vazio (antes da pesagem inicial), este saquinho não poderá ficar na estufa a 105°C por um tempo maior que 60 minutos, com risco de ressecamento. Esta simples tecnologia custa cerca de R\$ 0,05 por unidade e contribui para redução dos custos das análises no laboratório. Esta técnica alternativa é apresentada a seguir através das figuras 23 a 27.

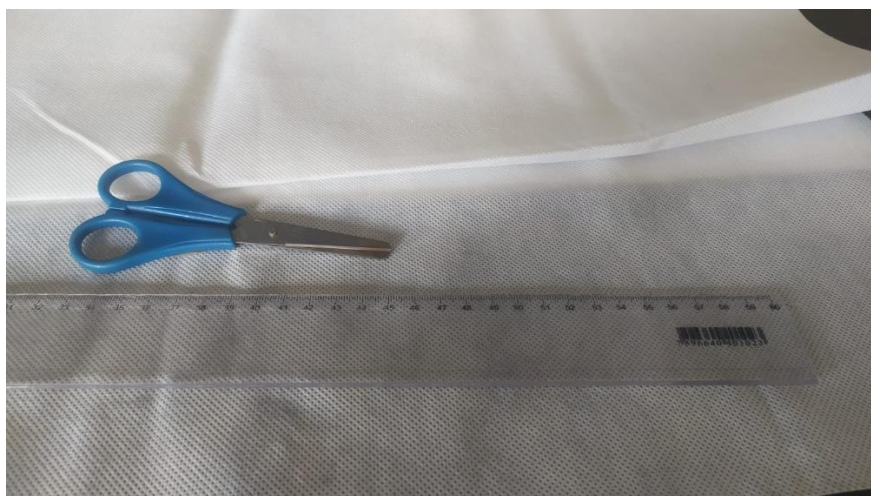


Figura 23 – Tecido TNT utilizado para confecção dos saquinhos



Figura 24 – Máquina seladora para selagem dos saquinhos. São necessários testes prévios para ajuste da temperatura.



Figura 25 – Materiais alternativos confeccionados a partir de tubo de PVC para alocação dos saquinhos de TNT com amostras



Figura 26 – Pesagem de amostra de forragem diretamente no saquinho de TNT



Figura 27 – Dispositivo alternativo montado em equipamento digestor de fibra

7.8) Outros conceitos e formas de se analisar as fibras

As formas aqui apresentadas e discutidas anteriormente normalmente são mais utilizadas na avaliação de alimentos para animais, embora para cães e gatos, os nutricionistas tem preferido a utilização de outros conceitos, como acontece também na nutrição humana.

A fibra solúvel pode ser considerada um substrato para fermentação microbiana, podendo também aumentar a viscosidade do bolo alimentar, controle do apetite (por aumentar a saciedade), controle da glicemia (por retardar a absorção da glicose, o que pode ser interessante para em animais diabéticos), além de colaborarem para menor reabsorção de colesterol (são sequestrantes de sais biliares). Relacionando estas fibras aos conceitos estudados anteriormente, esta fração será composta principalmente por mucilagens, gomas, bem como alguma fração solúvel das pectinas e hemiceluloses.

Já as fibras insolúveis podem reter água, aumentar a massa fecal e o peso das fezes e favorecer o peristaltismo intestinal, colaborando para prevenção de enfermidades intestinais. O nutricionista de cães e gatos equilibra a quantidade de cada uma destas frações, bem como seu equilíbrio, afim de potencializar principalmente boa consistência e odor das fezes adequado. Esta fração insolúvel será composta basicamente de ligninas, celulose e a fração insolúvel das hemiceluloses e pectinas.

Outro conceito que ganhou notoriedade nos últimos anos é o da fibra alimentar, a qual está relacionada com a parcela da fibra essencial para regular a atividade gastrintestinal e garantir boa saúde. Para a sua determinação podem ser utilizados métodos enzimáticos gravimétricos que envolvem a adição de enzimas específicas para a hidrólise de alguns compostos. Na atualidade, várias empresas produzem equipamentos que avaliam este tipo de fibra (figura 28).



Figura 28 - Moderno equipamento para análise de fibra alimentar

Cortesia TECNOGLOBO

Para ruminantes pode-se considerar também a divisão da fibra fisicamente efetiva (FDNfe), a qual vai estimular a ruminação, sendo esta relacionada ao conteúdo de FDN da dieta, bem como à granulometria, pois é necessário que as partículas tenham um tamanho mínimo de 1,18 mm para estimularem a ruminação.

Apêndice 14 - Prática 7 - Análise de FDA pelo método de Van Soest

Embora Van Soest recomende a análise de FDA sobre o resíduo de FDN, a metodologia aqui aplicada é de fácil execução e ilustra bem os conteúdos abordados, objetivando o desenvolvimento de habilidades e competências para execução da metodologia de análise, sendo esta muito semelhante à utilizada para determinação da FDN. Recomenda-se que nos laboratórios de bromatologia e nutrição animal a metodologia use como amostra o resíduo de FDN. Além disso, devemos também recordar que os métodos de Van Soest foram desenvolvidos para análise de plantas forrageiras, embora sejam aplicados à análise de alimentos diversos. Deve-se chamar atenção também para o fato de que esta é uma metodologia que utiliza equipamentos simples, sendo na atualidade muito comum a utilização de equipamentos automatizados que analisam um grande número de amostras de uma só vez.

Objetivo: Nesta sétima prática objetivamos a determinação do teor de FDA das amostras de ingredientes e rações, procedimento fundamental para todo analista que trabalha no laboratório de bromatologia e nutrição animal.

Metodologia de trabalho

Cada grupo de participantes realizará a análise de FDA a partir da amostra utilizada nas aulas práticas anteriores, salvo algum grupo que tenha trabalhado com ingredientes de origem animal, que deverá substituída por algum ingrediente vegetal ou ração.

Utilizar a seguinte marcha analítica simplificada:

- 1) Pesar 1,0 grama de amostra (ou do resíduo de FDN) em balança analítica, podendo para isso usar um béquer (que será colocado dentro da balança) ou ainda uma canaleta de superfície lisa;
- 2) Preparar um cadinho filtrante de borossilicato, a partir da estufa, dessecador e pesagem, conforme realizado nas práticas anteriores;
- 3) A partir de uma proveta, medir 100 ml de solução de detergente ácido e adicionar lentamente ao béquer contendo a amostra;
- 4) Acoplar o béquer no digestor de fibras e abrir a válvula de água do condensador;
- 5) Esperar o aquecimento e anotar o horário de início da ebulição, podendo para isso escrever no próprio béquer utilizando pincel atômico;
- 6) Deixar em digestão por mais 60 minutos, deixando o material em constante refluxo;

- 7) Filtrar em cadinho de borossilicato com auxílio de bomba a vácuo acoplada a um Kitasato, o qual poderá estar ligado a outro recipiente para se evitar a entrada de material na bomba a vácuo;
- 8) Lavar o filtrado com água quente (três vezes) e confirmar visualmente a ausência de partículas no béquer, lavando-se o cadinho com acetona ao final;
- 9) Levar o conjunto (cadinho + resíduo) à estufa a 105°C e deixa-lo por 4 horas;
- 10) Retirar e deixar resfriar em dessecador durante 30 minutos, procedendo-se após a pesagem final.

Para calcular o teor de FDA, considerar o peso do resíduo seco, dividindo-o pelo peso da amostra e multiplicando este resultado por 100, para que o resultado seja expresso em porcentagem. Para se chegar ao peso do resíduo seco, deve ser descontado o peso do cadinho vazio.

Observações do dia a dia do laboratório

O detergente neutro não é totalmente eficiente para solubilizar grandes quantidades de amido e assim amostras com alto teor deste polissacarídeo devem receber 0,25 a 0,50 ml de alfa-amilase estável ao calor. Nesta mesma análise, pode-se adicionar também algumas gotas de antiespumante.

Executando a análise de FDA sobre o resíduo de FDN pela metodologia tradicional, para cálculo final, o valor de FDA deverá ser multiplicado pelo conteúdo de FDN da amostra, dividindo o resultado por 100 (lembre-se que nesta situação, ao início da análise de FDA, não havia sido pesada amostra, e sim o resíduo de FDN). Caso se utilize cadinhos filtrantes, o seu fundo deverá ser levemente raspado com auxílio de um pincel (lado sem cerdas) para se retirar a maior parte do resíduo de FDN, pesando-o antes de se iniciar a digestão ácida. Nunca utilize uma espátula de aço inoxidável para raspar o cadinho. Caso se faça análise de fibras sequencialmente utilizando saquinhos filtrantes, as considerações anteriores não são válidas e para cálculo do FDA bastará se utilizar o peso inicial da amostra.

É extremamente comum no laboratório a ocorrência de amostras de difícil filtração, devido à natureza das mesmas ou ainda relacionada à integridade do cadinho filtrante, que pode estar com os poros obstruídos. Caso se utilizem saquinhos para estas análises, o problema da filtração será eliminado, pois nestes casos os saquinhos serão imersos em água quente e depois em acetona.

Apêndice 15 – Lista de exercícios VII

- a) Atualmente na maioria dos laboratórios de pesquisa em nutrição animal, a análise de fibra bruta tem sido menos utilizada, sendo substituída pelas análises de FDA e FDN, embora as fábricas de rações ainda utilizem a primeira. Quais as vantagens que as análises propostas por Van Soest possuem sobre a tradicional fibra bruta?
- b) Explique por que o conteúdo de extrativo não nitrogenado é superestimado, associando esse fato à análise de fibra bruta (caso tenha dúvidas sobre o extrativo não nitrogenado, veja em capítulo adiante).
- c) O que é fibra do ponto de vista químico? Explique em detalhes.
- d) Você está no laboratório realizando análise de FDN do farelo de trigo. Foi pesado 1,0023 g de amostra e o cadinho filtrante vazio pesou 23,7037g. Após digestão com o detergente neutro e posterior secagem, o cadinho + resíduo seco pesou 24,1231g. Calcule o teor de FDN. Sabendo que este farelo de trigo contém 89,65% de matéria seca, expresse o teor de FDN na base de matéria seca.
- e) Adora vamos inverter o raciocínio. Elabore a marcha analítica bem como dados que forneçam valores de 34,3% de FDN bem como 15,4% de FDA para uma mesma amostra, considerando as análises realizadas sequencialmente.
- f) No laboratório você está analisando a silagem de milho. O conteúdo de FDN encontrado foi o dobro do esperado. Elabore três explicações de natureza geral para este achado, incluindo até a possibilidade de erro analítico.
- g) Recorra à tabela de Rostagno et al. (2024) e tente calcular o teor de hemiceluloses do milho, farelo de soja e farelo de trigo, a partir dos dados de FDN e FDA.
- h) Discorra sobre os principais benefícios da utilização de equipamentos automáticos para digestão da fibra como os comercializados pela empresa TECNOGLOBO.
- i) Agora a sua empresa de consultoria foi contratada para dar um treinamento sobre fibras aos técnicos de campo da “Rações Montinho”, haja vistas que estes técnicos trabalham muito a parte de nutrição de ruminantes a campo. Você foi escalado para explicar sobre “Fibra e metodologias de análise”. Assim, para cada assunto específico, elabore um texto objetivo comentando sobre o assunto:
 - i.1) Definição e localização das parcelas fibrosas (permite desenho)
 - i.2) Composição química e diferentes substâncias da fibra
 - i.3) Metodologias de análises tradicionais
 - i.4) Vantagens e desvantagens dos equipamentos ANKON

8) Extrativo não nitrogenado e nutrientes digestíveis totais (NDT)

Embora sejam conceitos pouco utilizados e que estão caindo em desuso, neste capítulo, falaremos da parcela de carboidratos não estruturais, a qual estimamos de maneira pouco precisa e indireta, sendo comumente chamada de extrativo não nitrogenado. Também falaremos sobre um nutriente teórico, abstrato, que somente existe a partir de cálculos, mas que nos dá uma boa estimativa relacionada ao conteúdo energético da dieta em ruminantes, o NDT.

8.1) Extrativo não nitrogenado

A fração de extrativo não nitrogenado (ENN) se constitui de carboidratos não estruturais tais como amido, maltose, sacarose, etc. Esse valor será necessário para cálculo do NDT ou ainda para se melhor conhecer o ingrediente e tomar alguma decisão acerca da sua utilização na alimentação animal. A administração de alimentos com elevado teor de ENN a ruminantes ou animais de ceco e cólon funcionais deverá ser cuidadosa e controlada, haja vista que a rápida solubilização dos carboidratos poderá proporcionar desequilíbrio das câmaras fermentativas. Soma-se a isso o fato de que algumas equações de predição necessitam do valor de ENN para estimativa da energia bruta do alimento. Em cães por exemplo, o manual nutricional de cães e gatos da ABINPET (ABINPET, 2019) utiliza a seguinte equação de predição para cálculo da energia bruta das rações:

$$EB \text{ (kcal/kg)} = (5,7 \times PB^1) + (9,4 \times EE^1) + [4,1 \times (ENN^1 + FB^1)]$$

¹onde, PB, EE, ENN e FB são expressos em g/kg de alimento na matéria natural

Esta fração não é determinada diretamente em nenhuma análise, sendo obtida a partir da diferença entre o conteúdo total de nutrientes (100%) e o teor de cada fração analisada, podendo-se esquematizar da seguinte maneira:

$$ENN(\%) = 100 - \%PB - \%FB - \%EE - \%UM - \%MM$$

Onde:

ENN = teor de extrativo não nitrogenado

PB = teor de proteína bruta

FB = teor de fibra bruta

EE = teor de extrato etéreo

UM = teor de umidade

MM = teor de matéria mineral

Caso a concentração dos constituintes seja expresso em base de matéria seca, o teor de umidade deve ser eliminado da fórmula.

Salienta-se que esta determinação depende de outras análises e que recebe indiretamente o erro analítico de todas elas. Para ilustrar melhor, como o conteúdo de fibra bruta é subestimado, o conteúdo de ENN vai tender a uma superestimação do valor real na maioria das vezes. É então indicado, conforme a necessidade em cada situação, que os interessados façam diretamente a análise específica para cada um dos carboidratos, como por exemplo análise de amido em cereais.

8.2) Nutrientes digestíveis totais - NDT

Imagine se considerássemos um princípio nutritivo que não existe, mas que pudesse ser inventado e indiretamente calculado a partir de uma equação, principalmente considerando as parcelas que fornecem alguma quantidade de energia em alimentos para animais. Esse princípio poderia ser utilizado como um novo parâmetro a ser equilibrado nas dietas e concentrados para os animais, principalmente para ruminantes. Este princípio é o teor de NDT, o qual somente existe a partir de cálculos, sendo um “nutriente teórico”.

Embora venha diminuindo ao longo das últimas décadas, o uso do NDT ainda continua ativo em ruminantes, sendo comum para equilíbrio de um concentrado ou para fornecimento de uma quantidade diária de NDT através da dieta.

Em sua metodologia de cálculo, se deve considerar todas as parcelas determinadas a partir do método de Weende, bem como a digestibilidade de cada uma. Como os lipídeos oferecem 2,25 vezes mais energia que carboidratos e proteínas ($9/4 = 2,25$), a fórmula deverá considerar esta constante, sendo essa apresentada a seguir:

$$\text{NDT (\%)} = \% \text{PBD} + \% \text{FBD} + \% \text{ENND} + 2,25(\% \text{EED})$$

Onde:

%PBD = porcentagem de proteína bruta digestível

%FBD = porcentagem de fibra bruta digestível

%ENND = porcentagem de extrativo não nitrogenado digestível

%EED = porcentagem de extrato etéreo digestível

A fábrica de ração poderá expressar na embalagem o valor de NDT teórico, a partir da estimativa da digestibilidade dos nutrientes.

Outras equações de predição também podem necessitar do valor de NDT, sendo muito úteis no dia a dia da nutrição animal a campo. É importante lembrar aqui que estas equações somente fornecem estimativas, não apresentando precisão. Na prática consideramos:

1 kg NDT = 4,4 Mcal de ED (energia digestível) para bovinos

Energia digestível bovinos (kcal/kg) = %NDT x 44

Energia metabolizável bovinos = 0,82 x energia digestível

9) Análises de cálcio e fósforo

Dentre os diversos minerais, o cálcio e o fósforo ganham destaque na alimentação animal, estando seus níveis ajustados em todas as formulações de alimentos completos. Além disso, por exigência do MAPA, todas as embalagens devem constar o nível mínimo de fósforo e mínimo/máximo de cálcio. Por estas razões damos ênfase a estes dois minerais nesta obra.

9.1) Considerações iniciais

O cálcio e o fósforo apresentam papel fundamental no organismo animal. O primeiro é necessário para a contração muscular, é constituinte do leite e da casca de ovos além de ser fundamental para a formação da matriz óssea, dentre outras funções. Já o segundo participa do metabolismo energético do corpo, equilíbrio ácido-base dos fluidos corporais, além de participar também da formação da matriz óssea.

A análise destes minerais é essencial para a garantia da qualidade das rações fornecidas aos animais. Todas as embalagens de alimentos para animais devem apresentar o nível mínimo de fósforo e mínimo/máximo de cálcio. Quando se formulam alimentos completos para quaisquer espécies animais, estes minerais devem ser equilibrados, sendo normalmente necessária a adição de uma fonte direta.

O início das análises de cálcio e fósforo consiste na abertura da amostra, ou seja, na solubilização da matéria mineral a partir de um ácido forte a quente, como o HCl concentrado. A solução formada deverá ser filtrada e acondicionada, sendo então chamada de “solução estoque” e poderá ser guardada para posterior análise de outros minerais. O procedimento analítico para preparo da solução estoque será descrito na prática 08.

9.2) Análise de cálcio

Para análise do cálcio, podem ser utilizadas diferentes metodologias como absorção atômica, gravimetria a partir da precipitação de um sal, ou ainda por via úmida através da permanganometria. Quando se utiliza esta última, se quantifica o teor de cálcio a partir de uma série de reações, onde um forte agente oxidante (KMnO_4) é utilizado. Considerando que esta análise via húmida é uma metodologia de fácil reprodução, passaremos a descrevê-la aqui para fins didáticos.

Por adição de oxalato de amônio, o cálcio é precipitado, ocorrendo a seguinte reação:



Por adição de H_2SO_4 , há formação de CaSO_4 , conforme a seguinte reação:



O ácido oxálico é então titulado com um agente oxidante forte (KMnO_4), conforme a reação balanceada a seguir:



Nota-se que nesta última reação, o manganês reduzirá de $+7$ (roxo) para $+2$ (incolor) e o carbono oxidará. Quando finalizar a reação e o Mn^{+7} começar a sobrar no meio (a partir da primeira gota em excesso), o mesmo permanecerá roxo, sinalizando o final da titulação. A quantidade de KMnO_4 gasta dependerá da quantidade de íons oxalato, a qual será proporcional à quantidade de cálcio na amostra. Deve-se notar que numa titulação por permanganometria, a própria coloração do reagente torna-se o indicador do final da análise.

Para análise e cálculo do conteúdo de cálcio, consultar a metodologia analítica descrita na prática 09. Outras informações são descritas no item de observações do dia a dia do laboratório.

9.3) Análise de fósforo

Para análise do fósforo, diferentes metodologias podem ser utilizadas, tais como absorção atômica e métodos que se baseiam na intensidade de coloração da amostra, tais como fotocolorímetro ou espectrofotômetro (figura 29).



Figura 29 – Espectrofotômetro de bancada utilizado para análise de fósforo

Para melhor compreensão da análise de fósforo, alguns princípios básicos de ótica devem ser discutidos. Chamamos de transmitância a porcentagem de luz que atravessa a amostra. Quanto mais intensa for a coloração de um meio, menos luz poderá atravessar a amostra em análise, e assim, menor será o valor de transmitância. Já a absorbância se refere à quantidade de energia absorvida pela amostra aquosa e quanto mais intensa for a sua coloração, maior será o valor de absorbância (proporcional à concentração do soluto). A lei de Lambert diz que a quantidade de luz absorvida é diretamente proporcional ao logaritmo da seção transversal do solvente. Já a lei de Beer sugere que a quantidade de luz absorvida é diretamente proporcional ao logaritmo da concentração do soluto, ou seja, não estamos falando aqui de uma relação diretamente proporcional e sim logarítmica (por isso mais a frente utilizaremos um papel semilog para plotagem dos padrões).

O procedimento analítico se baseia na ação do molibdênio sobre o íon fosfórico, resultando em ácido fosfomolibdico. Após redução, utilizando-se um forte agente redutor, que pode ser o ANZA (ácido 1-amino-2-naftol-4sulfônico, $C_{10}H_9NO_4S$) ou o sulfato de p-metilaminofenol ($C_{14}H_{20}N_2O_6S$), haverá formação de um complexo de cor azul, onde a intensidade de coloração será proporcional à concentração do fósforo. Para leitura e confecção de um gráfico semilog, é ideal que os valores entejam entre 15 a 65% de transmitância ou 0,2 a 0,8 de absorbância.

Para plotagem do gráfico e construção de uma curva, deve-se utilizar diferentes concentrações de fósforo a partir de soluções de uma substância padrão, como o KH_2PO_4 . A plotagem poderá ser feita em papel semi-log ou ainda utilizando os recursos do Excel (figuras 30 e 31). Há que ter em conta que esta será uma curva logarítmica, mas que ao ser ajustada no papel semi-log, nos oferecerá uma linha reta. Já no Excel, a equação da curva logarítmica ajustada deverá ser utilizada para cálculo da quantidade de P na alíquota em análise. Esta curva padrão de fósforo deverá ser preparada todas as vezes que se preparar nova solução de Todas as vezes que se preparar novo ANZA ou sulfato de p-metilaminofenol.

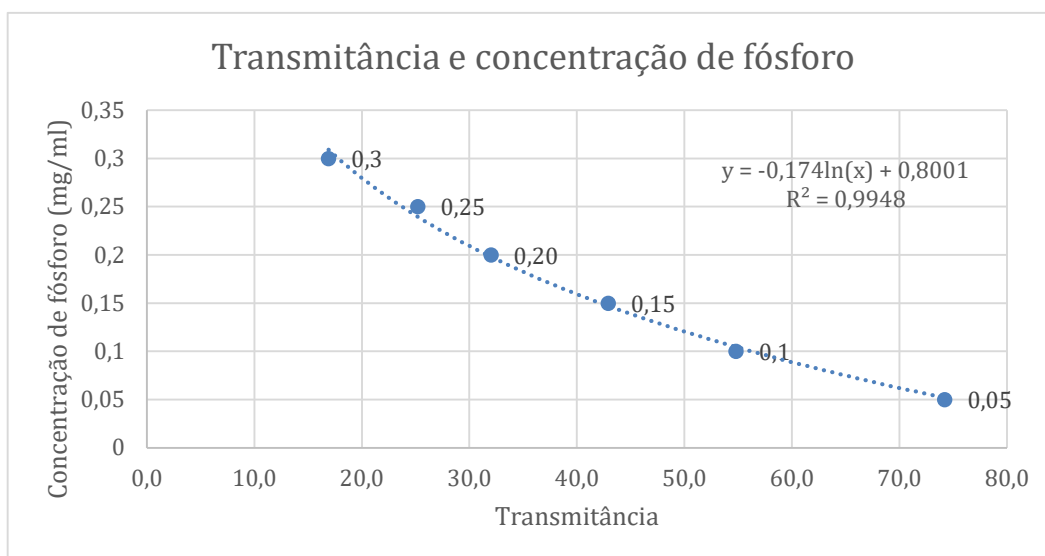


Figura 30 – Gráfico gerado pelo Excel a partir de soluções padrão de P de concentrações 0,05 a 0,30 mg/ml. Notar a equação logarítmica gerada, a qual será utilizada para cálculo da quantidade de fósforo nas provas em análise.

F12 : X ✓ fx =(-0,174*LN(B12)+0,8001)						
	A	B	C	D	E	F
1	Curva de calibração					
2	TRANSMITÂNCIA (x)	ABSORBÂNCIA (x)	CONCENTRAÇÃO (y)	T/100		
3	74,2	0,129596095	0,05	0,742		
4	54,8	0,261219442	0,1	0,548		
5	42,9	0,367542708	0,15	0,429		
6	32,0	0,494850022	0,20	0,32		
7	25,2	0,598599459	0,25	0,252		
8	16,9	0,772113295	0,3	0,169		
9						
10						
11	Amostras	Transmitância	Absorbância	Concentração abs	T/100	Concentração pela trans
12	lbm	56	0,2518	0,1029	0,56	0,0997
13	rle	56,6	0,2472	0,1007	0,566	0,1009
14	lazaros	31	0,5086	0,2213	0,31	0,2147
15	HLD	34,1	0,4672	0,2022	0,341	0,1967

Figura 31 – Planilha montada no Excel para receber os dados originados na análise de fósforo. Reparar a aplicação da equação coletada anteriormente no gráfico

Apêndice 16 - Prática 8 – Preparo da solução estoque

Nesta oitava prática nosso objetivo é solubilizar a amostra de cinzas a partir da utilização de um ácido forte, obtendo ao final uma solução estoque que poderá ser utilizada para início das análises de minerais.

Metodologia de trabalho

A incineração da amostra em forno mufla a 600°C deverá ser previamente realizada, conforme visto na prática 4 (determinação das cinzas ou matéria mineral) tendo o cuidado de anotar o peso da amostra inicial, pois este valor será utilizado para cálculo das porcentagens de cálcio e fósforo. Após, poderá se utilizar a seguinte marcha simplificada:

- 1) Com auxílio de bastão de vidro, transferir as cinzas para um béquer de 250 ml;
- 2) Lavar o cadinho com solução de HCl 1:1, deixando o líquido cair dentro do béquer até que se atinja um volume aproximado de 40 ml;
- 3) Levar o béquer para chapa aquecedora, tampa-lo com vidro de relógio e deixar em ebulição até haver redução para cerca de 1/3 do volume original;
- 4) Deixar esfriar dentro da capela;
- 5) Filtrar utilizando papel de filtro qualitativo montado diretamente no filtro que estará acoplado ao balão volumétrico de volume adequado, tendo o cuidado de lavar o béquer com água destilada;
- 6) Completar o volume do balão volumétrico com água destilada.

Observações do dia a dia do laboratório

Devido à baixa concentração de alguns minerais em cereais como milho, sorgo, etc, se recomenda utilizar balão volumétrico de pequeno volume (50 ou 100 ml) para preparo desta solução estoque quando se for analisar cereais. Essa ação é necessária para se concentrar a alíquota que será futuramente recolhida a partir desta solução estoque. Já para análise de alimentos completos para animais ou ingredientes com teor considerável de cálcio e fósforo, poderá ser utilizado balão de 200 ou 250 ml.

É muito comum no laboratório a perda de alguns valores importantes para cálculo dos teores de cálcio e fósforo. Neste sentido, deve-se dar atenção à anotação do volume do balão volumétrico utilizado, bem como do peso inicial da amostra antes da incineração.

Amostras de ingredientes minerais como fosfatos e calcário não necessitam de queima, podendo-se proceder diretamente a abertura. Devido à sua elevada concentração em alguns minerais, esta solução poderá sofrer posterior diluição conforme o mineral a ser analisado.

Apêndice 17 – Prática 9 -Análise de Cálcio por Permanganometria

Nesta nona prática analisaremos o cálcio por permanganometria a partir da solução estoque anteriormente preparada. Esta análise pode ser importante e rotineiramente realizada nas fábricas de ração que mantêm um laboratório analítico.

Metodologia de trabalho

Cada grupo de participantes utilizará a solução estoque elaborada na prática oito. Novamente enfatizamos que é necessário ter o cuidado de se ter anotado o peso da amostra inicial antes mesmo da incineração, bem como o volume da solução estoque preparada. Esses dados serão essenciais e fazem parte da fórmula para cálculo.

Para determinação do teor de cálcio, se poderá utilizar a seguinte marcha analítica simplificada:

- 1) Pipetar volumetricamente uma alíquota adequada para béquer de 250 ml;
- 2) Adicionar 3 gotas de vermelho de metila e água suficiente para que se atinja um volume aproximado de 50 ml;
- 3) Aquecer até próximo à fervura, utilizando-se chapa elétrica ou placa aquecedora.
- 4) Adicionar, sob agitação constante, 25 ml de solução saturada de oxalato de amônio previamente aquecida;
- 5) Adicionar solução de NH_4OH 1+1, gota a gota, até que o meio mude de vermelho para rosa leitoso. Caso haja mudança de coloração para amarelo, adicionar HCl 1+3 até que a coloração volte a cor rosa;
- 6) Deixar em repouso por um tempo de 1 a 3 horas;
- 7) Filtrar o material em cadinho de vidro borossilicato com placa porosa. Na ausência do cadinho, filtrar utilizando papel de filtro qualitativo montado a partir de funil sobre um erlenmeyer, tomando-se o cuidado de lavar o conjunto com excesso de solução NH_4OH 1:50;
- 8) Transferir o precipitado filtrado para béquer de 250 ml, lavando todo o conjunto com solução de NH_4OH 1:50;
- 9) Adicionar 10 ml de solução H_2SO_4 1:1 ao béquer para dissolução do precipitado e aquecer até próximo da fervura;
- 10) Titular com solução de KMnO_4 0,05 mol/L (a concentração pode variar) até que a coloração rósea persista por mais de 30 segundos.

Para cálculo do teor de cálcio, a seguinte fórmula poderá ser utilizada:

$$\% \text{ cálcio} = (\underline{V \times M \times FC \times 0,02004 \times S}) \times 100$$

P x A

Onde: V = volume de KMnO_4 gastos na titulação

M = Concentração da solução de KMnO_4 em mol/L

FC = Fator de correção da solução de KMnO_4

S = volume da solução estoque

P = peso da amostra em gramas

A = volume da alíquota utilizada

0,02004 = miliequivalente grama do cálcio

Observações do dia a dia do laboratório.

Recomenda-se que o volume da alíquota varie entre 10 e 25 ml, sendo o primeiro valor para amostras de maior conteúdo de cálcio e o segundo para amostras de menor conteúdo. Em análises de cereais, todo o conteúdo da solução estoque poderá ser utilizado.

No passo seis da marcha analítica, a partir de três horas de descanso, a precipitação de oxalato de magnésio tem início, o que poderá proporcionar algum erro na estimativa do cálcio.

Para padronização do KMnO_4 , solução padrão de oxalato de sódio poderá ser utilizada. Esta padronização é necessária, haja vista a instabilidade que o KMnO_4 apresenta frente à luz. Mesmo sendo guardado em frascos âmbar, esta solução vai se degradando com o tempo, refletindo também em sua coloração, sendo a padronização necessária periodicamente.

A solução de KMnO_4 deverá apresentar concentração que proporcione um volume adequado na titulação, podendo se proceder diluições caso seja necessário. O próprio volume de alíquota utilizado tem também grande influência na quantidade de KMnO_4 . Se recomenda um gasto mínimo de 10 ml na titulação.

Notar que ao início da marcha analítica uma solução saturada (com excesso) de íons oxalato é adicionada à alíquota e já ao final, o oxalato também reage com o permanganato. Dessa maneira, deve-se garantir que nenhum íon oxalato permaneça embebido no papel de filtro, o que geraria um grande erro na estimativa. Para que isso não aconteça, deve-se lavar em excesso e com bastante cuidado o precipitado, bem como o papel de filtro. Lembre-se que somente o oxalato provido do sal de oxalato de cálcio vai passar para a fase seguinte à filtração.

Apêndice 18 - Prática 10 – Análise de fósforo pelo método Fotocolorimétrico

Nesta décima prática analisaremos o fósforo através da espectrofotometria, utilizando uma alíquota oriunda da solução estoque anteriormente preparada. Esta análise pode ser importante e rotineiramente realizada nas fábricas de ração que mantém um laboratório analítico ou em laboratórios de pesquisa em nutrição e alimentação animal.

Metodologia de trabalho

Cada grupo de participantes utilizará a solução estoque obtida na prática 8. Chamamos novamente a atenção para que os participantes devem ter tido o cuidado de anotar o peso da amostra inicial, bem como o volume da solução estoque preparada. Esses dados serão essenciais e fazem parte da fórmula.

A seguinte marcha analítica simplificada poderá ser utilizada:

- 1) Pipetar volumetricamente uma alíquota de volume adequado e transferir para balão volumétrico de 50 ml;
- 2) Caso seja necessário a construção da curva padrão de fósforo, pipetar alíquotas da solução padrão de fósforo (KH_2PO_4) equivalentes aos níveis de 0,05 mg/ml; 0,10 mg/ml; 0,15 mg/ml; 0,20 mg/ml; 0,25 mg/ml e 0,30 mg/ml (ver as observações do dia a dia do laboratório);
- 3) Adicionar ao balão volumétrico 25 ml de água destilada e 5 ml de solução de molibdato de amônio 2,5% e misturar, agitando-o;
- 4) Adicionar 2,0 ml de ANZA ou sulfato de p-metilaminofenol, completar o volume do balão, tampar, agitar e marcar o tempo;
- 5) Preparar também uma prova em branco, com todos os reagentes acima, sem a alíquota. Essa prova em branco será utilizada para ajustar o aparelho (transmitância = 100 e absorvância = 0);
- 6) Decorridos exatos 20 minutos, fazer a leitura da transmitância ou absorvância, após calibrar o aparelho espectrofotômetro utilizando o branco preparado previamente;
- 7) Anotar o valor registrado pelo aparelho e a partir de uma planilha previamente elaborada, obter a concentração de fósforo em mg/ml para que seja incluída na fórmula a seguir:

$$\% \text{ fósforo} = (\underline{L \times S \times D}) \times 100$$

P x A

Onde: L = mg/ml de fósforo na alíquota (obtido a partir do gráfico)

S = Volume da solução estoque

D = Fator de diluição (caso haja diluição)

P = Peso da amostra em miligramas

A = Volume da alíquota utilizado

Tenha em mente que todo o procedimento foi realizado para se descobrir o valor de L, haja vistas que todos os outros fatores da equação já eram conhecidos.

Observações do dia a dia do laboratório

Considerando a necessidade de uma “alíquota de volume adequado”, é comum utilizarmos 1,0 ml para rações e 2,0 ml para ingredientes. Obviamente que isso sofre influência também do volume do balão utilizado para preparo da solução estoque. A partir da prática do dia a dia, os laboratórios podem ir ajustando este volume, de maneira que se obtenha sempre valores adequados para a transmitância e absorbância, sendo necessário que estejam dentro do intervalo da curva (0,05 a 0,30 mg/ml).

Neste sentido, deve-se proceder a diluição quando necessário. Caso seja analisada uma fonte de fósforo proveniente de minerais ou farinhas animais, será necessária diluição, haja vista que a transmitância seria muito baixa e a absorbância demasiadamente elevada. Perceba que esta diluição é também considerada pela fórmula para cálculo do teor de fósforo.

Para maior estabilidade e confiabilidade na leitura do espectrofotômetro, sugere-se que este esteja ligado a pelo menos 60 minutos. Para que a análise seja realizada, é necessário ajustar o comprimento de onda para leitura em 720 nm.

Para plotagem inicial e elaboração da curva padrão de fósforo, pode ser utilizada solução de KH_2PO_4 , pesando exatamente 0,4394g deste reagente e completando-se para um litro. Cada ml dessa solução contém 0,1 mg de fósforo. Elaborar então a curva padrão utilizando 0,05; 0,1; 0,15; 0,20; 0,25 e 0,30 mg de fósforo.

Apêndice 19 – Lista de exercícios VIII

- a) Suponha que vamos fazer análise de uma planta forrageira. Após amostragem no campo, pesamos 76,98 g de amostra e o saquinho de papel pesou 12,65 g. Após 72 h na estufa a 60°C (pré-secagem) o conjunto (saquinho + papel) pesou 36,98g. Após, o material foi moído e identificado para a realização das análises. Foi pesado 3,2456g desta amostra pré-seca, sendo feita então calcinação em forno mufla para obtenção da matéria mineral. Esse resíduo de cinzas foi então aberto em HCl e o volume foi completado para 200 mL.
- a.1) Para a determinação do Cálcio, foi retirada alíquota de 25 mL, procedendo-se a análise. Após, foram gastos 10,1 mL de solução KMNO₄ 0,025 mol/L de FC = 0,99. Calcule o teor de cálcio na amostra pré-seca, na base de matéria seca e na matéria natural.
- a.2) Para a determinação do fósforo, uma alíquota de 1 ml foi utilizada. Após análise foi lida transmitância de 69. Qual o teor de fósforo na amostra pré-seca, matéria seca e matéria natural? Utilize os dados da amostra HLD da figura 31.
- b) Agora vamos inverter o raciocínio. Você está analisando um ingrediente de origem vegetal e encontrou valores de 0,25% de cálcio e 0,12% de fósforo. Elabore a sequência analítica bem como dados para se chegar a estes valores.
- c) Você está no laboratório e ao analisar o ingrediente A, você encontrou o dobro do valor esperado para a porcentagem de cálcio. Você então faz mais duas corridas e todas aponta para um novo valor, próximo a aquilo que você esperava anteriormente. Você conclui então que provavelmente havia algum erro no procedimento realizado para a primeira análise. Pense e discorra sobre três fontes de erro que podem ter impactado no valor na primeira análise, incluindo erros analíticos.
- d) A partir do Excel, elabore uma nova curva de fósforo a partir dos dados da tabela a seguir. Após, explique onde esta curva logarítmica seria utilizada.

Valores de fósforo na amostra padrão (mg/ml)	Transmitância
0,05	82,0
0,10	57,9
0,15	43,1
0,20	33,2
0,25	26,8
0,30	22,5

10) Noções elementares sobre absorção atômica, cromatografia e bomba calorimétrica

Métodos instrumentais são aqueles onde dosamos a quantidade da substância através da utilização de instrumentos complexos, tal como o espectrofotômetro que utilizamos para análise de fósforo, citada no capítulo 8. Alguns destes métodos começaram a ser usados nas primeiras décadas do século XX e contribuíram muito para o desenvolvimento da moderna nutrição animal, principalmente porque proporcionaram estudos minuciosos sobre os minerais, vitaminas e aminoácidos dos alimentos.

Passaremos a descrever, de maneira simplificada, alguns dentre os principais métodos utilizados. Como na atualidade o equipamento NIR ganhou grande proeminência, vamos trata-lo num capítulo à parte com maior nível de detalhamento. Nosso objetivo aqui é o de simplesmente apresentar os métodos e seus princípios, auxiliando na tomada de decisão para planejamento de análises. Para maior detalhamento, livros específicos devem ser consultados.

10.1) Espectroscopia de absorção atômica

A utilização deste método instrumental cresceu muito nas últimas décadas, sendo aplicado para análise de minerais. Neste instrumento, os átomos devem estar em seu estado fundamental (valência zero, não iônico) para que absorvam luz em um determinado comprimento de onda específico, sendo o feixe de luz emitido pelo aparelho através de uma lâmpada de catodo oco que será trocada pelo operador ou de forma automática. Para cada elemento a se analisar haverá uma lâmpada de catodo oco. Além disso, para cada elemento em análise, alguns parâmetros como comprimento de onda, abertura de fenda e corrente utilizada devem ser padronizados. Um aparelho de absorção atômica é mostrado na figura 32.



Figura 32 – Aparelho de espectrofotometria de absorção atômica utilizado em laboratório de análise de solos do IFMG Campus Bambuí

O processo é simples, embora os princípios de funcionamento da técnica sejam complexos. Propõe-se que cada elemento mineral tenha diferente capacidade de absorver uma determinada quantidade de energia, em comprimento de onda específico (isso denota a especificidade desta técnica). Assim como no espectrofotômetro utilizado na análise de fósforo, o aparelho de absorção atômica utilizará princípios de ótica para se determinar a transmitância ou absorbância. Contudo, ao invés de uma cubeta de vidro com uma solução colorida (como na análise de fósforo), aqui vamos ter uma nuvem do elemento em estado fundamental (valência zero, não iônico) que está sendo analisado (estes átomos constituem uma barreira para que a luz atravesse).

O material em análise será queimado por uma mistura de gases (ar + acetileno), e em comprimento de onda definido, uma nuvem de átomos a ser analisada irá absorver certa quantidade de energia emitida por uma fonte de radiação (lâmpada de cátodo oco), sendo a energia não absorvida quantificada por um detector. Esta quantidade não absorvida será fundamental para que o aparelho calcule o teor do elemento na amostra.

Quanto maior a concentração do mineral na amostra analisada, menor será a quantidade de energia não absorvida.

A partir de misturas padrões com concentrações conhecidas o aparelho elaborará equações para cálculo da quantidade do mineral em análise. Tais equações serão consideradas pelo *software* do aparelho e a concentração do elemento será informada na tela (figura 32). Tenha em mente que estes métodos instrumentais somente fazem comparações entre os padrões que oferecemos nas análises e as provas que estão sendo analisadas.

Inicialmente o operador deve garantir que a amostra esteja solubilizada em água. Para essa preparação, existem vários procedimentos específicos, sendo necessário a consulta a um livro de análise por absorção atômica ou preparo de amostras. Essa amostra líquida será sugada pelo aparelho que a transferirá para uma chama (local de queima para atomização), produzindo átomos em estado fundamental. Conforme citado anteriormente, a fonte de radiação monocromática (lâmpada de catodo oco) emitirá luz de baixa energia que atravessará essa nuvem de átomos, sendo essa quantidade de energia captada pelo detector e amplificada para que haja leitura no aparelho. Esta lâmpada de catodo oco é específica para cada mineral, emitindo um comprimento de onda específico. Para uso de equipamentos mais antigos, essa lâmpada era comprada separadamente pelos laboratórios conforme os minerais a serem analisados. Atualmente os aparelhos mais modernos já são equipados de fábrica com diferentes lâmpadas.

10.2) Cromatografia

É uma técnica de extrema aplicabilidade na nutrição animal, principalmente para se descobrir a concentração de substâncias chave para o processo nutricional, tais como as vitaminas, ácidos graxos e aminoácidos. Esta técnica é altamente complexa e seu estudo pode ser registrado em livros extensos, ou seja, há muita informação de elevada complexidade. Nosso intuito aqui é o de somente fornecer noções elementares.

10.2.1) Conceitos iniciais

A cromatografia é uma técnica importante para análise de ácidos graxos, açúcares, aminoácidos, vitaminas, pigmentos, etc. Teoricamente qualquer substância orgânica, com fórmula química definida, poderia ser analisada por esta técnica, podendo ser aplicada a compostos que são encontrados em baixíssimas concentrações nos alimentos, sendo isto

devido à sua elevada sensibilidade, podendo-se ainda determinar mais de uma substância a partir de uma só amostra.

Consegue-se detalhar também a composição aminoacídica de uma fonte proteica ou o teor de cada ácido graxo, de uma fonte lipídica. Na atualidade, o equilíbrio de ácidos graxos ômega 3 e ômega 6 é um dos pilares da boa nutrição humana e de animais, o que fortalece a identificação qualitativa e quantitativa desses nutrientes pela técnica.

A cromatografia pode ser em papel (coluna cromatográfica de papel), líquida ou gasosa. Em nutrição animal, merecem destaque as duas últimas, onde o nome se refere ao estado físico da fase móvel.

10.2.2) Princípio da técnica cromatográfica

O princípio desse método consiste no arraste de substâncias (analito) por um solvente de polaridade semelhante, onde atravessam juntos uma barreira física (fase estacionária) que apresentará diferentes níveis de afinidade com cada uma das distintas substâncias presentes na amostra, ou seja, compostos diferentes gastam tempos diferentes para atravessar a fase estacionária.

Como mencionado anteriormente, existem duas fases nesta metodologia de análise, sendo uma denominada móvel e outra denominada de estacionária. Chamamos de fase móvel (eluente) a substância que atravessa a coluna cromatográfica, podendo ser um líquido ou um gás, que flui através da fase estacionária, carregando a amostra. O processo de passagem da mistura pela coluna cromatográfica é chamado de eluição.

A fase estacionária consiste de partículas sólidas de alta porosidade ou partículas encobertas por um líquido, localizadas na coluna cromatográfica. Este material deve apresentar elevada área superficial, afim de que se proporcione maior contato (efeito de barreira) com as substâncias que irão atravessá-la.

A fase estacionária tem por objetivo fornecer uma barreira física para que a fase móvel flua juntamente com a amostra. Cada diferente substância em análise apresentará diferentes níveis de afinidade pelas fases móvel e estacionária, havendo separação. Assim, as diferentes substâncias em análise, irão atravessar a coluna cromatográfica em tempos distintos. Uma substância que tiver menos afinidade pela fase móvel e maior afinidade pela estacionária, terá maior dificuldade em atravessar a coluna, gastando-se maior tempo. Já uma substância com alta afinidade pela fase móvel e menor afinidade pela fase estacionária apresentará maior facilidade em atravessar a coluna cromatográfica e assim chegar de forma mais rápida a um detector que determinará a concentração da

substância. Cada substância terá um tempo de passagem específico para uma determinada coluna cromatográfica, substância carreadora e condições padronizadas sendo isso fundamental para identificação de cada substância analisada.

10.2.3) Cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE ou HPLC)

A cromatografia líquida de coluna é rápida, eficiente e altamente sensível, analisando uma grande variedade de compostos em uma mesma amostra. A cromatografia de coluna de alta eficiência (CLAE ou HPLC - High Performance Liquid Chromatography) é uma evolução na técnica de cromatografia líquida, muito utilizada atualmente nos laboratórios. Nesta técnica, a fase móvel deve ter uma polaridade adequada para permitir a separação, devendo-se escolher com critério. A maior eficiência é atingida pela utilização de bombas que introduzem o líquido no cromatógrafo sob alta pressão.

10.2.4) Cromatografia gasosa

Os métodos de cromatografia gasosa são mais rápidos, sensíveis e apresentam aparelhagem de mais fácil aquisição quando comparados à cromatografia líquida. Esta técnica possibilita a detecção de até 10^{-12} g da substância analisada. A amostra deverá ser vaporizada no aparelho e para garantir que isso aconteça, algumas substâncias necessitam de uma preparação (tornar-se volátil e termicamente estável). Esta preparação é denominada de derivatização, havendo diferentes metodologias para cada substância específica, devendo o interessado buscar em livros específicos de cromatografia. A figura 33 apresenta de forma esquematizada o princípio desta técnica.

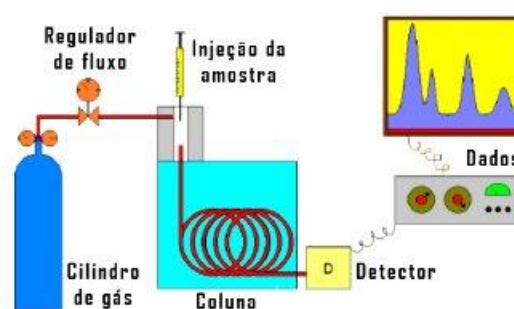


Figura 33 – Princípio de funcionamento da cromatografia – O esquema aqui exemplificado é referente a cromatografia gasosa. Fonte: <https://www.todamateria.com.br/cromatografia/>

As condições de fluxo, temperatura, pressão e fases líquida e móvel devem ser padronizadas para que, em condições definidas, cada substância tenha um tempo de

passagem pela coluna cromatográfica, separando-as qualitativamente. Na cromatografia gasosa, a pressão de vapor também influencia a passagem da substância pela coluna cromatográfica. Substâncias com alta pressão de vapor, atravessam a coluna com maior rapidez e facilidade.

Devem haver cilindros conectados ao cromatógrafo a gás para que armazenem os gases a serem utilizados na análise. Estes podem estar equipados com ar, hidrogênio e um gás carreador, o qual pode ser o nitrogênio ou hélio. Uma amostra será injetada e vaporizada para que atravesse a coluna cromatográfica, que está contida em um forno, sob altas temperaturas. Após atravessar a coluna, a amostra chegará a um detector que enviará informações a um amplificador para que a leitura final possa ser realizada.

10.2.5) Determinação qualitativa e quantitativa

Durante a análise cromatográfica, o aparelho vai realizando a leitura das substâncias analisadas, emitindo assim respostas nas formas de picos em um gráfico, conforme mostrado na figura 34. Para a determinação qualitativa de cada substância, se considerará o tempo gasto para se atravessar a coluna cromatográfica. Já para a determinação quantitativa, ou seja, da concentração de cada substância, a quantificação da área interna do pico será importante, pois esta área está diretamente relacionada à concentração da substância no material em análise.

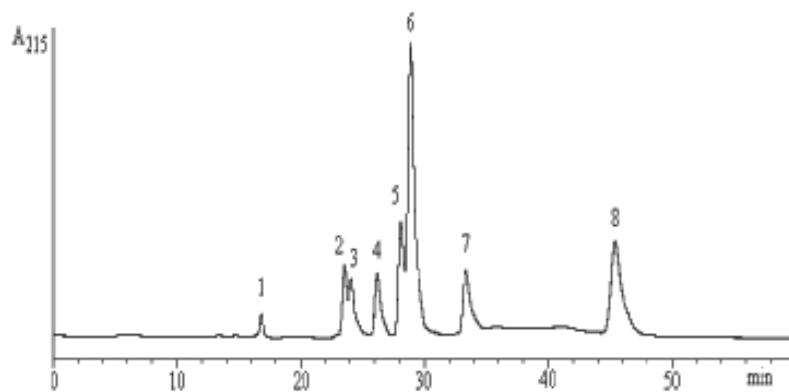


Figura 34 – Gráfico cromatográfico de aminoácidos obtido a partir de cromatografia líquida. Condições: Coluna PHEA, fase móvel 70% ACN/30% TEAP 5mm, fluxo 1mL./min, 215nm. Aminoácidos: (1) lisina; (2) triptofano; (3) fenilalanina; (4) leucina; (5) isoleucina; (6) metionina; (7) valina e (8) treonina. Fonte: Carreira et al. (2002).

10.3) Uso da bomba calorimétrica – calorimetria

Em nutrição animal utilizamos a bomba calorimétrica quando desejamos determinar a energia bruta de um alimento. Este nível de energia se refere à toda energia existente no alimento, proveniente das ligações entre os átomos, independentemente de ser aproveitada pelo animal ou não. Esta determinação torna-se necessária para a quantificação do conteúdo de energia digestível, metabolizável ou líquida de um alimento, após a realização de um experimento de digestibilidade. Todo composto orgânico apresenta energia bruta, diferentemente dos minerais, os quais não oferecem energia.

Como princípio, haverá a quantificação do calor liberado de determinada amostra quando completamente oxidada (combustão completa) em ambiente rico em oxigênio (25 a 30 atm). Para isso, se utiliza um equipamento comumente denominado de bomba calorimétrica (figura 35), cientificamente conhecido como calorímetro adiabático de Parr. Ao se realizar a queima da amostra por combustão, a energia liberada é quantificada pela bomba de maneira indireta, a partir do aumento da temperatura de um volume de água padronizado. Este aquecimento é proporcional à quantidade de energia liberada.



Figura 35 – Bomba calorimétrica mantida em laboratório de pesquisa

Este aparelho somente é utilizado para a determinação da energia bruta dos alimentos e não faz parte do laboratório de fábricas de ração. Na prática poucos são os laboratórios de bromatologia e nutrição animal que mantêm este equipamento, normalmente utilizado em instituições que realizam ensaios de digestibilidade, estando muitas vezes estragado ou aguardando manutenção, a qual é específica e apresenta elevado custo, ou ainda aguardando a compra de algum recurso necessário. Existe outra forma de se estimar o valor de energia bruta de alimentos para animais, sendo a utilização de equações de predição, como aquela apresentada no item 7.1 desta obra.

Apêndice 20 – Lista de exercícios IX

- a) Enumere os possíveis compostos analisados pelos métodos de cromatografia, absorção atômica e bomba calorimétrica. Faça uma tabela.
- b) O que é fase móvel e fase estacionária na análise de cromatografia? Explique o princípio dessa análise.
- c) Consultando a figura 34, explique como são interpretados os resultados qualitativos e quantitativos no gráfico após a análise de cromatografia.
- d) Qual o princípio da análise de absorção atômica? Em que essa análise se assemelha à análise de fósforo?
- e) Se as rações animais não são formuladas com base em energia bruta, para que realizamos essa análise nos alimentos? Explique.
- f) Explique o princípio de funcionamento da bomba calorimétrica.

11) NIRS – “Bem-vindos ao futuro!”

O equipamento NIRS (espectroscopia de refletância no infravermelho próximo ou em inglês *Near Infrared Spectroscopy*) revolucionou a forma com que analisamos os alimentos e na atualidade vem sendo amplamente disseminado nas fábricas de rações, laboratórios de pesquisa ou prestação de serviço. Considerando seu grande potencial, acreditamos que o uso desta técnica está ainda em seu início, e assim, costumamos dizer “bem-vindo ao futuro, bem-vindo ao NIRS”.

11.1) Conceitos iniciais e princípio

O NIRS é um aparelho que efetua análises de ingredientes e alimentos através de emissão de radiação eletromagnética, a qual incide sobre uma amostra sólida intacta ou finamente moída ou líquida. Este aparelho emite uma quantidade de energia capaz de fazer vibrar as ligações químicas que unem os átomos.

Cada substância absorve uma quantidade de energia definida em certo comprimento de onda, sendo essa uma particularidade de cada uma delas, como uma espécie de “impressão digital”. A faixa utilizada é o infravermelho próximo, ou seja, de 700 a 2500 nanômetros (nm), pois nesta faixa a análise apresenta menor erro. A análise de proteína, por exemplo, é realizada na faixa entre 1500 e 1510 nm.

O NIRS faz comparações entre substâncias já analisadas em laboratório com as lidas por ele e possui extrema importância para os modernos laboratórios que se destinam à análise de alimentos para animais, podendo realizar diferentes tipos de análises, além de poder prever os valores de energia bruta, energia metabolizável e energia líquida dos alimentos ou até mesmo a digestibilidade dos nutrientes. A figura 36 apresenta um relatório obtido a partir do NIRS apresentado na figura 37.

Proximates		
	Resultado	Unidade
Umidade	65	g/kg
Matéria Seca	935	g/kg
Cinzas	55	g/kg
Proteína bruta	231	g/kg
Gordura Bruta (há)	117	g/kg
Fibra bruta	21	g/kg
Amido am	410	g/kg

Quality Parameters		
	Resultado	Unidade
Water activity	0.38	-

Figura 36 – Resultado analítico de alimento completo para cães obtido a partir de um NIRS portátil

11.2) Tipos de aparelhos

Na atualidade já existem aparelhos NIRS portáteis (figura 37) que utilizam uma menor faixa espectral, podendo ser muito úteis para controle de qualidade do produto final acabado em fábricas de ração ou para técnicos de campo que precisam de rapidez nos seus resultados para equilíbrio das dietas. Estes aparelhos portáteis são mais baratos e podem custar cerca de 12.000 euros.



Figura 37 – NIRS portátil para avaliação de rações exposto durante a FENAGRA 2023

Além de aparelhos portáteis, na atualidade os modernos laboratórios apresentam NIRS de bancada (figura 38), com elevada robustez, capacidade de análise e maior faixa

espectral, conforme o investimento feito nas curvas de calibração. Estes aparelhos de bancada podem apresentar um custo elevado, de cerca de 85.000 euros, já incluindo as curvas de calibração e importação. Algumas empresas também alugam estes equipamentos.

Este aparelho fixo deverá estar em local muito bem protegido e sem vibração. Assim, para aquisição do NIRS, o laboratório interessado deverá realizar anteriormente um estudo de viabilidade, considerando o volume de análises pretendido. Para escolha do NIRS deve-se também levar em conta quais os parâmetros e tipos de alimentos serão analisados.



Figura 34 – NIRS de bancada em fábrica de ração de médio porte

11.3) Calibração e validação do NIRS

O NIRS deverá receber os resultados obtidos nos procedimentos de bancada previamente realizados (métodos de referência conforme cada análise). Assim, em sua calibração, o aparelho fará a leitura de uma amostra e receberá os resultados obtidos previamente. A partir disso, o aparelho cria uma equação de regressão que deverá apresentar elevado coeficiente de determinação (R^2). Essa calibração pode ser complexa e demorada, mas após validação de uma curva confiável e bem estabelecida, o NIRS apresentará grande precisão e rapidez. As normas ASTM 1655-05 e ISSO/FDIS 12099:2017(e) versam sobre como construir um modelo e como controlar e validar este modelo, respectivamente, devendo ser destacado que o modelo muda e deve ser verificado e atualizado ao longo do tempo.

Na atualidade existem empresas que prestam consultoria para calibração e validação do NIRS bem como para comercialização de equações já prontas para a calibração do aparelho, conforme o material a ser analisado (existe grande variação nas curvas de um alimento para outro). Estas curvas de calibração podem custar algumas centenas ou milhares de euros, podendo o laboratório da fábrica de ração negociar um pacote com a empresa fornecedora.

11.4) Vantagens da utilização do NIRS

Quando comparado com as análises de bancada, rotineiramente realizadas nos laboratórios nas últimas décadas, o NIRS apresenta uma série de vantagens. O primeiro a destacar é a rapidez nos resultados, o que chamamos de tempo de resposta curto, podendo a fábrica de ração reajustar sua matriz de composição nutricional dos alimentos antes mesmo do processo de formulação, o que é fundamental para melhor se ajustar os níveis nutricionais bem como se evitar grandes variações entre os valores formulados e os valores do alimento no comedouro do animal. As fábricas podem analisar o produto final acabado após ser produzido, por lote ou por intervalo de tempo, colaborando de maneira significativa para a garantia da qualidade.

Este melhor ajuste nutricional, necessário para nutrição de precisão, reduz o desperdício de nutrientes para o animal, podendo também reduzir o custo de formulação bem como reduzir a excreção de compostos potencialmente poluidores. Pode ser ainda uma excelente ferramenta para o controle de qualidade na recepção de matérias primas (POP 1 da fábrica de ração), auxiliando na tomada de decisões para aceitação ou devolução de cargas ou ainda na qualificação de fornecedores.

Já numa situação de campo, um nutricionista de ruminantes pode ter uma rápida ferramenta para analisar diferentes silagens ou outros alimentos, e formular uma dieta eficiente considerando as particularidades de cada situação.

Além disso, com a mesma amostra e de maneira simultânea, podemos obter o resultado de vários princípios nutritivos bem como estimativas. Soma-se a isso o fato de que não necessitamos de vidrarias, reagentes ou destruição da amostra, não gerando resíduos potencialmente poluentes, os quais são armazenados pelos laboratórios para destino correto, sendo este serviço um custo elevado para o laboratório. Estas premissas contribuem para maior sustentabilidade ambiental, algo extremamente valorizado pela sociedade moderna.

Na atualidade está cada dia mais difícil se realizar experimentos de digestibilidade com animais. Neste sentido, o NIRS pode estimar valores de energia digestível, metabolizável e líquidas de alimentos, possibilitando equilíbrio nutricional eficiente das formulas de alimentos completos para animais.

Sobre o custo de análise, este valor variará consideravelmente se considerarmos o número de amostras analisadas mensalmente. Neste sentido, o custo por análise pode ser inferior, caso a demanda seja elevada. Em empresas que centralizam a análise em determinado laboratório, a técnica torna-se bastante interessante, pois nestas condições a demanda por análises é maior e o custo por análise tende a ser menor.

11.5) Desvantagens da utilização do NIRS

Como vimos, o NIRS apresenta vantagens incontestáveis e bastante promissoras se consideradas as novas tendências do mercado, principalmente aspectos de sustentabilidade ambiental e nutrição de precisão. Mas temos que chamar atenção que a técnica pode apresentar algumas desvantagens, como as discutidas a seguir.

Embora seu custo possa ser diluído em grande volume de análises, o custo para aquisição é bastante elevado, e sua implantação demanda elevado investimento dos laboratórios. Além disso, para manutenção e monitoramento das curvas, poderá ser necessária mão de obra altamente qualificada e treinada ou ainda empresas de consultoria, o que contribui para elevação dos custos.

Sua calibração e validação pode ser difícil e demorada, muitas vezes demandando meses ou até anos para que possa ser considerado validado, sendo necessário um número muito grande de resultados analíticos (até centenas de dados, conforme a situação). A redução deste tempo de calibração poderá ser obtida através do intercâmbio de informações entre laboratórios de bromatologia, nutrição e alimentação animal e institutos de pesquisa

Conforme o tipo de NIRS, o mesmo pode apresentar baixa sensibilidade (concentrações devem ser maiores que 0,1%) e baixa precisão para compostos que estejam presentes em baixíssimos teores. Além disso, o NIRS é sensível a vibração, temperatura e tamanho de partículas, o que pode impactar na qualidade dos resultados.

Além de tudo, é um método indireto, ou seja, são utilizados procedimentos de rotina ou dados experimentais para sua calibração e sendo assim, os erros analíticos das análises de rotina recaem sobre a determinação realizada pelo aparelho.

11.6) Para saber mais...

Recomendamos a pesquisa na REDE NIRS no portal da EMBRAPA, através do link: <https://www.embrapa.br/busca-de-projetos/-/projeto/38027/rede-embrapa-em-espectroscopia-no-infravermelho-proximo---net-nirs> .

Recomendamos também o evento WEBINAR “Importância e uso do NIRS na indústria de alimentos para animais” onde participaram a Dra. Maria Lúcia Simeone (EMBRAPA) e a consultora Elisangela Vilas Boas (NUTRI NIR CONSULTORIA).

Disponível em:

<https://www.youtube.com/watch?v=UYiMbCxKnNE&t=221s&pp=ygUcbmlcyBudXRyacOnw6NvIGFuaW1hbCBmYWNpbA%3D%3D>

The image is a YouTube video player thumbnail. On the left, the text reads: **WEBINAR**, **IMPORTANCIA E USO DO NIRS NA INDÚSTRIA DE ALIMENTOS PARA ANIMAIS**, **21/10/21 – 19h**, **Canal Nutrição Animal Fácil**, **YouTube**. Below this is the YouTube logo and a small video player icon. In the center, there is an image of a green and white NIRS spectrometer. To the right of the spectrometer, the text says **Participantes:** and lists two women with their names and affiliations: **Maria Lucia Simeone** (EMBRAPA Milho e Sorgo) and **Elisangela Vilas Boas** (Nutri Nir Consultoria). Further right, under **Coordenação:**, there is a small circular portrait of a man and the text **Luiz Machado** (Professor IFMG). At the bottom right, a black box shows the video duration: **1:44:07**.

Apêndice 21 – Lista de exercícios X

- a) Enumere diversos compostos que podem ser analisados pelo equipamento NIRS.
- b) Seu laboratório tem a marca de ser “ecologicamente correto” e assim, não são realizadas análises químicas de rotina e a geração de resíduos é mínima. O laboratório dispõe somente de métodos instrumentais. Nesta situação, como poderão ser determinados os teores das seguintes substâncias? Ácido butírico; Lisina; ferro; Energia digestível (predição); Energia bruta; Proteína bruta; FDN; Vitamina E.
- c) Discuta as vantagens e desvantagens do NIRS.
- d) Quanto um laboratório gastaria para implantação de um equipamento NIRS? Faça uma pesquisa e crie um orçamento considerando um laboratório instalado em uma fábrica de rações.
- e) Como a criação das equações para bom funcionamento do NIRS pode ser demorada, explique sobre formas diferentes de conseguir estas equações?
- f) Como o NIRS pode auxiliar para maior eficiência no controle de qualidade em fábricas de ração, considerando a recepção de matérias primas e a expedição de produtos finais acabados?
- g) Agora sua empresa foi procurada por uma fábrica de ração que quer implementar a técnica da análise pelo NIRS. Você é o consultor desta fábrica e deverá responder sobre a implantação deste instrumento, podendo comentar sobre o que você achar mais importante, demonstrando aqui conhecimento e capacidade de argumentação. Assim, elabore um texto objetivo (sem redundância, de forma direta como a comunicação empresarial deve ser).

12) Testes para controle de qualidade da soja e subprodutos

A soja e seus subprodutos como o farelo, são *comódities* agrícolas que na atualidade geram milhões de empregos diretos e indiretos e riquezas para o país. O farelo de soja brasileiro é também reconhecido pela sua alta qualidade, sendo empregado métodos eficientes para aferição da mesma.

12.1) Atividade ureática

Considerando que o farelo de soja é o segundo ingrediente mais utilizado para elaboração dos alimentos para animais, a análise de atividade ureática assume grande importância prática na fábrica de rações, principalmente considerando a recepção de matéria prima de boa qualidade, que deverá estar documentada no POP1.

O grão de soja *in natura* apresenta fatores antinutricionais diversos, tais como inibidores de tripsina, saponinas, lectinas (hemaglutininas), dentre outros. Esses fatores são extremamente prejudiciais ao crescimento animal pois reduzem a digestibilidade de alguns nutrientes, dentre outros efeitos negativos na saúde e longevidade. Muitos desses fatores antinutricionais têm natureza proteica, sendo então desnaturados (alteração da estrutura terciária e quaternária de uma proteína) por elevadas temperaturas no processo de tostamento, havendo perda de sua atividade biológica. Assim, o processamento dos grãos de soja é essencial e necessário para melhoria do valor nutricional do grão de soja e seus subprodutos, além da redução da sua capacidade antinutricional.

Em relação ao processamento do grão de soja, este deve ser feito de forma adequada, pois o subprocessamento ou o superprocessamento podem causar danos à qualidade do produto e dependem em grande parte da temperatura e tempo utilizados no processamento térmico. Dessa maneira, é necessário que haja testes simples, rápidos e eficientes para avaliação do grau de processamento e que assim revelem indiretamente a qualidade do produto. A análise de atividade ureática é um dos testes utilizados para este fim e afere o grau de processamento do grão de soja, avaliando a atividade da enzima uréase, a qual está naturalmente presente no grão.

Deve ser enfatizado que como a uréase é uma enzima, a mesma é termoestável e sua quantidade remanescente é proporcional à intensidade de processamento do grão durante o tostamento. Níveis de uréase acima do normal indicam que a soja foi subprocessada e níveis muito baixos ou valor zero sugerem superprocessamento do grão.

Na prática se avalia o nível de uréase de maneira indireta, se medindo a variação de pH proporcionada pela amônia liberada quando uma solução contendo ureia entra em

contato com a amostra. No método oficial, descrito no Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal (SINDIRAÇÕES, 2023A), se utiliza solução tampão a pH 7,00 e a atividade ureática será fornecida pela diferença no pH transcorridos 30 minutos após a imersão da amostra na solução de ureia, com agitação constante. Embora as fábricas de ração possam adotar faixas mais amplas ou mais restritas, a atividade ureática a ser considerada pode estar entre 0,01 a 0,20 (variação de pH). Para maior detalhamento da metodologia analítica, sugerimos consulta à literatura citada anteriormente ou a Butolo (2010).

Quando a atividade ureática da amostra for zero, haverá indícios de superprocessamento, sendo necessária a verificação da qualidade proteica, a qual pode haver sido enormemente impactada. A análise de proteína solúvel em KOH é utilizada para esse fim e será apresentada e discutida no próximo item.

Sendo uma *commodity* agrícola de extrema importância, é indicado que algum órgão ou empresa privada avalie sua qualidade em território brasileiro. Atuando pela empresa POLINUTRI, Runho (2001) apresentou resultados referentes à 1700 amostras de farelo de soja, revelando que grande parte deste ingrediente comercializado no Brasil é de boa qualidade, pois mais de 96% das amostras analisadas apresentaram atividade ureática satisfatória.

A tabela seguir é uma sugestão que pode ser adotada pela empresa em seu POP1 para avaliação da qualidade do farelo de soja durante o seu recebimento.

Tabela 02 – Valores de atividade ureática sugeridos para adoção no controle de qualidade do recebimento do farelo de soja

Classificação	Valor de atividade ureática
Ideal	0,01 – 0,15
Regular	0,16 – 0,20
Indícios de sub aquecimento	>0,20

12.2) Solubilidade em KOH

Conforme comentado anteriormente, este teste pode ser utilizado para controle de qualidade dos subprodutos da soja, como o farelo, ou ser ainda uma ferramenta crucial para se avaliar a qualidade quando o valor de atividade ureática for igual a zero, situação que nos indica que praticamente toda enzima uréase foi desnaturada, sugerindo assim que

pode ter havido superprocessamento térmico do grão de soja, o que poderia proporcionar prejuízos ao desempenho, longevidade e saúde animal.

A digestibilidade, ou seja, a fração do nutriente que desaparece quando passa pelo trato gastrointestinal, é um item muito importante a se considerar na nutrição dos animais. Valores elevados de digestibilidade para os nutrientes do farelo de soja são esperados, principalmente os aminoácidos, que terão cerca de 89% de aproveitamento para suínos e aves, podendo variar conforme o aminoácido (ROSTAGNO, et al., 2024). Uma baixa digestibilidade está relacionada a um aproveitamento menor dos aminoácidos que estão contidos na proteína, sendo esta uma situação indesejável. O subprocessamento do grão, bem como o superprocessamento, podem ser situações que impactam de maneira negativa sobre a qualidade da proteína.

O teste de solubilidade em KOH mede indiretamente a digestibilidade da proteína dos subprodutos da soja, apresentando relação inversa com o processamento, ou seja, o superprocessamento proporciona queda no valor de digestibilidade. Por outro lado, o subprocessamento proporcionará valores elevados de solubilidade em KOH, o que não é indicado, haja vista que quantidades apreciáveis de alguns fatores antinutricionais poderiam estar presentes, sendo esta situação associada a um elevado valor de atividade ureática.

Para análise da solubilidade em KOH, deve-se solubilizar a amostra em solução de KOH 0,2%. Deverá ser feita centrifugação para separar o sobrenadante, realizando a análise da proteína após esse procedimento. O valor de solubilidade em KOH será fornecido pelo quociente entre a proteína determinada no sobrenadante e a proteína bruta da amostra, multiplicando-se este valor por 100. Para ser considerado adequado, o valor de solubilidade em KOH deverá ser superior a 80%. Para maior detalhamento da metodologia analítica, sugerimos consulta ao *Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal* (2023) ou a Butolo (2010).

Assim como realizado para a atividade ureática, Runho (2001), trabalhando pela empresa POLINUTRI, analisou 1700 amostras coletadas em território brasileiro, o que revelou que 93,5% do farelo de soja do país apresentou valor de solubilidade em KOH superior a 80%, evidenciando assim que o farelo de soja produzido e comercializado pelo Brasil é de boa qualidade.

A tabela três é uma sugestão que pode ser adotada pela empresa em seu POPI para avaliação da qualidade do farelo de soja durante o seu recebimento.

Tabela 03 – Valores de solubilidade em KOH sugeridos para adoção no controle de qualidade do recebimento do farelo de soja

Classificação	Porcentagem de solubilidade em KOH 0,2%
Ideal	80-85%
Boa	77-80% ou 85-88%
Indícios de sub aquecimento	>88%
Indícios de superaquecimento	<77%

Apêndice 22 – Lista de exercícios XI

- a) Quando a soja crua for utilizada para animais não ruminantes, o que pode acontecer nutricionalmente? Explore as características antinutricionais deste alimento *in natura*.
- b) Discorra sobre o princípio da análise de atividade ureática.
- c) O que a enzima urease tem a ver com os demais fatores antinutricionais? Explique em detalhes.
- d) Como é a relação existente entre a digestibilidade da proteína e a solubilidade em KOH? Explique.
- e) Você está numa fábrica de ração ajustando o POP1 e precisará elaborar tabelas com os níveis indicados de atividade ureática. Como base nas informações discutidas neste capítulo, monte uma tabela única contendo os valores de atividade ureática e solubilidade e KOH aceitáveis para o farelo de soja.

13) Ensaios de digestibilidade *in vitro* para avaliação de farinhas de origem animal e plantas forrageiras

A cada ano, os ensaios de digestibilidade *in vitro* vem sendo cada vez mais utilizados na pesquisa científica, pois apresentam uma série de vantagens. Dentro da fábrica de ração, eles serão peça chave para avaliar a qualidade no recebimento de alguns ingredientes de origem animal. Neste capítulo serão tratados métodos utilizados nas fábrica de ração (digestibilidade em pepsina) bem como métodos utilizados na pesquisa (método de Tiley e Terry, produção de gases), assim como algumas adaptações.

13.1 – Considerações iniciais

Os testes de digestibilidade *in vitro* são metodologias que estimam a digestibilidade dos nutrientes, simulando as condições digestivas internas dos animais. Há que se destacar inicialmente que os valores de digestibilidade real são obtidos somente a partir da digestibilidade *in vivo*, utilizando-se para isso animais, onde medimos a quantidade ingerida e excretada de cada um dos princípios nutritivos estudados, onde a diferença revelará a taxa de digestibilidade. Porém, por haver a necessidade de se manter animais vivos, os ensaios *in vivo* são muito dispendiosos (alimento, animais, mão de obra, instalações, medicamentos, etc.), além de proporcionarem considerável volume de trabalho e tempo. Soma-se a isto as atuais recomendações dos comitês de ética animal relacionadas à diminuição do número de animais mantidos para experimentação.

Já os testes *in vitro* são mais rápidos, apresentam fácil execução e possibilitam a avaliação de um número muito grande de alimentos. Estes testes são uma ferramenta valiosa em programas de melhoramento ou avaliação de diferentes cultivares da mesma planta, pois podem selecionar materiais mais promissores, dentre dezenas ou até centenas de genótipos.

Obviamente que em grande parte das situações não estará excluída a necessidade de se manter animais doadores, pois algumas técnicas para avaliação de alimentos forrageiros necessitam de inóculo ruminal, sendo este obtido a partir de animal vivo e mantido para experimentação.

Os valores determinados *in vitro* devem apresentar alta correlação com os valores *in vivo*. É necessária uma equação que faça a predição dos valores *in vivo* a partir dos *in vitro*, devendo esta apresentar elevada confiabilidade. Essa equação necessita apresentar elevado coeficiente de determinação (R^2), o qual, quanto mais próximo de 1, fornecerá

melhor ajuste. Um elevado R^2 mostra que a equação é eficiente para representar o fenômeno biológico. A seguir é apresentada um exemplo de equação utilizada para determinação da digestibilidade *in vivo*, a partir da digestibilidade *in vitro* em rações para coelhos (MACHADO et al., 2014).

$$y = 0,6259x + 20,384 \quad (R^2 = 0,96).$$

Onde:

y = Digestibilidade *in vivo*

x = Digestibilidade *in vitro*

13.2) Digestibilidade em pepsina para avaliação de farinhas de origem animal

Na atualidade, um dos grandes problemas enfrentados pelas equipes da qualidade dentro de fábricas de ração é relativo à qualidade das farinhas de origem animal, pois esta pode variar consideravelmente, sendo extremamente dependente do tipo de material de origem bem como das condições do processamento prévio dos subprodutos de frigoríficos. Além disso, farinhas que apresentem baixa digestibilidade em sua proteína, podem prejudicar o desempenho, saúde, bem-estar e longevidade animal. Ainda nesta conceituação inicial, há que se considerar que a análise de proteína bruta é insuficiente para se avaliar a real qualidade da proteína do alimento, devendo a fábrica dispor de outros métodos para controle de qualidade no recebimento de matérias primas.

O teste de digestibilidade em pepsina foi proposto para se avaliar a qualidade da proteína das farinhas animais que chegam às fábricas de ração. Este teste tem como base a utilização da pepsina, a qual é um conjunto de enzimas que atuam na hidrólise das proteínas, sendo secretada naturalmente no estômago dos animais. Para a nutrição animal é importante que a digestibilidade da proteína seja elevada.

Para análise da digestibilidade em pepsina se deve utilizar dois diferentes tubos. Ao primeiro adicionamos a amostra juntamente com 75 ml de solução HCl 0,075mol/L mais a pepsina na concentração adequada. Ao segundo tubo adicionamos somente a amostra e a mesma solução ácida. Após, incubamos por 16 h a 45°C, com agitação constante. Por fim, deve-se filtrar e proceder a análise de proteína bruta. Para maior elucidação e detalhamento, sugere-se consulta ao Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal.

Pesquisadores da EMBRAPA (BELLAVÉR et al., 2000), avaliaram diferentes concentrações de pepsina para se obter um melhor ajuste na execução deste teste para avaliação de farinhas de carne e ossos (FCO) de alta e baixa qualidade. Conforme pode

ser observado na tabela 04, elevadas concentrações de pepsina não conseguem apontar de maneira eficiente as diferenças na digestibilidade de farinhas de baixa e alta qualidade, sendo isso evidenciado nas concentrações de 0,2 e 0,02%. Quando se utiliza a concentração de 0,0002% de pepsina, o teste é realizado com maior sensibilidade, o que é evidenciado pela maior diferença (44,91) nos valores de digestibilidade obtidos em cada material. Assim, as concentrações de 0,002 e 0,0002% foram então mais eficientes.

Tabela 04 - Efeitos da concentração de pepsina sobre a digestibilidade *in vitro* da proteína em farinhas de carne e ossos de diferentes qualidades

% pepsina	FCO com PB de baixa solubilidade	FCO com PB de alta solubilidade	Diferença em PB solúvel
0,0002	33,76	78,68	44,92
0,002	65,29	87,05	21,76
0,02	90,95	91,97	1,02
0,2	90,96	91,97	1,01

FCO: Farinha de carne e ossos; PB: proteína bruta - Fonte: Adaptado a partir de Bellaver et. al. (2000)

O Compendio Brasileiro de Alimentação Animal (SINDIRAÇÕES, 2023A) propõe diferentes concentrações de pepsina a serem utilizadas durante os testes, as quais são apresentadas na tabela 05.

Tabela 05 - Concentrações utilizadas para análise da digestibilidade em pepsina, conforme os ingredientes a serem analisados

Ingrediente	Concentração da pepsina (%)
Farinha de penas	0,02
Farinha de penas e vísceras	0,02
Farinha de vísceras	0,02
Farinha de carne	0,002
Farinha de carne e ossos	0,002
Farinha de sangue	0,002

Fonte: SINDIRAÇÕES (2023A)

13.3) Digestibilidade *in vitro* em plantas forrageiras - Método tradicional

Dentre os materiais mais estudados pelos métodos de digestibilidade *in vitro*, se destacam as plantas forrageiras. O método mais utilizado para este fim é aquele proposto inicialmente por Tiley e Terry (1963), comumente denominado de método das duas etapas, sendo muito utilizado nos laboratórios de pesquisa em nutrição animal. Neste teste, o material é submetido a um primeiro estágio com digestão fermentativa durante 48 h e um segundo estágio com digestão ácida e pepsina, durante 24 h. Como é um método gravimétrico, se baseia na perda de peso da amostra após todo procedimento. A relação

percentual entre essa perda de peso e o peso da amostra inicial será o seu valor de digestibilidade *in vitro*. É necessária a utilização de uma prova em “branco” ou seja, uma réplica que não contenha amostra, sendo isso necessário pelo fato do líquido ruminal adicionado conter uma quantidade expressiva de matéria seca, devendo esta ser descontada.

Os laboratórios de nutrição animal na atualidade são equipados com equipamentos modernos que proporcionam economia de tempo, praticidade e melhor padronização da metodologia analítica, sendo isto fundamental para maior repetibilidade, redução do erro humano e acurácia dos resultados. Para a digestibilidade *in vitro* tornou-se comum utilizar incubadoras automáticas, onde a amostra é colocada em saquinhos de nylon especiais, sendo posteriormente embebidos em inóculo ruminal e mantidos em temperatura e tempo adequados. O sistema *Dayse Incubator* da Ankon (figura 39) é um exemplo destes equipamentos. Seu elevado custo de aquisição necessita ser considerado pelos gestores do laboratório.



Figura 39 – Sistema Dayse Incubator da Ankon, utilizado para ensaio de digestibilidade *in vitro*.

Cortesia: TECNOGLOBO

13.4) Simulação das condições do trato gastrointestinal dos ruminantes no método tradicional

Os métodos de digestibilidade *in vitro* se basearão na simulação de condições digestivas dos animais, considerando-se aspectos de temperatura, pH, enzimas, microrganismos, anaerobiose, etc. Para simulação das condições internas em animais

ruminantes, os seguintes itens necessitam ser atendidos para aplicação da técnica tradicional de Tiley e Terry (1963).

13.4.1) Temperatura

Para padronização da temperatura se pode utilizar estufa ou sala climatizada ajustadas para permanecerem em 39,5°C. Neste ambiente, a temperatura deve ser constantemente monitorada com auxílio de um termômetro. Há que se considerar que os modernos equipamentos já trabalham com controle automático da temperatura.

13.4.2) Inóculo ruminal

Denomina-se inóculo ruminal o líquido retirado do rúmen, que será misturado a um meio de cultura específico. Esse inóculo irá conter os microrganismos necessários para que haja fermentação e degradação da matéria orgânica. Preferencialmente, o líquido ruminal deve ser coletado no período matutino antes da dieta, devendo ser mantido em garrafa térmica, sendo após, filtrado e diluído com meio de cultura específico. Para obtenção de inóculo ruminal, a instituição de pesquisa deve manter animais doadores ruminantes que sejam fistulados, ou seja, animais que contenham um fistula ruminal, dispositivo de borracha que liga diretamente o rúmen ao meio externo, isolada por um tampão de mesmo material. Além deste método, poderia ser utilizada sonda esofágica para sucção direta.

13.4.3) Anaerobiose

O rúmen é uma câmara fermentativa que trabalha em anaerobiose (ausência de oxigênio) sendo esta condição fundamental para que ocorra a fermentação microbiana. Para retirada do oxigênio, deve-se saturar o meio com gás carbônico (CO₂) e para isso se deve utilizar mangueira acoplada a um cilindro de CO₂, sendo este gás liberado na mistura ou na parte superior do frasco. Sugere-se também que esta mangueira seja temporariamente introduzida nas soluções tampão preparadas, afim de saturar o meio com o CO₂.

13.4.4) Poder tampão

A saliva de animais ruminantes apresenta poder tamponante, ou seja, atuar quimicamente para diminuir as variações de pH, sendo isto essencial para a correta manutenção do pH ruminal. Desta forma, deve haver um artifício que garanta esse poder

tampão no sistema *in vitro*, além do fornecimento de nutrientes importantes para manutenção dos microrganismos presentes. Para isso, pode ser utilizada solução de saliva artificial, também chamada de meio de cultura, tampão ou *buffer*. As mais comuns são as soluções propostas por MacDougall, Minnesota e Theodorou, dentre outras. Esse material é misturado ao líquido ruminal para formação do inóculo ruminal.

13.5) Adaptações ao método original de Tiley e Terry

O método original das duas etapas tem sido extensivamente estudado e modificado para várias espécies em questão. Foram desenvolvidas adaptações para ensaios em alimentos para equinos, suínos, coelhos, avestruzes, etc, buscando-se adaptar o inóculo, sendo então obtido a partir de material extraído do intestino grosso de cada uma dessas espécies. Além disso, testes foram feitos a partir de fezes de bovinos, o que facilitaria o processo de coleta e manutenção.

Como os resultados de digestibilidade *in vivo* são normalmente diferentes dos obtidos *in vitro*, os pesquisadores devem buscar relacionar estes ensaios através de equações com elevada correlação. Alguns pesquisadores trabalharam com três fases a partir de três conjuntos de enzimas, simulando o processo ruminal, a digestão estomacal bem como a fermentação a nível de intestino grosso. Outras modificações, como a aplicação do detergente neutro ou do detergente ácido sobre o resíduo obtido após fermentação, ou similares, têm sido buscadas para se melhor simular o processo digestório. Machado et al. (2014) avaliaram a digestibilidade *in vitro* de rações para coelhos, propondo um primeiro estágio de 24h de fermentação com inóculo cecal cunícula e posterior tratamento do resíduo com o detergente neutro proposto por Van Soest (1991). A equação de regressão linear obtida pelos autores está descrita a seguir:

$$Y = 1,4477X - 32,778 \quad (R^2 = 0,97)$$

Onde:

Y: valor estimado de digestibilidade *in vivo* para as rações estudadas

X: valor de digestibilidade *in vitro* aferido para as rações estudadas

13.6) Métodos *in vitro* que envolvem a produção de gases (métodos metabólicos)

Os métodos de produção de gases vêm ganhando muito destaque nos últimos anos e consistem basicamente em medir o volume ou a pressão total dos gases produzidos (CH₄, CO₂, SO₂, N₂, etc) a partir da fermentação microbiana. O volume de gás produzido correlaciona-se diretamente com a digestibilidade do alimento, ou seja, quanto maior a

digestibilidade da matéria seca ou orgânica do alimento, maior será o volume de gases produzidos, embora as diferentes frações alimentares proporcionem volumes variados.

A grande vantagem dos métodos de produção de gases está no fato de que possibilitam a descrição da cinética de fermentação, pois as medidas são realizadas a cada intervalo de tempo, sendo possível então a construção de curvas de fermentação. Isto seria muito difícil e trabalhoso se considerado somente o método tradicional de Tiley e Terry. Estas curvas podem ser de extrema importância para avaliação de diferentes alimentos ou cultivares em programas de seleção, bem como para estudo da cinética de fermentação, devendo um modelo matemático ser utilizado.

Um método eficiente foi proposto por Maurício et al. (1999), sendo denominado de técnica semiautomática de produção de gases. Este método avalia a pressão gerada pelos gases produzidos a partir da fermentação, sendo a pressão aferida convertida em volume a partir de equações matemáticas que consideram a altitude de cada laboratório. Para estudo da cinética de fermentação, o modelo matemático de France et al. (1993) é utilizado. As figuras 40 e 41 apresentam, respectivamente, a produção acumulativa de gases, obtida pela soma da produção de gases em diferentes intervalos, como apresentado por Silva (2020) e o volume médio de gases produzidos conforme o tempo de fermentação, utilizando inóculo cecal de coelhos, como apresentado por Machado et al. (2014).

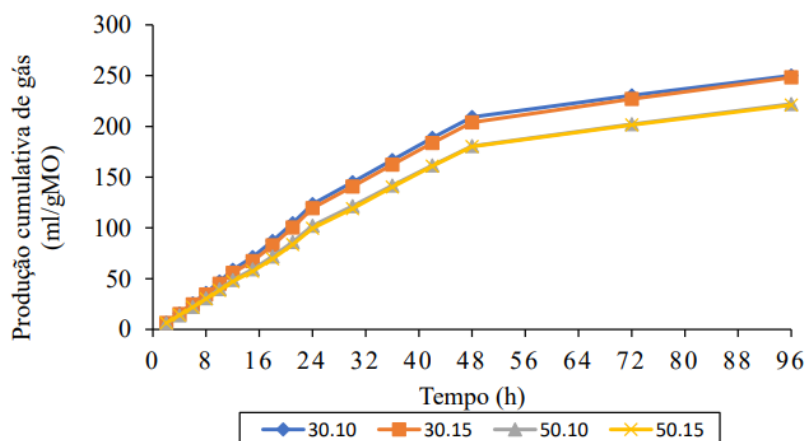


Figura 40 – Produção cumulativa de gases (mL/g MO) do capim paiaguás submetido a diferentes estratégias de desfoliação (diferentes cores no gráfico). Fonte: Silva (2020)

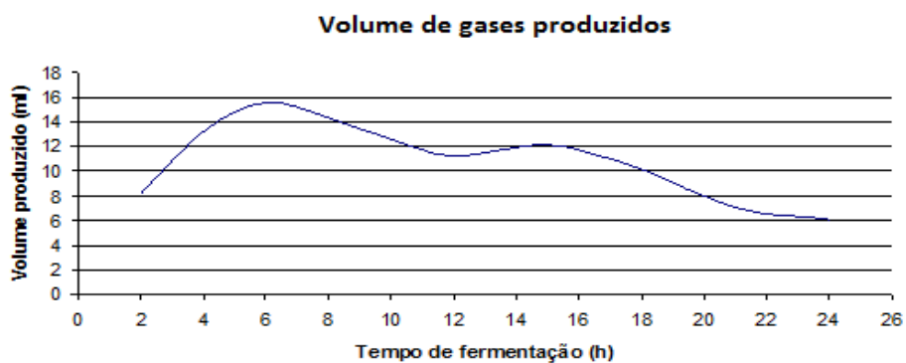


Figura 41 – Volume médio de gases produzidos (produção não cumulativa) a partir da fermentação microbiana de dietas tradicional, simplificadas e semi-simplificadas a partir de diferentes inóculos cecais, em função do tempo de fermentação. Fonte: Machado et al. (2014)

Nota-se na figura 41 que a produção de gases é intensa nas primeiras horas, sendo isso devido à rápida fermentação de substâncias como o amido. Após as 14h, a curva apresenta ligeira inclinação positiva, devido à fermentação de carboidratos estruturais. Após 16h, a produção geral de gases cai substancialmente.

Apêndice 23 – Lista de exercícios XII

- No Método de digestibilidade *in vitro* proposto por Tiley e Terry (1963), como são simuladas as condições internas dos animais ruminantes? Em um parágrafo curto, resuma a sequência analítica desse método.
- Faça um quadro comparativo apresentando vantagens e desvantagens dos métodos *in vitro* e *in vivo*.
- O que são métodos de produção de gases? Quais as vantagens e diferenciais obtidos quando se trabalham com esses métodos?
- Qual a principal vantagem de se realizar a digestibilidade da pepsina em soluções mais diluídas que 0,02%? Explique.
- Você está realizando experimentos em seu mestrado e foram determinadas a digestibilidade de um determinado princípio nutritivo em cinco alimentos pelos métodos *in vivo* e *in vitro*. Seu objetivo é elaborar uma equação que ligue os valores *in vitro* aos *in vivo* e que apresente preferencialmente elevado coeficiente de correlação. Dessa forma, a partir do Excel ou programa similar, elabore um gráfico com linha de tendência (linear) e valor de R^2 . Para a construção dos gráficos, pode-se utilizar os seguintes dados:

Nomes de A a F:

<i>In vitro</i> (X)	<i>In vivo</i> (Y)
50,8	60,2
52,1	65,9
53,0	66,2
51,7	61,1
55,0	70,3

Nomes de G a N:

<i>In vitro</i> (X)	<i>In vivo</i> (Y)
42,6	71,6
42,9	72,0
45,0	80,0
41,3	69,1
39,7	66,0

Nomes de O a Z:

<i>In vitro</i> (X)	<i>In vivo</i> (Y)
62,1	66,4
64,4	70,2
63,0	68,9
66,0	72,0
87,9	75,0

Para resolução, poderá ser utilizada a seguinte sequência:

- Introduza os dados em duas colunas distintas, colocando acima dos números o título da coluna
- Selecione todos os dados
- Clique em “inserir gráfico” e escolha o de “dispersão”
- Clique com botão direito sobre um ponto e após clique em “adicionar linha de tendência”, escolhendo a “linear”
- Ainda na caixa de diálogo marque as opções “Exibir equação no gráfico” e “Exibir valor de R-quadrado no gráfico”.
- Com a calculadora e a equação encontrada, teste alguns valores *in vitro* para verificar se encontrará os valores *in vivo*.

14) Testes físicos – recebimento de milho e outros grãos

Dentro da moderna indústria de rações, a avaliação das características físicas e sensoriais do material recebido são de extrema importância para a qualidade no momento do recebimento ou ainda do produto final acabado. Neste tipo de análise, não destrutiva, podem ser consideradas a forma física, cor, granulometria, presença de impurezas, densidade, além de características organolépticas, como o cheiro.

14.1) Considerações iniciais

Toda carga de grãos que chega à fábrica de ração ou silo de armazenamento deverá ser avaliada, sendo considerados quesitos relacionados a seu aspecto físico bem como o nível de grãos fora do padrão de conformidade, também chamados de grãos avariados. Os testes físicos avaliam a forma física, brilho, cor, presença de impurezas e densidade, sendo teoricamente aplicados a todos os ingredientes recebidos pelas fábricas bem como produtos finais acabados, sendo aplicadas metodologias diversas. Destacaremos aqui o milho por se tratar da matéria prima mais utilizada na alimentação animal.

14.2) Recebimento de grãos – o exemplo do milho

O milho merece especial atenção pois é o ingrediente de rações mais recebido e armazenado no Brasil, representando por cerca de 2/3 de todo alimento produzido para animais. Por se tratar de uma *commodity* agrícola, as fábricas necessitam comprar maiores quantidades em época de safra, quando seu preço é mais baixo, utilizando-se durante todo ano. Soma-se a isso a necessidade da fábrica em armazenar ingredientes para prever possíveis atrasos na entrega destes insumos, trabalhando sempre com margem de segurança no tempo. Este armazenamento exige grãos íntegros para suportarem ao máximo as intempéries dentro de um silo e contribuir para melhor qualidade do produto final acabado, reduzindo também o risco de contaminação por micotoxinas.

Na avaliação da qualidade do milho são verificados os grãos fora do padrão de qualidade, também chamados de avariados. As diferentes categorias de grãos avariados e seus respectivos limites para aceitação foram inicialmente definidas em 1976 pelo Ministério da Agricultura. Mais recentemente, através da Instrução Normativa (IN) 60/2011 publicada pelo Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (BRASIL, 2011), foi estabelecido o regulamento técnico do milho, que propôs o enquadramento em diferentes tipos, conforme a tabela 06. Após prorrogação, esta portaria entrou em vigor

ao final de 2013. Esta classificação pode auxiliar na definição de padrões para recebimento de cargas na fábrica, nos silos de armazenamento, bem como dos preços a serem pagos, e poderá estar descrita no POP 1.

Tabela 06 – Limites de tolerância definidos pela portaria 60/2011(BRASIL, 2011)

Enquadramento	Grãos avariados		Grãos quebrados (%)	Matérias estranhas e impurezas (%)	Carunchados (%)
	Ardidos (%)	Total (%)			
Tipo 1	1,0	6,0	3,0	1,0	2,0
Tipo 2	2,0	10,0	4,0	1,5	3,0
Tipo 3	3,0	15,0	5,0	2,0	4,0
Fora de tipo (maior que)	5,0	20,0	5,0	2,0	8,0

Para recepção do milho, uma amostra deverá ser retirada do veículo conforme os critérios de amostragem apresentados nesta obra. Após a retirada das impurezas através de peneira específica, deve-se verificar a umidade, utilizando-se para isso método rápido, como um determinador de umidade portátil (figura 13). Os grãos de milho deverão apresentar coloração amarelo ouro (embora possa variar de acordo com a cultivar) e odor característico. Para esta recepção do milho, algumas empresas poderão também aferir a densidade, como parâmetro de qualidade ou ainda para verificar a destinação do material, haja vista que a qualidade nutricional tem relação com a densidade. Também uma peneira vibratória poderá ser utilizada para classificação conforme a densidade e destinação do milho para diferentes categorias animais.

Antes da separação física que considera cor e estrutura, o material deverá ser passado em peneira de crivo circular com 5 mm de diâmetro, conforme cita o método oficial. Para isso os interessados deverão realizar movimentos circulares durante 30 segundos em superfície plana. Os grãos que passam pela peneira são considerados quebrados e os demais são classificados nas categorias descritas no próximo item.



Figura 42 – Grãos de milho em conformidade apresentando coloração e estrutura adequadas

14.3) Diferentes categorias de grãos avaliados (defeitos graves)

O controle de qualidade no recebimento, através do POP 1 do manual da qualidade, poderá ser mais ou menos rigoroso, considerando todas as categorias descritas a seguir ou trabalhar de maneira parcial. Ressalta-se que pelo menos as categorias descritas na IN 60/2011 deverão ser consideradas. Conforme informado por esta IN, em caso do grão apresentar mais de uma categoria, deve-se considerar a mais grave, considerando a seguinte ordem (mais grave para o menos grave): mofado, ardido, fermentado, germinado, carunchado, chocho ou imaturo e gessado (BRASIL, 2011).

14.3.1) Grãos ardidos

Estes grãos perderam a coloração em $\frac{1}{4}$ ou mais da superfície total do grão (figura 43), sendo também chamados de grãos fermentados. Os grãos visivelmente queimados são também considerados como ardidos. Os grãos ardidos não são desejáveis, haja vista que contribuirão negativamente para a palatabilidade do produto final bem como poderá haver menor digestibilidade de alguns de seus nutrientes, pois elevadas temperaturas favorecem a reação de complexação entre carboidratos e aminoácidos, comumente denominada de reação de *Mailard*. Contudo, é comum que a carga contenha uma pequena quantidade destes grãos, devendo o nível máximo ser considerado para aceitação.



Figura 43 – grãos de milho classificados como ardidos

14.3.2) Grãos mofados

São grãos que apresentam fungos visíveis (mofo) a olho nu (figura 44). Deve-se destacar que há elevado risco de contaminação para animais que consomem ração com alto conteúdo destes grãos, sendo isso devido ao seu potencial efeito contaminador, principalmente a partir de micotoxinas, metabólitos produzidos por fungos que prejudicam o desempenho produtivo e reprodutivo, saúde e longevidade dos animais.

Além disso, esses grãos favorecem a disseminação de fungos em materiais com baixo nível de contaminação. Conforme o rigor no controle de qualidade da fábrica de ração, cargas que contém a presença de grãos mofados poderão ser até mesmo rejeitadas.



Figura 44 – Grãos de milho classificados como mofados

14.3.3) Grãos brotados

Apresentam germinação visível. Assim como relatado para os grãos mofados, a presença de grãos brotados é uma não conformidade grave, podendo haver a recusa da carga por parte da fábrica de ração.

14.3.4) Grãos chochos

São grãos enrugados e desprovidos de massa interna, pois, seu desenvolvimento fisiológico foi incompleto, sendo muito comum a sua presença em cargas de milho (figura 45). Deve-se ter o cuidado de não confundir estes com grãos “ponta de espiga”, os quais são naturalmente de pequeno tamanho. A elevação no conteúdo destes grãos impacta negativamente no valor nutricional do milho, haja vistas que seu conteúdo de amido será menor.



Figura 45 – Grãos de milho classificados como chochos

14.3.5) Grãos quebrados (defeito leve)

São aqueles pedaços de grãos que não são retidos em peneira de crivos circulares de 5 mm de diâmetro e que são retidos na peneira de crivos circulares de 3mm de diâmetro. Os grãos de milho têm naturalmente uma película protetora que dificulta a entrada de microrganismos no grão e a retirada dessa película, associada a lesões na superfície dos grãos, favorece a entrada de esporos de fungos que contaminam o material. Chama-se atenção para o fato de que visualmente não se deve separar um grão por estar quebrado em alguma parte, pois somente serão considerados quebrados aqueles que passarem pela peneira de crivo circular de 5 mm.

14.3.6) Grãos carunchados

São grãos perfurados por insetos pertencentes a um grupo comumente chamados de “caruncho”, sendo sua presença rotineira em cargas de milho (figura 46). Estes insetos se alimentam de parte dos nutrientes do grão, além de favorecerem a contaminação interna, pois retiram parte da camada de proteção natural do grão. Dentro do orifício também poderão estar alojados ovos ou larvas de insetos. Tratamentos de cargas contaminadas por caruncho (expurgo) podem ser realizados no caminhão, silos ou em outros ambientes, os quais devem ser totalmente isolados por um determinado período de tempo, podendo haver posterior liberação para uso. Empresas que não tenham como realizar este tratamento podem decidir pela rejeição da carga, devendo isto estar claramente descrito no contrato que fez com o fornecedor.



Figura 46 – Grãos de milho classificados como carunchados

14.3.7) Outras categorias de grãos

A IN 60/2011 (BRASIL, 2011) traz ainda outras categorias de grãos como os fermentados e gessados. Neste sentido a norma cita que os fermentados são grãos ou pedaços que apresentam escurecimento parcial do germe ou do endosperma provocado por processo fermentativo ou calor, sendo ainda considerados como fermentados, os grãos que se apresentam parcialmente queimados, sendo isso devido à semelhança de aspecto. Os grãos que apresentam plúmula roxa, como característica varietal, não são considerados grãos defeituosos. Já os gessados são grãos ou pedaços de grãos que tenham sofrido variação na sua cor natural, apresentando-se de esbranquiçado ao opaco, mostrando no seu interior todo o endosperma amiláceo com cor e aspecto de gesso, ou farináceo (BRASIL, 2011).

14.3.8) Impurezas

De maneira prévia aos processos de classificação e determinação da umidade, se deve separar também as impurezas e fragmentos, além de outros materiais estranhos, que podem vir a atravessar o crivo da peneira de 3 mm ou permanecerem junto aos grãos antes da classificação. Cargas de milho podem conter grande variedade de impurezas, incluindo sementes de plantas invasoras, colmo, palha, sabugo, terra, pedra, insetos mortos, etc. Assim, serão considerados como impurezas o material que passar na peneira de crivos circulares de 3 mm de diâmetro bem como as impurezas de maior tamanho, retiradas manualmente.

Não é desejado que o material contenha elevado grau de impurezas pois estas podem favorecer a contaminação do material armazenado, a piora na qualidade e a produção de micotoxinas. As fábricas poderão também descontar o teor de impurezas no valor previamente estipulado para a carga de milho ou optarem pela reposição de parte da quantidade de milho que fora entregue, conforme estabelecido no contrato entre as empresas. Em casos extremos, quando há grande quantidade de impurezas, a carga poderá ser até devolvida, conforme os parâmetros de qualidade e tomada de decisão da equipe da qualidade.

14.4) – Avaliação da carga de milho – aceitação ou rejeição

Os valores encontrados após o teste inicial de umidade, bem como contagem de avariados podem ser comparados a valores previamente estabelecidos em tabela. Tudo isso deverá estar bem registrado no manual de qualidade da empresa, através do POP 1.

A seguir a tabela 07 traz uma proposta moderada para recepção do milho em fábricas de ração. Se a carga atende a todos os parâmetros propostos, ou seja, está em conformidade, o milho poderá ser descarregado na empresa.

Tabela 07 - Valores sugeridos para recepção do milho

Parâmetro	Nível máximo para aceitação	Nível máximo para aceitações com restrições ¹
Umidade (%)	13,0	14,0
Impurezas (%)	2,0	3,0
Ardidos (%)	2,0	3,0
Quebrados (%)	9,0	10,0
Mofados e brotados	Não deve haver	Não deve haver
Chocos + carunchados (%)	1,0	1,0
Avariados total (%)	12,0	15,0
Total grãos bons (%)	86,0 (mínimo)	82,0 (mínimo)

¹Deve-se verificar a necessidade momentânea da fábrica, além do período de estocagem, que deverá ser o menor possível. Entre 13 e 14% de umidade, o milho não deverá ser armazenado por mais de 30 dias.

Caso algum destes parâmetros esteja fora de conformidade, o caso deverá ser discutido pela equipe da qualidade para posterior tomada de decisão, podendo a carga ser rejeitada. Esta situação necessita estar muito bem documentada no contrato que a fábrica fez com seus fornecedores, onde a primeira deve definir os padrões de qualidade necessários para aceitação, definindo também as penalidades a serem aplicadas ou procedimentos de rejeição. A fábrica poderá também renegociar o material ou ainda providenciar tratamento, conforme a não conformidade registrada.

Além disso, deve-se destacar que a própria IN 60/2011 traz algumas penalizações no que se refere à qualidade do milho, sendo o texto apresentado a seguir:

“Será desclassificado e proibida a sua comercialização e a sua entrada no País o milho que apresentar na carga, no lote ou na amostra a ser analisada uma ou mais das situações indicadas a seguir (BRASIL, 2011):

- a) mau estado de conservação, incluindo aspecto generalizado de mofo ou fermentação;
- b) presença de sementes tratadas ou sementes tóxicas;
- c) odor estranho, impróprio ao produto, que inviabilize a sua utilização para o uso proposto; e
- d) limites de tolerâncias acima do estabelecido para os defeitos ardidados, total de avariados ou carunchados previstos na Tabela 1 da IN 60/2011 para Fora de Tipo.

14.5) Desafios relacionados à rejeição de uma carga de grãos

Na prática pode ocorrer muita pressão sobre a equipe da qualidade, até mesmo por parte dos caminhoneiros, para que a carga seja liberada. Estes profissionais costumam esperar durante horas para descarregar o material para que recebam o frete. Já a equipe da qualidade necessita atuar para garantia da qualidade das matérias primas na fábrica, o que reverberará na qualidade do produto final acabado, e assim são responsáveis por barrar material fora de conformidade. Enfatiza-se aqui que estas situações precisam ser muito bem documentadas pois podem gerar muito atrito entre fornecedores e a fábrica de ração ou silo de armazenamento. Salienta-se também que a própria qualificação de fornecedores exigida no POP 1 do manual da qualidade, será um fator chave para se evitar contratempos como este.

Para se evitar equívocos na tomada de decisões por parte da equipe da qualidade, a repetição dos procedimentos deve ser realizada em novo material amostrado. Além disso, deve-se considerar que o simples ato de deixar um caminhão de milho sem a lona durante algumas horas em um dia de sol, pode ser eficiente para se reduzir a umidade a um nível satisfatório.

Na prática muitas cargas que são rejeitadas por fábricas de ração que têm um rigoroso controle de qualidade no recebimento, são negociadas com fábricas menores a um custo mais baixo, sendo esta situação ruim para o mercado em geral. Pode também acontecer uma situação onde a fábrica está sem estoque e necessita de material com certa urgência, pois a parada da fábrica geraria transtornos logísticos e econômicos. Neste caso a equipe de qualidade deverá dialogar com a diretoria da fábrica para que juntos tomem as decisões mais acertadas.

14.6) Para saber mais...

Vídeo: Como é feita a classificação do milho na prática

Canal: Cassyo Agro

Disponível em:

<https://www.youtube.com/watch?v=Porok->

[HJG4&t=349s&pp=ygUhY29udGFnZW0gZGUgZ3LD029zIGF2YWlhZG9zIG1pbGhv](https://www.youtube.com/watch?v=Porok-HJG4&t=349s&pp=ygUhY29udGFnZW0gZGUgZ3LD029zIGF2YWlhZG9zIG1pbGhv)



Para acessar exercícios sobre o tema deste capítulo, veja apêndice 25 - lista de exercícios XIII.

Apêndice 24 – Prática 12 – Recebimento do milho – umidade e avariados

Nesta prática os interessados avaliarão a qualidade de uma amostra de milho em grão, buscando verificar se a mesma está em conformidade com os parâmetros previamente propostos.

Objetivo: Identificar o teor de umidade e grãos avariados em cargas de milho, decidindo sobre a sua aceitação ou rejeição.

Metodologia de trabalho

Inicialmente o grupo deverá determinar a umidade do milho através de um equipamento analógico ou digital, desde que forneça uma estimativa rápida do teor de umidade. Recomenda-se que pelo menos três participantes manipulem o equipamento, trabalhando ao final com as médias obtidas.

A seguir, os interessados deverão realizar a separação de parte dos grãos da amostra de milho em grão. Para essa determinação de grãos avariados, o instrutor deverá pesar 250 g de milho em balança com precisão mínima de 0,1g, devendo este milho proceder de uma amostra composta de 1kg, posteriormente quarteada. Este material deverá ser distribuído entre os participantes para separação nas seguintes categorias de grãos: bons, ardidos, quebrados, brotados, mofados, carunchados e chochos, bem como impurezas. Inicialmente esta amostra deverá passar por peneira de crivo circular de 5 mm, a fim de separar os grãos quebrados. Caso não se tenha esta peneira, pode-se considerar como quebrados os pedaços que sejam menores que $\frac{1}{4}$ do grão.

Ao final, deverá ser calculada a porcentagem de cada categoria de avariados e, juntamente com o teor de umidade aferido, verificar a conformidade da amostra de milho com base nas tabelas 06 e 07, respondendo-se em grupo às seguintes perguntas:

De que tipo é o milho analisado?

Este milho poderia ser recebido pela fábrica de rações?

15) Granulometria de ingredientes, rações e ensilagem

Um tamanho de partícula adequado será item fundamental para se potencializar a eficiência de utilização dos alimentos, impactando de maneira positiva sobre o desempenho animal. A granulometria é bastante considerada na atualidade, sendo essencial também para que se trabalhe com a nutrição de precisão e otimização de alguns processos na fábrica. Neste capítulo apresentaremos os métodos tradicionais para ingredientes e rações bem como o novo método da *penn state* para avaliação em silagens.

15.1) Definições iniciais

O termo granulometria se refere ao tamanho das partículas dos alimentos, o qual tem influência direta sobre a eficiência de utilização e digestibilidade dos nutrientes, além da saúde do trato gastrintestinal dos animais.

A determinação numérica da granulometria de ingredientes, rações e silagem tem ganhado muita importância nos últimos anos, haja vista que esta característica impacta diretamente no desempenho produtivo dos animais, além de poder contribuir para redução dos custos de processamento e regulagem de máquinas.

Primeiramente se deve entender que o tamanho das partículas em ingredientes e rações está relacionado ao tipo de peneira acoplada ao moinho (figura 47) bem como à qualidade dos martelos internos. Se quisermos uma moagem mais fina, colocaremos uma peneira com malha fina. Além disso, os martelos devem estar em boas condições e devem ser avaliados e trocados periodicamente para que o sistema funcione eficientemente. Existe na atualidade muita tecnologia para estes equipamentos, sendo um mercado muito competitivo, onde várias empresas atuam na venda e consultoria. Já para o processo de ensilagem, será de extrema importância se regular o triturador forrageiro para se conseguir um tamanho de partículas adequado.

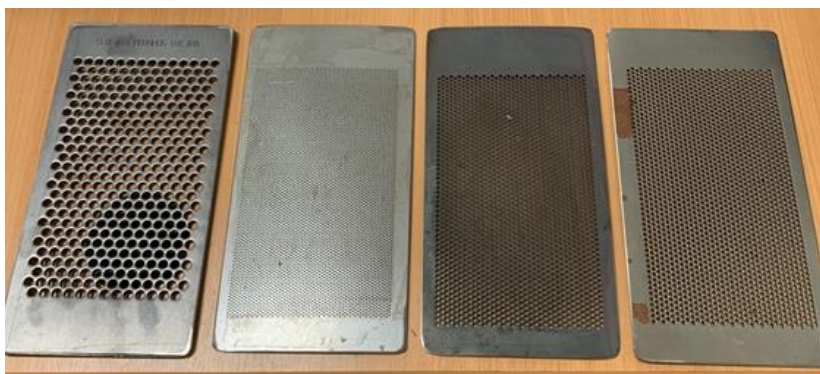


Figura 47 – Algumas peneiras com diferentes malhas comumente utilizadas em moinhos de fábrica de rações - Cortesia: Vieira – Moinhos e Martelos

Devemos entender também que, dentro da fábrica de ração, em somente parte dos ingredientes das formulações vamos conseguir trabalhar o tamanho das partículas, ou seja, podemos regular o moinho para moagem do milho, sorgo, dentre outros, mas não faremos isso com o farelo de soja, farinhas animais, ingredientes minerais, etc, ingredientes que nos são entregues em sacarias, na maioria das vezes.

A Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA), referência em pesquisa agropecuária do Brasil, em sua unidade Suínos e Aves, desenvolveu em 2013 o aplicativo GRANUCALC que facilita estes cálculos, o qual pode ser conseguido a partir de seu site ou loja de aplicativos *Play Store*. Embora não substitua o uso prático de peneiras, o relatório fornecido por este aplicativo apresenta informações importantes para a interpretação dos resultados.



Figura 48 – Aplicativo GranuCalc desenvolvido pela EMBRAPA para cálculo da granulometria dos alimentos para animais

15.2) Influência da granulometria no desempenho produtivo e no processamento de ingredientes e rações

Em linhas gerais, quanto maior o tamanho das partículas, menor tende a ser a digestibilidade e pior a conversão alimentar. Além disso, a elevada granulometria favorece a seleção de partículas por parte das aves. Por outro lado, partículas muito finas também não são desejadas, pois podem favorecer o excesso de poeira suspensa na fábrica de ração, favorecer o aumento na velocidade de fermentação em ruminantes, o que poderá favorecer o desequilíbrio no pH ruminal, além de demandar muita energia elétrica e tempo para o processo de moagem. Acrescenta-se a isso o fato de que para otimização dos processos de peletização e extrusão de alimentos para animais, a granulometria

cumprir um papel fundamental, podendo ser agente limitante nestes processos. Rações extrusadas, por exemplo, devem ser elaboradas com granulometria fina.

Deve-se chamar atenção de que para se moer abaixo de 400 μ m (também dizemos 400 micras) o processo torna-se penoso, consumindo elevadas quantidades de energia elétrica. Além disso, para aves, as partículas mais finas proporcionam queda na velocidade de passagem, o que contribui para redução do consumo. Além disso, as partículas muito finas favorecem problemas estomacais em ruminantes e suínos, onde estes últimos podem ainda desenvolver quadros de úlceras.

Dessa maneira, há um valor ótimo de granulometria para cada espécie animal, que aumentará a eficiência de utilização dos alimentos, devendo a fábrica de ração trabalhar pela regulagem dos equipamentos, controlando a moagem de alguns ingredientes. A figura 49 mostra os valores ideais para aves e suínos, espécies com maior quantitativo de pesquisas neste tema. Note que os valores ideais para aves (761 a 997 μ m) são superiores aos valores trabalhados para suínos (493 a 668 μ m), sendo esta diferença inerente à fisiologia digestiva de cada espécie. O aplicativo GRANUCALC da EMBRAPA indica os valores de 450 a 600 μ m para suínos e 850 a 1050 μ m para aves.

CLASSE	DGM (μ m)	AVES	SUÍNOS
1	≥ 1.178		
2	998 a 1.177		
3	862 a 997		
4	761 a 861		
5	669 a 760		
6	605 a 668		
7	561 a 604		
8	530 a 560		
9	508 a 529		
10	493 a 507		
11	483 a 492		
12	≤ 482		

Figura 49 – Sugestões de granulometria ideal (células verdes) em rações para suínos e aves –

Adaptado a partir de Pereira (2021)

Para exemplificar a importância de se trabalhar com estes valores otimizados, se reduzirmos o diâmetro geométrico médio (DGM) de 1000 μ m para 500 μ m, estaremos reduzindo o gasto de cerca de 27kg de ração por suíno terminado. Numa granja suinícola, a economia proporcionada por uma granulometria bem ajustada, pode chegar a centenas de milhares de reais por ano, conforme a situação.

15.3) Procedimento e cálculo para determinação da granulometria em ingredientes e rações

Para se aferir os valores de granulometria, a amostragem deve ser previamente realizada, afim de se obter material representativo. Um método eficiente foi proposto por Zanotto e Bellaver (1996), onde se utiliza um conjunto de peneiras acopladas a um equipamento vibrador (figura 50) que funcionará durante 10 minutos, separando o material em diferentes peneiras conforme o tamanho de cada grupo de partículas. Após o procedimento, se deve pesar (balança com precisão de 0,1g) a quantidade de cada fração, utilizando-se de fórmula específica para se chegar aos resultados finais.



Figura 50 – Equipamento vibrador utilizado para determinação da granulometria, montado a partir de peneiras de diferentes malhas. Pode ser chamado também de agitador magnético com peneiras

O método para determinação da granulometria em fábricas de ração pode ser verificado a seguir (Zanotto e Bellaver, 1996):

- 1) Após amostragem, retira-se 500 g de amostra;
- 2) Levar 500g gramas de amostra à estufa a 105°C por 24 horas. Este procedimento é necessário para se evitar agregação de partículas finas nos crivos de menores diâmetros;
- 3) Pesar 200 g desta amostra seca e colocar em equipamento específico de determinação da granulometria (figura 45). Para isso, deve-se usar conjunto de peneiras U.S.B.S./ABNT de números 5 (4000µm), 10 (2000µm), 16 (1190µm), 30 (595µm), 50 (297µm), 100 (149µm) e fundo. As peneiras devem ser sobrepostas em ordem crescente de abertura de malhas (mais grossas acima, permitido a passagem das partículas);

- 4) Deixar sob vibração durante 10 minutos;
- 5) Separar e pesar a quantidade retida em cada peneira.

Para verificar a porcentagem de cada parcela retida, basta dividir o conteúdo pesado pelo peso inicial da amostra, multiplicando-se o quociente por 100. A partir dos resultados obtidos, é possível o cálculo de parâmetros importantes, os quais são descritos a seguir:

Índice de uniformidade (IU): indica a proporção relativa entre partículas grossas (maior que 2 mm), médias (entre 0,6 e 2 mm) e finas (menor que 0,6 mm). Para cálculo do IU, basta somar a porcentagem das frações retidas em cada um dos três grupos de peneiras: peneiras tamanho 5 e 10 (fração grossa); peneiras 16 e 30 (fração média) e peneiras 50, 100 e fundo (fração fina).

Módulo de finura (MF): O cálculo de MF consiste inicialmente em multiplicar a porcentagem retida em cada peneira por um fator k_1 , que varia de 0 a 6 conforme a peneira, dividindo-se o produto final por 100 (veja tabela 08). O MF assume valores numéricos entre 0 e 6 e quanto mais próximo a zero, menor é o tamanho das partículas e quanto mais próximo a seis, maior o tamanho e proporção de partículas grossas. Este valor será utilizado para cálculo do DGM.

Diâmetro geométrico médio (DGM): O DGM é o principal parâmetro de granulometria e se refere ao diâmetro geométrico médio obtido a partir deste método. Para cálculo do DGM se utiliza a equação de Handerson e Perry (1955), descrita abaixo:

$$\text{DGM } (\mu\text{m}) = 104,14 \times (2)^{\text{MF}}$$

Onde MF é o módulo de finura.

O aplicativo GRANUCALC da EMBRAPA também apresenta o desvio padrão geométrico (DPG) das partículas, sugerindo um número para se avaliar o grau de variação entre os diferentes tamanhos de partículas da amostra.

Como comentado anteriormente, as partículas não devem apresentar valor de DGM muito baixo ou muito elevado, pois este parâmetro está correlacionado diretamente com a digestibilidade e saúde do trato gastrointestinal. Para cada espécie animal há uma faixa ideal considerando o valor numérico de DGM, o qual deverá ser buscado pelas fábricas de ração para melhoria de seus produtos e controle de qualidade no processo.

No exemplo a seguir serão calculados os três índices acima citados:

Após amostragem, foram coletadas 500 g de ração para frangos de corte. Essa amostra foi colocada em estufa a 105°C, permanecendo por 24h. Após esse período, foi retirado 200g que foi colocada em equipamento vibrador com conjunto de peneiras, para

verificação da granulometria. Após 10 minutos de vibração, as peneiras foram separadas e cada fração foi pesada, fornecendo os seguintes valores (em gramas): peneira 5: 4,0g; peneira 10: 28,0g; peneira 16: 29,0g; peneira 30: 92,0g; peneira 50: 55,0g; peneira 100: 2,0g, fundo: 0,0g. Calcule o IU, MF e DGM.

Para resolução deste exercício deve-se utilizar a proposta exemplificada na tabela 08.

Tabela 08 – Modelo para determinação da granulometria em ingredientes e rações.

	Peneira	Peso retido (g)	% retida	Fator k1*	Produto k1 x % retida
Grossas	5	4	2,0	6	12,0
	10	28	14,0	5	70,0
Médias	16	29	14,5	4	58,0
	30	82	41,0	3	123,0
Finas	50	55	27,5	2	55,0
	100	2	1,0	1	1,0
	fundo	0	0	0	0
	Total	200	100	-	319,0

*O fator k1 se refere a alguns valores constantes que fora proposto originalmente pelo método

Para cálculo do IU basta somar a porcentagem das peneiras grossas, médias e finas. Como resultado, tem-se a proporção entre as partículas nos três grupos:

Grossas: $2 + 14 = 16\%$

Médias: $14,5 + 41,0 = 55,5\%$

Finas: $27,5 + 1,0 = 28,5\%$

Para cálculo do MF, multiplica-se a porcentagem retida pelo fator k1, conforme realizado na tabela. O MF será o somatório deste produto dividido por 100.

Então: $319,0/100 = 3,19$

Para cálculo do DGM, deve-se utilizar a equação de Handerson e Perry (1955):

$$DGM(\mu\text{m}) = 104,14 \times (2)^{MF}$$

$$DGM(\mu\text{m}) = 104,14 \times (2)^{3,19}$$

$$DGM(\mu\text{m}) = 950,38 \mu\text{m}$$

Esses valores serão essenciais para tomadas de decisão pelas equipes da qualidade e da nutrição.

15.4) Uso da metodologia *penn state* para avaliação da granulometria em silagens

Nos últimos anos a assistência técnica em bovinocultura bem como a aplicação de novas ferramentas que proporcionam melhorias no processo nutricional tem crescido, sendo também importantes para tomada de decisão. Uma destas técnicas é a avaliação do

tamanho de partículas pela *penn state*, um conjunto de peneiras usadas para avaliar silagem. É um método de avaliação barato, onde o conjunto de peneiras pode ser adquirido por cerca de R\$ 1.800,00. É um equipamento crucial para monitorar a qualidade da silagem no momento da ensilagem, afim de se regular as máquinas para que se alcance um tamanho de partícula otimizado, o que potencializará a nutrição.

Inicialmente deve se considerar a necessidade de uma quantidade ótima de fibra fisicamente efetiva (FDNfe) na ração, capaz de estimular a salivacão e colaborar para correta ruminação e manutenção das condições ótimas de pH na câmara fermentativa. Esta capacidade tem também relação com o tamanho das partículas.

Para aferição do tamanho das partículas o conjunto deve ser composto por peneiras de 19 mm, 8 mm, 4 mm e fundo, devendo a determinação ser realizada em superfície plana e lisa. Pode-se pesar 350 g de silagem, realizando-se movimentos circulares e após, aferir a quantidade retida em cada peneira para se calcular a percentagem em cada peneira. Megali (2024) indica para máximo desempenho animal, que fiquem retidas 2-8% na peneira de 19mm, mais que 50% na peneira de 8mm, 10-20% na peneira de 4mm e 10-25% no fundo. O autor sugere que este equipamento seja utilizado pelo nutricionista de ruminantes em sua rotina diária de trabalho.



Figura 51 – Avaliação da granulometria de silagens pelo método da *penn state*

Para acessar exercícios sobre o tema deste capítulo, veja apêndice 25 - lista de exercícios XIII.

16) Microscopia de ingredientes e rações

A microscopia de ingredientes e rações é uma proposta que pode aumentar a eficiência do controle de qualidade no recebimento de ingredientes bem como do produto final acabado, sendo um método de fácil execução. Pode ainda ser um fator chave para a tomada de decisões no recebimento de ingredientes “problemáticos”, como a farinha de carne e ossos (no sentido em que existem farinhas de qualidade muito variável no mercado, sendo difícil de se alcançar um bom padrão). Nosso objetivo nesta obra é somente apresentar a técnica, sem grandes detalhes técnicos ou práticos. Maiores detalhes poderão ser obtidos em Butolo (2010).

16.1) Considerações iniciais sobre a importância da técnica de microscopia de rações

A microscopia de rações é uma metodologia na qual utilizamos um estereoscópio (lupa) para ampliação e análise visual de um ingrediente ou mistura, afim de se identificar os componentes ou possíveis contaminações. Este método se baseia na comparação entre o material visualizado e a experiência prévia do analista, que através de extensivo treinamento e prática, conseguirá identificar facilmente os ingredientes e contaminações através de suas características físicas, como forma, cor, tamanho de partícula, textura, brilho, etc. É um método que pode apresentar elevada eficiência na identificação de fraudes em ingredientes e rações, e assim, constituir-se de um ótimo aliado do controle de qualidade no recebimento.

Como exemplos, a presença de ureia em rações para animais não ruminantes poderia ser facilmente detectada por este método, desde que um microscopista experiente avaliasse a amostra. Neste caso, a ureia estaria finamente moída, sendo identificada principalmente pelo seu brilho e coloração. Além disso, a presença de resíduos de casco, pelos, chifres e fibras vegetais em farinhas de carne e ossos, poderia ser também um importante indicativo para avaliação da qualidade deste ingrediente. Deve-se chamar atenção de que este é um dos produtos mais problemáticos no que se refere à qualidade no recebimento. Também fábricas que produzem concentrados para ruminantes podem executar esta análise dentro do controle de qualidade do produto final acabado, para atestar que seus produtos são isentos de ingredientes de origem animal.

Além disso, esta técnica possibilita o exame de diferentes rações produzidas no mercado com vistas a se descobrir quais ingredientes são utilizados por uma determinada empresa concorrente.

16.2) O que é necessário para implantação da microscopia de rações na fábrica?

Para montagem do processo deve-se adquirir um microscópio estereoscópio com ampliação de 40x ou superior, facilmente encontrado no mercado, estando na atualidade a um preço bem acessível. Deve-se chamar atenção que não estamos falando aqui de um microscópio ótico comum, onde a luz atravessa a amostra. Em um estereoscópio, a amostra vai refletir a luz proveniente de uma lâmpada e a imagem será ampliada pelas lentes e visualizada pelo observador.

Outro aspecto importante é a montagem de uma ampla coleção de ingredientes e contaminantes. Para isso, a equipe de microscopia poderá fazer a coleta no mercado, consultar outros microscopistas, consultar outras fábricas de ração ou de ingredientes, além de laboratórios de sementes ou outros tipos de contaminantes. Esta coleção deverá ser cuidadosamente armazenada pela empresa.

Grande atenção deve ser dada ao treinamento do colaborador microscopista (ou de uma equipe). Para que o mesmo tenha confiança ao realizar o procedimento, poderão ser necessários alguns meses de treinamento e trabalho. Indica-se também a participação em cursos promovidos por empresas de treinamento ou órgãos de controle. Neste sentido, indicamos o LANAGRO na cidade de Pedro Leopoldo – MG. Infelizmente a quantidade de cursos de microscopia de rações e ingredientes oferecidos no Brasil é inexpressiva, assim como o material disponível em livros ou vídeos técnicos.

16.3) Exemplos de materiais observados no estereoscópio

A seguir apresentaremos alguns materiais ampliados no estereoscópio. Estes ingredientes poderão ser manipulados com o auxílio de uma placa de Petri, pinças e instrumentos que a equipe considerar importante para observação.



Figura 52 - Farinha de carne e ossos ampliada em estereoscópio



Figura 53 – Milho ampliado em estereoscópio



Figura 54 – Farelo de soja ampliado em estereoscópio

Apêndice 25 – Prática 13 – Microscopia de ingredientes e rações avariados

Nesta prática a técnica da microscopia de rações será apresentada aos interessados através de observações e desenhos.

Metodologia

Para microscopia de rações, cada interessado ou grupo de até três participantes deverá utilizar um estereoscópio. Se recomenda a visualização em ampliação de pelo menos 40x, utilizando-se os ingredientes mais comuns na região. Como exemplo, citamos a visualização do milho, farelo de soja, farelo de trigo, calcário, fosfato bicálcico e sal. Também ingredientes estratégicos devem ser incluídos, tais como a farinha de carne e ossos e ureia finamente moída. É também interessante que os participantes visualizem um suplemento vitamínico mineral (premix), buscando diferenciar algumas das diferentes substâncias que o compõe.

Como exemplo, para a visualização da farinha de carne e ossos, os participantes deverão tentar encontrar possíveis contaminantes, tais como parede celular vegetal (provinda do rumem), pelos, casco moído, chifre moído, etc. Além disso, aspectos de forma, cor, textura, tamanho deverão ser observados.

Todos os materiais em análise deverão ser desenhados pelos participantes, que poderão utilizar também alguns lápis coloridos para melhor ilustração dos desenhos. A tabela a seguir é apenas uma sugestão, devendo ser adaptada conforme os ingredientes que estiverem disponíveis.

Milho	Farelo de soja	Farelo de trigo	Calcário
Fosfato bicálcico	Farinha de carne e ossos	Ureia moída	Premix

Após a visualização, o instrutor poderá apresentar uma mistura de diferentes ingredientes e assim propor que os participantes identifiquem os constituintes.

Apêndice 26 – Lista de exercícios XIII

- a) Quais são as principais categorias de grãos avariados? Faça uma tabela explicativa, descrevendo cada uma.
- b) Porque os grãos avariados não são desejáveis dentro de uma fábrica de ração? Explique.
- c) Na determinação dos grãos avariados, foi pesada amostra de 200 g de milho em grãos. Após separação, foram identificadas as seguintes quantidades: Ardidos: 4,23g; carunchados: 0,15g, chochos: 0,23g; quebrados: 18,54 g. Com base na tabela 06, dê seu parecer a respeito desta carga de milho. Seria possível aceita-lo numa fábrica de rações que apresenta os critérios estabelecidos na tabela?
- d) Numa fábrica de ração o controle de qualidade verificou que a granulometria do milho está bem elevada quando comparada ao padrão de qualidade estabelecido. Como a equipe da qualidade buscará resolver este problema. Proponha algumas soluções possíveis.
- e) Você é o responsável pelo controle de qualidade de uma fábrica de ração que iniciou seus trabalhos a pouco tempo. Uma das suas ideias da equipe da qualidade será a implantação da técnica de microscopia de rações e ingredientes. Explique então como você poderá implantar essa técnica. Seja o mais completo possível.
- f) Agora a rações Montinho (que vocês prestam consultoria) recebeu reclamação de produtores de aves e suínos relacionada ao desempenho dos animais. Sua equipe suspeitou de vários motivos e vão conferir o diâmetro geométrico médio das rações. Após usar o método das peneiras vibratórias e o aplicativo GRANUCALQ, você percebeu que o DGM das rações para suínos era de 800 μ m e para aves era de 1300 μ m.
 - f.1) Analise então o resultado desta granulometria com base nos valores propostos para aves e suínos.
 - f.2) Para resolver este problema, a nível de processamento do milho, qual a solução que você poderia sugerir?

17) Avaliação da qualidade da mistura

Uma ração com elevado grau de homogeneidade será crucial no comedouro dos animais para que se evite perdas no desempenho, saúde e longevidade. Esta qualidade de mistura depende de diferentes parâmetros previamente estabelecidos. Para comprovar a eficiência do processo, a fábrica deverá implementar procedimentos de rotina para aferir a qualidade da mistura obtida no misturador.

17.1) Considerações iniciais sobre os misturadores e o processo de mistura em fábricas de ração

Costumamos dizer que se a fábrica de ração é o coração da granja ou fazenda, o misturador será o coração da fábrica de ração, ou seja, será uma das engrenagens mais importantes para que o produto final acabado seja elaborado de maneira eficiente. Embora tenha esta importância, a verificação da qualidade da mistura pode ser negligenciada pela equipe da qualidade da fábrica, o que poderá favorecer o aparecimento de grandes problemas no campo, principalmente aqueles relacionados com a distribuição heterogênea de micro ingredientes, como premix e aditivos.

Os misturadores devem ter um tempo de mistura previamente estipulado. Para determinar este valor e descrever a operação no manual da qualidade, a fábrica poderá estar consultando o manual do equipamento ou ainda determinando o próprio tempo de batida para cada tipo de ração, através de testes envolvendo diferentes tempos. Há ainda a opção de se adotar propostas como a de Couto (2013), que sugere 15 a 20 minutos para misturadores verticais com uma rosca, 8 a 10 minutos para os verticais com duas roscas, 3 a 4 minutos para horizontais de helicoidal duplo, 1,5 a 2 minutos para helicoidal duplo com pás. Estes tempos de batida poderão ser ajustados conforme os testes realizados pela equipe da qualidade.

Tempos de batida inferiores aos indicados podem ser insuficientes para se garantir excelência no processo de mistura. Por outro lado, tempos excessivos, podem favorecer a deposição de ingredientes de maior densidade.

A partir de um plano de operações do misturador, a fábrica poderá trabalhar para se reduzir a possibilidade de haver contaminação cruzada (o misturador é um ponto crítico considerando este item), reduzir desgaste do equipamento ou a necessidade de manutenção corretiva. Recomenda-se que a equipe gestora escolha minuciosamente o

colaborador que controlará a mistura, oferecendo-lhe treinamento constante e avaliando a qualidade de seu trabalho.

Atenção especial deve ser dada à sequência de entrada no misturador, considerando-se primeiramente a entrada da metade dos macroingredientes, seguida da entrada de ingredientes de elevada densidade como sal, fosfato bicálcico, calcário, seguido de microingredientes, os quais devem estar dentro de uma pré mistura (pequena mistura feita previamente). Neste ponto a fábrica já poderia ligar o misturador para uma mistura inicial. Após, o colaborador poderá adicionar a segunda parte da mistura bem como ingredientes líquidos se houver, ligando novamente o misturador para se completar o tempo de mistura. Pequenas fábricas de ração podem também realizar uma pré-mistura envolvendo os líquidos e o farelo de soja ou milho, favorecendo a qualidade da mistura final e a redução da possibilidade de formação de aglomerados de partículas, comumente chamados de grumos. A compatibilidade dos ingredientes também deverá ser previamente estudada afim de reduzir a formação destes grumos.

Outro ponto importante que deverá ser considerado é que a quantidade de cada batelada no misturador não deve ser inferior a 20% ou maior que 80% da capacidade do equipamento, sendo esta uma faixa ideal para se otimizar a qualidade da mistura.

A sequência de mistura deverá ser previamente estipulada pelo responsável técnico da fábrica, considerando a sensibilidade das espécies e categorias animais frente aos ingredientes e princípios ativos adicionados através dos aditivos. Esta sequência deverá estar bem definida no POP 5, de contaminação cruzada.

17.2) Os diferentes tipos de misturadores na fábrica

O misturador deverá ser cuidadosamente escolhido pela equipe técnica da fábrica de ração para que se obtenha eficiência, economia de energia e tempo e proporcione uma mistura adequada. O capital para investimento também pode ser um item que normalmente impacta na escolha. Comentaremos a seguir sobre os tipos de misturadores mais comuns.

Os misturadores horizontais (figura 55) são os mais indicados para a maioria das misturas, exigindo um tempo de mistura de alguns minutos, reverberando em menor gasto de energia elétrica e mão de obra, podendo também trabalhar com maior quantidade de líquidos na fórmula (até 10%), além de proporcionar uma mistura mais homogênea. A maior desvantagem deste misturador é seu preço elevado quando comparado ao seu principal concorrente, o misturador vertical. Grandes fábricas de ração usam

preferencialmente este misturador horizontal, o qual pode permitir a confecção de duas a três toneladas por batelada.



Figura 55 – misturador horizontal utilizado em fábricas de ração. Disponível em:

<https://www.jlequipamentos.ind.br/equipamento/misturador-horizontal/>

Os misturadores verticais (figura 56) são os mais utilizados pelas fábricas de ração, principalmente as de pequeno porte, tendo como principal vantagem o menor investimento inicial para implantação. Contudo, a qualidade de mistura proporcionada por este misturador é inferior, havendo menor homogeneidade, além da necessidade de maior tempo de mistura, o que reverbera em maiores gastos energético e de mão de obra. Soma-se a isso uma menor capacidade para receber ingredientes líquidos, sendo a inclusão destes na ração normalmente inferior a 3%.



Figura 56 – Misturador vertical utilizado em fábrica de ração de pequeno porte. Disponível em:

<https://www.imacmaquinas.com.br/agricultura-e-pecuaria/misturadores-de-racao/misturador-de-racao-min1000-p-incomagri>

Há também nas fábricas de ração os misturadores em “Y”, sendo estes utilizados para pequenas misturas, como a elaboração de pré-misturas na fábrica ou de premix nas empresas premixeras (figura 57). Este misturador oferece uma mistura de excelente qualidade, embora as quantidades trabalhadas sejam bastante inferiores a aquelas estipuladas para misturadores verticais e horizontais.



Figura 57 - Misturador Y utilizado em fábricas de ração. Disponível em:

<https://www.imetal.ind.br/index.php/produtos/imetal/misturas/misturador-em-y-detail>

17.3) Determinando a homogeneidade da mistura

A aferição da qualidade da mistura deve ser um procedimento periódico, realizado preferencialmente a cada três meses, devendo estar previsto no manual da qualidade. Para isso a empresa deverá utilizar um elemento “coringa”, que será diluído na mistura e posteriormente analisado. Este coringa pode ser um marcador, *microtracers* ou algum ingrediente da própria ração. O importante é que este seja facilmente analisado e que os seus resultados de análise tenham elevada repetibilidade. Couto (2013) sugere a utilização do cloreto de sódio (NaCl) como elemento marcador, sendo este um dos ingredientes mais comuns nas rações, embora ressalte que em misturas que tenham ingredientes com elevada quantidade de sódio, os resultados podem ser mascarados. Outra sugestão pode ser a análise de manganês.

Após o tempo de mistura previamente estipulado, deve-se proceder a amostragem no misturador, retirando-se de diferentes pontos e profundidades, podendo-se utilizar uma sonda para este fim. Para cada ponto se deverá considerar uma amostra. Para misturadores verticais que não permitem a coleta de diferentes pontos internos, a amostragem poderá

ser feita a partir do esvaziamento do misturador. Todas as amostras serão enviadas para análise em laboratório. Considerando-se misturadores horizontais, o amostrador poderá identificar os pontos afim de se melhor rastrear alguma falha interna neste equipamento, como por exemplo uma pá interna quebrada.

Para o conjunto de dados obtidos deve ser calculado o coeficiente de variação (CV), sendo esta uma medida de dispersão dos resultados. Embora possam ser utilizadas fórmulas, como as descritas no item 3.3.2, se sugere o uso do EXCEL, aplicativos como o STATISTICS ou similar para tabulação e cálculo. Pode-se considerar um CV máximo de 5% para situações que exigem maior rigor, como em misturas de microingredientes ou a elaboração de um premix em empresas premixeras. Rações medicamentosas podem apresentar CV máximo de 10%, conforme portaria 798/2023 do MAPA, podendo ser analisado o próprio princípio ativo ou outra substância usada como indicador, desde que possua amparo na literatura. Em linhas gerais, poderíamos considerar os valores descritos na tabela 09 para rações e concentrados, devendo esta tabela constar no manual de qualidade da empresa.

Tabela 09 – Valores de coeficientes de variação indicados para misturas de ração ou concentrados.

Nível	Valor
Excelente	<3%
Bom	3-5%
Aceitável	5-10%
Ruim	>10%

Para exemplificar melhor faremos um exemplo. Em um misturador horizontal, se utilizou como marcador o NaCl e para determinação da qualidade da mistura, foram coletados 11 pontos, os quais constituíram 11 diferentes amostras que foram enviadas a um laboratório. A análise do cloreto de sódio indicou os seguintes resultados: 0,48; 0,51; 0,50; 0,53; 0,49; 0,50; 0,47; 0,51; 0,52; 0,51 e 0,52%. Após utilizar o aplicativo STATISTICS para determinar o CV (figura 58), chegamos no valor de 3,58% que é um bom valor, mostrando que a mistura atende a este parâmetro.

✓ Estatística descritiva

Rol amostral
0.48 0.51 0.5 0.53 0.49 0.5 0.47 0.51
0.52 0.51 0.52

Rol crescente
0.47 0.48 0.49 0.5 0.5 0.51 0.51 0.51
0.52 0.52 0.53

Tamanho da amostra: 11
Somatório de X: 5.54
Somatório de X quadrado: 2.79

Valor mínimo: 0.47
1º Quartil: 0.49
Mediana: 0.51
3º Quartil: 0.52
Valor máximo: 0.53
Amplitude: 0.06

Média aritmética: 0.5036
Média geométrica: 0.5033
Variância de X: 0.0003
Desvio Padrão de X: 0.0180
Coeficiente de Variação: 3.58% ←
Erro Padrão: 0.0054

Figura 58 – Relatório da estatística descritiva produzido pelo aplicativo STATISTICS. A seta aponta o coeficiente de variação utilizado para avaliação da qualidade da mistura

Caso os valores ultrapassem o máximo estipulado para cada tipo de ração, a equipe da qualidade deverá intervir. A própria identificação dos pontos amostrados em misturadores horizontais pode ser interessante para rastrear alguma falha no funcionamento interno do equipamento, sugerindo a necessidade de manutenção ou ajuste no tempo de mistura.

Apêndice 27 – Lista de exercícios XIV

- a) Porque o controle de qualidade de uma fábrica de ração deve implementar o controle periódico da qualidade de mistura. Justifique essa implementação.
- b) Você trabalha como consultor a campo em uma grande empresa integradora de frangos de corte. O desempenho dos animais está abaixo do esperado e você e sua equipe estão estudando os motivos disso. Resolveram então aferir a granulometria das rações bem como a qualidade da mistura. Para a granulometria, uma amostra de 200g de ração foi colocada em peneira vibratória e após, foi realizada pesagem de cada fração, obtendo-se os seguintes valores:

Peneira 5 (4000): 10g; Peneira 10 (2000): 15g; Peneira 16 (1190): 25g;

Peneira 30 (595): 56g; Peneira 50 (297): 68g; Peneira 100 (149): 22g

Peneira 7 (prato 37): 4g

Considere como 100g o peso de cada peneira vazia.

Para a avaliação da qualidade da mistura em um misturador horizontal, foram amostrados 8 pontos, sendo realizada análise de sódio posteriormente. A análise mostrou os seguintes valores:

0,51%; 0,52%; 0,53%; 0,48%; 0,50%; 0,51%; 0,47%; 0,48%; 0,50%; 0,50%.

Com base nos seus conhecimentos, calcule e faça uma análise crítica sobre a granulometria bem como qualidade da mistura

18) Armazenamento de ingredientes e rações – micotoxinas e rancidez oxidativa

Neste capítulo falaremos de armazenamento, assunto crucial para todos aqueles que trabalham com a qualidade nas fábricas de rações. Dentre os assuntos pertinentes, destacaremos basicamente as micotoxinas e a rancidez oxidativa, temas de extrema importância para o controle de qualidade da fábrica e que podem impactar severamente o desempenho, saúde, bem-estar e longevidade dos animais, merecendo bastante atenção por parte dos profissionais de fábrica e de campo.

18.1) Considerações iniciais sobre o armazenamento e qualidade

Alguns ingredientes importantes no processo de fabricação de rações são *commodities* agrícolas, principalmente milho e farelo de soja, e assim vão ter seus preços negociados em bolsas de valores e regulados pelo equilíbrio entre a oferta e a procura destas mercadorias. Em épocas de safra, o preço desses ingredientes encontra-se mais baixo, sendo economicamente interessante a aquisição de grande quantidade pela fábrica. Esse material armazenado poderá permanecer por longos períodos, devendo a qualidade ser mantida a um nível satisfatório.

Além disso, considerando os produtos finais acabados em uma fábrica de ração, o seu armazenamento inadequado poderá impactar negativamente na qualidade, podendo acarretar em problemas no desempenho, saúde, bem-estar e longevidade dos animais. Também o nível de reclamações dos clientes será elevado, podendo ainda a fábrica sofrer processos judiciais devido à intoxicações ou morte de animais. Neste sentido, este tema merece muito cuidado.

Inicialmente se deve ter em conta que o ideal é armazenar o menor tempo possível, pois nenhum processo de armazenamento é totalmente eficiente, havendo perda da qualidade, mesmo que em níveis muito baixos quando o processo é rápido e bem realizado. Deve-se citar aqui que as empresas necessitam de um bom controle logístico de estoques, visando o equilíbrio entre o risco de ficar sem os produtos e o menor tempo possível de armazenamento.

Chama-se atenção de que na atualidade o Brasil ainda carece de estrutura de armazenamento, mesmo após grandes investimentos nos últimos anos. O fato é que, na atualidade, se produz mais grãos do que se consegue armazenar, e mesmo com novas tecnologias de armazenagem ou novas possibilidades de silos, ainda carecemos de

melhorias neste tema. Muitas empresas perdem em competitividade por falta de armazenamento. Muitas outras utilizam os próprios caminhões de entrega como “válvula de escape”, o que pode gerar grandes transtornos.

No dia a dia da fábrica de ração, a maior parte dos ingredientes e produtos acabados é armazenada em silos, sacarias, bags e embalagens próprias. Os cereais milho e sorgo são armazenados em silos, embora esta opção possa ser utilizada para outros alimentos. Ingredientes líquidos como melão, óleos ou aminoácidos líquidos podem dispor de tambores para armazenamento ou até mesmo tanques de maior volume. Ingredientes como farelo de soja, farelo de trigo, farinha de carne e ossos, dentre outros, podem ser armazenados nas próprias sacarias, sendo essas empilhadas sobre estrado de madeira (paleta ou *pallet*) e mantidas a pelo menos 10 cm da parede e do chão.

18.2) Umidade, aspecto chave para sucesso do armazenamento

Em realidade, os procedimentos necessários para sucesso do armazenamento na fábrica se iniciam antes mesmo da compra dos ingredientes, através de bons critérios para seleção de fornecedores. Neste sentido, um POP 01 bem elaborado, documentado e aplicado será fundamental para que se tenha êxito neste aspecto.

Para recepção dos ingredientes, a equipe da qualidade deve estar atenta aos níveis de umidade, sendo este um dos parâmetros que mais impacta na qualidade do produto em armazenamento. Embora a umidade do milho não seja um critério para sua desclassificação, preferencialmente, este ingrediente deve ser recebido com até 13% de umidade para armazenagem, pois acima deste valor os fungos produtores de micotoxinas terão melhores condições para se desenvolverem. Em algumas situações ou restrições, ele poderá ser aceito com a até 14%, desde que não haja armazenamento e seja consumido nos dias seguintes. Há que se considerar também que a própria moagem contribui para a redução do seu teor de umidade.

Outro fator importante a se considerar é que o excesso de umidade traz como consequência a diluição do total de nutrientes das rações, reduzindo proporcionalmente seu valor nutritivo, pondo em risco a qualidade nutricional do produto final acabado. Embora haja grande variação, os níveis máximos de umidade podem ser exemplificados como 13% para os cereais e 11% para sementes oleaginosas, com algumas exceções. Para saber os valores de cada ingrediente específico, recomendamos a busca no documento “lista de matérias primas aprovadas como ingredientes, aditivos e veículos para uso na

alimentação animal (BRASIL, 2020), Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal (SINDIRAÇÕES, 2023A) e Butoto (2010).

18.3) Recepção, secagem, limpeza e armazenagem do milho

Inicialmente devemos lembrar que existe a possibilidade de secagem dos grãos em equipamentos secadores, caso estejam com umidade acima do nível máximo permitido para armazenamento. A umidade excessiva deverá ser reduzida a um nível aceitável para armazenamento. Contudo, sabe-se que o processo de secagem é oneroso para a fábrica ou silo armazenador.

Caso uma carga de milho esteja fora dos padrões para aceitação, a procedência para com este material vai depender do contrato previamente estabelecido entre a fábrica de ração e o seu fornecedor. Como comentado anteriormente, caso disponha de um secador, a fábrica de rações poderá secar o material, havendo desconto no valor final a ser pago pela carga. Já empresas de armazenagem de grãos, como os silos, costumam receber material com elevada umidade, haja vista que é comum a secagem do milho nestas empresas. Contudo, há descontos consideráveis no valor da carga adquirida pelo silo.

É crucial que o milho esteja limpo para que seu armazenamento seja eficiente. As impurezas carregam grande número de contaminações, principalmente fungos. Além disso, o material a ser armazenado deve conter nível adequado de grãos de boa qualidade, pois os grãos avariados em nível acima do estipulado favorecem o desenvolvimento de fungos, principalmente cargas que contêm elevados níveis de grãos ardidos, quebrados e carunchados.

Previamente à entrada no silo, toda carga de milho deverá sofrer procedimento de pré-limpeza, visando a retirada de impurezas, e assim, reduzir a carga microbiana que entra para o silo juntamente com o milho. Neste sentido, todas as fábricas de ração bem como silos de armazenamento devem possuir equipamento de pré-limpeza (Figura 59). Este equipamento consiste de um conjunto de peneiras vibratórias que separam as cargas em algumas frações. A partir desta limpeza, se geram resíduos agroindustriais diversos, passíveis de serem aproveitados na alimentação animal ou como fertilizantes, como a quirela de milho, sabugo e colmo, casquinha de milho, pluma de milho, etc. Os diferentes resíduos gerados dependerão do tipo de equipamento de pré-limpeza, havendo desde máquinas mais simples, que geram basicamente dois tipos de resíduos, até as mais complexas, que geram vários resíduos melhor caracterizados quimicamente.



Figura 59 - Moderno sistema para pré-limpeza do milho - Cortesia SILO IJS

18.4) Micotoxinas, um vilão invisível

O termo micotoxina é originado de duas palavras, sendo a primeira de origem grega “mykes” (fungo) e a segunda de origem latina “toxicum” (tóxica). A expressão greco-latina “mykes toxicum” significa então toxina fúngica, ou como dizemos, micotoxinas. É usada para designar um grupo de compostos de toxidez variada, produzidos no metabolismo secundário de certos fungos, que podem causar queda no desempenho produtivo e reprodutivo, saúde e longevidade dos animais ou ainda enfermidades crônicas (micotoxicoses) em animais e seres humanos.

O relato de problemas iniciais remonta à metade do século XX em um acontecimento onde vários perus foram contaminados com ingredientes de origem brasileira, sendo então sacrificados. A partir desse acontecimento, ao remontar as causas, se verificou que havia a presença destas substâncias até então desconhecidas, dando-se maior importância ao tema. Deve-se salientar aqui que as micotoxinas sempre existiram e que a ação destes compostos sempre foi desconhecida e encoberta por outras enfermidades de mais fácil diagnóstico.

As micotoxicoses podem resultar da ingestão de toxinas produzida por 3 tipos de fungos, os macroscópicos, os parasitas e os de armazenamento, sendo este último o nosso objeto de estudos nesta obra. Estes fungos infestam e crescem em grãos durante os processos de amadurecimento no campo, além da colheita, secagem, armazenagem e transporte. Esses fungos existem de forma natural e mesmo com teores de umidade

relativamente baixos nos alimentos secos, como o milho, podem se desenvolver e produzir micotoxinas conforme as condições.

O maior problema das micotoxinas está justamente no fato de que seus efeitos dificilmente aparecem, sendo na maioria das vezes imperceptíveis, causando ligeiras quedas no desempenho produtivo e reprodutivo. Somente quando a contaminação é elevada, como na experimental animal, se perceberá alguma enfermidade visível. Neste sentido, sugerimos muito cuidado na interpretação dos efeitos das micotoxinas em animais, pois várias micotoxicoses somente são verificadas em condições experimentais extremas, quando altas doses destas substâncias são utilizadas pelo pesquisador. Já presenciamos palestra onde produtores de suínos saíram abismados ao ver fotos de animais contaminados em experimentação, situação distinta da maioria das granjas brasileiras.

Na grande maioria das vezes os sinais são subclínicos, ou seja, não haverá percepção por parte dos responsáveis pelos animais. Os desempenhos produtivo e reprodutivo poderão apresentar níveis de alteração imperceptíveis, o que dificulta o diagnóstico e corrobora o fato de que nem sempre o problema é identificado.

Sabe-se hoje que existe um grande número de fungos capazes de produzir micotoxinas, sendo descritos cerca de 400 espécies. São várias as micotoxinas produzidas, sendo as mais comuns as aflatoxinas, a zearalenona, o deoxinevalenol, a fumonisina, as ocratoxinas, a vomitoxina e a toxina T2. Uma mesma espécie pode produzir mais de um tipo de micotoxina. Nesta obra daremos ênfase às aflatoxinas (aflas), devido ao maior nível de prejuízo econômico que poderá ser ocasionado por sua presença acima dos níveis permitidos.

18.5) As aflatoxinas, um potente agente cancerígeno

As aflatoxinas constituem-se em um grupo de substâncias produzidas por fungos da espécie *Aspergillus flavus*, ocorrendo sob diferentes formas, sendo as principais a B1, B2, G1, G2, M1 e M2.

Os fungos produtores de aflatoxinas podem se desenvolver em vários ingredientes, ganhando destaque o milho, devido principalmente à sua elevada quantidade comercializada e armazenada, e o amendoim, pela sua elevada susceptibilidade de contaminação.

Deve-se destacar que as aflatoxinas estão entre os mais potentes agentes cancerígenos conhecidos, podendo lesionar as vísceras do trato gastrointestinal e

principalmente o fígado do animal. A absorção é rápida e o depósito acontecerá a nível hepático, o que contribui para a destruição desse órgão, o qual é essencial para o bom funcionamento de todo o organismo.

Como principais efeitos, haverá aumento no tamanho de órgãos como fígado, rins e baço, má absorção de nutrientes, lesão hepática, hemorragias e falta de apetite. Tudo isso favorecerá a queda na imunidade dos animais, estando estes mais susceptíveis às enfermidades de maneira geral. Além disso, tudo isso reverberará em quedas no desempenho produtivo e reprodutivo, saúde e longevidade.

18.6) Prevenindo problemas com as micotoxinas

Geralmente a contaminação por micotoxinas a nível de campo está associada ao manejo inadequado das plantações ou estocagem em condições inapropriadas, havendo grande influência das condições de umidade e temperatura. Além de um combate eficiente às pragas, a colheita em momento adequado, associada a um eficiente sistema de secagem, são essenciais. De qualquer forma, deve-se compreender que os fungos existem em todos os lugares e materiais e que vamos atuar para controlar a sua população e seu crescimento em níveis aceitáveis.

O Brasil é um país de clima tropical e que apresenta condições ótimas para desenvolvimento fúngico e produção de micotoxinas na maior parte do ano. A nível de armazenamento nas fábricas de ração e silos, o desenvolvimento dos fungos e a produção de micotoxinas são influenciados por uma série de fatores, se destacando a umidade, a temperatura e o nível de oxigênio, considerando que há substrato em abundância para o fungo trabalhar.

Na fábrica de ração ou nas empresas de armazenamento de grãos, a inibição do oxigênio em silos é impossível de ser realizada. Já se considerando a temperatura, os fungos produzem eficientemente as micotoxinas numa faixa entre 25 - 30°C, sendo impossível refrigerar ou manter a temperatura interna do silo abaixo deste limite mínimo. Contudo, há que se considerar que o silo recebe grande quantidade de calor nas bordas e assim o material armazenado próximo às paredes tende a perder umidade, ou seja, tende a “suar” e, através de correntes convectivas, a umidade migra das bordas para o centro, o qual poderá conter mais umidade que o mínimo permitido, gerando problemas diversos relacionados com o desenvolvimento fúngico (figura 60). Dessa maneira, a aeração do silo é de extrema importância para distribuição homogênea do calor interno, onde o equipamento aerador deverá ser automaticamente ligado nas horas mais quentes do dia.

Os silos mais modernos apresentam sensores em vários pontos, facilitando o controle e acionamento dos aeradores.

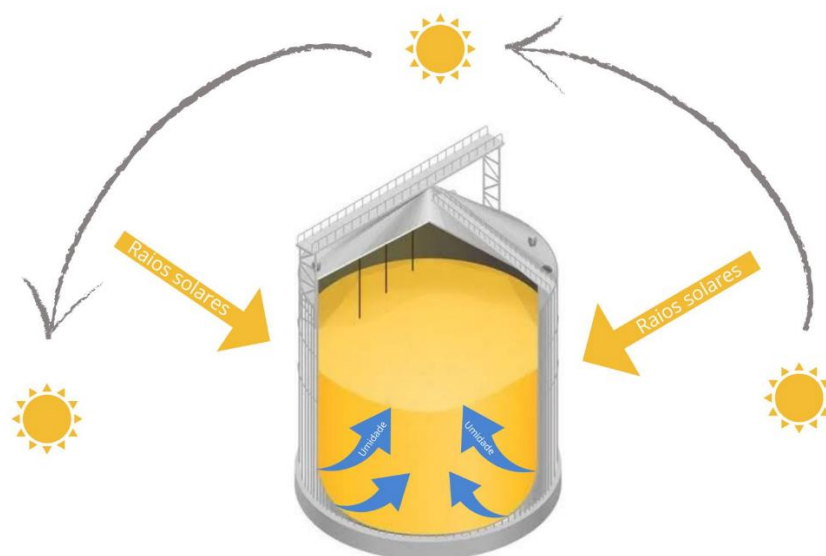


Figura 60 – Migração da umidade de um silo a partir de correntes convectivas. Elaboração: Thayná Becatini

Sendo assim, o fator umidade passa então a ter um caráter crucial na prevenção de micotoxinas dentro da fábrica de rações. Deve-se considerar inicialmente que a umidade acima do valor máximo para aceitação, associada a um elevado tempo de armazenamento, favorece a contaminação do material estocado. Além disso, há que se considerar que elevados níveis de umidade favorecem a diluição dos nutrientes.

Outro aspecto que merece atenção será a integridade dos grãos armazenados. Más condições físicas bem como elevado grau de sujidade favorecem o desenvolvimento fúngico além de que os próprios fungos podem consumir parte dos nutrientes, reduzindo o valor nutricional dos materiais armazenados. Embora sejam normais dentro da carga de milho, grãos ardidos, quebrados, carunchados, dentre outros, nunca são desejados e seu nível máximo deverá ser controlado.

O controle de qualidade no recebimento dos ingredientes passa então a ter papel chave dentro do tema de micotoxinas. Um POP 01 bem escrito, documentado e aplicado ao dia a dia da fábrica será peça chave para este sucesso.

Os seguintes cuidados deverão ser criteriosamente seguidos pela equipe da qualidade em uma fábrica de rações:

- Aceitar somente lotes de ingredientes que estejam dentro das especificações para o teor de umidade. Para o milho e outros grãos recebidos a granel, realizar também contagem de avariados;
- Realizar pré-limpeza em toda carga de grãos que for armazenada;
- Trabalhar com qualificação eficiente dos fornecedores, desqualificando, quando possível, aqueles de pior qualidade e que reincidem em problemas (POP 01);
- Manter o silo de armazenamento em boas condições, realizando periodicamente o esvaziamento e limpeza;
- Garantir manutenção preventiva bem como bom funcionamento do aerador do silo.
- Realizar eficiente controle de pragas (POP 07), principalmente insetos e roedores;
- O armazenamento de sacarias deve ser realizado com distância mínima de 10 cm das paredes e do solo. Não armazenar em áreas com alta umidade. Tão logo se retire todo o material armazenado sobre o estrado de madeira, limpar o chão e deixar o estrado na posição vertical;
- Manter o diálogo com o setor de compras e vendas afim de se otimizar a logística de armazenamento, ficando na fábrica o menor tempo possível.

18.7) Redução dos níveis e análise de micotoxinas

Caso a fábrica queira realizar o tratamento de materiais contaminados por micotoxinas, poderá ser utilizado aditivo adsorvente como a bentonita, zeolita bem como outros aluminossilicatos. Na atualidade há diversos produtos comerciais específicos para tratamento de material com elevada carga de micotoxinas, sendo muitos deles *blends*, misturas de diferentes princípios ativos. Substâncias que atacam os fungos também podem ser utilizadas, sendo indicado o uso de sulfato de cobre, violeta de gerciana e ácido propiônico. Além disso, o controle de qualidade poderá também utilizar a técnica da diluição, misturando quantidades de milho com nível superior de micotoxinas a milho com níveis aceitáveis de micotoxinas. Para isso, se deve ter a exata noção do teor de micotoxinas do material e logística adequada para mistura e diluição em silos.

Dessa maneira, a análise quantitativa de micotoxinas pode ser necessária, sendo o nível de aflatoxinas um dos parâmetros que poderá ser utilizado na recepção do milho e outros ingredientes. A determinação exata acontece pela utilização de equipamentos de cromatografia, o que pode dificultar bastante na prática do dia a dia, haja vista que se trata de um equipamento caro e de difícil manutenção e mão de obra qualificada. Para facilitar,

o mercado comercializa hoje kits específicos para determinação rápida do teor de cada grupo de micotoxinas (figura 61).



Figura 61 – Kit específico para análise quantitativa de aflatoxinas. Disponível em:

<https://www.envirologix.com.br/catalog/kit-quicktox-para-quickscan-aflatoxina-flex/>

18.8) Noções elementares sobre rancidez oxidativa

Denominamos de rancidez oxidativa a atuação do oxigênio livre sobre a dupla ligação dos ácidos graxos poli-insaturados, produzindo compostos potencialmente tóxicos como aldeídos, cetonas, álcoois e hidrocarbonetos, contribuindo para deterioração do material e queda no valor nutritivo.

Os ácidos graxos poli-insaturados contêm duplas ligações, normalmente nos carbonos 3, 6 e 9 contados a partir do carbono terminal (ômega 3, 6 e 9). A reação com o oxigênio (oxidação) é a principal causa de deterioração destes ácidos graxos, havendo a alteração de propriedades relacionadas a qualidade sensorial (palatabilidade, sabor, aroma, textura e cor) e valor nutricional (perda de vitaminas lipossolúveis, energia e ácidos graxos essenciais). Poderá também haver a formação de compostos potencialmente tóxicos. Como há liberação de substâncias de odor desagradável, o material apresentará cheiro peculiar, sendo este comumente denominado de “ranço”.

Para ocorrência deste processo é necessário tempo mínimo de armazenamento associado à presença do oxigênio, luz, umidade e calor. O oxigênio livre atacará às duplas ligações do lipídeo, havendo ruptura da cadeia carbônica do ácido.

18.9) Prevenção da ocorrência da rancidez oxidativa – os antioxidantes

Para prevenção da rancidez, se deverá dar maior atenção aos alimentos com elevado conteúdo de extrato etéreo, bem como rações que sejam armazenadas por longos

períodos (maior que três meses). Esse armazenamento deverá ocorrer em local apropriado, pois as altas temperaturas favorecem a reação, devendo o ambiente ser fresco e arejado. Esta última informação deverá estar estampada na embalagem das rações.

Para prevenção da ocorrência da rancidez oxidativa a nível de fábrica de rações, se deve trabalhar com aditivos antioxidantes, ou seja, substâncias que neutralizam o oxigênio livre. Não somente os alimentos completos para animais devem conter níveis adequados de antioxidantes, mas também os suplementos como premix e núcleos, pois estes últimos contém vitaminas lipossolúveis, as quais podem também sofrer ataque do oxigênio livre.

O grupo de substâncias antioxidantes é dividido em naturais e sintéticos. Os antioxidantes naturais são na atualidade largamente utilizados na nutrição de animais de companhia. Sendo uma tendência da atual sociedade moderna, estes compostos naturais agregam valor aos produtos. Neste sentido se pode destacar a vitamina E, vitamina C e beta caroteno, embora o uso seja limitado devido ao alto custo. Já os antioxidantes sintéticos são largamente utilizados no mercado, sendo os principais exemplos o BHA (Butil-hidroxi-anisol), o BHT (Butil-hidróxi-tolueno) e o Etoxiquim. O nível de inclusão de antioxidantes à ração deverá ser indicado pelo fornecedor do produto, sendo muito comum a inclusão de 50 a 200g/ton, variando conforme a concentração do produto comercial. Poderão ser utilizadas também misturas de antioxidantes, chamados na atualidade de *blends*.

18.10) Para saber mais...

Recomendamos a palestra Micotoxinas na produção de silagem

Zootecnista Lucas de Assis. Diretor Ilana

Disponível

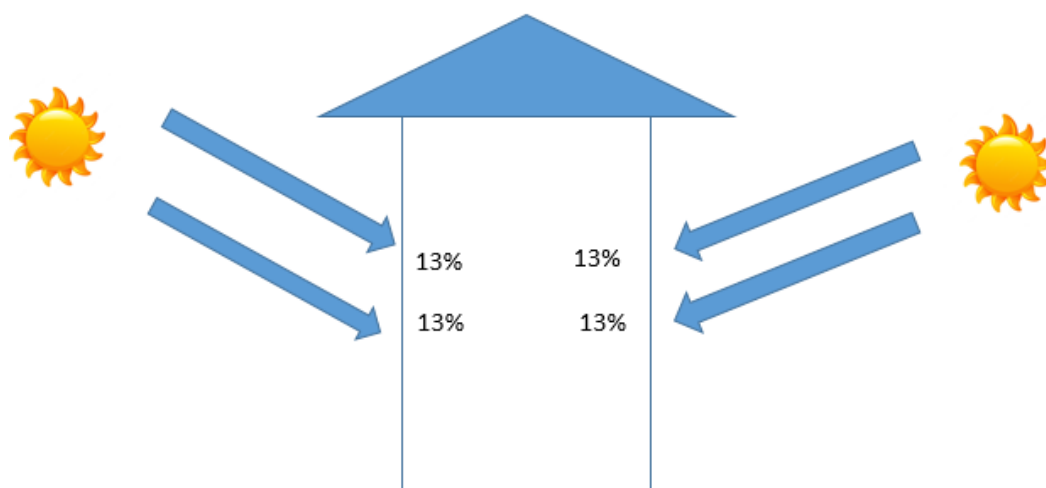
em:

<https://www.youtube.com/watch?v=yqghxmKe5g&pp=ygUYbnV0cmnDp8OjbyBhbmItYWwgZsOhY2ls>

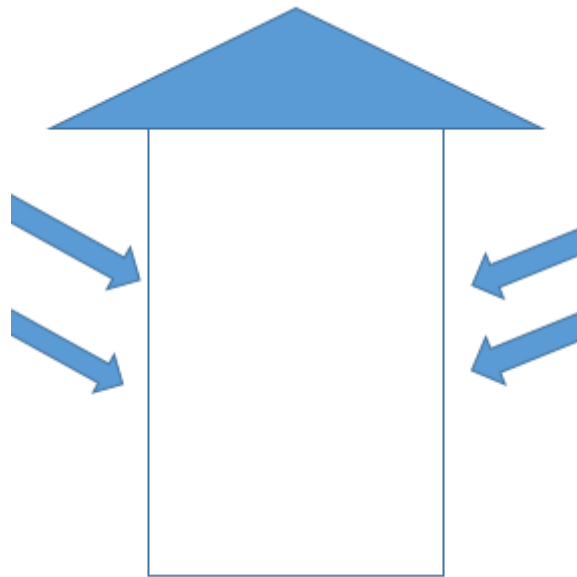


Apêndice 28 – Lista de exercícios XV

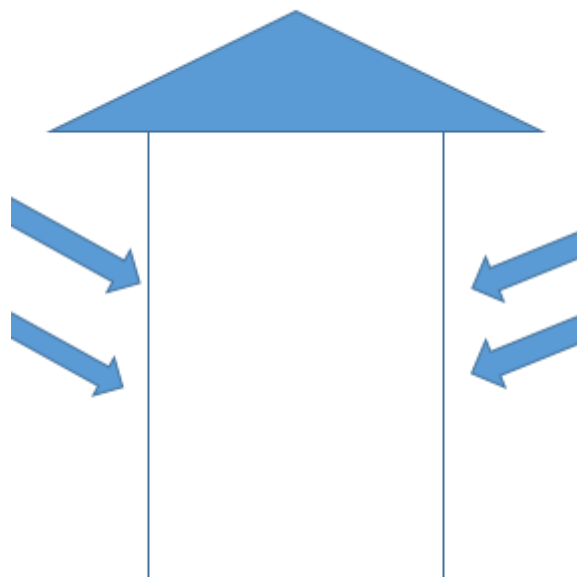
- a) Porque o armazenamento de rações é um item de extrema importância numa fábrica de rações?
- b) Discorra sobre a importância prática das aflatoxinas?
- c) Para a prevenção de problemas relacionados à micotoxinas, quais os cuidados devem ser tomados? Faça um plano de ação para a fábrica de ração que você trabalha.
- d) Caso queira realizar o tratamento de materiais contaminados por micotoxinas, o que deverá ser utilizado cite?
- e) Faça um pequeno texto sobre Rancidez oxidativa.
- f) O que são aditivos antioxidantes e por que os utilizamos?
- g) Para prevenção da ocorrência de micotoxinas no armazenamento de grão, o conhecimento de algumas condições dos processos internos em um silo é fundamental. Observe os silos abaixo.



Nesta primeira figura, o milho foi recebido com 13% de umidade e assim foi armazenado. Contudo, este milho recebe grande quantidade de raios solares no período de verão.



Nesta segunda figura, você deverá desenhar o que acontecerá internamente no silo após alguns dias de sol quente. Você não pode escrever letras, somente esquemas, números ou símbolos (como a primeira figura).



Nesta terceira figura, você deverá resolver este problema, a partir de algum desenho a ser feito na figura. Não pode escrever nada, somente desenhos (sem números ou símbolo).

19) Aspectos gerais sobre a qualidade

Enfim iniciaremos nossos estudos sobre o processo de garantia da qualidade, tão importante na moderna fábrica de ração. Recomendamos muita atenção e dedicação nesta que é uma das áreas que muito tem crescido e empregado profissionais na fábrica.

19.1 – Aspectos iniciais sobre a necessidade e importância dos sistemas de qualidade

A qualidade está relacionada a aquilo que se espera de determinado bem ou serviço, estando estritamente relacionada com a expectativa daqueles que vão usufruir dos mesmos. Neste sentido, o que pode ser um produto de qualidade para uns pode não o ser para outros. Algumas normas tentam definir níveis mínimos de alguns parâmetros para que os produtos e serviços tenham uma qualidade mínima assegurada.

Nas últimas décadas muito se tem evoluído no que se refere à garantia da qualidade, a qual deve ser um dos alvos da empresa. Para isso, podem ser aplicadas normas e procedimentos que estão reunidos nos chamados programas de gestão da qualidade, os quais são de certa forma recentes, principalmente se considerarmos os aspectos relacionados à fábricas de rações para animais. Alguns programas foram desenvolvidos nas últimas décadas para as indústrias de alimentos, principalmente a partir do *Codex Alimentarius*, e sua exigência é fruto de uma maior nível de segurança alimentar demandado pela sociedade moderna.

No atual mercado globalizado, altamente competitivo, as empresas são pressionadas a oferecerem produtos e serviços de qualidade assegurada. As fábricas de ração devem implementar, no mínimo, o sistema de boas práticas de fabricação (BPF) exigido pelo MAPA desde 2007 (Normativa 04/2007), que tem por objetivo assegurar a qualidade da ração a ser fornecida aos animais, trabalhando assim para minimizar problemas de segurança alimentar.

Os principais motivos que levaram a essa exigência foram diversas notícias negativas do setor de alimentação animal, tais como contaminações causadas por micotoxinas, dioxinas, microrganismos como a salmonela ou ainda enfermidades como o mal da vaca louca (BSG - Encefalopatia Espongiforme Bovina). Assim, em algumas situações, o setor de alimentação animal foi culpado e pressionado pela sociedade para que a qualidade dos produtos destinados aos animais fosse assegurada, minimizando a ocorrência de problemas e trabalhando para assegurar que os alimentos não causem danos ao animal e principalmente aos seres humanos.

Como grande parte das fábricas de ração desconhecia esses sistemas, produzir com qualidade a preços competitivos tornou-se um grande desafio, haja vistas que a implantação e manutenção destes sistemas é onerosa. Grande parte das fábricas teve a necessidade de se adaptar às exigências de BPF, mesmo que isso tenha custado a elas grandes modificações estruturais, documentais, treinamento, mão de obra qualificada e principalmente, mudanças na forma de trabalho dos gestores e colaboradores (SOARES, 2022).

Além do BPF, que será nosso principal objeto de estudo nesta obra e tratado com maior nível de aprofundamento nos capítulos 18 e 19, outros sistemas para garantia da qualidade podem ser utilizados, sendo alguns de maior simplicidade como o 5S ou outros mais complexos como a série ISO 9000 ou o HACCP (ou APPCC no português - Análise de Perigo e Pontos Críticos de Controle).

Deve ser entendido que a partir do momento em que a empresa atende a uma série de normas propostas por um sistema de garantia da qualidade, poderá haver uma certificação. Essa certificação formalizará a existência de um sistema em utilização através de um certificado e um selo, o qual poderá ser utilizado pela empresa a fim de se inspirar confiança em seus clientes. Para o marketing da empresa, os programas de qualidade são essenciais pois agregam valor aos produtos comercializados, sendo isso muito valorizado por uma parcela considerável da sociedade moderna.

Os programas de qualidade podem ser também uma exigência para que determinado mercado ou empresa compre produtos ou contrate serviços de outra empresa certificada. Além disso, como os programas se baseiam em uma série de normativas lógicas, haverá otimização de todos os processos, aumentando a eficiência na produção, reduzindo problemas diversos e melhorando o bem-estar geral de todos os colaboradores da empresa.

19.2) O *Codex Alimentarius* – o embrião das normas de qualidade em alimentos

O *Codex Alimentarius* (do latim, livro sobre alimentos ou código sobre os alimentos) é um conjunto de documentos oficiais que ditam normas, padrões, códigos e diretrizes para serem aplicados na produção, processamento e conservação dos alimentos em âmbito mundial. Este material surgiu na Europa no ano de 63 a partir do trabalho conjunto entre a FAO e a OMS, ambos órgãos da ONU e que têm como objetivo comum a garantia da segurança alimentar da humanidade.

O *codex alimentarius* trouxe as primeiras ideias sobre normas de qualidade em alimentos, sendo uma tentativa para solução, a nível global, dos diversos problemas relacionados com a produção de alimentos, principalmente a falta de padronização a nível mundial. Foi a base para vários programas de qualidade que surgiram nas décadas seguintes, inclusive para o BPF brasileiro de 2007. Ainda na atualidade o *codex* sofre revisões e ampliações, sendo sua adesão voluntária por parte dos países.

19.3) Itens cruciais para sucesso de um programa de garantia da qualidade

Os programas de garantia da qualidade são um conjunto de normas e mecanismos que dependem de diferentes itens para que sejam bem implantados.

O primeiro e mais importante é a conscientização de todos os gestores e colaboradores da empresa. Não somente a equipe que coordenará o processo é responsável qualidade, todos serão, independente do cargo que ocupam na empresa. Ainda dentro deste item, a motivação e o bem-estar dos colaboradores serão peça chave, cabendo aos gestores da qualidade enfatizarem a importância que cada colaborador tem para que a empresa tenha êxito. Os gestores também devem proporcionar medidas que visem a preservação da saúde física e mental de todos os colaboradores, havendo a necessidade de se implantar medidas para isso, tais como exames médicos periódicos, aquisição de planos de saúde, eventos internos, etc. Note que a promoção do diálogo aberto será de extrema importância para que tudo isso seja coordenado e alcançado. Note também que o gestor da qualidade deverá inspirar as pessoas, embora isso seja altamente complexo e dependente de fatores diversos.

Outro item de destaque é o treinamento ou capacitação. Todos os colaboradores devem ser constantemente capacitados para execução das funções e para isso, podem ser utilizadas reuniões, palestras, cursos, etc. A empresa deve elaborar e cumprir um programa de treinamento periódico para todos os colaboradores, desde os recém contratados até os mais experientes. Os instrutores podem ser os próprios gestores da qualidade ou ainda profissionais contratados pela fábrica de ração. Todo treinamento deve ser registrado, arquivado e ser facilmente localizado em caso de auditoria.

Os registros de atividades e parâmetros também são de extrema importância. Tudo deverá ser registrado em formulário próprio. Estes comprovam a execução das atividades seguindo as normas previamente propostas.

19.4) Alguns sistemas importantes para garantia da qualidade

Por ser obrigatório e de extrema importância para o setor de alimentação animal, o sistema de BPF será discutido nos capítulos 20 e 21. Os demais sistemas serão sucintamente apresentados a seguir.

19.4.1) Técnica 5S

Não é um sistema de qualidade propriamente dito, mas sua implantação inicial pode ser um passo importante para o sucesso de sistemas mais robustos e complexos, como ISO 9000 ou HACCP.

Esta técnica nasceu no Japão na década de 1960 com base nos princípios educacionais daquele país, e sua denominação foi proposta a partir de cinco palavras japonesas iniciadas com a letra **S**: *seiri* (utilização), *seiton* (arrumação ou organização), *seiso* (limpeza), *seiketsu* (saúde) e *shitsuke* (autodisciplina), que são conhecidas como os 5 sensos. A palavra *senso* significa faculdade de apreciar, ter atenção, de julgar, entendimento, essenciais para melhor qualidade de vida.

Dessa maneira, espera-se a aplicação dos cinco sensos no local físico de trabalho, tornando-o ordenado e agradável, o que contribuirá para que haja reflexos positivos nos hábitos de asseio, saúde, segurança e disciplina dos funcionários, mantendo padrões mais elevados de qualidade. Na tabela 10 são apresentadas de forma resumida, as principais características dos 5 S.

Tabela 10 – Quadro resumo dos cinco sensos que compõem a técnica 5s.

S	Sensos	Significa no dia a dia:
1º	De utilização	Separar coisas úteis das coisas inúteis. Ver o que pode ser eliminado, concertado, reciclado ou negociado.
2º	De ordenação ou organização	Arrumar, identificar e padronizar. Todos devem saber localizar os itens de estoque ou de uso cotidiano.
3º	De limpeza	Local limpo, roupa limpa e corpo limpo. O objetivo é proporcionar um ambiente ideal e agradável para o trabalho.
4º	De padronização e saúde	Saúde física e mental: depende de alimentação adequada, eliminar fontes de acidentes, poluição, praticar esportes, dormir bem e cuidar do bom relacionamento.
5º	De autodisciplina	Ser responsável e ser exemplo para os colegas. Seguir os procedimentos da empresa, princípios éticos e morais. Buscar o auto aprimoramento.

Note que essa técnica, assim como outros sistemas, proporciona grande ênfase ao bem-estar e conscientização dos colaboradores da empresa, que devem estar satisfeitos e conscientes de seus atos para que haja harmonia. Note também que os 5S podem ser aplicados em quaisquer estabelecimentos, inclusive nas casas e repúblicas estudantis.

A implementação dos 5S pode ser fatiada na fábrica, ou seja, cada um dos setores poderá ser independente na implantação, devendo cada um possuir um líder que direcionará as ações. Outro destaque deve ser dado ao fato de que não são necessários grandes investimentos para implantação dos 5S, diferentemente dos programas de qualidade. Esta técnica pode proporcionar grandes resultados, estando estes principalmente relacionados com as mudanças de atitude.

19.4.2) ISO 9001

A ISO (*International Organization for Standardization*) é uma organização internacional de normalização iniciada em 1947 no início do período pós guerra, estando sediada em Genebra, na Suíça. As normas ISO foram criadas a partir de normas militares previamente existentes. Seu propósito está fundamentado no desenvolvimento de normas que possam ser utilizadas por todos os países do mundo. Atualmente é bastante utilizada a norma ISO 9001, que se diferencia das demais normas ISO por ser aplicada ao sistema de gestão da qualidade em qualquer tipo de empresa, privada ou pública, estabelecendo requisitos gerais para garantia da qualidade de forma cosmopolita. Essa norma vem sendo constantemente revisada, recebendo sua última atualização em 2015.

Assim, de uma maneira geral, a série ISO se refere a um conjunto de normas básicas que visam assegurar a qualidade do processo, produtos e serviços. Após implantação das normas ISO a empresa poderá solicitar a certificação, a qual constitui de uma auditoria realizada por empresa certificadora. Uma empresa de consultoria poderá também estar auxiliando a empresa interessada neste processo de implantação. Além disso, a própria empresa interessada poderá simular o processo de auditoria, através da própria equipe interna da qualidade. Ao final, a certificadora credenciada avaliará a competência dos executores, controle de registros, conformidade do processamento, nível de treinamento dos funcionários, atendimento aos quesitos de saúde, etc, para que haja certificação.

A certificação ISO 9001 gera confiança nos consumidores e pode ser também uma exigência para que uma empresa possa fornecer produtos e serviços para um determinado mercado ou empresa, sendo isso um excelente critério para seleção de fornecedores.

Outras normas relacionadas com a qualidade em fábricas de ração podem ser também implementadas, tais como a ISO 22000, a qual define os requisitos de um sistema de gestão com o intuito de garantir a segurança dos alimentos.

19.4.3) APPCC ou HACCP

O sistema HACCP (*Hazard Analysis and Critical Control Points*) ou APPCC (Análise de Perigo e Pontos Críticos de Controle) é uma ferramenta desenvolvida originalmente pelo setor privado para garantir a segurança do produto final acabado. É um sistema preventivo de controle da segurança alimentar, identificando os perigos físicos, químicos e biológicos específicos bem como as medidas preventivas em todas as etapas de produção. Baseia-se numa abordagem sistemática, documentada e verificável, onde o principal objetivo é identificar e controlar cada risco que possa comprometer a qualidade do produto final acabado. Dessa maneira, o foco principal do APPCC será a prevenção.

Para que a fábrica de ração implante este sistema, uma empresa deve desenhar o sistema e a outra empresa deve certificar, existindo no mercado várias empresas que prestam consultoria para este tipo de serviço. Na atualidade várias são as fábricas de ração que possuem certificação APPCC.

Neste sistema é atribuído um valor para cada risco, sendo esse determinado a partir da severidade e probabilidade de ocorrência. Esse valor pode variar de um a quatro, sendo o valor 1 (um) atribuído a riscos de severidade pequena e de ocorrência pouco provável e o valor 4 (quatro) para alta severidade e de grande probabilidade de ocorrência (tabela 11). A partir da determinação do grau de risco, medidas de controle poderão ser tomadas (tabela 12). Os riscos de número quatro são considerados pontos críticos de controle (PCC) e irão demandar uma medida específica de controle na fábrica de ração, estando devidamente documentada. Os riscos de valor 3 são chamados de ponto de atenção, havendo também necessidade de medida preventiva.

Tabela 11 - Classes de risco para um perigo ou fator de risco conforme programa APPCC

Severidade	Probabilidade de ocorrência do perigo na matéria prima, ingrediente ou ração		
Grande	3	4	4
Médio	2	3	4
Pequeno	1	2	3
	Pequeno	Médio	Grande

Tabela 12 - Classes de risco e medidas de controle adotadas no programa APPCC

Classes de risco	Medidas de controle
1	Não é necessária nenhuma medida de controle
2	São necessárias medidas periódicas
3	São necessárias medidas de controle geral, tais como: controle de parasitas, manutenção e calibração, etc. Esses controles são chamados Pontos de Atenção
4	Uma medida específica deve ser desenvolvida e usada para controle de risco.

Um exemplo prático de um PCC é a contaminação por micotoxinas. Como atividades de controle, poderão ser realizadas medidas como contagem de grãos avariados e determinação da umidade na recepção dos ingredientes, além de análises de micotoxinas dos lotes recebidos. Além disso, itens como responsabilidades contratuais junto ao fornecedor, valores mínimos de qualidade, condições de armazenamento, etc, deverão ser bem definidos.

Na atualidade se discute sobre a obrigatoriedade de sistemas APPCC em fábrica de ração. De qualquer forma, o primeiro passo da fábrica é que seu sistema de BPF esteja bem implementado e funcionando bem, para a partir daí, buscar este novo passo rumo em direção à qualidade total.

Para maiores informações sobre o APPCC, recomendamos o Guia de Elaboração APPCC do SEBRAE (SEBRAE, 2002), facilmente encontrados no buscador *google*.

Apêndice 29– Lista de exercícios XVI

- a) O que são sistemas para garantia da qualidade? Explique.
- b) Hoje a pressão da sociedade para que as fábricas de alimentos produzam alimentos seguros é muito grande. Quais foram os principais acontecimentos que evidenciaram a grande necessidade das fábricas de ração adotarem métodos de garantia da qualidade?
- c) Como são determinados os graus de risco dentro do sistema de HACCP? Explique.
- d) A partir da identificação dos riscos, quais medidas poderão ser tomadas dentro do sistema HACCP?
- e) Explique como o sistema 5S poderá melhorar a qualidade de vida dentro de uma casa ou república estudantil.
- f) Qual foi a importância do *codex alimentarius* para os modernos programas de qualidade na indústria de alimentos? Explique, realizando um resgate histórico sobre o *codex*.

20) As boas práticas de fabricação na produção de rações

Chegamos, talvez, ao capítulo mais importante deste livro, onde buscaremos amarrar parte das informações que discutimos anteriormente, embora a maioria delas seja aplicada somente às matérias primas e produtos finais acabados. De qualquer maneira, neste capítulo discorreremos sobre a importância e aplicação do BPF, um marco para a qualidade dos produtos para alimentação animal no Brasil e um importante horizonte para que a fábrica de ração consiga entregar produtos com qualidade assegurada a seus clientes.

20.1) Considerações iniciais

A normativa de Boas Práticas na Produção de Rações é comumente denominada de “BPF”, ou ainda normativa 4, pois foi implementada através da publicação da Instrução Normativa 04/2007 do MAPA. Além de outros objetivos, este documento visou a padronização dos estabelecimentos de produção de ração no Brasil com vistas a atender normas e padrões internacionais. Deve-se destacar que grande parte do conteúdo do documento se originou de normas já implementadas internacionalmente, publicadas a partir do *Codex Alimentarius* e programa *Good Manufacturing Practises*.

Sendo publicada em 23/02/2007, a normativa inicialmente estipulou o prazo de 365 dias para entrega do plano de implementação do BPF e 545 dias para adequação total das fábricas. Dessa maneira, ao final de 2008, todas as fábricas de ração já deveriam estar em harmonia com essa nova legislação. Além de melhor profissionalização de todo o seguimento, principalmente das pequenas fábricas, essa nova exigência aumentou consideravelmente o número de oportunidades para profissionais de nível superior na fábrica de rações, pois cada uma delas necessita de um responsável técnico pelo controle da qualidade, além de auxiliares para compor a equipe da qualidade.

Assim, todas as fábricas de ração que comercializam sua produção devem se adequar às normas propostas por aquela instrução normativa. Chamamos atenção para o fato de que, na atualidade, ainda não há obrigatoriedade em fábricas que produzem ração para a própria granja, sem haver venda externa. Contudo, é altamente indicado que nesta situação a fábrica procure seguir a essa normativa, haja vista que haverá maior nível de qualidade e segurança alimentar para os animais, reverberando em melhor estado de bem-estar.

Todos os estabelecimentos que produzem ou fracionam alimentos para animais estarão sujeitos à fiscalização pelo MAPA através de seus fiscais agropecuários. Estes fiscais utilizarão o anexo I da normativa, sendo este intitulado “Regulamento técnico sobre as condições higiênico sanitárias e de boas práticas de fabricação para estabelecimentos fabricantes de produtos destinados a alimentação animal”, sendo um documento norteador em caso de auditoria, importante também para que a fábrica de ração elabore seu manual da qualidade. Embora não seja mais válido para auditoria, o anexo II da IN 04/2007, ou roteiro de inspeção do BPF, é um importante documento para que a equipe da qualidade possa verificar como está a saúde da qualidade na fábrica, ou seja, como está o grau de atendimento à normativa. Este último anexo era utilizado também para determinação da pontuação da fábrica, numa escala que poderia variar de zero a 100, facilitando também a identificação das não conformidades.

20.2) Atribuição de responsabilidades para execução, verificação e monitoramento

Como um sistema para garantia da qualidade, o BPF deverá atribuir responsabilidades a todos os envolvidos no processo, pois todos deverão estar cientes disso bem como se conscientizarem sobre a importância do seu trabalho para a qualidade do produto final acabado.

Assim, dentro dos procedimentos operacionais padrões (POPs), as atividades deverão ser atribuídas para colaboradores diversos, citando-se a função do responsável. Um segundo colaborador deverá verificar se o procedimento foi realizado e um terceiro colaborador ficará responsável pelo monitoramento de todo o processo. Dessa maneira, obrigatoriamente, os responsáveis por estas atividades devem haver recebido treinamento para a execução ou ter formação técnica comprovada, como no caso do responsável pela qualidade ou responsável técnico. Além disso, conforme o tipo de registro, todos deverão estar assinando-os para comprovação da execução, monitoramento e verificação. Chamamos atenção de que quando houver auditoria do fiscal agropecuário, empresa terceirizada ou da própria equipe de qualidade da empresa, toda esta documentação deverá estar facilmente acessível.

20.3) As necessidades de treinamento

Um dos pilares para garantia da qualidade nas fábricas de ração é dar treinamento para os diversos colaboradores envolvidos, sendo isso um grande desafio para a equipe da qualidade, principalmente devido a motivos como o estrangulamento do tempo

disponível, o baixo nível de escolaridade dos colaboradores ou mesmo não estar dentro da política de várias fábricas “tradicionalistas”.

Contudo, deve-se destacar que para atribuir responsabilidades aos colaboradores, os responsáveis devem também oferecer treinamento, devendo isto ser registrado. Em caso de auditoria, os auditores verificarão este detalhe de maneira sistemática, podendo gerar graves não conformidades quando não se atende a estes requisitos.

20.4) Principais pontos da normativa 04/2007

20.4.1) Manual da qualidade

Todas as fábricas de alimentos para animais ou fracionadoras deverão apresentar um documento identificado como manual da qualidade, que será elaborado a partir de normas, definições e especificidades do estabelecimento, ingredientes e produtos, instruções de trabalho, modelos dos registros, fluxogramas de produção, descrição de matérias primas e parâmetros da qualidade, programa de treinamento de colaboradores, programa de saúde do pessoal, procedimentos operacionais padrão, definição dos processos, etc. Poderá ser encadernado ou na forma de pasta.

Na prática, se percebe que esse é o alvo da equipe da qualidade, o objetivo final a ser alcançado, ou seja, os profissionais trabalharão para elaborar toda a documentação da qualidade e reuni-la em um único tomo, mantendo-o atualizado e acessível a todos.

20.4.2) Matérias primas

São consideradas matérias primas (MP) os ingredientes legalmente utilizados na formulação das rações, tais como milho, farelo de soja, farelo de trigo, aditivos, etc. Todas as MP devem constar em uma lista com informações sobre cada uma delas. As MP autorizadas pelo MAPA estão atualmente descritas na portaria 359/2021, devendo este documento ser consultado para elaboração do POP 01, sendo um dos seus documentos referência. Deve-se utilizar somente MP permitidas na legislação e o seu nível de qualidade deve ser documentado através de registros.

A fábrica de rações somente poderá receber matérias primas a partir de fornecedores previamente avaliados e cadastrados, em consonância com o POP 01. Dentro da logística de matérias primas, o sistema PEPS “primeiro que entra/primeiro que sai” pode ser adotado, o que contribuirá para redução do tempo de estocagem das matérias primas, facilitando a logística da fábrica. Contudo, obviamente, a fábrica poderá considerar a data de validade das matérias primas, utilizando o sistema PVPS “primeiro

que vence/primeiro que sai”, evitando assim problemas como a perda de materiais de longo prazo de utilização, tais como alguns aditivos.

As MP devem ser armazenadas em condições que garantam a proteção contra a contaminação e reduzam ao mínimo as perdas da qualidade nutricional ou deteriorações. A equipe da qualidade deve estar ciente de que a boa qualidade dos ingredientes será peça chave para se potencializar a qualidade dos produtos finais acabados.

O transporte de MP deve ser feito em veículos apropriados, estando limpos e livres de contaminação. No ato do recebimento pela fábrica, devem ser registradas as condições de limpeza do caminhão, origem do produto, peso, data e horário da entrega. Os registros das operações de carregamento e descarregamento devem estar disponíveis com todas as informações que forem julgadas como importantes, devendo haver também a assinatura do(s) profissional(is) responsável(is) pelo recebimento.

Para fins de auditoria, os parâmetros analíticos com especificações das MP e suas tolerâncias, planos de amostragem e controle de qualidade, registros de amostras, laudos, registros de análises e gráficos de controle, cadastro de fornecedores e seu acompanhamento, relatórios de auditorias nas instalações dos fornecedores, são alguns dos documentos que devem fazer parte da comprovação de que este item está sendo atendido, devendo estar de alguma maneira vinculados ao POP 01 e anexos. Os resultados analíticos obtidos a partir da recepção das matérias primas devem estar descritos em registros, devendo estes estarem em local de fácil acesso.

20.4.3) Edificações e instalações

As edificações e instalações devem estar de acordo com a normativa 04, embora esta não traga informações detalhadas sobre este tema, deixando abertura para adaptações diversas e implementação de novas tecnologias e tendências. Muitas empresas que projetam as instalações para fábricas de ração já buscam atender a estes requisitos. Deve-se chamar atenção para o fato de que muitas fábricas de ração tiveram que modificar parte de sua estrutura para atender às exigências propostas pela IN 04, o que gerou a necessidade de elevados investimentos em diversas fábricas.

As instalações devem contemplar um sistema de evacuação de efluentes eficiente. Todas as fábricas devem dispor de vestiários, sanitários e banheiros adequados, devendo haver unidades separadas por sexo (banheiro masculino e banheiro feminino). Instalações que favoreçam a completa higienização das mãos devem estar disponíveis para os colaboradores e os procedimentos de higiene devem ser adotados, havendo nos locais de

higienização, instruções de fácil visualização. Os ambientes de trabalho da fábrica devem possuir iluminação e ventilação adequadas. As instalações devem conter uma área para armazenamento de produtos a serem devolvidos ou reprocessados. Essa área pode ser delimitada com faixas ou pintura do chão, devendo haver uma placa de identificação. Outras áreas serão demandadas para outros fins.

Recomenda-se que os interessados em montar uma fábrica de ração, além de lerem e interpretarem a IN 04/2007, consultem outros profissionais com maior experiência afim de discutirem sobre as melhores propostas relacionadas às edificações e instalações na fábrica. Há também na atualidade, várias empresas que oferecem consultoria para montagem de fábricas.

20.4.4) Equipamentos e utensílios

Os utensílios utilizados no processo não devem ser tóxicos ou absorventes, além de apresentarem superfície lisa e serem confeccionados a partir de material resistente, como o aço inoxidável, não sendo permitida a madeira (exceção para paletes).

Um plano de manutenção preventiva e corretiva deve ser implementado na fábrica. Para fins de auditoria, manuais de operação do fabricante e da empresa, instruções de trabalho, rotinas de manutenção, procedimentos, planos e registros de validação, programas de calibração periódica e identificação visível dos equipamentos são alguns dos itens utilizados para comprovação do atendimento aos requisitos exigidos. Todos estes documentos devem estar ligados aos POPs e/ou registros relacionados bem como serem arquivados em local estratégico, afim de permitir fácil localização.

20.4.5) Calibragem de equipamentos e utensílios

As fábricas de ração devem garantir que os instrumentos de medidas ofereçam resultados confiáveis, e assim, a calibração periódica se torna necessária e imprescindível em todos os sistemas de qualidade. A calibragem dos equipamentos e utensílios deve apresentar periodicidade para cada tipo de equipamento ou utensílio e estar definida no POP 06. São passíveis de calibração na fábrica de rações as balanças, termômetros, manômetros, potenciômetros (pHmetros), medidores de umidade e outros instrumentos de medida. Estes equipamentos deverão receber selos de calibração, sendo necessário um rigoroso controle da data de validação para cada selo ou certificado. Conforme o POP 06 demandará, todo certificado de calibração deverá ser devidamente arquivado para comprovação em auditoria.

20.4.6) Limpeza e higienização das instalações

Dentro das fábricas de rações os ambientes devem ser mantidos em boas condições de conservação e funcionamento. Não se pode esquecer que a natureza da fabricação de rações considera um ambiente que contém pó em suspensão, o qual normalmente se acumula locais diversos. A limpeza é essencial para minimizar os efeitos do acúmulo de pó bem como para melhorar o ambiente de trabalho, reverberando em maior nível de bem-estar da equipe. De qualquer maneira, deverá haver um programa de limpeza elaborado e documentado, estando este atrelado ao POP 02, além de registros que comprovem a sua execução conforme a frequência previamente estipulada.

É importante que imediatamente após o término da jornada de trabalho, ou quantas vezes for necessário, o chão, as estruturas de apoio e as paredes das áreas de manipulação de produtos recebam limpeza e/ou organização, mesmo que seja de forma rápida e simplificada, estando todos os colaboradores envolvidos nesta tarefa, seja de forma direta ou indireta.

É rigorosamente proibida a presença de animais em qualquer parte da fábrica de ração. Pombos, ratos, gatos, etc, são muito comuns em fábricas de ração, sendo muitas vezes de difícil controle, sendo este tema abordado no POP 07.

Para fins de auditoria, os manuais de limpeza e conservação, instruções e rotinas de verificação, resultados de análises de campanhas periódicas e contratos com empresas especializadas são alguns dos documentos utilizados para comprovação de atendimento aos requisitos estipulados para a higiene e saúde do pessoal.

20.4.7) Higiene e saúde do pessoal

Como comentado, os programas de qualidade dão bastante ênfase ao bem-estar e à promoção da saúde física e mental dos colaboradores nas empresas. A fábrica de ração deverá verificar a saúde do empregado na sua contratação e de forma periódica e para isso poderão ser necessários exames médicos, fonoaudiológicos, etc, sendo a empresa responsável pela contratação desses exames.

Pessoas doentes ou feridas não poderão trabalhar na elaboração dos produtos. Um colaborador gripado, por exemplo, não poderá estar envolvido com o processo produtivo, podendo este ser deslocado para a área administrativa provisoriamente.

O colaborador deve lavar as mãos sempre que necessário. Hábitos vulgares (procedimentos não higiênicos ou práticas anti-higiênicas) não devem ser permitidos na fábrica, devendo haver treinamento e conscientização dos colaboradores para este item.

Na área de manipulação de produtos as pessoas devem se manter sempre uniformizadas, protegidas, calçadas adequadamente e com os cabelos cobertos (bonés ou toucas).

O uniforme deve estar limpo e a fábrica deve garantir número suficiente. O colaborador não deverá sair com o uniforme em ambiente externo e além disso, para evitar a contaminação cruzada, trabalhadores de linhas diferentes (como linhas verde e vermelha) não poderão ter acesso mútuo.

No interior da fábrica é proibido comer ou fumar. O uso do EPI (equipamento de proteção individual) é obrigatório. Para fins de auditoria os organogramas funcionais, descrições de cargos e funções, registros de treinamentos realizados, planos de treinamento e programas de motivação, são alguns dos documentos utilizados para comprovação de atendimento a estes requisitos.

Há que se destacar que para que tudo isso aconteça de maneira harmônica a engrenagem fundamental será a conscientização dos colaboradores, sendo essa uma das maiores missões de toda a equipe da qualidade.

20.4.8) Contaminação cruzada

A contaminação cruzada é um dos itens de maior preocupação do MAPA, sendo a sua prevenção bastante cobrada pelos seus fiscais agropecuários. Deve ser entendida como a presença de resíduos em locais ou alimentos onde não poderiam estar, podendo ser oriunda de contaminações nos equipamentos, instalações, uniforme, etc. Neste sentido, as fábricas de ração devem desenvolver procedimentos rigorosos para sua prevenção.

Para deixar mais claro citamos alguns exemplos. Numa fábrica de ração onde se fabricam alimentos para equinos e bovinos, pode-se utilizar o aditivo monensina sódica para os segundos animais. Os equinos são extremamente sensíveis e não podem receber concentrados que contenham a monensina. Desta maneira, a fábrica deverá elaborar procedimentos que garantam que a monensina utilizada para bovinos não chegue aos equinos, utilizando para isso uma sequência correta de batidas de ração bem como uma limpeza de arraste (*flushing*), sendo tudo isso descrito no POP 07. Ainda nesta mesma linha de raciocínio, numa fábrica que elabora alimentos para suínos, somente a fase de terminação poderá receber o aditivo ractopamina, conforme legislação vigente em 2023. Sendo assim, a ração para esta categoria deverá ser a última na sequência previamente estabelecida, devendo o misturador receber limpeza de arraste, guardando o milho utilizado neste procedimento para a próxima batida de ração para suínos em terminação.

Chamamos atenção para o fato de que, em caso de linhas verde (isenta de produtos de origem animal) e vermelha (presença de produtos de origem animal) na mesma empresa, os colaboradores das duas linhas não podem ter acesso à outra linha que trabalha, sendo necessário, inclusive, diferentes uniformes, além de separação física.

20.4.9) Processo de fabricação da ração

Os fluxogramas do processo devem ser definidos, documentados e estarem disponíveis dentro do manual da qualidade. Instruções de trabalho podem ser preparadas e devem estar em locais de fácil acesso aos colaboradores que as utilizam, estando também dentro do manual da qualidade da empresa, associadas aos POPs.

Quanto à água, há maior rigor naquela adicionada às rações, devendo essa ser potável, ausente de patógenos ou contaminantes.

A elaboração e fabricação das rações deverá ser realizada por equipes capacitadas e supervisionada por pessoal tecnicamente competente. A fábrica deve dispor de documentos que comprovem a capacidade técnica de seus colaboradores, estando esses documentos armazenados no departamento de pessoal da empresa. Além desta comprovação, a fábrica deverá arquivar de maneira eficiente os registros relacionados com a capacitação e treinamento de seus colaboradores.

Deve-se evitar a contaminação e deterioração no interior da fábrica, devendo os colaboradores zelarem principalmente pelo seu local de trabalho. A frase “do meu ambiente cuidado eu” pode ser um *slogan* a ser estimulado e seguido por todos, impactando de maneira positiva sobre o bem-estar geral dos colaboradores.

O material de embalagem deve ser adequado ao produto, não oferecendo perigo de contaminação, sendo proibida a reutilização de embalagens.

O responsável técnico da qualidade deverá garantir a implementação e controle de todas as medidas, sendo ele fundamental para estímulo e condução dos colaboradores e do processo, assim como para liderar a equipe da qualidade. Além disso, ele deve buscar sempre despertar nos colaboradores a ideia de que todos são uma equipe, e que, portanto, são parte integrante de todo processo.

Em função do risco inerente ao produto destinado à alimentação animal, deverão ser mantidos registros apropriados da elaboração, produção e distribuição, conservando-os por um período de no mínimo dois anos, aumenta-se para três anos em caso de produto medicamentoso. Esses registros devem ser escritos de forma legível e organizada, sem rasuras, além de estarem disponíveis em local de fácil acesso. Para facilitar a

rastreabilidade, como num caso de reclamação de clientes, estes registros serão peça chave para se buscar entender algum problema ou para que a fábrica de ração comprove a eficiência de seus processos.

Para fabricação de rações medicamentosas a fábrica de rações deve ter autorização do MAPA conforme a portaria 798 do MAPA (BRASIL, 2023).

Para fins de auditoria, manuais de operação, instruções de trabalho, registros de operação, sequências de operação, rotinas de limpeza, especificação técnica dos produtos, resultado de análises, registros de entrada e saída de material, registros de peso, inventários, manuais de rastreabilidade e registro de treinamentos são alguns dos documentos utilizados para comprovação de atendimento aos requisitos.

20.4.10) Identificação, armazenamento e transporte de matérias-primas e produtos acabados

Deve-se trabalhar para se manter a qualidade dos ingredientes desde o seu recebimento na fábrica, até a chegada do produto final acabado no comedouro dos animais. Todo o material deve ser corretamente identificado, sendo a identificação um quesito fundamental para todo o processo de garantia da qualidade, sendo cobrada não só em BPF, mas em quaisquer sistemas da qualidade.

O prazo de validade dos produtos deve ser indicado em todas as embalagens, conforme legislação vigente. A maior parte das rações têm prazo de validade de três meses. Algumas rações, principalmente as extrusadas para cães e gatos, apresentam validade de até um ano, sendo isso possível graças ao processamento da ração, uso de aditivos adequados, tecnologia de embalagens e atmosfera controlada (como a redução do nível de oxigênio interno).

Dentro da fábrica, a carga e descarga dos materiais deve ser realizada em local separado das áreas de elaboração dos produtos. Esse local deve ser obrigatoriamente coberto. Os veículos transportadores devem estar em boas condições de uso, não devendo haver perigo de contaminação. É necessário que haja um registro para verificação da integridade do caminhão e da carga no momento da expedição, sendo este importante também para rastreamento de problemas relacionados com aparecimento de mofo visível em lojas agropecuárias ou a nível de cliente. O controle logístico é fundamental também para a área de expedição.

O piso, bem como o local de expedição, deve ser demarcado conforme as várias áreas necessárias na fábrica de ração, principalmente em áreas especiais como a de

armazenamento de produtos devolvidos. Para fins de auditoria, plantas e disposição dos produtos nos armazéns, identificação dos locais de armazenamento, manuais de limpeza e conservação, instruções de trabalho, registros de treinamentos, registro das operações de limpeza, identificação dos locais de quarentena e de locais para produtos interditados, são alguns dos documentos utilizados para comprovação do atendimento aos requisitos deste item.

20.4.11) Controle e combate às pragas

Devido à sua natureza, a fábrica de ração sempre vai ter a presença de alguma praga, pois trabalhamos com alimentos para animais, tais como insetos, pássaros e pequenos mamíferos. Neste sentido, nosso controle será destinado à manutenção de uma população máxima destas pragas, que não nos proporcione dano algum as nossas matérias primas e produtos finais acabados. Em suma, as pragas nunca serão eliminadas em sua totalidade, sendo nosso objetivo a manutenção da sua população sob controle.

Todas as fábricas de ração deverão dispor de um programa de controle e combate às pragas. Este programa poderá ser planejado e realizado por empresa terceirizada, o que atualmente acontece na imensa maioria das fábricas de ração. Para fins de auditoria, o contrato com empresas especializadas, identificação dos locais para armazenamento, instruções de trabalho, instruções de operação e de segurança e registro de intervenções efetuadas, são alguns dos documentos utilizados para comprovação de atendimento aos requisitos. Tudo isso deverá estar cuidadosamente atrelado ao POP 07 do manual de BPF.

20.4.12) Gestão da qualidade e segurança dos alimentos

O estabelecimento deve contar com uma equipe própria da qualidade, composta pelo responsável técnico e auxiliares, variando o tamanho da equipe conforme o tamanho da fábrica de ração. Contudo, deve-se destacar aqui que todos os colaboradores da fábrica devem estar conscientizados da sua importância para promoção da qualidade, sendo o responsável da qualidade apenas o “maestro desta orquestra”.

Deve haver uma política da qualidade que inspire confiança, e como já citado, deve haver também um manual da qualidade, estando este disponível para todos os colaboradores da fábrica. Para fins de auditoria o sistema de documentação e atualização, planos de controle de qualidade, gráficos de controle, controle de matérias-primas e produtos por lote, rastreabilidade por lotes, cadastro de fornecedores, registros de produção, guias de remessas, planos de auditorias, registros de auditorias internas e

externas, registros de reclamações e de não conformidade e de ações corretivas, são alguns dos documentos utilizados para comprovação do atendimento aos requisitos.

20.4.13) Rastreabilidade

A rastreabilidade está relacionada à compreensão e identificação da qualidade e do trâmite dos produtos ou matérias primas a qual foram submetidos. De uma maneira mais clara, a rastreabilidade responde às seguintes perguntas: de onde vieram estes produtos? para onde foram estes produtos? como foram transportados estes produtos? como estava a qualidade dos ingredientes quando este produto foi elaborado? etc...

Para que o sistema de rastreabilidade seja eficiente, deve haver todo um conjunto de documentos, composto principalmente por registros, os quais estarão atrelados aos POPs e serão necessários para possibilitar a elucidação da origem e destinação dos materiais, além de todo processo.

Para efeitos de auditoria, os registros de acompanhamento e controle de lotes de produção, identificação do número do lote nas embalagens de produto final acabado, registro do número de lote em todos os materiais e matérias-primas armazenados, registro dos números de lote nas notas fiscais de compra e de venda, cadastro de fornecedores e cadastro de clientes são alguns dos documentos utilizados para comprovação de atendimento.

20.4.14) A manutenção preventiva

Dentro de um programa de qualidade, a manutenção preventiva de equipamentos torna-se fundamental para a continuidade do processo produtivo e se caracteriza por um conjunto de operações preventivas realizadas para se minimizar a ocorrência de interrupções inesperadas. A própria limpeza periódica das instalações faz parte deste processo.

Esta necessidade é muito fácil de ser entendida quando consideramos um automóvel que possuímos. Se os proprietários proporcionam revisões periódicas nos veículos (pelo menos anual), a probabilidade de “ficar na estrada” será bem menor. Na fábrica não será diferente, podendo-se evitar prejuízos elevados relacionados à parada da produção por algumas horas ou dias.

Para sermos mais claros ainda, imagine que um sistema leva automaticamente o material dosado até o misturador e não houve manutenção preventiva desde a sua instalação. Pode acontecer que parte deste volume pesado não chegue ao misturador, pois

o sistema de roscas sem fim pode oferecer alguma folga interna e não levar o material ao destino, permanecendo parte considerável no tubo. Tudo isso favorece o desbalanceamento dos alimentos para animais, principalmente se considerado microingredientes, o que pode impactar negativamente no desempenho, saúde e longevidade.

Para exercícios sobre o BPF, veja apêndice 30, lista de exercícios XVII.

21) Os POPs – Procedimentos Operacionais Padrões

Os POPs são uns dos itens mais importantes para se “amarrar” o sistema da qualidade e muitas vezes são confundidos com o próprio manual. A sua compreensão e elaboração é complexa, se exigindo dos responsáveis elevado conhecimento do sistema, experiência prévia, bem como muito estudo e trabalho para seu aperfeiçoamento.

21.1) Considerações iniciais

Segundo a normativa 04/2007 de BPF, o procedimento operacional padrão, popularmente chamado de POP, “é a descrição pormenorizada e objetiva de instruções, técnicas e operações rotineiras a serem utilizadas pelos fabricantes de produtos destinados a alimentação animal, visando a proteção, a garantia de preservação da qualidade e da inocuidade das matérias primas e produto final e a segurança dos manipuladores”. Como a definição acima é complexa, sugerimos uma mais simples e clara, onde os POPs são documentos que devem definir como fazer os procedimentos, quem vai fazer, quem vai monitorar, quem vai verificar, quais os registros a serem preenchidos e o que vamos fazer em caso de não conformidades, dentre outras informações.

A normativa 04/2007 exige pelo menos nove POPs distintos e na prática poucas fábricas de ração usam um número maior, visando principalmente a facilitação de todo o processo, além de se evitar documentação em demasia. Estes POPs serão a base do manual da qualidade.

Todos os POPs devem ser aprovados, datados e assinados pela direção da empresa e pelo responsável pelo controle de qualidade, sendo obrigatoriamente revisados pelo menos uma vez ao ano. Todos os procedimentos devem estar em local de fácil acesso para os responsáveis pela execução das atividades, bem como às autoridades competentes que podem, por ventura ou denúncia, realizar auditorias na fábrica.

21.2) Como elaborar um POP?

Elaborar um POP não é tarefa fácil, mesmo porque a boa compreensão do mesmo somente virá após a primeira tentativa de elaboração e revisão. Contudo, aqui forneceremos algumas informações básicas e uma sequência lógica para a sua redação.

Há que se destacar que os POPs devem ser escritos de maneira clara e objetiva, sem redundância, procurando-se descrever os vários itens citados no item 7.2 da normativa 4/2007, onde está escrito o seguinte texto: “os POPs devem descrever os

materiais e os equipamentos necessários para a realização das operações, a metodologia, a frequência, o monitoramento, a verificação, as ações corretivas e o registro, bem como os responsáveis pelas execuções. As ações corretivas devem contemplar o produto, a restauração das condições sanitárias e as medidas preventivas.” Tudo isso é o que chamamos de itens obrigatórios de um POP e constituem a sua espinha dorsal. Além disso, a normativa 04 estabelece nos itens 7.5 a 7.13 os itens obrigatórios para cada um dos nove POPs, os quais serão aqui também comentados de forma específica para cada POP.

Para elaboração do POP, a empresa poderá utilizar de um modelo contínuo sem limite de folhas, descrevendo os procedimentos a partir de tópicos. Esta estrutura de POP não limita o volume de informações a ser registrado.

Inicialmente deve haver um cabeçalho mostrando itens como nome da empresa, nome e numeração do POP, código, revisão ou edição, data e numeração de página. Também será necessário um rodapé, apontando as datas de elaboração, aprovação e revisão, bem como os responsáveis por estas ações. As figuras 63 a 71 apresentam a estrutura deste POP de maneira simplificada para fins didáticos. Na prática esta descrição poderá ser mais longa e complexa.

Os itens a seguir deverão ser considerados para elaboração do POP.

Objetivo ou propósito: deve-se contar, de maneira clara e direta, o objetivo do POP em questão.

Referências e complementares: este item deve-se responder sobre quais serão os documentos referências para este POP e neste ponto podem ser citadas normas oficiais, documentos padrões publicados por órgãos oficiais, livros ou outros documentos importantes.

Alcance ou escopo: deve-se responder às perguntas de para quem e onde este POP será aplicado.

SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE ARCHÉ Nutrição Animal	Atenas – GRECIA	
	Código	POP- 4
	Revisão	01
POTABILIDADE DA ÁGUA E HIGIENIZAÇÃO DO RESERVATÓRIO	Página	1 de 12

1. PROPÓSITO

Estabelecer procedimentos adotados para manter a segurança da água utilizada na fabricação de alimentos destinados à alimentação animal, para higiene pessoal dos colaboradores e consumo humano.

2. DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA E COMPLEMENTARES

Instrução Normativa nº 4, de 23 de fevereiro de 2007 – Regulamento técnico sobre as condições higiênico-sanitárias e de boas práticas de fabricação para estabelecimentos fabricantes de produtos destinados à alimentação animal - estabelecido pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – M.A.P.A..

ANEXO XX DA PORTARIA DE CONSOLIDAÇÃO Nº 5 DO MINISTÉRIO DA SAÚDE DE 03 DE OUTUBRO DE 2017.

Portaria nº 2.914, de 12 de dezembro de 2011 – Procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade.

PORTARIA GM/MS Nº 888, DE 4 DE MAIO DE 2021 – Dispõe sobre os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade

3. ESCOPO

Este documento aplica-se às instalações de abastecimento e distribuição da água utilizada no processo produtivo de ração, alimentos destinados à alimentação animal e ao consumo humano.

Figura 63 – Parte de um POP 4 simplificado, apontando os itens de “propósitos”, “documentos de referência e complementares” e “escopo”.

Definições: deve haver uma definição clara, sucinta e objetiva para cada um dos itens que se considera importante para melhor compreensão do POP.

4. DEFINIÇÕES

Água potável: água que atenda ao padrão de potabilidade estabelecido na Portaria 2.914 de 12 de dezembro de 2011 e que não ofereça riscos à saúde.

Adequado: que é bom ou próprio para determinado efeito, lugar ou objetivo, associado a algum padrão previamente estabelecido.

Higienização: procedimentos de limpeza e sanificação/desinfecção.

Limpeza: é a eliminação de terra, restos de alimentos, pó ou outras matérias indesejáveis.

Padrão de potabilidade: conjunto de valores permitidos como parâmetro da qualidade da água para consumo humano.

Data da elaboração: 02/11/2023	Data da revisão: 27/06/2024	Data da aprovação: 28/06/2024
Elaborado por: Socrates Responsável Técnico	Revisado por: Sócrates Responsável Técnico	Aprovado por: Platão Proprietário / Administrador Responsável Legal

Figura 64 – Parte de um POP 4 simplificado, apontando os itens de “definições” e rodapé

Responsabilidade e autoridade: é um dos pontos chave de um POP, delegando-se atribuições aos colaboradores e responsáveis.

Descrição das atividades: aqui se deve descrever o que realmente será feito para se atingir o objetivo do POP, devendo-se utilizar linguagem clara e objetiva, gastando-se o espaço que for necessário para este fim.

5. RESPONSABILIDADES E AUTORIDADE

Cargo	Responsabilidade
Responsável técnico	Avaliar os laudos de análises emitidos por empresa terceirizada ou empresa de abastecimento.
Gerente de produção	Realizar análises de cloro residual da água dos pontos saída da caixa d'água; Assegurar a execução da higienização e limpeza das caixas d'água. Realização de vistoria mensal no reservatório de água.
Operador especializado	Realizar a limpeza das caixas d'água conforme as atividades descritas no 6º item.

6. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES

Metodologia (método, frequência, responsáveis e materiais)

6.1 Fonte de abastecimento

A água utilizada nas diversas atividades é oriunda da concessionária (COPASA).

A água fornecida pela concessionária COPASA já vem tratada, e os parâmetros de tratamento são contidos na conta mensalmente. Estes parâmetros deverão ser conferidos pelo responsável técnico.

Figura 65 – Parte de um POP 4 simplificado, apontando os itens de “responsabilidade e autoridade” bem como “descrição das atividades”

Monitoramento: deverá apontar os responsáveis pelo monitoramento bem como onde e como realizar esta ação.

7. MONITORAMENTO

O que monitorar		Como monitorar	Quem monitorar	Quando monitorar	Onde Registrar
7.1 Fonte de abastecimento	Potabilidade da água	Por meio de análises microbiológicas e físico-químicas realizadas pela empresa de abastecimento	Gerente de produção	Semestral	Controle de potabilidade da água provida por empresa de abastecimento
7.2 Monitoramento das condições da caixa d'água	Condições das caixas d'água e reservatórios	Verificação visual da integridade	Gerente de produção	Mensal	Monitoramento de caixas d'água
7.3 Higienização da caixa d'água	Higienização da caixa d'água	Higienização das caixas e reservatório	Colaborador treinado	Semestral	Controle de higienização da caixa d'água
7.4 Níveis de cloro residual	Os níveis de cloro residual na água para consumo proveniente da COPASA.	Por meio de análise realizada por meio de kit dosador de cloro	Gerente de produção	Diariamente	Monitoramento de cloro residual de água para consumo

Figura 66 – Parte de um POP 4 simplificado, apontando o itens de “monitoramento”

Ações corretivas: devem ser apontadas as ações que visam corrigir as não conformidades que possam vir a acontecer no processo.

8. AÇÕES CORRETIVAS

Item	Ação corretiva	Responsável		Registro
		Execução	Acompanhamento	
8.1 Fonte de abastecimento com nível de cloro mais baixo que o indicado	1. Adquirir água potável para utilização para consumo humano até que os padrões de potabilidade sejam restaurados. 2. Repor cloro na caixa d'água através de pastilhas para tratamento conforme o volume da caixa d'água 3. Notificar a empresa de abastecimento	Gerente de produção	Responsável técnico	Comprovante de compra de água Controle de potabilidade da água Registro POP- 4A
8.2 Caixa d'água com avarias	Solicitação de manutenção na caixa d'água.	Administrador	Gerente de produção	Monitoramento de caixas d'água Registro POP- 4B
8.3 condições de armazenamento da água inadequadas	1. Higienizar novamente a caixa d'água.	Colaborador treinado	Responsável técnico	Limpeza das caixas d'água Registro POP- 4D

Figura 67 – Parte de um POP 4 simplificado, apontando o itens de “ações corretivas”

Verificação: verificar é diferente de monitorar, sendo a primeira mais ampla e normalmente executada pelo responsável técnico. Assim, este item deverá apontar o responsável por verificar se todos os procedimentos propostos estão sendo cumpridos.

9. VERIFICAÇÃO

O que verificar		Como verificar	Quem verificar	Quando verificar	Onde registrar
9.1. Potabilidade e da água	Potabilidade da água	Leitura e análise crítica do atendimento dos parâmetros das análises microbiológicas e físico-químicas	Responsável técnico	Semestral	Laudo de análises microbiológicas e físico-químicas Registro POP 4A Registro POP 4D
9.2. Condições das caixas d' água e reservatórios	Condições e integridade das caixas d' água e reservatórios	Leitura e análise crítica do preenchimento da planilha de higienização da caixa d' água	Responsável técnico	Mensal (Quando finalizar a planilha)	Monitoramento de caixas d' água Registro POP-4B
9.3 Condições de armazenamento	Higienização da caixa d' água	Leitura e análise crítica do preenchimento da planilha de higienização da caixa d' água	Responsável técnico	Semestral (Quando realizar a higienização)	Monitoramento de caixas d' água Registro POP-4B

Figura 68 – Parte de um POP 4 simplificado, apontando o item “verificação”

Registros: serão a comprovação de que aquilo que foi proposto foi também executado. Devem ser fiéis ao que foi descrito no POP bem como serem “chamados” pelo POP.

10. REGISTROS

Identificação do registro	Indexação	Arquivamento	Armazenamento	Tempo de retenção	
				Armazenamento	Disposição
Controle de potabilidade da água provida por empresa de abastecimento - Registro POP 4A	Cronológica crescente	Pastas suspensas	Arquivo do setor da qualidade	2 anos	Arquivo inativo
Monitoramento de caixas d' água - Registro POP4B	Cronológica crescente	Pastas suspensas	Arquivo do setor da qualidade	2 anos	Arquivo inativo
Monitoramento do nível de cloro residual Registro POP 4C	Cronológica crescente	Pastas suspensas	Arquivo do setor da qualidade	2 anos	Arquivo inativo
Limpeza das caixas d' água Registro POP 4D	Cronológica crescente	Pastas suspensas	Arquivo do setor da qualidade	2 anos	Arquivo inativo

Figura 69 – Parte de um POP 4 simplificado, apontando o item de “registros”

Apêndice: aqui se podem anexar os registros referentes a este POP bem como algum outro documento que se considerar importante.

Histórico de revisões: neste ponto deve-se citar as revisões sofridas pelo POP bem como sua natureza e responsáveis por isso.

11. APÊNDICE

- Registro POP 4A - Controle de potabilidade da água provida por empresa de abastecimento
- Registro POP 4B – Monitoramento de caixas d’água
- Registro POP 4C - Monitoramento do nível de cloro residual
- Registro POP 4D - Limpeza das caixas d’água

12. HISTÓRICO DAS REVISÕES

REVISÃO	DATA	NATUREZA DA MUDANÇA	RESPONSÁVEL
00	02/01/2023	Criação do documento	Sócrates Platão
01	27/06/2024	Atualização do documento	Sócrates Platão

Figura 70 – Parte de um POP 4 simplificado, apontando os itens de “apêndice” e “histórico das revisões”

Registros: podem estar disponíveis dentro do POP, sendo sugerido que tenham número suficiente de linhas para se completar uma página. As assinaturas nos registros são imprescindíveis, devendo-se ficar claro quem executa cada atividade, quem monitora e quem executa.

POP 4C – Monitoramento do nível de cloro residual				
Data	Nível de cloro	Ação corretiva	Observação	Assinatura

Executado por

Monitorado por

Verificado por

Figura 71 – Exemplo de um registro para controle do nível de cloro residual. Na prática um registro deverá ter mais linhas, aproveitando-se melhor a extensão da folha.

Ainda sobre os POPs, estes não necessitam obrigatoriamente descreverem todos os procedimentos em seu corpo, pois conforme o POP em questão, este seria demasiadamente longo. Sendo assim, o POP pode “chamar” instruções de trabalho que serão anexas a este POP. Por exemplo, no POP um, para recepção do milho, poderá estar descrito: “A amostragem e avaliação das cargas de milho serão realizadas conforme instrução de trabalho número IT01-1”. Logo, nesta instrução de trabalho, será descrita, passo a passo, a metodologia para amostragem, classificação e determinação da umidade do milho. Instruções de trabalho diversas podem ser citadas dentro de um POP, devendo as mesmas estarem disponíveis como anexos do mesmo.

21.3) Procedimentos operacionais padrões obrigatórios

Nesta obra, todos os nove POPs obrigatórios são sumariamente descritos nos próximos itens.

21.3.1) Qualificação de fornecedores e controle de matérias primas e de embalagens

Em nossa opinião, é o POP mais importante entre os nove, sendo complexo, amplo e estratégico, além de crucial para o bom funcionamento da fábrica de rações e garantia da qualidade do produto final acabado. Sendo assim, sugerimos muita atenção na redação, manutenção e atualização deste POP.

Através de um bom sistema de seleção de fornecedores, a fábrica evitará problemas diversos relacionados com a qualidade. Na prática, caso a fábrica seja extremamente rigorosa com seus fornecedores, poderá haver uma elevação substancial no preço de suas matérias primas, estando isso relacionado com o nível de qualidade que os produtos devem alcançar. Fábricas de rações super premium para cães, por exemplo, investem mais em produtos de excelente qualidade, sendo isso justificado pelo elevado valor agregado em seus produtos. Um outro ponto a se destacar é que um extremo rigor com os fornecedores pode resultar em dificuldades na aquisição de matérias primas tradicionalmente problemáticas, como a farinha de carne e ossos.

São várias as formas de se selecionar um fornecedor, podendo se citar o envio de questionários específicos, a auditoria prévia no local, a exigência de um sistema de qualidade implantado, etc. Esta forma de seleção deverá estar descrita claramente no POP. O ideal seria que a fábrica auditasse todos os seus fornecedores *in loco*, mas isso pode necessitar de muito tempo além de gerar despesas elevadas.

Para descrição das matérias primas e seus parâmetros, o Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal (SENDIRAÇÕES, 2023A), O livro de qualidade de alimentos de Butolo (2010) bem como as tabelas de Rostagno et al. (2024) poderão ser importantes fontes para consulta, assim como outros livros. Destaca-se aqui também a importância da IN 110/2020 (BRASIL, 2020), que traz as matérias primas passíveis de serem utilizadas no Brasil e seus parâmetros, devendo ser citada e consultada para elaboração deste POP.

O POP 01 deve citar também todos os procedimentos relacionados ao controle de qualidade no recebimento de matérias, como por exemplo, como será feita a amostragem e classificação do milho. Para que não fique demasiadamente longo, haja vista que são várias as matérias primas recebidas pela fábrica, este POP poderá estar associado a instruções de trabalho, devendo-se “chamar” cada uma delas dentro do POP.

Deve-se destacar que conforme a normativa 04/2007, as embalagens necessitam de um local de armazenamento próprio, deixando somente na área de produção aquelas utilizadas para pronto uso.

A partir deste POP a empresa estará respondendo às seguintes perguntas: como receberei minhas matérias primas? Como eliminarei maus fornecedores? Como escolherei bons fornecedores? Quais são os padrões químico-bromatológicos para as principais matérias primas? etc. Além das perguntas anteriores, esteja também atento(a) para o que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.5: “os POP referentes à qualificação de fornecedores, de matérias-primas e de embalagens devem especificar os critérios utilizados e os procedimentos adotados para a qualificação dos fornecedores e o controle de matérias-primas e de embalagens. Deve-se prever um local para depósito das não aprovadas”.

21.3.2) Limpeza e higienização das instalações, equipamentos e utensílios

É um POP que propõe procedimentos de limpeza em vários equipamentos e locais da fábrica, bem como estabelece a periodicidade dos mesmos. Por exemplo, como, quando e quem serão os responsáveis pela limpeza do misturador da fábrica e onde será feito este registro.

Na prática do dia a dia tudo isso envolverá grande comprometimento dos colaboradores da empresa, até mesmo para que cuidem de suas máquinas e de seu ambiente de trabalho, buscando mantê-lo limpo e organizado. A limpeza favorece o bom funcionamento dos equipamentos, sendo importante também dentro dos procedimentos de manutenção preventiva. São passíveis de sofrerem limpeza periódica e registro, o

misturador, silos, secadores, etc, além do próprio ambiente de trabalho, incluindo o piso da fábrica.

São perguntas a responder com este POP: quais áreas e equipamentos serão limpos? quem será o responsável por tal limpeza? como os colaboradores serão treinados para executarem as tarefas? qual a periodicidade de cada tarefa? etc. Além das perguntas anteriores, esteja também atento para o que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.6: “Os POP referentes às operações de limpeza/higienização de instalações, equipamentos e utensílios devem conter informações sobre a natureza da superfície de operação a ser higienizada, método de higienização, produtos utilizados com a devida concentração, princípio ativo e tempo de ação, temperatura da água, enxágue e outras informações que se fizerem necessárias. O desmonte dos equipamentos deve ser previsto, quando aplicável, e os equipamentos em manutenção devem estar identificados”.

21.3.3) Higiene e saúde do pessoal

Neste POP devem ser apresentadas informações relacionadas ao processo de avaliação inicial da saúde dos colaboradores pela empresa (exames de admissão), exames periódicos bem como práticas higiênicas e anti-higiênicas, reposicionamento de enfermos e normas de conduta no interior da fábrica. O próprio plano de treinamento dos colaboradores, item essencial para o manual da qualidade, deverá conter alguns treinamentos relacionados a este POP.

Deve propor também um sistema eficiente que garanta que os colaboradores usem uniformes limpos, e para isso, pode ser interessante a utilização de números ou letras nos uniformes ou ainda cores para cada dia ou períodos da semana. Este POP deve descrever também a correta utilização de equipamentos de proteção individual (EPI). Devem haver também instruções de fácil visualização nos locais de lavagem das mãos e higienização. São perguntas a responder com este POP: como deve ser o procedimento para admissão de colaboradores? quais exames deverão ser realizados pelos colaboradores já contratados e qual a periodicidade? quem dará o treinamento sobre práticas higiênicas e quais os assuntos a serem abordados? como vamos garantir que nossos colaboradores estejam com uniforme adequado? etc. Além das perguntas anteriores, esteja também atento para o que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.7: “Os POP referentes à higiene e saúde do pessoal devem especificar, no mínimo, os procedimentos em relação ao uso e higiene dos uniformes, hábitos higiênicos, higiene pessoal, higiene antes e durante as operações,

exames laboratoriais, atestados médicos, presença de funcionários com lesões visíveis ou sintomas de infecções e treinamento específico”.

21.3.4) Potabilidade da água e higienização do reservatório

Esse POP deve descrever os procedimentos aplicados para garantia da qualidade da água, bem como os procedimentos para higienização da caixa d’água e os responsáveis por sua execução. Na prática vários são os problemas que podem danificar o sistema de abastecimento de água, devendo-se acompanhar e prevenir avarias.

Com este POP a empresa poderá responder às seguintes perguntas: como a fábrica de rações garantirá a qualidade da água utilizada nos processos? quais princípios ativos serão utilizados para tratamento da água? onde estão localizadas as caixas d’água e qual a sua frequência de limpeza? como vou garantir que a caixa d’água esteja em boas condições de funcionamento? etc. Além das perguntas anteriores, esteja também atento para o que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.8: “Os POP referentes à potabilidade da água e higienização de reservatório devem especificar o padrão de potabilidade microbiológico e físico-químico e abordar as operações relativas ao controle da potabilidade da água, incluindo todas as etapas: captação, tratamento, armazenamento, distribuição, pontos de coleta de amostras, coleta de amostras, análises, monitoramento, ações corretivas, verificação e registros. Devem estabelecer sempre a frequência da execução das análises, dos monitoramentos, da verificação e da limpeza dos reservatórios”.

21.3.5) Prevenção de contaminação cruzada

É talvez o POP em que os fiscais agropecuários do MAPA aplicam maior nível de rigor, sendo uma grande preocupação brasileira frente ao rigoroso comércio internacional.

Em linhas gerais, deve abordar toda a forma de prevenção da contaminação cruzada pela fábrica de ração. A empresa deverá elaborar e descrever neste POP uma sequência lógica de batidas utilizando o misturador, desde uma espécie mais sensível, até as de menor sensibilidade a determinados princípios ativos e ingredientes, conforme legislação. Uma sequência de batidas é apresentada na figura 72, devendo o RT da fábrica determinar uma sequência conforme as especificidades, sendo esta documentada então no POP 5.

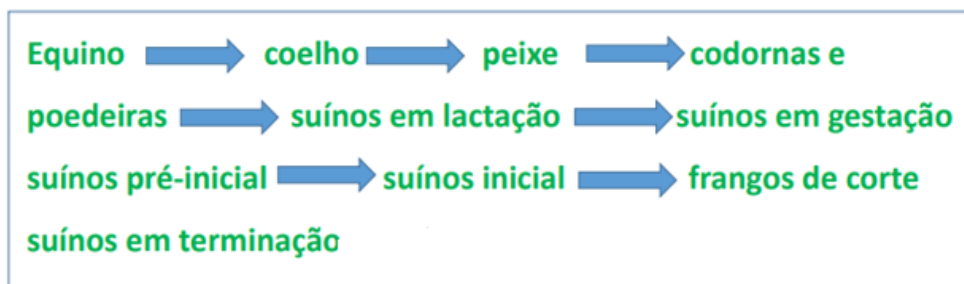


Figura 72 – Exemplo de uma sequência a ser utilizada na fabricação de rações para se evitar a contaminação cruzada. Chama-se atenção para que esta sequência é apenas um exemplo teórico e que na prática o responsável técnico deverá ser bem criterioso para a sua elaboração

Deve-se destacar que cada fábrica deverá estipular sua frequência, através de um estudo minucioso sobre os ingredientes e princípios ativos/aditivos utilizados para confecção dos diferentes tipos de ração, sendo este trabalho realizado pelo responsável técnico da fábrica.

Após a última batida deve-se fazer uma limpeza no misturador a partir de milho moído (limpeza de *flushing*). Este material poderá ser utilizado para confecção da última ração da sequência, haja vista que poderá conter resíduo de algum ingrediente ou aditivo que somente é utilizado nesta ração. Este procedimento de limpeza deverá ser descrito no POP e registrado em formulário específico.

Para ficar mais claro, tomemos um exemplo: a fábrica de ração ARCHÉ comercializa alimentos para suínos em terminação, sendo utilizada a ractopamina na formulação para esta categoria. Como este aditivo é atualmente liberado somente para esta espécie e categoria específica, nenhum outro animal poderá receber algum resíduo de ractopamina e inclusive, a presença desta substância na carne pode embargar grandes quantidades exportadas e gerarem muito prejuízo ao agronegócio brasileiro. Assim, após a confecção desta ração, a qual é a última da sequência, o misturador deve receber uma limpeza de *flushing*.

É necessário informar aqui que atualmente as fábricas de ração são montadas em basicamente duas linhas, uma verde, onde não se pode utilizar produtos de origem animal, e uma linha vermelha, onde é permitido o uso de produtos de origem animal. As duas linhas devem estar completamente separadas na fábrica, não devendo haver conexão direta. Além disso, os colaboradores de uma linha não podem ter acesso a outra, sendo importante para isso a utilização de diferentes uniformes. Acrescenta-se a esta necessidade o fato de que muitas fábricas de ração possuem uma planta inteira destinada

à fabricação de alimentos completos para cães e gatos, devendo a contaminação cruzada ser inexistente.

Com este POP a empresa poderá responder às seguintes perguntas: o que faremos para evitar a contaminação cruzada na fábrica? Como será a separação física entre as linhas e o que farei para que um colaborador de uma linha não acesse à outra? Qual será minha sequência de fabricação para que evitemos contaminação cruzada a nível de misturador? etc. Além das perguntas anteriores, esteja também atento ao que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.9: “O POP referente à prevenção de contaminação cruzada devesse identificar os possíveis locais e formas de ocorrência de contaminação cruzada, aplicando os princípios obrigatórios do POP”.

21.3.6) Manutenção e calibração de equipamentos e instrumentos

É um POP muito importante para garantir que os equipamentos e instrumentos informem de forma correta e com segurança, sobre os níveis e valores que estão medindo, definindo claramente quais deles devem sofrer processo de calibração e em qual periodicidade, além dos responsáveis por esta ação. Na prática são calibradas as balanças, termômetros, nanômetros, determinadores de umidade, potenciômetros (pHgâmetro), dentre outros, ou seja, todo instrumento que nos ofereça números deverá ser calibrado, independente de que fase do processo estamos considerando.

Além destas definições, este POP é também uma excelente oportunidade para que a fábrica descreva o plano de manutenção preventivo, onde o principal objetivo deverá ser o de evitar a interrupção inesperada dos equipamentos. Esta situação pode ser bastante crítica na fábrica e gerar grandes prejuízos.

Com este POP a empresa poderá responder às seguintes perguntas: quais serão os equipamentos a serem calibrados e sua periodicidade? como será a manutenção preventiva e calibração de cada um destes equipamentos? Como evitarei que meus equipamentos quebrem e isso interrompa a fabricação de ração? Além das perguntas anteriores, esteja também atento(a) para o que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.10: “Os POP referentes à manutenção e calibração de equipamentos e instrumentos devem detalhar as operações de manutenção e calibração de cada equipamento e instrumento envolvido no processo produtivo”.

21.3.7) Controle integrado de pragas

Embora a equipe da qualidade deva elaborar este POP, normalmente o planejamento e execução do controle integrado de pragas é realizado por empresa terceirizada, a qual tem maior especialização neste tipo de procedimento, que envolve muita complexidade e especificidade. Esta empresa fará visitas periódicas na fábrica e deverá ter um diálogo muito estreito com a equipe da qualidade. Assim, deve-se destacar que a verificação e monitoramento das pragas no ambiente é de responsabilidade de todos os colaboradores da empresa.

Este procedimento deve definir também quais são os princípios ativos a serem utilizados bem como as concentrações. Os responsáveis devem elaborar um mapa com os pontos de isca para pragas.

São perguntas a responder com este POP: quais são as principais pragas em minha fábrica de ração? Como vou eliminar ou controlar a população de cada uma das pragas no ambiente? Quais princípios ativos vou utilizar no controle químico das pragas? etc. Além das perguntas anteriores, esteja também atento para o que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.11: “Os POP referentes ao controle integrado de pragas devem contemplar as medidas preventivas e de controle. No caso da adoção de controle químico, os procedimentos operacionais também devem especificar grupos químicos dos produtos utilizados, nome, princípio ativo, concentração, local e forma de aplicação do produto, frequência de sua utilização, assim como o responsável pela execução da tarefa. As empresas terceirizadas contratadas devem ter o registro próprio no Órgão competente”.

21.3.8) Controle de resíduos e efluentes

Este POP é relativamente fácil de se elaborar e deve deixar claro quais serão os procedimentos para armazenamento temporário e destino dos resíduos gerados na fábrica de rações, bem como estabelecer os responsáveis pelas ações relacionadas. Na prática, os principais resíduos gerados são as sacarias, paletes de madeira, bombonas, ração de varredura, etc. Para cada um destes resíduos deve estar documentado um destino bem como os responsáveis para que o correto controle aconteça.

São perguntas a responder com este POP: quais são os principais resíduos originados na minha fábrica de ração? Se há algum efluente líquido, haverá algum tipo de tratamento? Com que frequência serão recolhidos os principais resíduos? Quem serão os responsáveis por estas ações? Além das perguntas anteriores, esteja também atento(a) para o que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.12: “Os POP referentes ao

controle de resíduos e efluentes devem discriminar o responsável pelo destino dos resíduos além dos itens obrigatórios de um POP”.

21.3.9) - Programa de rastreabilidade e recolhimento de produtos (*Recall*).

Embora não seja comum na indústria de alimentos para animais, os procedimentos de recolhimento do produto, comumente conhecidos como *recall*, são muito utilizados na indústria de automóveis e demonstram seriedade e inspiram confiança nos consumidores. Devido ao rápido consumo e curto prazo de validade dos alimentos para animais, as fábricas de ração podem ser, de certa forma, inibidas a noticiar alguma necessidade urgente de troca de um produto, que por ventura, já tenha sido consumido pelos animais.

Contudo, são muito comuns reclamações diversas por parte de produtores e tutores sobre a qualidade da ração, podendo variar desde um mofo visível dentro do prazo de validade, até casos mais graves que envolvem a morte dos animais. Neste sentido, este POP tem a importante incumbência de descrever sobre como são executados os procedimentos que facilitam a rastreabilidade dos produtos, objetivando assim a identificação da origem das não conformidades, se houverem. Deve-se chamar atenção que todos os formulários de registros da fábrica fazem parte da rastreabilidade e sua consulta e fácil localização serão importantes em caso de problemas.

A fábrica deve também manter um sistema de atendimento ao consumidor, estando isso documentado no POP. Além disso, devem haver registro correspondentes. São perguntas a responder com este POP: como será o procedimento de recall a ser adotado pela fábrica de ração e quem serão os responsáveis? Como será o programa de atendimento ao consumidor? Além das perguntas anteriores, esteja também atento para o que a normativa 04/2007 apresenta em seu item 7.13: “Os POP referentes ao programa de rastreabilidade e recolhimento de produtos (*recall*) devem estabelecer como será a rastreabilidade, por meio do histórico de cada lote ou partida produzidos, desde a origem das matérias-primas utilizadas até o destino final do produto acabado. Devem ser estabelecidos os procedimentos do *recall* a serem seguidos para o rápido e efetivo recolhimento do produto, a forma de segregação dos produtos recolhidos e seu destino final, além dos responsáveis pela atividade”.

21.4) Por onde começo na elaboração do meu manual da qualidade?

Esta é justamente uma pergunta comum para aqueles que tem pouca experiência ou que começaram recentemente a trabalhar com a qualidade em fábricas de ração.

Não podemos deixar de considerar que começar um manual da qualidade a partir do zero é muito difícil e que existem vários manuais da qualidade que são vendidos “prontos”, ou seja, que é possível comprar a partir do contato com alguns profissionais. Deve ficar claro que cada fábrica de ração é específica e que todo o manual da qualidade deverá ser ajustado conforme as especificidades do estabelecimento. Desta maneira, caso o responsável técnico aproveite algum material pronto, advindo de outro profissional, este material deverá ser revisto, discutido e modificado conforme as circunstâncias. Destacamos que caso o material não esteja em conformidade com a realidade da empresa, se correrá o risco de graves intervenções ou multas por parte do MAPA.

Outra dica importante que sugerimos aos profissionais é justamente utilizar o roteiro de inspeção do MAPA (anexo II da normativa 04/2007) que, embora não seja mais utilizada pelo fiscal, pode ser um bom termômetro para que a equipe da qualidade possa identificar a atual situação da empresa, e assim, elaborar um plano de ação a ser apresentado à direção da fábrica.

21.5) Ferramenta para controle do BPF

O volume de trabalho da equipe da qualidade é imenso, principalmente quando aplicado elevado nível de rigor e controle em todas as fases do processo. Para facilitar a organização, a equipe pode contar com ferramentas digitais.

Indicamos o aplicativo BPF fácil, desenvolvido pelo zootecnista João Franz Tegethoff, responsável técnico por fábricas de rações, que apresenta informações de forma rápida segura e objetiva, sendo uma ferramenta interessante para uso pela equipe da qualidade.

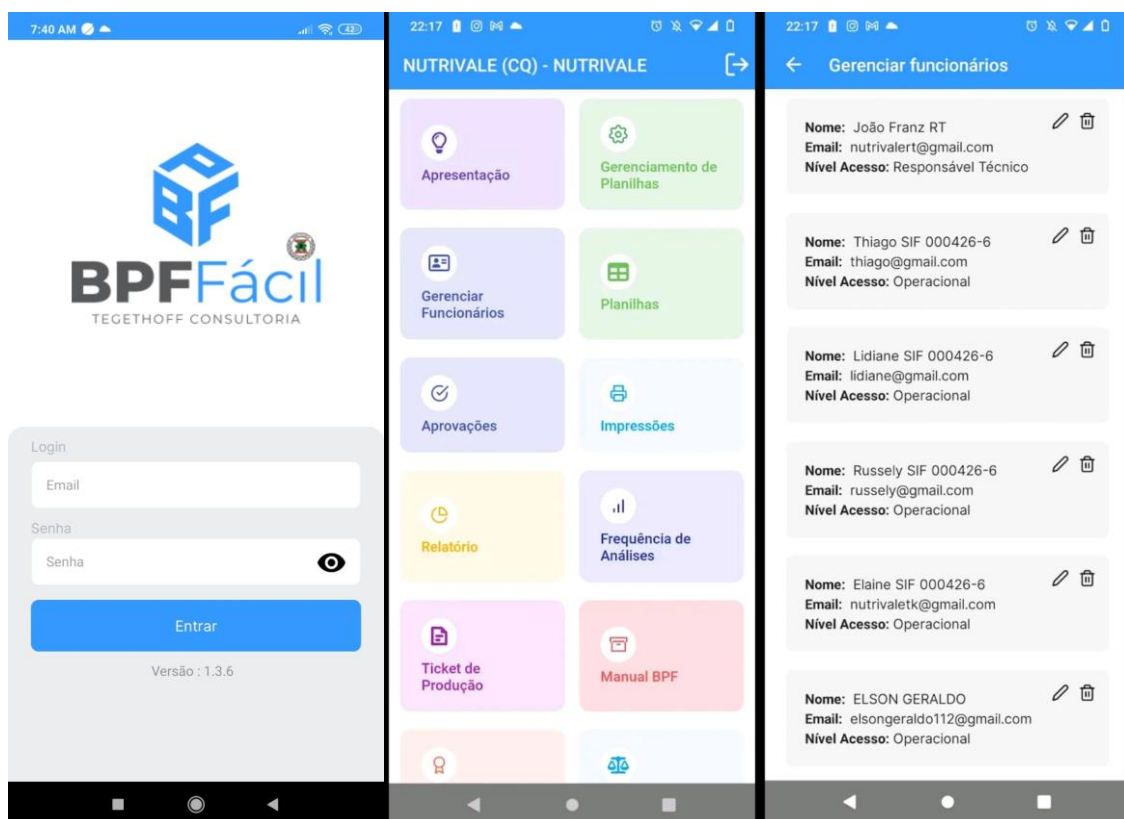


Figura 73 – Telas do aplicativo BPF Fácil para gerenciamento do BPF em fábricas de ração.

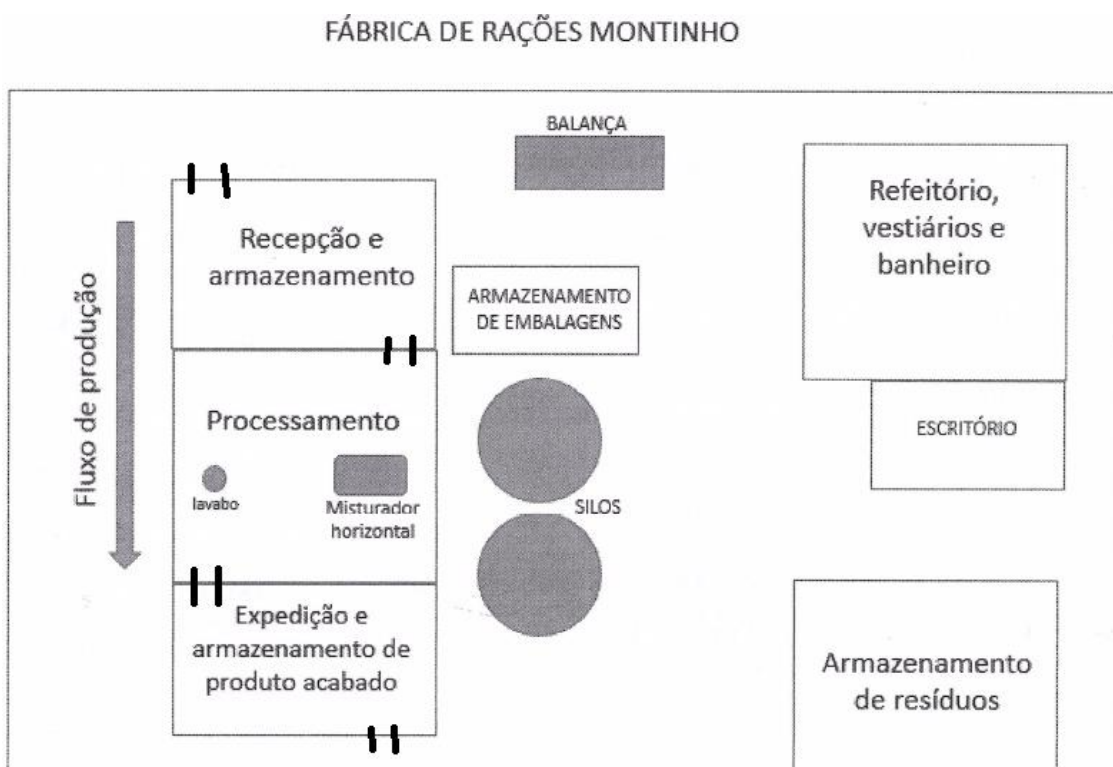
Aplicativo disponível na *Play Store*

Apêndice 30– Lista de exercícios XVII

PARA AS QUATRO PRÓXIMAS QUESTÕES, VAMOS CONSIDERAR QUE VOCÊ TRABALHA NA “ZOOVETQUIAGRO SOLUÇÕES”, UMA EMPRESA QUE TEM UMA EQUIPE MULTIDISCIPLINAR DE PROFISSIONAIS ESPECIALIZADOS NA ÁREA DE ANÁLISE E CONTROLE DE QUALIDADE E QUE PRESTA CONSULTORIA, REALIZA ANÁLISES, TREINAMENTOS, RECRUTAMENTO, PALESTRAS, PROJETOS, ETC.

- a) Uma fábrica de ração da região de Paraisópolis solicitou a consultoria da ZOOVETQUIAGRO para implantar o BPF. Assim, após sua primeira visita na fábrica, ficaram constatadas as seguintes condições:

Fábrica de ração com misturador horizontal, produzindo rações para cavalos, suínos, poedeiras e frangos de corte. Sequência de fabricação utilizada: frangos de corte → poedeiras → suínos → cavalos, paredes rebocadas com argamassa e pintadas de amarelo, cada funcionário recebe 5 uniformes numerados utilizando um em cada dia, piso liso pintado de preto, lâmpadas fluorescentes com proteção contra estilhaçamento, um banheiro para homens (somente homens trabalham lá), pé direito de 8mts que permite ventilação, armazenamento de resíduos em local distante da fábrica (50 mts), embalagens armazenadas em sala adjacente à planta da fábrica, controle integrado de pragas realizado por empresa terceirizada, milho recebe pre-limpeza utilizando-se peneira vibratória, área de descarrego ou expedição sem telhado ou proteção contra chuvas (não chove na região), todos os ingredientes são identificados em lotes, área de ingredientes fora de conformidade ou produtos devolvidos ausente, presença de grande quantidade de sujeira no piso da área de recepção (mais que o normal), há farinhas de carne e ossos armazenada entre os ingredientes, até o presente momento não há registro de nenhum treinamento realizado, não há procedimentos operacionais padrões descritos, há caixinhas “portaiscas” espalhadas equidistantemente nos cantos das paredes internas da fábrica (oito ao total) .



Agora, considerado o texto das condições avaliadas bem como o desenho da fábrica, teu primeiro trabalho à frente desta consultoria será montar uma tabela especificando as não conformidades, a situação ideal (detalhada) e as formas de sanar cada não conformidade (detalhada).

Faça uma tabela:

NÃO CONFORMIDADE	AÇÃO CORRETIVA (O QUE FAZER)
------------------	------------------------------

- b) Agora a Rações Montinho procurou a ZOOVETQUIAGRO para implantar o BPF na fábrica. Contudo, a fábrica de ração é muito desorganizada e não tem praticamente nada escrito (como alguns exemplos que vimos neste semestre). Faça então um plano de trabalho explicando como você vai atuar. Quais serão as fases, quais documentos vai adotar, etc.
- c) Agora a ZOOVETQUIAGRO está assumindo a responsabilidade técnica pelo controle de qualidade da fábrica de rações “Tudo ou nada” e você deverá fazer um plano de ações para que a fábrica implemente o BPF. Comente como isso será feito, quais serão os documentos base, ações, fases, etc.

- d) Para o BPF você terá que escrever o manual da Qualidade. Explique como você vai fazer isso, quais documentos o compõe, etc.
- e) Você gostou demais do tema de BPF e assim vai ser especializar mais na graduação sobre o assunto. Cite e comente três diferentes maneiras de se melhor especializar.
- f) A sequência de fabricação da ração é um dos itens mais importantes para prevenção da contaminação cruzada em uma fábrica. Explique quem e como é elaborada esta sequência de fabricação.

Apêndice 31: Sugestão de Trabalho de BPF

Para este trabalho, os estudantes deverão preencher o roteiro de inspeção (anexo II da normativa 4/2007), devendo ser preenchidos o cabeçalho e itens solicitados, verificando a sugestão para divisão dos grupos. Este roteiro deverá ser entregue preenchido a lápis ou caneta (sem a necessidade de se passar a limpo).

Cada grupo, de 2 a 4 alunos, deverá elaborar um POP (procedimento operacional padrão) conforme o item indicado. Para fazer o POP, os estudantes deverão consultar a normativa 04/2007, verificando os itens necessários para cada POP. Poderá ser usado também, o modelo do POP.

Para cada não conformidade observada no momento da inspeção, deverá ser apresentada a situação ideal bem como a ação corretiva a ser aplicada, conforme a tabela a seguir.

Não Conformidades	Situação ideal	Ações corretivas

Conforme o tema, os estudantes poderão entregar fluxogramas, cartazes, esquemas, etc. Todos os grupos deverão elaborar uma tabela de registros referente ao POP criado pelo grupo.

Assim, deverão ser entregues cinco itens sendo:

- 1) Roteiro de inspeção preenchido
- 2) Tabela de não conformidades, situação ideal e ações corretivas
- 3) Procedimento operacional padrão (POP)
- 4) Registro citado pelo POP
- 5) Item extra

Sugestões de temas para os grupos

Grupo	Nº pessoas	Nome do POP	Itens no Roteiro de inspeção	Documentos extras a entregar
1	2 a 4	Qualificação de fornecedores e controle de matérias primas e de embalagens	- Item 1: 1.1 Área externa - C (Avaliação de POP): 1 Qualificação de fornecedores e controle de matérias primas, ingredientes e embalagens	Parâmetros de qualidade das principais matérias primas
2	2 a 4	Limpeza/Higienização de instalações, equipamentos e utensílios	- Item 1: 1.2 Área interna (piso, tetos paredes e portas) - C (Avaliação de POP): 2 Limpeza/Higienização de instalações, equipamentos e utensílios	Programa periódico de limpeza dos itens da fábrica
3	2 a 4	Higiene e saúde do pessoal	- Item 1: 1.2 Área interna (iluminação, janelas, ventilação) - C (Avaliação de POP): 3 Higiene e saúde do pessoal	Cartazes ensinando como lavar as mãos corretamente
4	2 a 3	Potabilidade da água e higienização do reservatório	- Item 1: 1.3 Instalações sanitárias e vestiários para os funcionários - C (Avaliação de POP): 4 Potabilidade da água e higienização do reservatório	Padrão de potabilidade da água
5	2 a 4	Prevenção da contaminação cruzada	- Item 1: 1.4 Lavatórios para a área de produção - C (Avaliação de POP): 5 Prevenção da contaminação cruzada	Fluxograma de preparo das rações
6	2 a 4	Manutenção e calibração de equipamentos e instrumentos	- Item 1: 1.5 Instalações - C (Avaliação de POP): 6 Manutenção e calibração de equipamentos e instrumentos	Certificado de calibração de um equipamento
7	2 a 4	Controle integrado de pragas	- Item 1: 1.6 Equipamentos e utensílios - C (Avaliação de POP): 7 Controle integrado de pragas	Mapa da fábrica com a localização das iscas.
8	2 a 3	Controle de resíduos e efluentes	- Item 2: Programa de treinamento de funcionários - C (Avaliação de POP): 8 Controle de resíduos e efluentes	Programa de treinamento para os funcionários
9	2 a 4	Programa de rastreabilidade e recolhimento de produtos (Recall).	- Item 3: Controle do processo de produção, armazenamento e expedição. - C (Avaliação de POP): 9 Programa de rastreabilidade e recolhimento de produtos (Recall).	Fluxograma de rastreabilidade dos produtos da fábrica.

22) Como me preparo para o trabalho de responsável técnico da qualidade em fábricas de ração?

O responsável técnico pela qualidade nas fábricas de ração será a engrenagem principal de um complexo sistema que envolve dezenas ou centenas de outras partes. Sua formação técnica e humana é assunto de extrema importância, sendo normalmente muito pouco discutido nas escolas. Aqui apresentaremos algumas informações já apresentadas e discutidas em palestras, sala de aula, defesas de estágio, diálogo com profissionais de fábrica e fiscais agropecuários.

22.1) Que virtudes devo desenvolver para ser o responsável pela qualidade?

Começamos nossa discussão por algo muito cobrado na atualidade pelas empresas, as virtudes pessoais. Um responsável da qualidade lidará com pessoas principalmente (além de muita documentação) e assim deverá ter grande facilidade de relacionamento para que busque sempre o diálogo com todos os colaboradores, afim de tomar as melhores decisões. Deve ser uma pessoa acessível e comunicativa, pois atenderá a todos os colaboradores de forma direta e indireta, além de oferecer treinamentos, devendo dominar bem as técnicas de oratória.

A resiliência será fundamental para seu dia a dia, haja vista que diversos problemas diretos e indiretos serão de sua responsabilidade. A proatividade será também uma virtude chave, haja vista que deverá tomar a frente para que várias ações necessárias aconteçam.

Além disso, deve também gostar de trabalhar com normas, documentos, legislação ou outro tipo de marcos regulatórios. Deverá acompanhar o lançamento e se inteirar sobre novas legislações relacionadas. Além disso, deve dispor de conhecimentos técnicos para elaboração e edição de documentos, apresentações, planilhas, etc.

Deve ser criterioso, pois toda a qualidade da empresa dependerá de um sistema que esteja bem “amarrado”. Assim, deve ser minucioso para coleta e anotação dos dados bem como para implementar ações corretivas e preventivas.

Por fim, mas não menos importante, destacamos a sua capacidade de ser organizado, ou seja, deve planejar e conseguir organizar muitos documentos de forma estratégica e que apresentem facilidade de localização. Isso será importante num dia de auditoria, onde é normal haver certa insegurança originada a partir do contato com auditores e fiscais.

22.2) Quero me especializar em BPF, o que faço?

Principalmente após a exigência de BPF através da normativa 04/2007, o controle de qualidade em fábrica de rações tem empregado muitos egressos dos cursos de graduação em zootecnia, medicina veterinária, agronomia, química e áreas afins. Contudo, pouco é o conteúdo ministrado sobre este tema se considerados os cursos citados anteriormente. Já em alguns cursos e áreas da engenharia, conteúdo considerável sobre programas de qualidade é discutido, embora dificilmente seja visto o conteúdo específico para fábricas de rações. Dessa maneira, sugerimos fortemente a todos aqueles que desejam ingressar neste importante campo de trabalho, as ações citadas nos itens a seguir. Começaremos com aquelas que podem ser feitas ainda na graduação.

22.2.1) Cursar disciplinas relacionadas

Curse bem as disciplinas que estejam disponíveis em sua grade curricular bem como disciplinas em outros cursos. Para efeito de exemplificação, os estudantes de graduação em Zootecnia do IFMG Bambuí podem cursar as seguintes disciplinas:

- Análise e controle de qualidade dos alimentos para animais (obrigatória)
- Gestão da qualidade (optativa)
- Gestão da qualidade de alimentos (optativa)

22.2.2) Trabalho de conclusão de curso relacionado ao BPF

Tivemos a oportunidade de orientar estudantes em seus TCCs que tinham como tema principal o controle de qualidade na indústria de rações e que hoje trabalham como responsáveis técnicos em fábricas. Assim, como treinamento, participavam de um longo processo de elaboração e defesa do TCC, pensando e respondendo a questões diversas da qualidade. Destaca-se aqui que esta não é uma área fácil para se encontrar trabalhos, livros, documentos, etc, que serão necessários para a confecção do TCC. A sua base principal será a própria documentação do MAPA.

Sugere-se fazer um estudo de caso para alguma fábrica de ração ou ainda elaborar o manual da qualidade para a fábrica de ração da própria escola, dentre outras possibilidades. Para efeito de exemplificação, os seguintes TCCs sobre qualidade foram elaborados e aprovados em nossa escola, considerando os últimos 3 anos:

- Manual da qualidade para a fábrica de rações do IFMG – Campus Bambuí (COELHO, 2021)
- 15 anos das boas práticas de fabricação (BPF): o que mudou? (SOARES, 2023).

- Atribuições e desafios do responsável técnico em fábricas de rações (SANTOS, 2023)

22.2.3) Estágio interno e participação em projetos de extensão

Toda escola de ciências agrárias costuma ter também uma fábrica de ração, sendo muito comum que esta fábrica necessite de ajustes diversos. Assim, conforme a estrutura curricular dos cursos, procure saber com os professores se há algum estágio na fábrica disponível para os estudantes, obrigatório ou não obrigatório.

Além disso, pode ser que o corpo docente ofereça algum tipo de projeto de extensão envolvendo fábricas de ração da região. Esta extensão universitária vem sendo mais cobrada nas escolas a partir de 2023 e pode ser crucial para melhoria do ensino e atendimento à comunidade.

Para efeito de exemplificação, as seguintes atividades tem sido realizadas no IFMG Bambuí considerando-se os últimos anos:

- Programa de estágio orientado na fábrica de ração, dividido em quatro partes, sendo “chão de fábrica”, “laboratório de bromatologia”, “formulação” e “controle de qualidade”. O programa deste estágio pode ser acessado no drive: https://docs.google.com/document/d/1Fox_hJYWMt0bqOOH8nKcxZXmFT3GeHx6/edit?usp=sharing&ouid=105008794773627550400&rtpof=true&sd=true
- Projeto de extensão “Oficina da Nutrição Animal”, que contempla várias ações de extensão e dentre elas a revisão de POPs e treinamento de colaboradores em fábricas de ração.

22.2.4) Estágio supervisionado (obrigatório) em fábricas de rações

Todos os estudantes devem realizar uma carga horária de estágio supervisionado conforme o projeto político pedagógico (PPC) de cada curso, sendo esse muitas vezes chamado de estagio obrigatório. Assim, para aqueles estudantes que desejam se especializar melhor e aumentarem a sua rede de contatos (*networking*), será crucial a realização de um estágio supervisionado, sendo sugerido um mínimo de três meses. Lembre-se que há situações que somente serão vividas no âmbito trabalhista e que as escolas são limitadas para ilustrar algumas situações de campo. Assim, recomendamos fortemente que os estagiários vivenciem o dia a dia de uma fábrica de ração.

22.2.5) Estágio em escritório do MAPA acompanhando o trabalho do fiscal agropecuário

Embora não se tenham muitas vagas nestes postos, é altamente indicado que os interessados na qualidade procurem os fiscais agropecuários do MAPA, em cada um dos escritórios regionais, afim de verificarem oportunidades de estágio. Há fiscais agropecuários do MAPA que são referência neste assunto de BPF, sendo necessário se verificar a possibilidade de estágio em cada escritório.

Para que isso aconteça é necessário se adequar à programação do fiscal bem como verificar trâmites referentes à documentação do estágio. De qualquer forma, esta é uma grande oportunidade para o estagiário em formação, que possibilita a sua participação em visitas e auditorias, além dos procedimentos relacionados à documentação.

21.2.5) Cursos sobre o BPF bem como sobre legislação na produção de rações

Estes podem ser realizados durante a graduação, embora necessitam de maiores investimentos e normalmente são realizados após a graduação. Abordam de maneira bastante prática e específica os procedimentos da qualidade em fábrica de rações, oportunizando também aos participantes a formações de *networking*. Embora de maneira esporádica algumas escolas oferecem este tipo de curso, poucas instituições o oferecem de maneira regular. Para efeito de exemplificação, o seguinte curso tem datas previstas para 2024 e é realizado de maneira regular:

- Curso de BPF do SINDIRACÕES – Informações disponíveis em: <https://sindiracoes.org.br/cursos/bpf/>

O CPT-Viçosa também oferecia este curso de maneira regular, não havendo mais informações em seu site. Também é nossa intenção disponibilizar gratuitamente um curso de formação complementar em “Análise e controle de qualidade dos alimentos para animais” e deixa-lo disponível no canal do Youtube “Nutrição Animal Fácil”.

22.2.6) Especialização em controle de qualidade na indústria de rações

A pós-graduação poderá ser iniciada tão logo se termine a graduação, sendo extremamente indicado que os profissionais já tenham contato com o mercado de trabalho. Através de uma especialização *latu sensu* o profissional poderá se especializar melhor bem como se atualizar nesta área do conhecimento, além de criar um amplo *networking*. Existem escolas que oferecem a especialização na área de nutrição e alimentação animal, devendo os interessados buscarem contato com o coordenador do curso em questão. Por

já conhecer o trabalho e ter participado da equipe de colaboradores, indicamos a especialização em “Gestão da Qualidade em Fábricas de Rações” da FAZU - Uberaba.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES A N. **Utilização da ferramenta boas práticas de fabricação (BPF) na produção de alimentos para cães e gatos.** Universidade estadual de Campinas; Agosto 2003.

BRASIL – MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO – **Instrução normativa 60 de 23 de dezembro de 2011. Estabelece o regulamento técnico do milho.** Disponível em: <https://sistemasweb.agricultura.gov.br/sislegis/action/detalhaAto.do?method=visualizarAtoPortalMapa&chave=1739574738>

BRASIL – MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO – **Instrução normativa 04 de 01 de março de 2007. Aprova o regulamento técnico sobre as condições higiênico-sanitárias e de boas práticas de fabricação para estabelecimentos fabricantes de produtos destinados a alimentação animal e o roteiro de inspeção.** Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/insumos-agropecuarios/insumos-pecuarios/alimentacao-animal/arquivos-alimentacao-animal/InstruoNormativa04.2007.pdf>

BRASIL – MINISTÉRIO DA AGRICULTURA E PECUÁRIA – **Instrução normativa 110 de 24 de novembro de 2020. Publica a lista de matérias-primas aprovadas como ingredientes, aditivos e veículos para uso na alimentação animal.** Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/insumos-agropecuarios/insumos-pecuarios/alimentacao-animal/INM000001101.pdf>

BRASIL – MINISTÉRIO DA AGRICULTURA E PECUÁRIA – **Portaria SDA 798 de 10 de maio de 2023. Estabelece os critérios mínimos e os procedimentos para fabricação e emprego de produtos destinados à alimentação animal com medicamentos de uso veterinário.** Disponível em: <https://www.legisweb.com.br/legislacao/?id=445358>

BELLAVER, C.; ZANOTTO, D.L.; GUIDONI, A.L., KLEIN C. H. In vitro solubility of meat and bone meal protein with different pepsin concentrations. **Ciência Rural**, v.30, n.3, p.489-492, 2000

BUTOLO, J. E. **Qualidade de ingredientes na alimentação animal.** CBNA, 2010. 2.ed. 430p.

CARREIRA R. L., BARBOSA C. M. S., JUNQUEIRA R. G., MOTTA S., SILVESTRE M. P. C. Emprego de cromatografia líquida de alta eficiência hidrofílica na determinação dos aminoácidos de hidrolisados de caseína. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 22, n. 3, p. 229-232, 2002.

CNI (CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA). **Guia para implantação de boas práticas de fabricação.** Brasília: SENAI/SEBRAE, 2002. 151p. Série Qualidade e Segurança Alimentar.

COELHO F. S. **Manual de Qualidade para a Fábrica de Rações do IFMG**. Trabalho de conclusão de curso – Graduação em Zootecnia. IFMG Campus Bambuí, 2021, 62p.

COUTO, H. P. **Fabricação de rações e suplementos para animais: Gerenciamento e tecnologias**. 2. ed. Viçosa: Aprenda Fácil, 2012.

CBBAL 4.0 – Tabelas Brasileiras de Composição de alimentos para Ruminantes. 2024. Acesso em março de 2024. Disponível em: <https://www.cqbal.com.br/#/>

DETMANN E., SILVA L. F. C., ROCHA G. C., PALMA M. N. N., RODRIGUES J. P. P. **Métodos para análise de alimentos**, 2 ed., Editora UFV, 2021, 350p.

FIGUEIREDO F V; NETO C O PL. Implantação do HACCP na indústria de alimentos. **Gestão de produção**; v.8, n.1, p. 100-111, 2001.

FRANCE J.; DHANOA M. S.; THEODOROU M. K.; et al. A model to interpret gas accumulation profiles associated with in vitro degradation of ruminants feeds. **Journal Theory Biology**, v. 163, p. 99-111, 1993.

INSTITUTO ADOLFO LUTES. Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos, 4 ed. Coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pacuet e Paulo Tiglia. 2008, 1020p. Disponível em: https://www.academia.edu/31046624/AN%C3%81LISE_DE_ALIMENTOS_Instituto_Adolfo_Lutz

KLEIN A A. Pontos críticos do controle de qualidade em fábricas de ração - uma abordagem prática. **I Simpósio Internacional ACAV—Embrapa** sobre Nutrição de Aves, 1999 – Concórdia, SC.

HENDERSON S.M., PERRY, R.L., 1955. **Agricultural Process Engineering**. New York, NY.

MACHADO, L.C.; FERREIRA, W. M.; EULER, A.C.C., CARVALHO W. T. V., MAURÍCIO R. M., MOREIRA G. R., GERALDO A. Métodos de digestibilidade in vitro na avaliação dos alimentos para coelhos. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v.6, n.1, 2014.

MAURÍCIO R. M.; MOULDA F. L.; DHANOAB M. S.; et al. A semi-automated in vitro gas production technique for ruminant feedstuff evaluation. **Animal Feed Science and Technology**, v. 79, p. 321-330, 1999.

McDOUGALL, G.; MORRISON, I. M.; STEWART, D.; et al. Plant cell walls as dietary fibre: range, structure, processing and function. **Journal Science Food Agriculture**, v. 70, p. 133-150, 1996.

MEGALI G. Silagem da agricultura à nutrição animal. – Canal Nutrição Animal Fácil, YOUTUBE. 2024. Disponível em:

<https://www.youtube.com/watch?v=DNtyITjYFZ8&t=4521s&pp=ygUYbnV0cmnDp8OjbyBhbmltYWwgZsOhY2ls>

OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF AOAC INTERNATIONAL. 21ST Ed., 2019.

OLIVEIRA J. S., MIRANDA J. E. C., CARNEIRO J. C., OLIVEIRA P. S., MAGALHÃES V. M. A. Como medir a matéria seca (MS%) de forragem utilizando forno de micro-ondas. **Comunicado Técnico**, 77, EMBRAPA, 2015, 6p.

PEREIRA F. M. **Fabricação de rações na granja** – I Ciclo de Palestras do NEPAN/ Zootecnia-UNIMONTES. Canal Napan Unimontes, YOUTUBE. 2021. Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=W7C3G-X6oOc&t=32s>

ROSTAGNO H. S., ALBINO L. F. T., CALDERANO A. A., HANNAS M. I., SAKOMURA N. K., PERAZZO F. G., ROCHA G. C., SARAIVA A., ABREU M. L. T., GENOVA J. L., TAVERNARI F. C. **Tabelas Brasileiras para Suínos e Aves: Composição de Alimentos e Exigências Nutricionais**. 5 ed., DZO-UFV, 2024, 531p.

RUNHO, Richard Cesar. **Farelo de Soja: Processamento e Qualidade**. Poli Nutri Alimentos. São Paulo, 2001. Disponível em: < <https://www.polinutri.com.br/upload/artigo/148.pdf>>. Acesso em: março de 2024.

SALMAN A. K. D., FERREIRA A. C. D., SOARES J. P. G., SOUZA J. P. **Metodologias de avaliação de alimentos para ruminantes domésticos**. EMBRAPA, Porto Velho, 2010. 26p.

SALVADOR V. J. M., MARTÍNEZ L. R., PAREDES E. M. **Manual de prácticas de laboratorio em nutricion animal. Análisis de piensos y materias primas**. Editorial Universitat Politècnica de Valencia, 2016. 90p.

SANTIN E. **Implementação dos conceitos do HACCP na fábrica de rações**. Universidade federal do Paraná; 2006.

SANTOS L. M. **1Atribuições e Desafios do Responsável Técnico em Fábricas de Rações**. Trabalho de conclusão de curso – Graduação em Zootecnia. IFMG Campus Bambuí, 2023, 29p.

SINDIRAÇÕES - Compendio Brasileiro de Alimentação Animal 2023A. Versão Digital.

SINDIRAÇÕES – Sindicato Nacional da Indústria de Alimentação Animal. **Boletim Informativo do Setor**, Dezembro/2023B. Disponível em: https://sindiracoes.org.br/wp-content/uploads/2023/12/boletim_informativo_setor_dez23_vs_final_port_sindiracoes.pdf

SILVA J. W. **Acúmulo de forragem e cinética de fermentação ruminal do capim paiaguás submetidos às estratégias de desfolhação intermitente.** Dissertação (Mestrado em Zootecnia) UFS, 2020. 32p.

SILVA D. J.; QUEIROZ A. C. **Análise de alimentos:** métodos químicos e biológicos. 3 ed. Viçosa: UFV, 2006. 235p.

SOARES M. S. **15 anos das boas práticas de fabricação (BPF): O que mudou?** Trabalho de conclusão de curso – Graduação em Zootecnia. IFMG Campus Bambuí, 2022, 37p.

SOUZA G. B., NOGUEIRA A. R. A., RASSINI J. B. Determinação de matéria seca e umidade em olo e plantas com forno de micro-ondas doméstico. **Circular Técnica**, EMBRAPA, 2022, 9p.

TILLEY J. M. A.; TERRY R. A. A two stage technique for in vitro digestion of forage crops. **Journal Brithish Grassland Society**, v. 8, n. 2, p. 263-287, 1963.

VAN SOEST P. J. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. II. A rapid method for the determination of fiber and lignin. **Journal Association Official Analysis**, v. 46, p. 829, 1963.

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. In: Symposium: carbohydrate methodology, metabolism, and nutritional implications in dairy cattle. **Journal of Dairy Science**, 1991. Available in [https://www.journalofdairyscience.org/article/S0022-0302\(91\)78551-2/pdf](https://www.journalofdairyscience.org/article/S0022-0302(91)78551-2/pdf).

ZANOTTO D. L., BELLAVER C. **Método de determinação da granulometria de ingredientes para uso em rações de suínos e aves.** CT/215 EMBRAPA, 1996. 5p. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/58546/1/CUsersPiazzonDocuments215.pdf>