

# ESTUDO COMPARATIVO DE MÉTODOS ANALÍTICOS DE DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO “FIBRA DA DIETA” INSOLUVEL, EM ALIMENTOS RICOS EM AMIDO

*Maria Heidi Marques Mendez<sup>1</sup>, Sandra Casa Nova Derivi<sup>2</sup>  
Maria Celia Rezende Rodrigues<sup>3</sup> e Marcelo Figueiredo Da Silva<sup>4</sup>*

**Universidade Federal Fluminense  
Río de Janeiro, Brasil**

## RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi comparar dois métodos enzimáticos de determinação de NDF, em alimentos ricos em amido. As amostras analisadas foram alimentos do grupo das leguminosas, cereais e derivados, raízes, tubérculos e similares.

Os resultados obtidos mostraram valores acentuadamente mais altos para a fração NDF determinada pelo método de Robertson e Van Soest e pelo método de Mendez *et al.* As diferenças percentuais encontradas nos valores de NDF, entre os dois métodos, não foram constantes nos grupos de alimentos analisados. Estas diferenças não estão relacionadas com a quantidade de amido presente nas amostras ou com o tipo de processamento a que o alimento foi submetido. O método de Méndez *et al.* é recomendado para as amostras testadas.

---

Manuscrito modificado recebido: 13—2-89.

- 1 Professor Adjunto do Departamento de Bromatologia da Universidade Federal Fluminense. Rua Mário Vianna, No. 523, CEP 24.240, Santa Rosa, Niterói, Río de Janeiro, Brasil.
- 2 Professor Titular do Departamento de Bromatologia da Universidade Federal Fluminense.
- 3 Professor Adjunto do Departamento de Bromatologia da Universidade Federal Fluminense.
- 4 Bolsista da FINEP.

## INTRODUÇÃO

As evidências que a fração “fibra da dieta” desempenha papel importante no organismo humano, fez com que passasse a ser fundamental o conhecimento de seus integrantes.

As várias metodologias propostas (1-14) para a determinação da fração, encontram dificuldade devido à complexidade de seus componentes e a presença de compostos digeríveis, como glico-proteínas associadas à estrutura da parede celular e o amido retido na fração. A discriminação dos componentes da fração é essencial para a identificação do integrante que desempenha função fisiológica relevante. Os componentes da fração “fibra da dieta” são classificados, segundo sua solubilidade em água, em “fibra solúvel” e “fibra insolúvel” onde estão incluídos a celulose, hemicelulose e lignina. A presença de amido na fração “fibra insolúvel” é responsável pela superestimação da fração, sendo por isso necessária a remoção do amido retido no resíduo.

O amido sofrendo um efeito de retrogradação poderá ser responsável por uma interação com polímeros da parede celular e proteínas intracelulares. A presença de amido co-precipitado poderá ser resistente à ação das enzimas. Este efeito impede a remoção completa do amido, sendo este problema mais acentuado nos alimentos ricos em amido, interferindo na quantificação da fibra insolúvel.

Os resultados obtidos pela aplicação de diferentes métodos propostos são discrepantes, isto devidos as condições de digestão enzimática, tempo e temperatura de incubação, e pH da solução. Entre os procedimentos indicados o mais simples é o proposto por Robertson e Van Soest (5) motivo este que nos levou a escolha desde método para compará-lo com o desenvolvido em nosso laboratório (15).

O presente trabalho tem como objetivos comparar dois métodos de fibra detergente neutro, em amostras ricas em amido, processadas ou não, e indicar o método analítico adequado para determinação dessas amostras para ser recomendado como rotina laboratorial.

## MATERIAL E MÉTODOS

### *Material*

As amostras analisadas encontram-se na Tabela 1.

As variedades de feijão comum (*Phaseolus vulgaris*) foram procedentes da Estação Experimental de Campos - RJ, o germe de milho desengordurado fornecido, pelas indústrias Granfino S/A, e as outras amostras foram adquiridas no comércio local.

### *Preparo das Amostras*

*Amostras cruas* - As amostras de pães e de biscoitos foram reduzidas a pequenos fragmentos, misturadas para formar um todo

TABELA 1

VALORES DE AMIDO, NDF DETERMINADA PELOS DOIS MÉTODOS  
(EXPRESSOS EM % DE MATERIAL SECO); DIFERENÇA E COEFICIENTE

Determinações Amostras	Amido	Diferença		entre dois métodos	Coefi- ciente
		NDF*	NDF**		
<b>LEGUMINOSAS</b>					
<i>Phaseolus vulgaris</i> var. BAT 873*	42.95	34.89	14.49	20.40	2.40
<i>Phaseolus vulgaris</i> var. BAT 906*	47.09	29.49	13.58	15.91	2.17
<i>Phaseolus vulgaris</i> var. BAT 58*	43.25	32.67	14.12	18.55	2.35
Feijão fradinho*	48.84	18.41	11.09	7.32	1.66
Grão de bico*	58.62	13.57	5.84	7.66	2.32
Lentilha*	49.86	17.31	8.71	8.50	1.97
<b>CEREAIS E DERIVADOS</b>					
Germe de milho desen- gordurado	54.37	28.40	20.57	7.83	1.38
Pão de centeio	68.60	20.50	6.28	14.22	3.26
Pão francês	68.07	15.01	4.79	10.22	3.13
Pão integral	66.31	18.30	8.00	10.30	2.28
Pão de forma	66.19	18.40	3.20	15.20	5.75
Biscoito salgado	59.62	15.29	3.12	12.17	4.90
Biscoito salgado integral	57.64	19.83	5.44	14.39	3.64
Milho de canjica*	80.34	28.66	6.78	21.88	4.22
Arroz branco*	85.32	18.52	5.23	13.29	3.54
Arroz integral	78.97	19.35	8.88	10.47	2.17
Macarrão integral*	72.31	23.22	6.43	16.79	3.61
Macarrão com semolina*	70.35	39.01	3.94	35.07	9.90
<b>RAIZES, TUBÉRCULOS E SIMILARES</b>					
Farinha de mandioca crua	85.25	9.21	6.52	2.69	1.41
Farinha de mandioca torrada	82.92	6.93	5.39	1.54	1.28
Biscoito de polvilho	65.29	8.28	3.42	4.84	2.40
Batata*	70.85	16.24	5.93	10.31	2.74
Batata doce*	69.35	15.97	5.66	10.21	2.82
Mandioca*	78.50	17.45	6.66	10.79	2.62

\* Amostras cozidas.

NDF\*\* = Fibra detergente neutro determinada pelo método de Robertson e Van Soest (1977) (5).

NDF\*\*\* = Fibra detergente neutro determinada pelo método de Mendez *et al* (1984) (14).

homogéneo e secas. Todas as amostras foram moídas e passadas em tamis de 28 mesh.

**Amostras cozidas** - Os grãos das leguminosas e do milho de canjica foram selecionados, adicionados de água na proporção de (2:1) e (3:1), (água: grão) e submetidos à cocção sob pressão durante 20 e 40 minutos, respectivamente. Os grãos de arroz foram selecionados, adicionados de água na proporção de 2:1 (água: grão) e submetido a cozimento, até evaporação total da água. As amostras de macarrões foram submetidas à cocção em água fervente por 10 minutos e escurridas. As amostras de batata, bata doce e mandioca foram lavadas, cozidas em água fervente por 20 minutos, descascadas e cortadas em pequenos cubos. Todas as amostras foram dessecadas em estufa ventilada a 55°C, moídas e passadas em tamis de 28 mesh.

### *Métodos*

A composição centesimal foi feita utilizando-se os processos clássicos referidos nos métodos de análise do Instituto Adolfo Lutz (15) para as determinações de umidade, lípides, nitrogénio protéico e minerais. A determinação da fração fibra da dieta insolúvel foi feita utilizando-se dois métodos de fibra detergente neutro (NDF):

a) O método proposto por Mendez *et al.* (14) que consiste em uma gelatinização do amido, seguido de uma hidrólise com solução de amiloglicosidase 2.5% e determinação da fração com o uso de solução detergente neutro. O resíduo obtido foi lavado com água quente e acetona, seco a 105°C e determinado gravimetricamente. Por incineração foi retirado o mineral.

b) O método proposto por Robertson e Van Soest (5), que consiste em aquecer a amostra sob refluxo durante 30 minutos com solução detergente neutro, esfriar, adicionar 2 ml de enzima e mais 50 ml de solução detergente neutro, aquecendo novamente sob refluxo por 30 minutos. Filtrar, lavar o resíduo com água quente e acetona, secar em estufa a 105°C, e quantificar gravimetricamente. Por incineração é calculado o mineral.

A fibra detergente ácido (ADF) foi determinada pelo método proposto por Van Soest (2). A lignina foi separada da celulose na fração fibra ácido detergente por meio de ácido sulfúrico a 72% e quantificada gravimetricamente (2). A celulose foi calculada por diferença entre os valores obtidos para fibra ácido detergente e os encontrados para a lignina. A fração "fibra solúvel" foi feita pela determinação da pectina total, em que foi usada para extração a técnica descrita por Mc Cready e Mc Comb (16) e o doseamento de acordo com a técnica descrita por Bitter e Muir (17). O amido foi extraído segundo a técnica preconizada por Dekker e Richards (18) e o doseamento segundo técnica descrita por Areas e Lajolo (19).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos encontram-se nas Tabelas 1 a 3.

TABELA 2

VALORES DA FRAÇÃO "FIBRA DA DIETA" INSOLUVEL, EM A MOSTRAS DE LEGUMINOSAS, CEREAIS E DERIVADOS, RAIZES E SIMILARES E TUBÉRCULOS (g/100g de material integral)

Determinações Amostra	ADF	Celulose	Lignina	NDF**	Hemicelulose**	NDF***	Hemicelulose***
Feijão comum ( <i>Phaseolus vulgaris</i> ) var. BAT 873*	10.87	6.88	3.99	31.29	20.42	13.00	2.13
Feijão comum ( <i>Phaseolus vulgaris</i> ) var. BAT 906*	9.53	6.78	2.75	26.01	16.48	11.98	2.45
Feijão comum ( <i>Phaseolus vulgaris</i> ) var. BAT 58*	10.30	6.75	3.55	29.68	19.38	12.83	2.53
Feijão fradinho*	9.30	8.22	1.08	16.79	7.49	10.12	0.82
Grão de bico*	5.09	4.94	0.15	11.84	6.75	5.10	0.01
Lentilha*	6.89	6.30	0.59	17.21	10.32	8.71	1.82
Biscoito salgado	1.01	0.61	0.40	14.85	13.84	3.03	2.02
Biscoito salgado integral	1.92	1.14	0.78	19.37	17.45	5.31	3.39
Germe de trigo desengordurado	6.02	5.14	0.88	25.96	19.94	18.80	12.78
Pão de centeio	1.23	0.80	0.43	15.77	14.54	4.83	3.60
Pão integral	2.04	1.41	0.63	11.98	9.94	5.24	3.20
Pão de forma	0.62	0.54	0.08	12.53	11.91	2.18	1.56
Pão francês	1.17	0.66	0.51	12.07	10.90	3.85	2.68
Arroz branco*	0.60	0.28	0.22	5.74	5.14	1.62	1.02
Arroz integral*	1.16	0.79	0.37	7.34	6.18	3.37	2.21
Macarrão integral*	0.98	0.70	0.28	7.89	6.91	2.18	1.20
Macarrão com semolina*	0.15	0.12	0.03	9.50	9.35	0.96	0.81
Milho de canjica*	5.95	4.68	1.27	26.13	20.18	6.18	0.23
Biscoito de polvilho	1.24	0.72	0.52	7.57	6.33	3.14	1.90
Farinha de mandioca crua	3.53	3.14	0.39	8.36	4.83	5.92	2.39
Farinha de mandioca torrada	2.86	2.79	0.07	6.72	3.86	5.22	2.36
Batata*	0.95	0.90	0.05	2.82	1.87	1.03	0.08
Batata doce*	1.69	1.41	0.28	5.73	4.04	2.03	0.34
Mandioca*	0.86	0.83	0.03	5.61	4.75	2.14	1.28

\* Amostras cozidas.

\*\* Determinada pelo método de Robertson e Van Soest (1977) (5).

\*\*\* Determinada pelo método de Mendez *et al.* (1985) (14).

**TABELA 3**  
**COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DAS AMOSTRAS DE LEGUMINOSAS, CEREAIS E DERIVADOS,**  
**RAIZES E SIMILARES E TUBÉRCULOS**  
**(g/100g de material integral)**

Determinação Amostra	Umí- da de	Extra- to etéreo	Pro- tei- na	Cin- za	Gli- cídes totais	Fibra da dieta solúvel	Fibra da dieta insolúvel**	To- tal**	Fibra da dieta insolúvel***	To- tal***
<b>Feijão comum</b> ( <i>Phaseolus vulgaris</i> ) var. BAT 873*	10.31	2.15	22.17	4.19	40.31	6.44	27.30	116.86	13.00	98.87
<b>Feijão comum</b> ( <i>Phaseolus vulgaris</i> ) var. BAT 906*	11.80	2.10	22.77	4.10	43.48	5.65	26.01	115.91	11.98	101.88
<b>Feijão comum</b> ( <i>Phaseolus vulgaris</i> ) var. BAT 58*	9.14	2.02	24.32	3.94	41.72	5.69	29.68	116.51	12.83	99.68
<b>Feijão fradinho*</b>	8.78	2.29	21.60	3.39	48.81	4.08	16.79	105.64	10.12	99.07
<b>Grão de bico*</b>	12.74	6.53	16.31	2.79	51.77	4.73	11.84	106.53	5.10	99.79
<b>Lentilha*</b>	8.76	1.95	22.74	2.16	50.96	3.82	17.21	107.60	8.71	99.10
<b>Biscoito salgado</b>	2.88	17.73	12.78	2.91	59.32	2.44	14.85	112.91	3.03	101.09
<b>Biscoito salgado</b> integral	2.31	17.94	11.78	2.85	57.33	2.62	19.37	114.20	5.31	100.14
<b>Germe de milho</b> desengordurado	8.60	2.10	11.63	3.09	52.32	4.56	25.96	108.26	18.80	101.10
<b>Pão de centeio</b>	23.07	5.11	10.50	2.22	52.77	2.32	15.77	111.76	4.83	100.82
<b>Pão integral</b>	34.53	2.92	8.75	1.84	43.92	1.79	11.98	105.73	5.24	98.99
<b>Pão de forma</b>	31.92	3.39	12.62	1.93	45.79	1.52	12.53	109.70	2.18	99.85
<b>Pão francês</b>	19.58	2.41	13.37	2.77	55.27	2.50	12.07	107.95	3.85	99.81
<b>Arroz branco*</b>	69.01	0.24	2.62	0.17	26.66	1.26	5.74	105.70	1.82	101.58
<b>Arroz integral*</b>	62.06	1.14	3.73	0.34	30.21	0.95	7.34	105.77	3.37	101.80
<b>Macarrão integral*</b>	66.02	0.81	5.41	0.36	24.90	1.04	7.89	106.23	2.18	100.52
<b>Macarrão com</b> semolina*	75.65	0.44	3.58	0.16	17.36	0.68	9.50	108.37	0.96	99.83
<b>Milho de canjica*</b>	8.83	0.65	7.82	0.27	73.82	3.14	26.13	120.66	6.18	100.71
<b>Biscoito de polvilho</b>	8.31	18.97	2.20	3.70	60.90	0.54	7.57	102.19	3.14	97.76
<b>Farinha de mandioca</b> crua	9.23	0.88	1.94	1.05	77.91	4.49	8.36	103.86	5.92	101.42
<b>Farinha de mandioca</b> torrada	3.08	0.63	3.65	1.03	81.45	4.56	6.72	101.12	5.22	99.62
<b>Batata*</b>	82.64	0.18	2.10	0.79	12.43	1.06	2.82	102.02	1.03	100.23
<b>Batata doce*</b>	64.12	0.69	1.52	0.70	26.53	2.17	5.73	101.48	2.03	97.76
<b>Mandioca*</b>	67.86	0.35	0.82	0.51	25.49	2.27	5.61	102.91	2.14	99.44

\* Amostras cozidas.

\*\*NDF Determinada pelo método de Robertson e Van Soest (1977) (5).

\*\*\*NDF Determinada pelo método de Mendez *et al.* (1985) (14).

A determinação da fração "fibra da dieta" insolúvel, em alimentos ricos em amido, apresenta problema devido à retenção de amido no resíduo causando um erro no cálculo da fração. Diferenças acentuadas entre os resultados obtidos pelos 2 métodos de determinação (5, 14) foram encontradas para as amostras de leguminosas, cereais e derivados, raízes, tubérculos e similares (Tabela 2).

O método de Robertson e Van Soest (5) apresenta como desvantagens a incompleta ruptura do tecido e as condições de incubação de enzima, que impedem a completa remoção do amido, o que explica os resultados obtidos.

Analisando os dados referentes à composição centesimal (Tabela 3), com a fração glicídica determinada efetivamente, verifica-se que a soma dos componentes alcançam sempre valores superiores a 100, quando os dados utilizados para "fibra da dieta" insolúvel foram os obtidos pelo método de Robertson e Van Soest (5), devido à retenção de amido na fração. Observa-se que estes valores são sempre em torno de 100 (Tabela 3) quando os resultados são os obtidos pelo método de Mendez e colaboradores (14). A análise destes resultados mostram a viabilidade do uso, como rotina laboratorial, do método proposto por Mendez *et al.* (14) para alimentos do grupo das leguminosas, cereais e derivados, raízes e similares, e tubérculos.

Analisando os resultados que encontram-se no Tabela 1 observa-se que as diferenças apresentadas entre os dois métodos não estão relacionadas com a quantidade de amido e com a proporção de amilose e amilopectina presentes na amostra ou com o tratamento térmico a que os alimentos foram submetidos. Isto pode ser verificado comparando os coeficientes encontrados para arroz branco com 85.32% de amido e o feijão BAT 873 com 42.95%; leguminosas (com 80% de amilose e 20% de amilopectina) e batata (com 23% de amilose e 77% de amilopectina) e batata doce (tratamento térmico aquoso) e pão integral (processado com calor seco).

## AGRADECIMENTOS

À FINEP, pelo auxílio concedido que possibilitou a realização deste trabalho.

## SUMMARY

### COMPARATIVE STUDY OF ANALYTICAL METHODS FOR DETERMINATION OF THE "DIET FIBER" INSOLUBLE FRACTION, IN STARCH-RICH FOODS

The objective of this work was to compare two enzymatic methods for determination of the neutral detergent fiber (NDF) in starch-rich foods. The samples analyzed were foods from the legume group, cereals and derivatives, roots, tubers and similars.

The results obtained by the Robertson and Van Soest method showed markedly higher values of the NDF fraction when compared with those found following the procedure of Mendez *et al.* The percentage differences in NDF values found between the two methods were not constant in the food samples analyzed. These differences were not related with the starch content present in the samples nor with the type of processing to which the foods were subjected. The Mendez *et al.* method is recommended for the samples tested.

## BIBLIOGRAFIA

1. Van Soest, P.J. Use of detergents in the fibrous feeds. I. Preparation of fiber residues of low nitrogen. *J. Assoc. Off. Agric. Chem.*, 46: 825-829, 1963.
2. Van Soest, P.J. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. II. A rapid method for determination of fiber and lignin. *J. Assoc. Off. Agric. Chem.*, 46: 829-835, 1963.
3. Southgate, D.A.T. Determination of carbohydrates in foods. II. Unavailable carbohydrates. *J. Sci. Food Agric.*, 20: 331-335, 1969.
4. Hellendoorn, E.W., M.G. Noordhoff, & J. Slagman. Enzymatic determination of indigestible residue (dietary fiber content of human food). *J. Sci. Food Agric.*, 26(10): 1461-1468, 1975.
5. Robertson, J.B. & P.J. Van Soest. Dietary fiber estimation in concentrate feedstuffs. *J. Animal Sci.*, 45(sl): 254, 1977.
6. Schweitzer, T.F. & P. Würsch. Analysis of dietary fibre. *J. Sci. Food Agric.*, 30: 613-619, 1979.
7. Anderson, N.E. & F.M. Clydesdale. An analysis of the dietary fiber content of a standard wheat bran. *J. Food Sci.*, 45: 336-340, 1980.
8. Jeltema, M.A. & M.E. Zabik. Revised method for quantitating dietary fiber components. *J. Sci. Food Agric.*, 31: 820-829, 1980.
9. Marlett, J.A. & S.C. Lee. Dietary fiber, lignocellulose and hemicellulose contents of selected foods determined by modified and unmodified Van Soest procedures. *J. Food Sci.*, 45: 1688-1693, 1980.
10. Englyst, H. Determination of carbohydrate and its composition in plant materials. In: *The Analysis of Dietary Fiber in Food*. W.P.T. James and O. Theander (Eds.). New York, N.Y., Marcel Dekker, Inc., 1981, p. 163-172.
11. Furda, J. Simultaneous analysis of soluble and insoluble dietary fiber. In: *The Analysis of Dietary Fiber in Food*. W.P.T. James and O. Theander (Eds.). New York, N.Y., Marcel Dekker Inc., 1981, p. 163-172.
12. Theander, O. & P. Aman. Analysis of dietary fibers and their main constituents. In: *The Analysis of Dietary Fiber in Food*. W.P.T. James and O. Theander (Eds.). New York, N.Y., Marcel Dekker, Inc., 1981, p. 57-70.
13. Asp, N.G., C. Johansson, H. Halimer & M. Siltestrom. Rapid enzymatic assay of insoluble and soluble dietary fiber. *J. Agric. Food Chem.*, 31: 476-482, 1983.
14. Mendez, M.H.M., S.C.N. Derivi, M.C.R. Rodrigues, M.L. Fernandez & R.L.D. Machado. Método da fibra detergente neutro modificado para amostras ricas em amido. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, 5(2): 123-131, 1985.
15. Instituto Adolfo Lutz, São Paulo. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz, 3. ed. São Paulo, 1985, p. 21-45.
16. Mc Cready, R.M. & E.A. Mc Comb. Extraction and determination of total pectic

- material in fruits. *Analyt. Chem.*, 24(12): 1986-1988, 1952.
17. Bitter, T. & H.M. Muir. A modified uronic acid carbazole reaction. *Analyt. Biochem.*, 4: 330, 1962.
  18. Dekker, R.F.M. & G.N. Richards. Determination of starch in plant material. *J. Sci. Food Agric.*, 22: 441-444, 1971.
  19. Aréas, J.A.G. & F.M. Lajolo. Determinação enzimática específica do amido, frutose e sacarose em bananas préclimáticas e climatéricas. *An. Farm. Quim. S. Paulo*, 20: 307-318, 1980.