

CLÁUDIA SEELY ROCCO

DETERMINAÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO NÃO-ENZIMÁTICO

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Tecnologia Química da Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre.

CURITIBA

1993

ORIENTADOR
PROF. DR. RENATO JOÃO
SOSSELA DE FREITAS

Aos meus pais,
Alcy e Brigitte

AGRADECIMENTOS

- À minha família, pelo carinho e compreensão;
- Ao Prof. Renato João Sossela de Freitas, pela orientação e incentivo;
- Aos professores Henrique Soares Khoeler, Paulo Fontoura e Yedo Alquini;
- Aos professores do Departamento de Nutrição da Universidade Federal do Paraná, principalmente Lys Mary Bileski Cândido, Maria Emilia Daudt von der Heyde; Raul von der Heyde e Rute Dias Fernandes;
- Aos colegas e amigos do curso de Pós-graduação;
- À Doroty Kubicki, Maria Iverly Santos, Neiva A. da Silva João e Nilce Paulin Silax;
- À Eliane Maria Stroparo e demais funcionários da Biblioteca do Setor de Tecnologia da Universidade Federal do Paraná;
- Ao Laboratório de Bioquímica do Hospital de Clínicas da Universidade Federal do Paraná;
- E, ainda, muito especialmente, à Denise Carneiro Campos, Luiz Altamir Corrêa Junior, Roberto Bindo e Prof. Ubiratan de Mattos.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	viii
LISTA DE GRÁFICOS	ix
LISTA DE QUADROS	x
LISTA DE TABELAS	xi
RESUMO	xii
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DA LITERATURA	3
2.1 DEFINIÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR	3
2.2 COMPONENTES DA FIBRA ALIMENTAR	6
2.2.1 Componentes da fibra alimentar presentes na parede celular da planta	6
2.2.1.1 Polissacarídeos	12
2.2.1.2 Lignina	16
2.2.2 Componentes da fibra alimentar associados à fibra ou que se comportam como tal	17
2.2.3 Outros Polissacarídeos	19
2.3 PROPRIEDADES FÍSICAS DA FIBRA ALIMENTAR	19
2.3.1 Hidratação	19
2.3.2 Absorção de moléculas orgânicas	20
2.3.3 Troca iônica	21
2.3.4 Efeito do processamento	22
2.4 MÉTODOS DE ANÁLISE DE FIBRA ALIMENTAR	23

MATERIAL E MÉTODOS	34
3.1 MATERIAL	34
3.1.1 Amostras	34
3.1.2 Equipamentos	34
3.1.3 Reagentes	35
3.1.4 Vidraria e outros materiais de laboratório	35
3.2 MÉTODOS	36
3.2.1 Ensaaios preliminares	36
3.2.2 Seleção e preparo das amostras	37
3.2.3 Procedimento analítico para fibra alimentar total	38
3.2.3.1 Umidade	38
3.2.3.2 Fibra alimentar total	39
3.2.3.3 Proteína	41
3.2.3.4 Cinza	41
3.2.4 Procedimento analítico para fibra bruta	41
3.2.5 Análise dos resultados	43
4 RESULTADOS	44
4.1 ENSAIOS PRELIMINARES	44
4.2 PREPARO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE	44
4.3 ANÁLISE DAS AMOSTRAS PARA FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA	46
4.3.1 Fibra alimentar total	46
4.3.2 Fibra bruta	52
4.4 COMPARAÇÃO DOS CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR E FIBRA BRUTA OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE E FIBRA ALIMENTAR REFERIDA NA LITERATURA	54

5 DISCUSSÃO	61
5.1 PERÍODO DE AQUISIÇÃO E ÉPOCA DE COMERCIALIZAÇÃO DAS AMOSTRAS ANALISADAS	62
5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	62
5.3 SECAGEM DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE	63
5.4 EXTRAÇÃO DA GORDURA	63
5.5 MOAGEM DAS AMOSTRAS	64
5.6 ANÁLISE DAS AMOSTRAS	64
5.6.1 Fibra alimentar total	64
5.6.1.1 Conteúdo de resíduo das amostras	64
5.6.1.2 Conteúdo de proteína dos resíduos	66
5.6.1.3 Conteúdo de cinza dos resíduos	70
5.6.1.4 Conteúdo de fibra alimentar total em base seca	73
5.6.2 Fibra bruta	80
5.6.2.1 Conteúdo de resíduo das amostras	80
5.6.2.2 Comparação dos coeficientes de variação entre resíduos de fibra alimentar total e fibra bruta	82
5.6.2.3 Conteúdo de fibra bruta em base seca e base úmida	84
5.6.3 Comparação dos métodos	84
5.6.3.1 Comparação dos conteúdos de fibra alimentar total e fibra bruta	85
5.6.3.2 Conteúdos de fibra alimentar referidos na literatura	89
6 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	92
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	94

LISTA DE FIGURAS

1	DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DAS REGIÕES CRISTALINA E NÃO-CRISTALINA DE MICROFIBRILAS DE CELULOSE	7
2	DIAGRAMA TRIDIMENSIONAL DAS PAREDES CELULARES DE UMA FIBRA DE XILEMA OU TRAQUEÍDE	8
3	ESQUEMA DA ESTRUTURA GERAL DAS PAREDES CELULARES, NO PLANO	9
4	PRINCIPAIS MONÔMEROS QUE COMPÕEM OS POLISSACARÍDEOS	11
5	ESTRUTURA DA CELULOSE	12
6	ESTRUTURAS DE HEMICELULOSE	14
7	ESTRUTURA DA PECTINA	15
8	ÁLCOOIS AROMÁTICOS QUE SÃO PRECURSORES NA SÍNTESE DE LIGNINA	16
9	FLUXOGRAMA DA DETERMINAÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL ATRAVÉS DO MÉTODO GRAVIMÉTRICO NÃO-ENZIMÁTICO	40
10	FLUXOGRAMA DA DETERMINAÇÃO DE FIBRA BRUTA	43

LISTA DE GRÁFICOS

1 CONTEÚDO DE RESÍDUO DAS AMOSTRAS (FIBRA ALIMENTAR TOTAL)	65
2 CONTEÚDO DE PROTEÍNA DOS RESÍDUOS	69
3 CONTEÚDO DE CINZA DOS RESÍDUOS	71
4 COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, TOMADOS EM RELAÇÃO AOS VALORES EM MILIGRAMAS, DO RESÍDUO, DA PROTEÍNA E DA CINZA, E FIBRA ALIMENTAR TOTAL (BASE SECA) PARA AS FOLHAS	75
5 COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, TOMADOS EM RELAÇÃO AOS VALORES EM MILIGRAMAS, DO RESÍDUO, DA PROTEÍNA E DA CINZA, E FIBRA ALIMENTAR TOTAL (BASE SECA) PARA OS FRUTOS	76
6 COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, TOMADOS EM RELAÇÃO AOS VALORES EM MILIGRAMAS, DO RESÍDUO, DA PROTEÍNA E DA CINZA, E FIBRA ALIMENTAR TOTAL (BASE SECA) PARA AS RAÍZES E O BULBO	77
7 CONTEÚDO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL DOS VEGETAIS ANALISADOS EM RELAÇÃO AO <i>PER CAPITA</i> PARA UMA REFEIÇÃO DE 1300 Kcal E NECESSIDADEDIÁRIA	79
8 CONTEÚDO DE RESÍDUO DAS AMOSTRAS (FIBRA BRUTA)	81
9 COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, TOMADOS EM RELAÇÃO À PORCENTAGEM DOS RESÍDUOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA (BASE SECA)	83
10 CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA (BASE SECA).....	86
11 COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, DOS CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA (BASE SECA)	88
12 CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E UMIDADE OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE E TABELADOS	90

LISTA DE QUADROS

1	PRINCIPAIS COMPONENTES E CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DA FIBRA ALIMENTAR	17
2	COMPONENTES QUE NÃO SÃO ASSIMILADOS PELO TRATO GASTROINTESTINAL HUMANO E QUE SE COMPORTAM COMO FIBRA OU ESTÃO ASSOCIADOS A ELA	18
3	RELAÇÃO GRAU DE SOLUBILIDADE DA FIBRA FIBRA ALIMENTAR, EFEITOS FISIOLÓGICOS E BENEFÍCIOS PARA A SAÚDE	22
4	RELAÇÃO ENTRE OS MODOS DE QUANTIFICAR FIBRA ALIMENTAR	24
5	ETAPAS DOS PRINCIPAIS MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS ENZIMÁTICOS E MÉTODO GRAVIMÉTRICO NÃO-ENZIMÁTICO	33

LISTA DE TABELAS

1 COMPARAÇÃO DA RELATIVA ESPECIFICIDADE PARA QUATRO MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE DETERMINAÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR	31
2 PERÍODO DE AQUISIÇÃO E ÉPOCA DE COMERCIALIZAÇÃO DAS AMOSTRAS ANALISADAS	45
3 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	46
4 CONTEÚDO RESÍDUO DAS AMOSTRAS NA DETERMINAÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR	47
5 CONTEÚDO DE PROTEÍNA DOS RESÍDUOS	49
6 CONTEÚDO DE CINZA DOS RESÍDUOS	50
7 CONTEÚDO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL EM BASE SECA E BASE ÚMIDA	51
8 CONTEÚDO DE RESÍDUO DAS AMOSTRAS NA DETERMINAÇÃO DE FIBRA BRUTA	53
9 CONTEÚDO DE FIBRA BRUTA EM BASE SECA E BASE ÚMIDA	54
10 CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA EM BASE SECA	55
11 CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL, EM BASE ÚMIDA, OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE E TABELADOS	56
12 CONTEÚDO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL, OBTIDO POR MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS E/OU QUÍMICOS, RELATADOS NA LITERATURA (g/100g)	57

RESUMO

O presente trabalho objetivou determinar o conteúdo de fibra alimentar total em vegetais com conteúdos mínimos ou nulos de amido, por método gravimétrico não-enzimático. Foram selecionadas ao todo dez amostras diferenciadas de acordo com o órgão vegetal normalmente consumido. Entre elas, quatro folhas, três frutos, duas raízes e um bulbo. O procedimento analítico empregado foi baseado em metodologia oficial para análise de fibras, porém sem emprego de enzimas. O resíduo, após tratamento, foi recuperado por filtração e corrigido para proteína e cinza. O conteúdo de fibra bruta foi determinado nas mesmas amostras e a precisão dos métodos avaliada pela repetibilidade dos resultados. As duas metodologias apresentaram coeficientes de variação que, embora menores para a determinação de fibra bruta, podem ser consideradas similares.

1 INTRODUÇÃO

"Fibra alimentar é um termo genérico que inclui um número de substâncias de estrutura química singular, propriedades físicas características e efeitos fisiológicos individuais" (48). Pode ser definida como os componentes da matéria vegetal que não são hidrolisados pelas enzimas do sistema digestivo humano. Compreendem polissacarídeos não-amiláceos e lignina.

O valor atribuído à fibra data de muitos anos. Hipócrates, pai da medicina (aproximadamente 400 a.C.), recomendou o consumo de pão de trigo integral, "por seus efeitos salutareos sobre os intestinos" (3, 35). Porém, foi a partir de estudos epidemiológicos como o conduzido por BURKITT, em 1973, que a importância da fibra na dieta para manutenção da saúde foi evidenciada (27). O referido autor (21) comparou a prevalência de enfermidades entre civilizações ocidentais e países em desenvolvimento da África e Ásia. Relacionou o decréscimo no consumo de fibra com a incidência maior de doenças como diverticulite, câncer do intestino grosso, hemorróidas, doença cardiovascular, obesidade e diabetes, em países desenvolvidos ou povos que adotaram padrões ocidentais. Referiu não ser a alimentação fator causal isolado e sugeriu, como benéfico para a saúde, o incremento no consumo de fibra e a eliminação do fumo. BURKITT (20), TROWELL (93, 95) e HELLER e HACKLER (41), igualmente, estabeleceram relação entre consumo de alimentos contendo fibra e ocorrência de doenças degenerativas.

Ao mesmo tempo em que as recomendações para consumo de fibra alimentar devem ser observadas, é indispensável dispor-se de metodologias adequadas para sua quantificação. Atualmente, o método mais utilizado é o de fibra bruta. Foi desenvolvido para análise de ração animal e recupera quantidades variáveis de fibra alimentar. Portanto, não representa a verdadeira fração indigerível dos alimentos. Ao mesmo tempo, superestima o

valor calórico dos alimentos quando o conteúdo de glicídios é tomado por diferença com os demais componentes. Apesar disso, é o valor mais comumente encontrado nas tabelas de composição de alimentos, o que pode vir a prejudicar e limitar o planejamento, execução e/ou avaliação de dietas normais ou especiais quanto às necessidades de fibra alimentar.

Embora existam métodos mais adequados para análise, alguns são de difícil execução, o que, certamente, limita a adoção dos mesmos como metodologia de rotina.

O presente trabalho pretende atingir os seguintes objetivos:

- a) determinar o conteúdo de fibra alimentar total em vegetais com percentuais mínimos ou nulos de amido, por procedimento analítico simplificado, de fácil execução e que, ao contrário do método de fibra bruta, não destrói parte de seus componentes;
- b) determinar o conteúdo de fibra bruta e comparar os resultados obtidos com os de fibra alimentar;
- c) efetuar e/ou sugerir alterações para o método utilizado;
- d) oferecer subsídios a outros pesquisadores para continuidade de pesquisa na área.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A presente revisão consta de levantamento referente à definição, componentes, propriedades físicas e métodos de análise da fibra alimentar.

2.1 DEFINIÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR

McCance e Lawrence, citados por SOUTHGATE (79), propuseram, em 1929, que os carboidratos nos alimentos deveriam ser considerados em duas categorias, dependendo da forma como são digeridos e absorvidos no intestino delgado. Assim, como "Carboidratos Disponíveis", foram designados os que são hidrolisados à glicose e necessitam ser controlados nas dietas para diabéticos. A expressão "Carboidratos Indisponíveis" foi empregada para carboidratos estruturais das paredes celulares das plantas pois não são absorvidos como carboidratos, porém, podem ser fermentados no intestino grosso a ácidos graxos de cadeia curta, fornecendo energia. Foi termo clássico usado em nutrição por muitos anos e incluiu lignina (não-carboidrato) (87).

A autoria do termo "dietary fiber" (fibra alimentar) foi atribuída por KRITCHESVSKY (48) e ANDERSON *et al.* (3) a HISPLEY (42). O último autor, em 1953, observando a incidência de toxemia gravídica e consumo de alimentos como frutas e verduras, sugeriu a existência de fator ou fatores associados com o conteúdo de fibra da dieta e que inibiriam a ocorrência dessa enfermidade. Considerou como fibra lignina, celulose e hemiceluloses (42).

TROWELL (94), em 1974, definiu fibra alimentar sob o aspecto fisiológico como "o resíduo das paredes celulares das plantas que resiste à hidrólise pelas enzimas digestivas do humano", ou seja, substâncias que restam no íleo e podem ser parcialmente hidrolisadas pelas

bactérias no cólon. Posteriormente, em 1976, TROWELL *et al.* (96), redefiniram fibra alimentar como "polissacarídeos de plantas e lignina que são resistentes à hidrólise pelas enzimas digestivas humanas", entendendo que outros componentes, não necessariamente encontrados na parede celular, são indigeríveis. Foram considerados os seguintes grupos: polissacarídeos estruturais, lignina, lipídeos não disponíveis, nitrogênio provavelmente indisponível, elementos traços associados com a fibra e outras substâncias não disponíveis (enzimas, sais minerais, ácido fítico). Esta definição pode ser inadequada, atualmente, pois são eliminados outros polímeros importantes que não originários das células das plantas (37), como produtos de Maillard, formados durante o processamento térmico e amido resistente ou modificado quimicamente. Estes não são digeridos no trato gastrointestinal e, portanto, devem ser analisados e caracterizados como fibra alimentar (91).

Furda, citado por SPILLER (87), estabeleceu duas definições distintas, uma química, como a soma de polissacarídeos não-amiláceos e lignina, e a outra, fisiológica, como o resíduo dos alimentos vegetais resistente à hidrólise pelas enzimas digestivas dos humanos.

A adequação do termo fibra alimentar foi questionada e analisada por vários pesquisadores que sugeriram novas terminologias. SPILLER e AMEN (88) relacionaram os termos mais comumente empregados para designar a fibra das plantas e sugeriram três outros: "fibra não purificada de planta" ou "fibra alimentar não purificada", para materiais das plantas em estado natural (polissacarídeos, lignina, cutina e outros); "fibra purificada de planta", como a soma dos componentes poliméricos fibrosos (lignina, celulose, hemiceluloses e pectinas) e "fibra sintética não nutritiva", para produtos não usualmente consumidos na dieta do homem como celofane.

"Fibra comestível" foi sugerido por GODDING (36), em 1976, objetivando englobar outros elementos indigeríveis e evitar as limitações do termo fibra alimentar. O termo definido abrangeu, além de polissacarídeos estruturais e de reserva, substâncias como metil-

celulose, polissacarídeos biossintéticos e aminopolissacarídeos (tradicionais na dieta de esquimós).

SPILLER *et al.* (89), baseados na idéia de que o termo fibra é utilizado para designar outros elementos, e não somente os componentes indigeríveis das plantas, sugeriram a palavra *plantix*. *Plantix*, do latim, deriva de *planta* e *matrix*, ou seja, materiais das plantas, que, como compostos não digeridos, formam uma *matrix* no sistema digestivo dos humanos. A ação das bactérias sobre essa *matrix* é responsável por vários efeitos fisiológicos. Foram considerados nessa categoria, celulose, hemiceluloses, pectinas, gomas, mucilagens e lignina. *Complantix*, para *plantix complex*, incluiu ceras e cutinas, proteínas, minerais e outras substâncias indigeríveis ligadas à parede celular.

Ainda com relação à inadequação do termo, para a botânica, por exemplo, fibra corresponde à "célula esclerenquimatosa alongada, afilada e de parede geralmente espessa, encontrada nas plantas vasculares. Suas paredes podem ser ou não lignificadas; podem ou não ter protoplasma vivo na maturidade".¹

Apesar das considerações anteriores, a denominação mais difundida é "fibra alimentar" que, de acordo com o exposto anteriormente, diz respeito a um grupo de substâncias, componentes dos vegetais ou formados a partir de processamentos térmicos ou tecnológicos, que têm em comum a característica de serem indigeríveis pelas enzimas digestivas humanas.

Sob o aspecto analítico a definição preferida pelos analistas químicos (49) é a de Southgate. Este autor conceituou fibra como a soma de lignina e os polissacarídeos não α -glucanas (não-amiláceos) dos alimentos.

¹RAVEN, Peter H. ; EVERT, Ray F.; CURTIS, Helena. Glossário. In: _____. **Biologia vegetal**. 2 ed. Rio de Janeiro : Guanabara Dois, p.681-707, 724 p. 1976.

2.2 COMPONENTES DA FIBRA ALIMENTAR

Os componentes da fibra alimentar compreendem os presentes na parede celular da planta, associados à fibra ou que se comportam como tal e outros.

2.2.1 Componentes da fibra alimentar presentes na parede celular da planta

Os componentes da fibra alimentar presentes na parede celular da planta podem ser polissacarídeos e não-polissacarídeos. Os polissacarídeos são designados de não-amiláceos (49) e são formados pelas frações celulósicas e não-celulósicas. A celulose compõe a fração celulósica (27), enquanto que hemiceluloses, substâncias pécticas (27), gomas e mucilagens (49) compreendem a fração não-celulósica. O componente não-polissacarídeo é a lignina (27, 48, 82).

Variam em função das condições fisiológicas de crescimento (39, 29), tipo de vegetal, regiões e maturidade da planta (88). Nas células imaturas, consistem de aproximadamente 25 % de celulose, 60 % de polissacarídeos não-celulósicos (principalmente hemiceluloses e substâncias pécticas) e traços de lignina. Paredes celulares das plantas maduras contêm cerca de 38 % de celulose, 43 % de polissacarídeos não-celulósicos e 17 % de lignina (48).

A parede celular desempenha várias funções importantes na planta. Confere-lhe rigidez, controla o crescimento da célula, protege-a contra outros organismos (17). Três camadas podem ser distinguidas na parede celular e todas consistem de duas fases: microfibrilar e matriz. A fase microfibrilar apresenta alto grau de cristalinidade e relativa homogeneidade. É composta de estruturas longas e finas, conhecidas como microfibrilas. Estas, por sua vez, são formadas por moléculas de celulose, mantidas presas em uma treliça cristalina e estabilizadas por ligações intra e intermoleculares (17). Regiões desordenadas, não-cristalinas, ocorrem, a intervalos, na microfibrila (82) e contêm polissacarídeos celulósicos e não-celulósicos (17). Através da Figura 1 é possível observar as microfibrilas de celulose e regiões cristalina e não-cristalina.

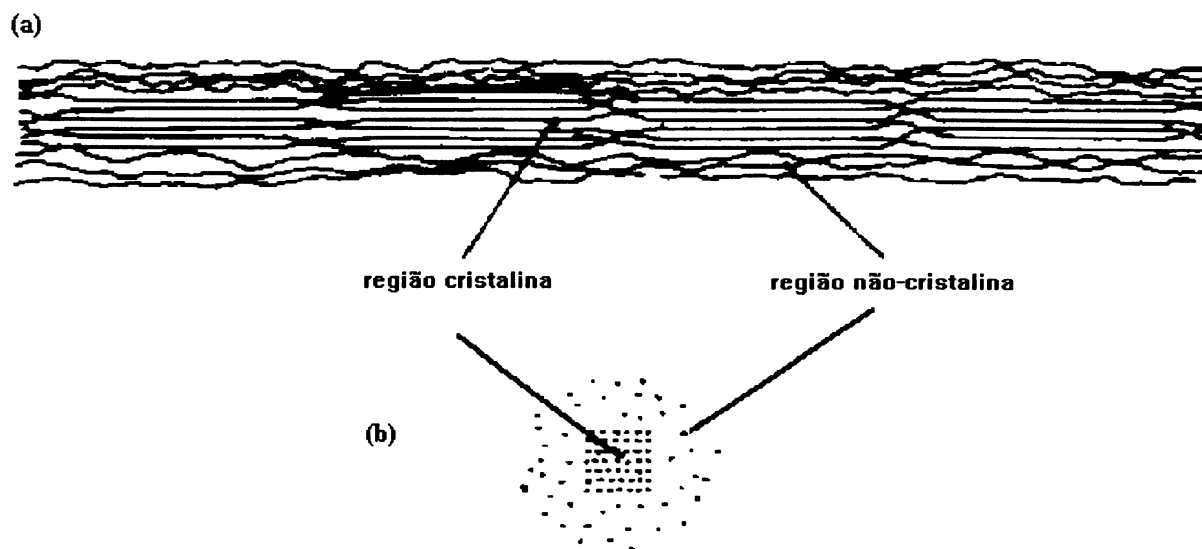


FIGURA. 1 DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DAS REGIÕES CRISTALINA E NÃO-CRISTALINA DE MICROFIBRILAS DE CELULOSE.

a) longitudinal e b) transversal.

FONTE: BREET e WALDRON (18)

As camadas identificadas na parede celular são: lamela média, parede primária e parede secundária. A lamela média é derivada da placa equatorial, depositada durante a divisão celular (18). Mantém ponto de coligação entre células contíguas (18) e é composta, principalmente, de substâncias pécticas, notadamente pectatos de cálcio e magnésio (22). A parede primária é a primeira parede formada pela célula (25). É tipicamente fina, plástica e hidratada (19), o que lhe permite crescer (33). Apresenta fibrilas de celulose, cercadas por matriz de hemiceluloses (18) e substâncias pécticas (82). A parede secundária é depositada quando completada a elongação da célula (25), em camadas distintas e de modo paralelo (82), no lado interno da parede primária, diminuindo o lume da célula. Consiste de celulose e outros polissacarídeos (25). A parede secundária é mais grossa que a parede primária, com maior quantidade de material fibrilar, menos água (19) e, muitas vezes, lignina. A lignificação inicia na região da parede primária ou lamela média (25). A parede secundária confere força mecânica e consiste de três camadas: externa, média e interna (25). A parede secundária não é comum a todas as células.

As Figuras 2 e 3 representam as paredes celulares descritas anteriormente, de forma tridimensional e plana, respectivamente.

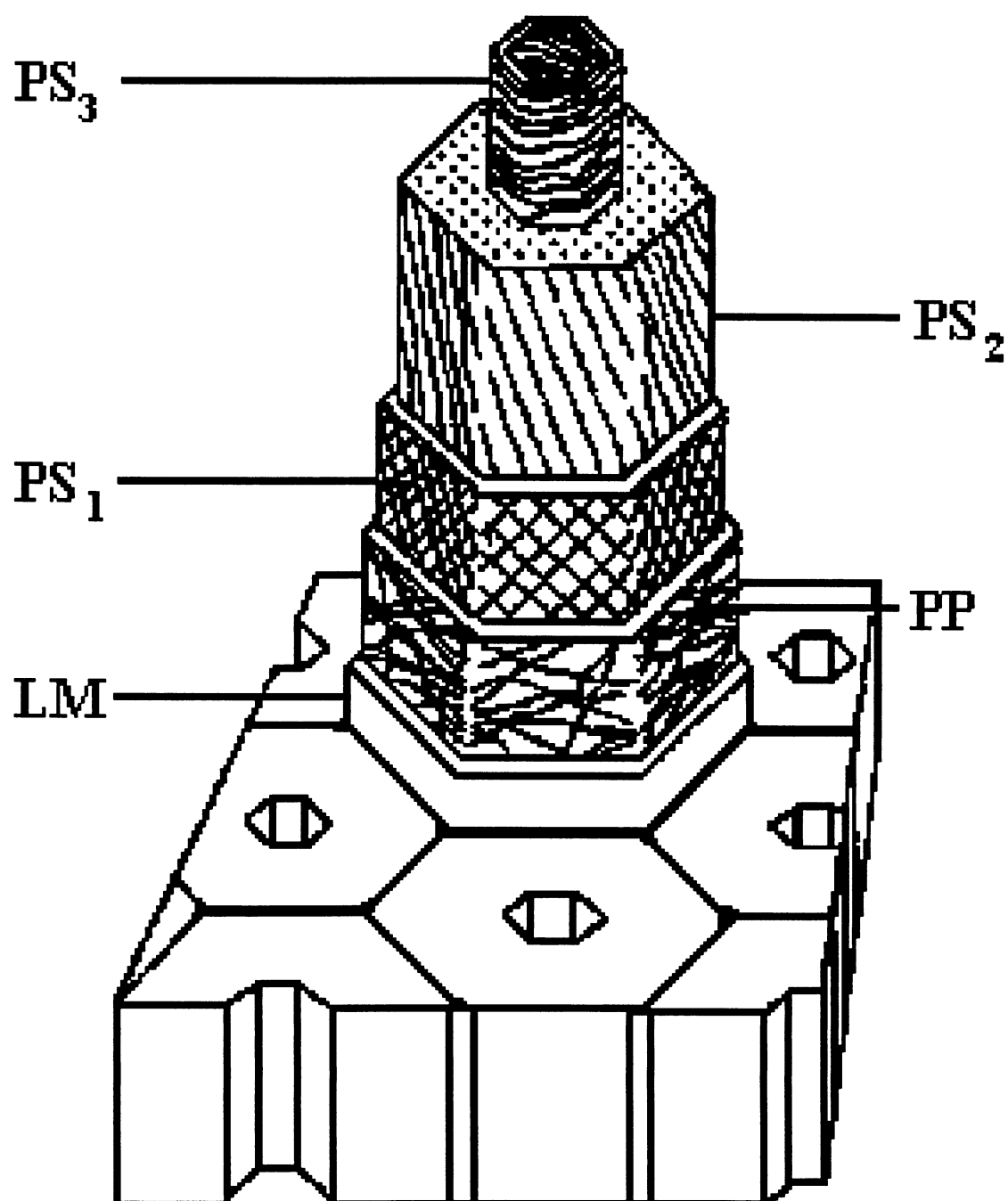


FIGURA 2 - DIAGRAMA TRIDIMENSIONAL DAS PAREDES CELULARES DE UMA FIBRA DE XILEMA OU TRAQUEÍDE.

As microfibrilas estão dispostas de forma diferente na parede primária (PP) e paredes secundárias (PS) sendo representadas pelas linhas oblíquas. Três estratos podem ser distinguidos : PS₁ (externo), PS₂ (médio) e PS₃ (interno). A lamela média (LM) encontra-se entre as células, representando ponto de coligação entre elas.

FONTE: CUTTER (25)

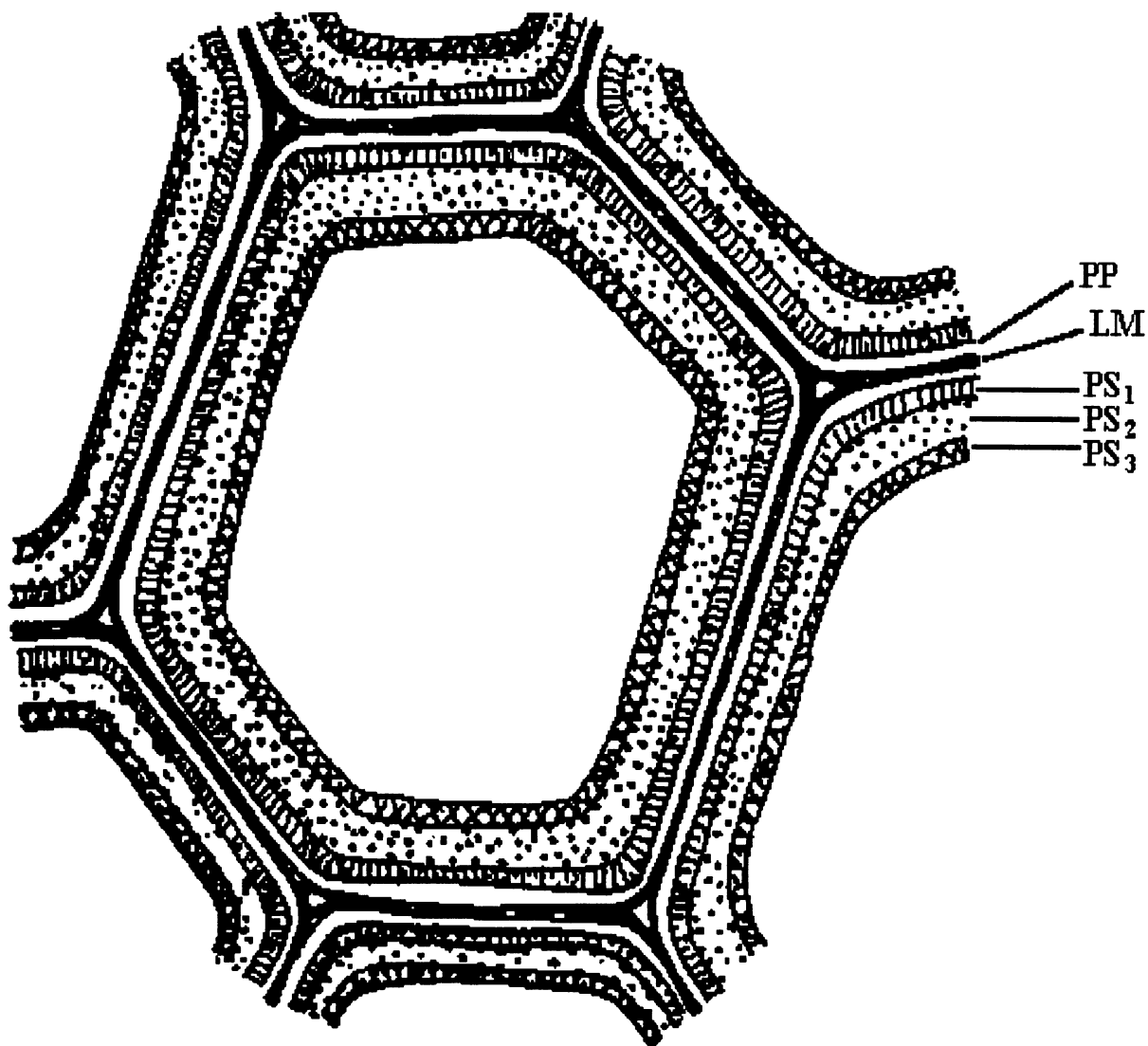


FIGURA 3 - ESQUEMA DA ESTRUTURA GERAL DAS PAREDES CELULARES, NO PLANO.

Para maior clareza, as camadas foram ampliadas (apenas alguns tipos de células vegetais apresentam parede secundária). Estão representadas: lamela média (LM); parede primária (PP) e paredes secundárias (PS) como estratos externo, médio e interno (PS₁, PS₂ e PS₃).

FONTE: BUVAT (22)

Os componentes das paredes celulares podem ser agrupados como polissacarídeos e lignina.

Os polissacarídeos são polímeros que apresentam onze ou mais unidades de monossacarídeos ligados entre si em proporções variadas e por diferentes ligações glicosídicas (91). A Figura 4 representa as fórmulas estruturais dos componentes monoméricos, comuns aos polissacarídeos.

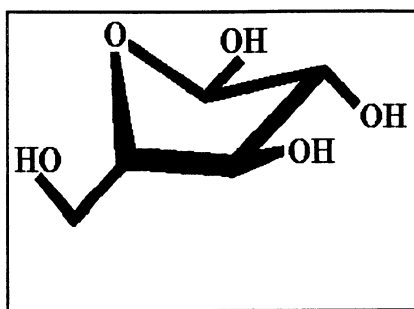
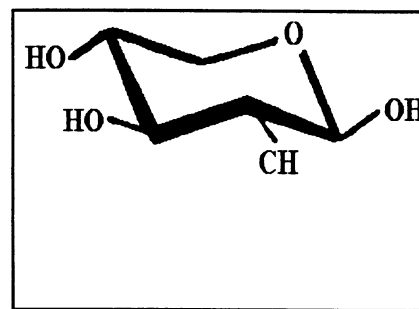
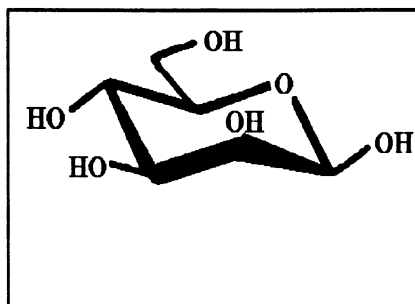
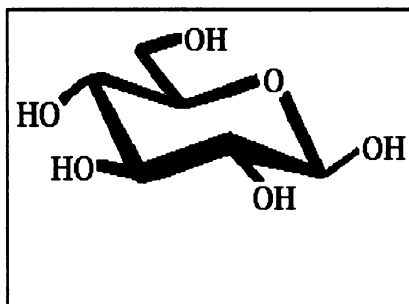
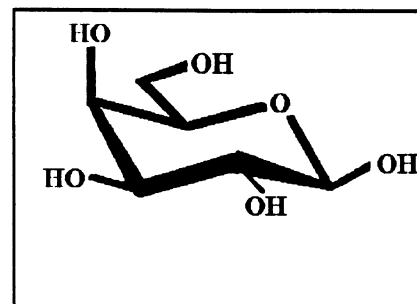
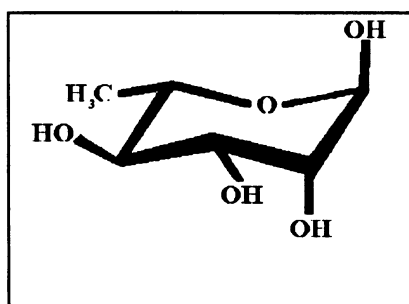
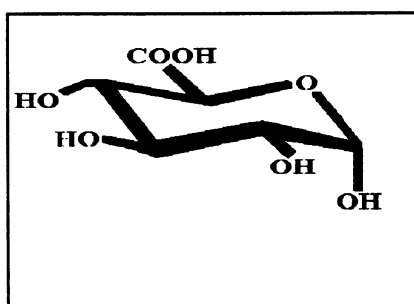
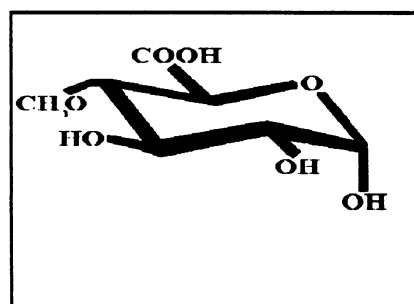
 α - L - arabinofuranose β - D - xilopiranoose β - D - manopiranoose β - D - glucopiranoose β - D - galactopiranoose α - L - ranopiranooseácido α - D - glucopiranosurônico4 - O - Me - ácido α - D - glucopiranosurônico

FIGURA 4 - PRINCIPAIS MONÔMEROS QUE COMPÕEM OS POLISSACARÍDEOS
 FONTE: THEANDER *et al.* (91)

2.2.1.1 Polissacarídeos

Os polissacarídeos das paredes celulares compreendem: celulose, hemiceluloses e substâncias pécicas.

Celulose: polímero linear de com ligações glicosídicas β -(1-4) (68) mais conhecido e abundante na natureza (91). Constitui o principal componente da parede celular (68) e também o verdadeiramente fibroso (85) (Figura 5). Apresenta graus de polimerização (número de resíduos de açúcar por molécula), normalmente, de dez a quinze mil (19) e sua função na planta é estrutural (49).

Como referido anteriormente, as moléculas de celulose encontram-se arranjadas no interior da microfibrila (29), e a conformação molecular resultante das ligações entre as unidades de glicose favorece a formação de pontes de hidrogênio entre unidades de açúcar na cadeia e entre cadeias adjacentes, dando origem a uma estrutura de considerável força de tensão.

Traços de outros açúcares são usualmente encontrados na maioria das plantas quando as frações de celulose são analisadas (82). Os mais comuns são xilose e manose (19). A celulose pode ser extensivamente degradada por tratamentos químicos, como extração alcalina a quente na presença de oxigênio e, em alguma extensão, por rigorosos procedimentos físicos como moagem com moinho de bola (82).

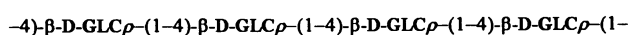


FIGURA 5 - ESTRUTURA DA CELULOSE.

FONTE: THEANDER *et al.* (91)

Hemiceluloses: mistura de polissacarídeos, a maioria dos quais heteropolissacarídeos complexos. Contêm dois ou quatro resíduos de diferentes açúcares (82), normalmente derivados de pentoses e hexoses como xilose, e manose (22). Apresentam, em média, cinquenta a duzentas unidades de açúcar e são conhecidas no mínimo duzentas e cinquenta hemiceluloses quimicamente diferentes (49). Estão associadas com as paredes celulares da planta e fazem parte, como descrito anteriormente, dos polissacarídeos da matriz (59). Na planta, estão intimamente associadas com a celulose (2) e, assim como esta, têm função estrutural (49).

As hemiceluloses incluem xilanas, mananas e xiloglucanas (59). As xilanas, os tipos predominantes de polissacarídeos presentes, são cadeias lineares de unidades de D-xilopirranose unidas através de ligações β -(1-4) com cadeias laterais de três tipos: unidades de ácido α -D-glucurônico ou seu éter 4-O-metilico; resíduos simples de α -L-arabinofuranose unidos por ligações α -(1-3) e resíduos de L-arabinofuranose.(59) (Figura 6 A).

Mananas, segunda maior divisão das hemiceluloses (59), são polissacarídeos raros e provavelmente de reserva (82). Entre as mananas, glucomananas e galactoglucomananas são polímeros que consistem de D-glicana de D-manose e D-glicose unidas por ligações β -(1-4). Resíduos de α -D-galactose estão unidas a cadeia principal, de maneira irregular, através de ligações α -(1-6). Galactomananas são encontradas, como materiais de reserva, nas sementes de leguminosas (59) (Figura 6 B).

A mais bem caracterizada hemicelulose é a xiloglucana (19), predominante nos tecidos parenquimáticos de frutas e vegetais (29). Tem uma cadeia principal β -D-glucana (celulósica), com ramificação lateral feita de unidades de xilopirranose unidas por ligações α -(1-6) (59) (Figura 6 C).

apresentam uma cadeia linear de ácido D-galacturônico (59) como principal componente e unidades de L-ramnose intercaladas (91) (Figura 7).

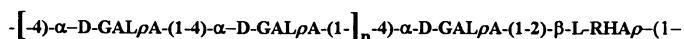


FIGURA 7 - ESTRUTURA DA PECTINA

FONTE: OLSON *et al.* (59)

Os grupos carboxílicos das unidades de ácido galacturônico nas cadeias podem ser encontrados esterificados ou nas formas de sal ou ácido (59). O grau de esterificação é responsável pelas propriedades físicas da pectina (49).

Na fruta imatura a pectina é insolúvel e, nesta fase, é denominada de protopectina que, sob limitada hidrólise, produz pectina ou ácidos pectínicos (24). Nestes, apenas uma parte dos grupamentos acídicos são esterificados (85). Os sais de ácidos pectínicos são pectinatos (24), também insolúveis (49). À medida que a fruta amadurece, a pectina torna-se mais solúvel (85), ou seja, ocorre uma metamorfose dela. Pectinas solúveis e insolúveis são encontradas como parte das paredes celulares e lamela média.

As pectinas são ácidos pectínicos, solúveis em água, com variado conteúdo de éster metílico e grau de neutralização, que, em condições adequadas, são capazes de formar gel com açúcar e ácido. Ácidos pectínicos formam gel em água com açúcar e ácido sob condições adequadas ou com certos íons, desde que com grau de metoxilação adequado ² (35).

² O grau de esterificação da pectina comercial é definido pela razão de esterificação das unidades de ácido galacturônico na molécula para o total de unidades de ácido galacturônico na molécula. Pectinas de alto metoxil = pectinas com grau de esterificação acima de 50%. Pectinas de baixo metoxil = pectinas com grau de esterificação abaixo de 50% (35).

2.2.1.2 Lignina

Polímero aromático composto de unidades de fenilpropano (19) cujos precursores são álcoois aromáticos, p-coumaril, coniferil e sinapil (Figura 8) e que são transformados em **lignina** por um processo complexo de desidrogenação e polimerização (49). Os tipos de lignina variam nos tecidos vegetais em função da relativa proporção dos compostos fenólicos (72, 91).

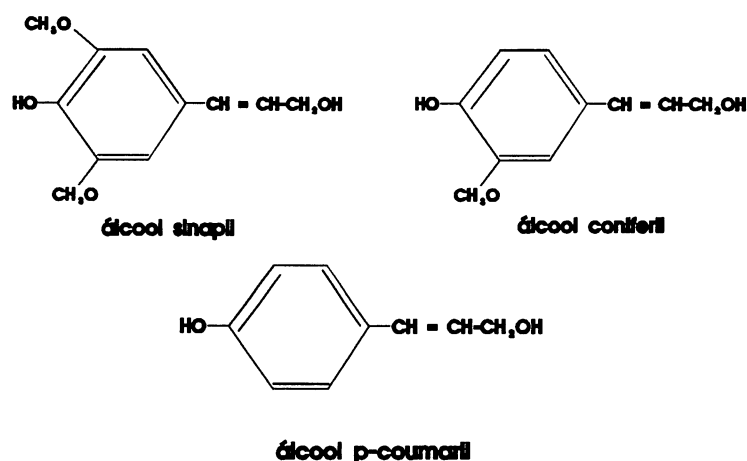


FIGURA 8 - ÁLCOOIS AROMÁTICOS QUE SÃO PRECURSORES NA SÍNTESE DE LIGNINA.
FONTE: BRETT e WALDRON (18)

A lignina confere rigidez à parede ao mesmo tempo em que age como ligação entre as células (49). Além disso, impede que a água permeie através das paredes celulares e é altamente resistente ao ataque por microrganismos (49).

A lignificação não é característica de todas as células maduras e é limitada a grupos de células com funções especializadas, como as que conduzem solutos e as que são responsáveis pelo suporte mecânico (49). Quimicamente, a lignina é altamente complexa e a estrutura de sua molécula parece não estar determinada (19). BRETT e WALDRON (18) reproduziram a estrutura parcial da lignina.

O quadro 1 relaciona os componentes e características principais da fibra alimentar e principais variações estruturais.

QUADRO 1 - PRINCIPAIS COMPONENTES E CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DA FIBRA ALIMENTAR.

COMPONENTES	MAIORES CONSTITUINTES		LIGAÇÕES NA CADEIA PRINCIPAL	PRINCIPAIS VARIAÇÕES ESTRUTURAIS
	cadeia principal	cadeia lateral		
Celulose		-	linear β -1,4	grau de polimerização
Hemiceluloses (arabinoxilanas, galactomananas e xiloglucanas)	xilose manose glicose	arabinose ácido glucurônico galactose xilose	principalmente linear β -1,4	ramificação e/ou cadeias laterais
Substâncias pécicas	ácido galacturônico	arabinose, xilose, galactose	principalmente linear α -1,4	grupo metoxil, cadeias laterais
Lignina	álcoois, sinapil, coniferil, p-comaril			tipo do polímero
Outros (gomas, mucilagens e polissacarídeos de algas)	muito diversos		ligações não α -glicosídicas	cadeias laterais, ramificação, graus de sulfatação

FONTE: Adaptado de GLICKSMAN (35), LANZA e BUTRUM (49), SCHNEEMAN (68).

2.2.2 Componentes da fibra alimentar associados à fibra ou que se comportam como tal

Outros componentes que não-carboidratos e lignina (27), presentes normalmente em pequenas quantidades, fazem parte da planta e, de modo geral, não são assimilados normalmente no trato gastrointestinal humano (27). Podem estar associados ou são parte da parede celular, como cutina, suberina, ceras, proteínas (81) e constituintes inorgânicos (80).

Cutina, suberina e ceras são materiais lipídicos complexos associados com os tecidos epidermais das plantas e são essencialmente hidrofóbicos e resistentes à degradação (80).

A proteína presente na parede celular tem função estrutural (80) e ocorre como glicoproteína, rica e pobre em hidroxiprolina. Está associada principalmente com arabinose e galactose (72) e, quantitativamente, varia de acordo com a maturidade do tecido. Nas paredes imaturas pode estar acima de 10 % (85) e decai à medida que mais polissacarídeos são depositados na parede (80). SELVENDRAN e DUPONT (73) referiram que cerca de 3 a 8 % do peso da parede celular de muitos tipos de tecidos corresponderia à proteína. Sua

aparente digestibilidade, na maioria dos tecidos, é baixa (80). Além da proteína estrutural, enzimas são encontradas na parede celular (19).

Os componentes minerais aparentemente têm importância estrutural na planta, em especial a sílica, absorvida em quantidades pequenas no trato gastrointestinal (47). São depositados nas paredes celulares das plantas em quantidades variadas e de acordo com as espécies, conteúdo de sílica do solo e maturidade da planta. No trigo o conteúdo de cinza da parede celular pode corresponder a 10 % (85). Outros compostos são potássio e sais de magnésio de ácidos orgânicos (80).

O Quadro 2 relaciona os compostos citados anteriormente e suas respectivas fontes, bem como outras que, embora não constituintes da fibra alimentar, têm comportamento análogo a ela por não serem digeridas completamente no trato gastrointestinal humano (81).

QUADRO 2 - COMPONENTES QUE NÃO SÃO ASSIMILADOS PELO TRATO GASTROINTESTINAL HUMANO E QUE SE COMPORTAM COMO FIBRA OU ESTÃO ASSOCIADOS A ELA.

CATEGORIA	COMPONENTE	FONTE	FREQÜÊNCIA DE CONSUMO
Não carboidratos associados com a parede celular da planta ou parte dela	cutina ^{1, 2}	superfícies cutinizadas de plantas	a
	suberina ^{1, 2}	tecidos suberinizados a (subepidermal) de plantas	a
	cera ^{1, 2}	superfície externa e alguns tecidos internos	a
	proteína ^{1, 2}	presente em todas as paredes	a
	material inorgânico ^{1, 2} (mais comuns Ca, K, Mg e Si)	virtualmente todas as paredes	a
Produtos de degradação	carboidratos modificados; complexos carboidrato/ proteína ²	originam-se principalmente em alimentos que foram tratados termicamente	a
Outros componentes não assimiláveis	oligossacarídeos ²	tri e tetrassacarídeos em muitos vegetais	b
	pigmentos ²		b
	proteínas degradadas do tecido conectivo ²	produtos animais	c
	quitina de exoesqueleto ²	insetos e crustáceos	c
	mucopolissacarídeos ²	tecidos conectivos animais	b

FONTE: Adaptado de SOUTHGATE (80, 81)

Componente: 1 - associado com a fibra;

2 - comporta-se como fibra.

Frequência de Consumo: a - presentes em muitas, senão em todas, as dietas a baixos níveis;

b - depende da escolha dos alimentos; estão presentes em muitas dietas porém em quantidades pequenas;

c - muito pouco freqüente em dietas ocidentais, baixo nível em outras dietas.

2.2.3 Outros polissacarídeos

Existe um grupo heterogêneo de substâncias que não pectinas e hemiceluloses e que, geralmente, podem ser removidas com água fervente, como polissacarídeos de algas, gomas, mucilagens e polissarídeos quimicamente modificados (49). GLICKSMAN (35) designou este grupo de hidrocolóides comestíveis, pela habilidade que apresentam para espessar ou formar gel aquoso. EASTWOOD e PASSMORE (29), por sua vez, distinguiram **gomas** e **mucilagens**. Gomas, como os produtos obtidos de caules ou sementes de árvores e arbustos tropicais e semitropicais. São polissacarídeos formados principalmente de glicose, galactose, manose, arabinose, ramnose e seus ácidos urônicos. Os mais comuns são gomas arábica, tragacanta, guar e karaia. Mucilagens são polissacarídeos provenientes de sementes e algas marinhas (ácido algínico) e podem ser sulfatados a graus variados. Estas substâncias são, de modo geral, utilizadas na indústria de alimentos, normalmente em pequenas quantidades, como espessantes, estabilizantes e emulsificantes (49).

A fibra é uma mistura de polímeros que desempenha função distinta na planta (29). Quando ingerida, isolada ou como parte de um alimento, também exerce efeito sobre o processo digestivo, em função das propriedades físicas que apresenta e que serão descritas na sequência.

2.3 PROPRIEDADES FÍSICAS DA FIBRA ALIMENTAR

As propriedades físicas da fibra alimentar são hidratação (92), absorção de moléculas orgânicas e troca iônica (69). São importantes na determinação das respostas fisiológicas e variam de acordo com o processamento e/ou tratamento a que é submetida a fibra ou alimentos que a contém.

2.3.1 Hidratação

Como parâmetros de hidratação, serão considerados solubilidade e capacidade para ligação e/ou absorção de água.

Solubilidade é a habilidade da fibra para formar soluções de diferentes viscosidades ou géis de diferentes forças (3). A fibra, quando em contato com a água, tem suas macromoléculas expandidas e dispersadas. Estruturas regulares, como a celulose, por exemplo, apenas absorvem água (92). Em decorrência desta propriedade, a fibra alimentar pode ser classificada em solúvel e insolúvel. Solúveis são as pectinas, gomas, mucilagens e algumas hemiceluloses, enquanto lignina, celulose e a maioria das hemiceluloses são insolúveis (26). Pectina e goma têm, de modo geral, maior capacidade de reter água que a celulose. A redução do peso molecular e do conteúdo de ésteres de metilo da pectina reflete no decréscimo de sua viscosidade também (69).

Embora as características de hidratação da fibra possam ser avaliadas por diversos métodos *in vitro*, e a capacidade de ligar e/ou absorver água esteja envolvida com aumento do volume fecal, a sua capacidade para formar massa é dependente da fermentação da fibra e do aumento da massa microbiana no cólon (69). Normalmente, alta capacidade de absorver água está associada com grande poder de fermentação da fibra ³ (28).

Fibra solúvel tem sido relacionada com a capacidade de retardar o esvaziamento gástrico e, com isso, a difusão e absorção de nutrientes (28).

2.3.2 Absorção de moléculas orgânicas

A capacidade para absorver moléculas orgânicas inclui, especialmente, ácidos biliares, colesterol e compostos tóxicos (68). *In vivo*, a propriedade para ligar ácidos biliares refere-se à habilidade da fibra para incrementar a excreção de ácidos biliares e esteróis, e esta habilidade está relacionada ao decréscimo do colesterol plasmático (28). É atribuída

³A fibra alimentar, com exceção da lignina (48), embora não degradada enzimaticamente é fermentável e degradada a graus variados (68) pela microflora que, naturalmente, ocorre no intestino grosso. Pectinas, gomas e mucilagens, aparentemente, são completamente degradadas, enquanto que celulose é apenas parcialmente hidrolisada (68). Os produtos desta digestão são hidrogênio, dióxido de carbono, ácidos graxos de cadeia curta, ácidos acético, propiônico e butírico (48).

especialmente à lignina (28, 29, 68) e, em menor grau, à pectina e goma guar (29, 69). Celulose tem pequena habilidade de ligar ácidos biliares (28, 69).

Ao que parece, a fibra exerce mecanismos de proteção contra o câncer gastrointestinal (28, 69), pela ligação de compostos tóxicos. Especialmente lignina tem a propriedade de absorver drogas (29).

2.3.3 Troca iônica

In vitro, a fibra alimentar mostra capacidade para ligar minerais (37) e, portanto, influenciar na absorção de eletrólitos, minerais e metais pesados tóxicos. Isto não significa, no entanto, que *in vivo* as respostas sejam idênticas uma vez que a fibra sofre degradação parcial por bactérias colônicas no trato digestivo (92).

O número de grupos carboxílicos livres nos resíduos de açúcar e o conteúdo de ácidos urônicos de polissacarídeos estão relacionados com a propriedade de troca iônica da fibra (68). O conteúdo de pectina dos alimentos não é indicador da capacidade de intercâmbio catiônico, pois a maior parte dos ácidos urônicos dos alimentos se encontra esterificada e, portanto, não acessível ao intercâmbio catiônico (69).

O Quadro 3 estabelece graus de solubilidade das diferentes frações de fibra, efeitos fisiológicos e benefícios para a saúde.

QUADRO 3 RELAÇÃO GRAU DE SOLUBILIDADE DA FIBRA ALIMENTAR, EFEITOS FISIOLÓGICOS E BENEFÍCIOS PARA A SAÚDE.

SOLUBILIDADE	EXTRATO	FONTES PRINCIPAIS	EFEITOS FISIOLÓGICOS	BENEFÍCIOS PARA A SAÚDE
Rico em fibra solúvel	pectina	frutas cítricas e maçãs	incrementa viscosidade liga ácidos biliares	incrementa tolerância à glicose decrece colesterol
	gomas	vegetais	incrementa ácidos graxos de cadeia curta	
	hemiceluloses e outros polissacarídeos	feijões e outros legumes	incrementa viscosidade liga ácidos biliares	incrementa tolerância a glicose decrece colesterol
			incrementa ácido graxo de cadeia curta	decrece câncer de cólon
	β -glucanas	aveia e cevada	incrementa volume fecal incrementa viscosidade incrementa ácidos graxos de cadeia curta	incrementa tolerância à glicose decrece colesterol
Rico em fibra insolúvel	celulose lignina	farelo de trigo farelo de milho	incrementa volume fecal diminui tempo de trânsito liga ácidos biliares	incrementa tolerância à glicose decrece câncer de cólon

FONTE: Adaptado de HUGHES (44)

2.3.4 Efeito do processamento

O processamento sobre a fibra modifica o seu conteúdo, composição e propriedades e, conseqüentemente, a sua função no organismo. Tratamento mecânico, como a moagem, e térmico, como secagem, cocção e congelamento, afetam as características de hidratação (92). Pequenas partículas diminuem a capacidade de ligar água e habilidade de ligar ácidos biliares (3). O tratamento químico pode solubilizar pectina e lignina. O tratamento pelo calor poderá formar produtos de Maillard e amido resistente, que serão medidos como parte da fibra da parede celular. O aquecimento pode, ainda, diminuir o conteúdo de fibra ou modificar a distribuição entre componentes solúveis e insolúveis (92).

Tratamento com calor úmido, particularmente em vegetais e frutas, aumenta a quantidade de fibra solúvel, pela parcial degradação de polissacarídeos pécticos (92).

A importância fisiológica da fibra alimentar em nutrição humana tem resultado em desenvolvimento de vários métodos analíticos (7). Os principais serão descritos na sequência.

2.4 MÉTODOS DE ANÁLISE DE FIBRA ALIMENTAR

O desenvolvimento de metodologia para determinação do conteúdo de fibra dos alimentos tem uma longa história (57). O método mais antigo é o gravimétrico de fibra bruta (49) ou método de Weende (57), desenvolvido no início de 1800, para avaliação de ração animal (39, 48).

De acordo com a técnica básica empregada, os métodos de análise de fibra podem ser agrupados de dois modos diferentes. O primeiro quantifica os componentes da fibra por gravimetria e o segundo grupo corresponde aos procedimentos instrumentais (49) ou químicos, de acordo com VOLLENDORF e MARLETT (101). A partir deles são determinados os monômeros da fibra por colorimetria, cromatografia gás-líquido (GLC) e cromatografia líquida de alta pressão (HPLC).

Os métodos gravimétricos são mais apropriados para análise de rotina (56), enquanto que a determinação quantitativa dos açúcares que compõem a fibra é útil para prever ou entender as propriedades físicas e fisiológicas da fibra (90, 91, 70).

As frações obtidas na determinação de fibra alimentar podem ser visualizadas através do Quadro 4. Podem ser como polissacarídeos não-amiláceos e lignina; polissacarídeos não-celulósicos, celulose e lignina; fibra solúvel (pectina e outros polissacarídeos) e fibra insolúvel (a maioria das hemiceluloses, celulose e lignina). Os monômeros presentes na parede celular são também relacionados.

QUADRO 4 - RELAÇÃO ENTRE OS MODOS DE QUANTIFICAR FIBRA ALIMENTAR.

Fibra	polissacarídeos não-amiláceos (PNA)	polissacarídeos não-celulósicos (NCP)	outros	fibra solúvel	outros resíduos de açúcar	parede celular da planta	
Alimentar			polissacarídeos		ácidos urônicos		
Total			pectina		ramnose		
							arabinose
							xilose
hemiceluloses	fibra insolúvel	manose					
		galactose					
		glicose					
		lignina					
		lignina					

FONTE: Adaptado de ASP *et al.* (7)

Os métodos gravimétricos são usados para quantificar-se o conteúdo de fibra ou seus componentes, separadamente, por peso ou diferença de peso (28). Os mais importantes são os de fibra bruta, extração com detergentes e enzimáticos. Entre os métodos instrumentais ou químicos, alguns dos mais importantes foram desenvolvidos por SOUTHGATE (78) e ENGLYST e CUMMING (30).

O método de fibra bruta adotado como oficial pela *AOAC (Association of Official Analytical Chemists)* desde aproximadamente 1916, permanece inalterado nos seus princípios até hoje (7). Corresponde ao resíduo remanescente após extração com solvente, digestão com ácido e álcali diluídos e subtração de minerais através de cinzas (9). Toda a fração solúvel da fibra é destruída e quantidade variável de insolúvel também. Portanto, por este método, a recuperação de celulose, lignina e hemicelulose é variável. De acordo com SCHALLER (67), as porcentagens de recuperação das frações variam de 50 a 90 % para celulose, 10 a 40 % para lignina e 20 % para hemicelulose insolúvel. Segundo HALL (38), a determinação de fibra bruta é quase obsoleta em nutrição humana e representativa de apenas 5 a 20 % da fibra alimentar total.

Os métodos baseados na extração com detergentes foram desenvolvidos em 1963, por VAN SOEST (97, 98), e, em 1967, por VAN SOEST e WINE (99), com o propósito de solucionar problemas relacionados à análise de ração animal bem como, ao mesmo tempo, constituir metodologia alternativa para o método de fibra bruta (65). Têm por

princípio a solubilização das gorduras, compostos contendo nitrogênio, açúcar e alguns amidos por ação dos detergentes (28). O material a ser analisado é mantido em refluxo com a solução detergente, após o que é filtrado, lavado, seco e o peso final corresponde ao resíduo. Em função da natureza do detergente empregado, o método é designado fibra detergente ácido ou fibra detergente neutro. O primeiro é indicado para análise de ração para ruminantes, enquanto que o segundo tem seu emprego orientado à avaliação de alimentos para não ruminantes (7, 99). O resíduo obtido pelo método de fibra detergente ácido contém celulose, lignina, cutina, sílica e outros minerais insolúveis em ácido (65), enquanto que celulose, lignina e a maior parte da hemicelulose são recuperadas como resíduo no método de fibra detergente neutro (39).

A aplicação do procedimento, como originalmente desenvolvido, resultava, para alimentos ricos em amido, em superestimação da fibra detergente neutro, pois parte do amido permanecia remanescente no resíduo. Assim, o método foi modificado pelo emprego de enzima α -amilase, estável ao detergente, com o objetivo de eliminar o amido residual. ROBERTSON e VAN SOEST (65) reproduziram as etapas envolvidas no método desenvolvido por Schaller, em 1977, que foi adotado como método oficial pela *AACC (American Association of Cereal Chemists)* em 1983 (49). Remoção de proteína e lipídeo das amostras é recomendada quando em quantidades iguais ou superiores a 30 e 10 % sobre base seca, respectivamente (43).

A não recuperação da fração solúvel da fibra (49, 67, 6, 84, 16, 76) é apontada como principal desvantagem dos métodos detergentes. Apesar disso, este método é ainda mais acurado que o de fibra bruta (16, 34). SLAVIN e MARLETT (76) referiram, como vantagem do método, recuperação de uma fração de fibra fecal, livre de bactérias e mucopolissacarídeos que, assim, permite a interpretação das suas funções fisiológicas no intestino.

A aplicação de métodos detergentes permite ainda a separação das frações insolúveis da fibra, por diferença (65), bem como a análise dos açúcares e ácidos urônicos, por metodologia instrumental (65).

A *AOAC* adotou como oficial, em 1977, o método fibra detergente ácido (8), para análise de ração animal.

MONGEAU e BRASSARD (57), em 1986, desenvolveram método gravimétrico enzimático para determinação de fibra alimentar total, baseados no método de fibra detergente neutro porém incluíram um procedimento para avaliação da fração solúvel. De acordo com HALL (38), o método, como originalmente proposto, aparentemente não oferece vantagem sobre o da *AOAC* para fibra alimentar total e que será referido na sequência. Em 1990, MONGEAU e BRASSARD (58) conduziram um estudo interanalítico, envolvendo dez laboratórios, com o objetivo de avaliar a precisão de um método rápido para medida de fibra alimentar total como frações solúvel e insolúvel. Os autores concluíram ser o método proposto compatível com outros métodos reconhecidos e com possibilidade de ser empregado como metodologia de rotina para determinação de fibra alimentar total. MENDEZ *et al.* (54) apresentaram, em 1985, metodologia para determinação de fibra detergente neutro para alimentos ricos em amido e para o qual estabeleceram tempo de incubação e concentração ideal para a enzima. Em 1992, MENDEZ *et al.* (55), baseados no método desenvolvido anteriormente, publicaram tabela de composição de alimentos, da qual constaram, entre outros, os valores de celulose, hemiceluloses, lignina, pectina solúvel, protopectina, pectina total e fibra alimentar total. Foram relacionados, ao todo, aproximadamente cem produtos agrupados como amiláceos, cereais e derivados, hortaliças e leguminosas. Tal iniciativa reveste-se da maior importância, pois é uma das mais completas fontes de dados, que relaciona o conteúdo de fibra alimentar de produtos brasileiros.

Os procedimentos enzimáticos gravimétricos são baseados no processo digestivo. Utilizam enzimas proteolíticas e amilolíticas para remoção de proteína e amido. O conteúdo de fibra alimentar total é obtido pela subtração dos pesos do resíduo final, proteína e cinza.

Para SOUTHGATE *et al.* (84), a origem dos métodos baseados em digestão enzimática pode ser atribuída a William e Olmest, que desenvolveram "métodos bioquímicos" para fibra insolúvel, pois estavam insatisfeitos com o emprego do método de fibra bruta para estudos em nutrição humana. HELLENDORRN *et al.* (40), em 1975, usaram enzimas de mamífero, pepsina e pancreatina para hidrólise de proteína e amido, respectivamente. As desvantagens apontadas para o método foram permanência de resíduo de amido e proteína e a quantificação apenas de fibra insolúvel (49, 84). ASP *et al.* (7) referiram-se a Hellendoorn como um dos primeiros a reconhecer a importância da fermentação para a atividade fisiológica do resíduo não digerível do alimento.

Um grande número de métodos enzimáticos foram propostos desde então, baseados no método de Hellendoorn. FURDA (34) desenvolveu um procedimento rápido, destinado a determinar, simultaneamente, fibra solúvel e insolúvel. Usou protease bacteriana pura e α -amilase (de *Bacillus subtilis*). A fibra alimentar total foi recuperada como frações separadas de fibra solúvel e insolúvel. SCHWEIZER e WÜRSCH (70) desenvolveram procedimento analítico para determinação de fibra alimentar por digestão enzimática. Empregaram pepsina e mistura de pancreatina e glucoamilase e tempos de incubação de 20 e 18 h, respectivamente a 37°C. Os resíduos foram recuperados por centrifugação como fibra insolúvel e solúvel e o sobrenadante precipitado com etanol para recuperação de fibra solúvel. Os autores quantificaram também os monômeros da fibra para alguns alimentos, por cromatografia gasosa, enquanto que, por colorimetria, determinaram ácido galacturônico.

ASP e JOHANSSON (5) propuseram um procedimento para determinação de fibra alimentar que fosse rápido e, ao mesmo tempo, recuperasse a fração solúvel da fibra.

Usaram enzimas pepsina e pancreatina e tempo de incubação igual a 18 e 1 h, respectivamente. A fibra foi recuperada por centrifugações como fibra insolúvel e solúvel. Estas últimas, obtidas após precipitação com etanol. Em 1983, ASP *et al.* (6) desenvolveram método enzimático gravimétrico para determinação de fibra alimentar total, solúvel e insolúvel, cujo objetivo foi reduzir o tempo total de análise. Modificaram os tempos de incubação com as enzimas e o método de recuperação do resíduo. As enzimas utilizadas foram termamil, pepsina e pancreatina. Os tempos e temperaturas de incubação foram, respectivamente, 15 min. em fervura para termamil e 60 min. a 40°C para as duas últimas enzimas. A repetibilidade dos resultados foi considerada satisfatória.

A necessidade de se estabelecer metodologia analítica para determinação de fibra alimentar total como polissacarídeos solúveis e insolúveis, e lignina desencadeou o desenvolvimento de procedimentos, baseados nos métodos anteriores.

PROSKY *et al.* (61), em 1984, desenvolveram método gravimétrico enzimático para determinar fibra alimentar total. O método proposto consistia basicamente em submeter a amostra à digestão com α -amilase estável ao calor, para hidrolisar o amido, seguido de tratamento com protease e amiloglicosidase, para digestão de proteína e resíduos de amido. Para precipitação da fibra solúvel, empregaram etanol 95% e, após 1 h, a mistura foi filtrada e lavada com etanol e acetona. Os resíduos obtidos foram secos em estufa e analisados para proteína e para cinza. O conteúdo de fibra alimentar total foi obtido pela diferença nos pesos do resíduo, proteína e cinza. O método foi submetido a avaliação por meio de estudo interanalítico, para o qual contribuíram trinta e dois analistas, que analisaram treze amostras. A variabilidade dos resultados entre os laboratórios foi avaliada pelos reprodutibilidade e expressa em porcentagem. Assim, os coeficientes de variação para dez amostras, foram de 2,95 a 26,39 %, e para as outras três, acima destes valores. Os mesmos autores, em 1985 (62), conduziram novo estudo, semelhante ao primeiro, porém com modificação nas concentrações do etanol (de 74 % para 78 %) e tampão fosfato (de 0,08 M

para 0,05 M), tempo de incubação (de 15 para 30 min.), objetivando reduzir o coeficiente de variação do método. Participaram nove laboratórios, que analisaram ao todo sete amostras. Os coeficientes de variação entre os resultados foi menor que o verificado no estudo anterior (de 2,95 a 26,39 % para 1,56 a 9,08 %). Os autores reportaram ainda os coeficientes de variação dos resultados para a repetibilidade, ou seja, a variabilidade dos resultados intralaboratoriais. Os valores, para as amostras cuja reprodutibilidade foi relacionada anteriormente, foram de 0,56 a 5,55 %. Este método foi adotado pela *AOAC* como primeira ação oficial em 1885 (14) e, em 1986, foi adotada a ação final para o método (15). Foram alterados o tampão fosfato (de 0,05 M para 0,08 M), solução de hidróxido de sódio (de 0,171 N para 0,275 N) e solução de ácido clorídrico (de 0,205 M para solução 0,325 M) (12).

Em 1988, PROSKY et al. (63), baseados na última ação oficial do método e contando com a colaboração de treze pesquisadores, determinaram fibra insolúvel, solúvel e total em nove amostras. Foram usadas as mesmas enzimas, porém, a variação maior de resultados foi verificada para a fibra alimentar solúvel, embora o somatório das frações solúvel e insolúvel se mostrasse similar ao valor obtido pela análise direta de fibra alimentar. Recomendaram mais estudos quanto ao método de separação de fibra alimentar solúvel.

PROSKY et al. (64) em 1992, publicaram os resultados de novo estudo colaborativo, com o intuito de validar um método para determinar fibra alimentar solúvel e insolúvel para alimentos e produtos alimentícios. O procedimento analítico baseou-se na última ação oficial do método para fibra alimentar total. Participaram vinte e nove colaboradores que avaliaram nove amostras. Para amostras que apresentaram maior dificuldade na filtração, foi recomendado o uso de quantidades menores (0,5 a 0,25 g de amostra).

Em 1991 a *AOAC* (10) adotou, como primeira ação oficial, o método enzimático gravimétrico para determinação de fibra alimentar insolúvel. Foi recomendado o uso de metanol a 85% para remoção de açúcar de amostras cujo conteúdo fosse muito alto.

LEE *et al.*(50) conduziram estudo colaborativo entre onze laboratórios, para determinação de fibra alimentar total, solúvel e insolúvel. O método empregado foi semelhante ao oficial. Foram feitas as seguintes alterações: tampão fosfato, que foi substituído por tampão MES/TRIS (ácido 2-(N-morfolino) etanosulfônico/tris (hidroximetil) aminometano). e pH 8,2 a 24°C; diminuição de uma etapa de ajuste do pH e redução do volume total de mistura e filtração. O objetivo foi simplificar a determinação e aumentar a eficiência do método, pela redução da variabilidade. A precisão da medida direta de fibra alimentar solúvel, insolúvel e total foi considerada excelente e o método, mais simples e rápido que o método oficial da *AOAC*. Fornece valores para fibra alimentar solúvel, insolúvel e total. O último pode ser por medida direta ou somatório das frações solúvel e insolúvel. Foi tomado como primeira ação oficial.

Outros métodos baseados em digestão enzimática foram descritos. LI e ANDREWS (51) desenvolveram método simplificado para análise de fibra alimentar total, com base na última ação oficial da *AOAC* (15). O método inclui apenas uma etapa de digestão enzimática com amiloglucosidase. Em decorrência disso, as correções para cinza e branco são inferiores, enquanto que, para proteína, são superiores.

A Tabela 1 compara os procedimentos analíticos citados anteriormente e os componentes obtidos através deles.

TABELA 1 - COMPARAÇÃO DA RELATIVA ESPECIFICIDADE PARA QUATRO MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE DETERMINAÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR.

MÉTODO ANALÍTICO	CELULOSE	HEMICELULOSES	LIGNINA	PECTINA	FIBRA ALIMENTAR TOTAL
Fibra bruta	+++	+	++	0	Subestima
Fibra detergente neutro	++++	+++	++++	0	Subestima fibra solúvel
Fibra detergente ácido	++++	+	++++	+	Subestima
Enzimático	√	√	√	√	Leve superestimação ⁴

+, ++, +++, ++++ = grau com que os compostos são determinados

0 = não estimado

√ = parte da estimação total de fibra alimentar

FONTE: SCHNEEMAN (68)

LI e CARDOZO (52) propuseram, em 1992, tendo por base os princípios do método oficial da *AOAC* (12), metodologia para determinação de fibra alimentar total, porém, para o qual o uso de enzimas foi desnecessário. Os autores consideraram, baseados em estudos quanto aos efeitos da liofilização e cocção sobre os mesmos vegetais, e de acordo com outros pesquisadores, que o uso de altas temperaturas e enzimas pode ser totalmente desnecessário quando são analisadas frutas e vegetais que conhecidamente contêm pouco ou nenhum amido. A fim de avaliar o método proposto, dez amostras foram analisadas (abricó, ameixa seca, brócolos, cebola, cenoura, maçã, nabo, pepino, pimentão verde e repolho). O conteúdo de fibra alimentar foi determinado por três procedimentos diferentes:

- incubação em água deionizada por 90 min. a 37°C, posterior adição de etanol 95%, filtração e secagem (metodologia proposta);
- extração com hexano e etanol 80%, filtração e secagem;
- método simplificado para determinação de fibra alimentar total (51)

Os resultados, para os três procedimentos, foram obtidos em duplicata, comparados entre si e com as mesmas amostras de vários estudos colaborativos. As vantagens apontadas

⁴ Leve superestimação é atribuída ao amido que não foi removido completamente. Segundo WOLTERS *et al.* (102), a causa de superestimação do conteúdo de polissacarídeos não celulósicos no método gravimétrico enzimático da *AOAC* pode ser devida a precipitação de oligossacarídeos.

para o método foram: trabalho menos intensivo, poder ser realizado em copos de bequer e não requerer outros solventes que etanol 95% e água. Ao mesmo tempo foi desnecessária a prova em branco. Os autores concluíram que os valores de fibra alimentar total obtidos pelo método proposto foram similares aos resultados dos outros métodos como o da *AOAC* e *AACC*, ou seja, métodos que empregam enzimas.

Entre todos os métodos, os de fibra alimentar total parecem ser preferidos pela sua acurácia, precisão e adequação para uso como rotina.

O Quadro 5 relaciona os principais métodos de análise de fibra alimentar total bem como o proposto por LI e CARDOZO (52).

QUADRO 5 ETAPAS DOS PRINCIPAIS MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS ENZIMÁTICOS E MÉTODO GRAVIMÉTRICO NÃO- ENZIMÁTICO.

ETAPAS	ASP <i>et al.</i> 1983	AOAC 1988	AOAC 1992	LI e CARDOZO 1992
Amostra	1,0 g ¹	1,0g ¹	1,0 g ¹	0,5 g
Tampão	fosfato de Na pH 6,0	fosfato de Na pH 6,0	MES/TRIS pH 8,2	Água
Enzima etapa 1	Termamil 100° C -15 min.	Termamil 100° C-15 min. ²	Termamil 100° C-15 min. ²	37°C - 90 min.
Ajuste de pH	para pH 1,5	para pH 1,5	-	-
Enzima etapa 2	pepsina 40° C - 60 min.	protease 60° C - 30 min.	protease 60° C - 30 min.	-
Ajuste de pH	para pH 6,8	para pH 4,0 - 4,6	para pH 4,1 - 4,7	-
Enzima etapa 3	pancreatina 40°C - 60 min.	amiloglucosidase 60°C - 30 min.	amiloglucosidase 60°C - 30 min.	-
Ajuste de pH	para pH 4,5	-	-	-
Precipitação com 4 volumes de etanol (volume total) ³	400 ml	280 ml	225 ml	100 ml
Auxiliar de filtração	celite 545	celite 545	celite	celite 545
Correção de proteína	N x 6,25 (opcional)	N x 6,25	N x 6,25	N x 6,25
Correção de cinza	incineração 525° C	incineração 525° C	incineração 525° C	incineração 525° C

¹ Quantidades menores de amostras podem ser empregadas quando de difícil filtração.

² Tempo total de incubação 30 min. .

³ Quando se deseja avaliar o conteúdo de fibra alimentar insolúvel a filtração se dá antes da precipitação com etanol. A solução remanescente após a filtração pode ser adicionada de 4 volumes de etanol para a precipitação da fração solúvel. Alternativamente o conteúdo de fibra alimentar solúvel pode ser obtido pela diferença nos conteúdos de fibra alimentar total e insolúvel.

FONTE: Adaptado de ASP *et al.* (7).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

3.1.1 Amostras

Foram utilizados para o presente trabalho dez vegetais: agrião (*Nasturtium officinale* R. Br.), alface (*Lactuca sativa* L.), cebola (*Allium cepa* L.), cenoura (*Daucus carota* L.), couve (*Brassica oleracea* L.), nabo (*Brassica napus* L.), pepino (*Cucumis sativus* L.) (sem casca), pimentão (*Capsicum annuum* L.), repolho (*Brassica oleracea* L. var. *capita*) e tomate (*Lycopersicum esculentum*) (com semente).

Para ensaios preliminares empregou-se aveia (*Avena sativa* L.) e repolho (*Brassica oleracea* L. var. *capita*).

3.1.2 Equipamentos

Foram utilizados, na realização do trabalho, os seguintes equipamentos:

- . aparelho de digestão e destilação Kjeldahl, marca Prodicil;
- . aparelho de digestão para fibras, marca Fanem;
- . balança analítica, acurada para 0,01 g, marca Sartorius;
- . banho-maria, marca Biomatic;
- . bomba para vácuo, marca Jacuzzi;
- . deionizador, marca Permutation;
- . estufa com circulação de ar, marca Fabbe;
- . estufa, marca Fabbe;
- . microscópio óptico;
- . forno mufla, marca Forlabo;

- . peneiras, com aberturas de 0,600 ; 0,420 e 0,300 mm;
- . triturador, marca Walita;
- . vibrador de peneiras.

3.1.3 Reagentes

Os reagentes utilizados foram:

- . acetona G. R., marca Reactif;
- . ácido clorídrico G. R., marca Reagen;
- . ácido sulfúrico G. R., marcas ACS e Synth;
- . água deionizada;
- . celite, C-211, ácido lavado, marca Sigma;
- . etanol 95 % G. R., marcas Grupo Química e Biotec;
- . etanol 75 %: 4 volumes de etanol 95 % para 1 volume de água de ionizada;
- . éter etílico, marca Beta;
- . enzimas, amiloglucosidase, amilase e protease (kit Sigma TDF 100 e kit de controle TDF C- 10);
- . hidróxido de sódio, marca Biotec;
- . solução de limpeza, Extran MA 02 - neutro, marca Merck;
- . solução de lugol;
- . sulfato de cobre, marca Reagen;
- . sulfato de potássio, marca Biotec;
- . vermelho de metila, marca Ecibra;
- . zinco metálico, granulado, marca Grupo Química.

3.1.4 Vidraria e outros materiais de laboratório

A relação de vidraria e outros materiais utilizados foi a seguinte:

- . balão de Kjeldahl, 800 ml, marca Pyrex;
- . bastão de vidro;

- . bequer, 250 ml, marca Pyrex;
- . bequer, 600 ml, forma alta, marca Pyrex;
- . cadinho, 50 ml, com placa de vidro sinterizada, porosidade 40 - 60, μm marca Pyrex;
- . cadinho, 30 ml, de porcelana;
- . cápsula de porcelana, 100 ml;
- . espátula plástica;
- . frasco plástico, 500 ml, para armazenamento do material desidratado;
- . frasco de filtração, kitazato, 1000 ml, marca Pyrex;
- . frasco plástico de lavagem;
- . frasco volumétrico, 1000 e 2000 ml, marca Pyrex;
- . lâmina;
- . lamínula;
- . papel alumínio;
- . papel filtro;
- . papel de cigarro;
- . papel indicador.

3.2 MÉTODOS

Os métodos empregados no presente trabalho são descritos na sequência para fibra alimentar total e fibra bruta. Incluíram: ensaios preliminares, seleção e preparo das amostras, procedimentos analíticos e análise dos resultados.

3.2.1 Ensaios preliminares

Anteriormente à etapa de análise propriamente dita, foram conduzidos experimentos que visaram reconhecer as principais dificuldades apresentadas pelos métodos enzimático e não-enzimático, estabelecer as condições de seleção e preparo das amostras bem como do procedimento para análise de fibra alimentar total. Assim, aveia e repolho foram empregados na testagem do método enzimático da *AOAC* (12) e repolho foi o produto selecionado para

avaliação do método empregado no presente trabalho para quantificação de fibra alimentar total. Objetivou-se, ainda, adquirir prática que permitisse uma análise confiável. Foram testados também nesta fase:

- a) o comportamento e recuperação de celite pela filtração apenas com água ;
- b) as enzimas usadas na determinação de fibra alimentar total quanto à atividade;
- c) tempos de filtração das soluções pelos métodos enzimático e não-enzimático usando aveia e repolho para o primeiro e apenas repolho para o segundo.

Somente a amostra de aveia foi desengordurada. Para nenhuma das outras determinações esta prática foi necessária.

3.2.2 Seleção e preparo das amostras

As amostras foram adquiridas no comércio varejista local, de, no mínimo, três fontes diferentes, sem levar em consideração a variedade do vegetal. A seleção baseou-se principalmente na composição, forma e frequência de consumo dos vegetais. Assim, foram amostrados somente os produtos com quantidades mínimas ou nulas de amido, que podem ser consumidos normalmente crus e fazem parte do hábito alimentar paranaense. A presença de amido nas amostras desidratadas foi verificada por microscopia. O método empregado foi baseado nas normas do INSTITUTO ADOLFO LUTZ (IAL) (103) e objetivou detectar a presença de amido nas amostras selecionadas por microscopia óptica e coloração com solução de lugol. A preferência por vegetais crus foi devido à modificação sobre a composição de fibra alimentar que o processo de cocção pode acarretar. A avaliação desta possível alteração não foi objetivo deste trabalho.

Os vegetais selecionados foram lavados e o excesso de água, não proveniente do alimento, eliminado. Cascas, pedúnculos, sementes (com exceção das do tomate e pepino) e partes injuriadas foram eliminadas, porém de maneira a preservar o máximo da matéria-prima. As partes comestíveis dos vegetais frescos sofreram subdivisão e foram distribuídas

em porções, aleatoriamente, sobre as bandejas de secagem com o objetivo de favorecer a homogeneização das amostras. O tempo total de secagem variou de acordo com a natureza de cada produto. Em média, 12 a 24 h, a uma temperatura de $40 \pm 6^{\circ}\text{C}$, foram suficientes. Novamente, após a secagem, as amostras foram homogeneizadas manualmente antes do acondicionamento nos recipientes plásticos.

A umidade dos produtos foi determinada nesta fase a fim de se estabelecer, ao final, os conteúdos de fibra alimentar total e fibra bruta dos produtos frescos e em base seca.

3.2.3 Procedimento analítico para fibra alimentar total

A metodologia empregada foi baseada no método oficial da *AOAC* (1990, 1992) e adaptada para o método gravimétrico não-enzimático de LI e CARDOZO (52) para fibra alimentar total.

Para as análises, uma alíquota de 25 a 40 g do produto desidratado foi triturada e separada conforme a granulometria. Para tanto, após moagem das amostras, a alíquota considerada foi colocada sobre a peneira com abertura de 0,600 mm e esta sobre peneiras de 0,420 mm e 0,300 mm, respectivamente. O conjunto foi conectado ao vibrador de peneiras, tendo permanecido sob vibração por aproximadamente 15 min. . . Para as determinações de fibra alimentar total foram selecionadas partículas com granulometria menor que 0,420 mm e maior que 0,300 mm. Nesta etapa, a umidade do produto foi quantificada .

3.2.3.1 Umidade

O método empregado para determinação de umidade foi baseado nas normas analíticas do IAL (45), tendo sido utilizadas apenas 2 a 3 g de amostra, em triplicata, trituradas e com granulometria menor que 0,600 mm. As amostras foram mantidas em estufa por 5 h.

3.2.3.2 Fibra alimentar total

As amostras foram pesadas em duplicata em quantidades que variaram de 500,0 a 500,9 mg, transferidas para copos de bequer de 250 ml. Sobre cada amostra foram adicionados 25 ml de água deionizada e a mistura homogeneizada com auxílio de bastão de vidro. As amostras, protegidas por papel-alumínio, foram mantidas em banho-maria a $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por 90 min. . Na sequência, 100 ml de etanol 95 % foram adicionados a cada amostra e a solução permaneceu em repouso por período mínimo de 60 min. e máximo de 90 min. . Após decorrido esse prazo, o precipitado foi filtrado através do cadinho contendo celite, previamente preparado e pesado. O preparo constou de manutenção dos cadinhos em solução de limpeza a 2 % por, no mínimo, 3 h seguida de enxágüe com cerca de 500 ml de água deionizada, auxiliado por bomba de vácuo e nos dois sentidos da placa, com o intuito de favorecer a completa desobstrução dela. Por fim, aproximadamente 15 ml de acetona completaram o enxágüe. A secagem deu-se à temperatura ambiente, sendo adicionado em seguida, aproximadamente 1 g de celite. Anteriormente à pesagem, os cadinhos contendo celite permenceceram em estufa a 130°C por toda a noite. A distribuição uniforme da camada de celite sobre a placa de vidro, anteriormente à filtração, foi realizada com fluxo de aproximadamente 10 ml de água deionizada seguida de cerca de 15 ml de etanol 75 %. O resíduo remanescente da solução filtrada foi lavado duas vezes com 20 ml de etanol 75 %, duas vezes com 10 ml de etanol 95 % e uma vez com 10 ml de acetona. Por último, o material foi seco em estufa a $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$, por toda a noite, resfriado em dessecador e pesado. O resíduo foi determinado pela diferença nos pesos correspondentes, isto é, do cadinho sem e com resíduo.

Para um dos resíduos de duplicata determinou-se cinza e para outro, proteína.

O conteúdo de fibra alimentar total foi obtido conforme o cálculo a seguir:

$$\text{FAT}_1 = \frac{R_1 - P_1 - C_2}{A_1} \times 100$$

Onde: FAT_1 = porcentagem de fibra alimentar total da amostra 1

R_1 = peso do resíduo da amostra 1

P_1 = peso da proteína do resíduo 1

C_2 = peso da cinza do resíduo 2

A_1 = peso da amostra 1

A Figura 9 representa o fluxograma das etapas envolvidas no método para determinação de fibra alimentar total.

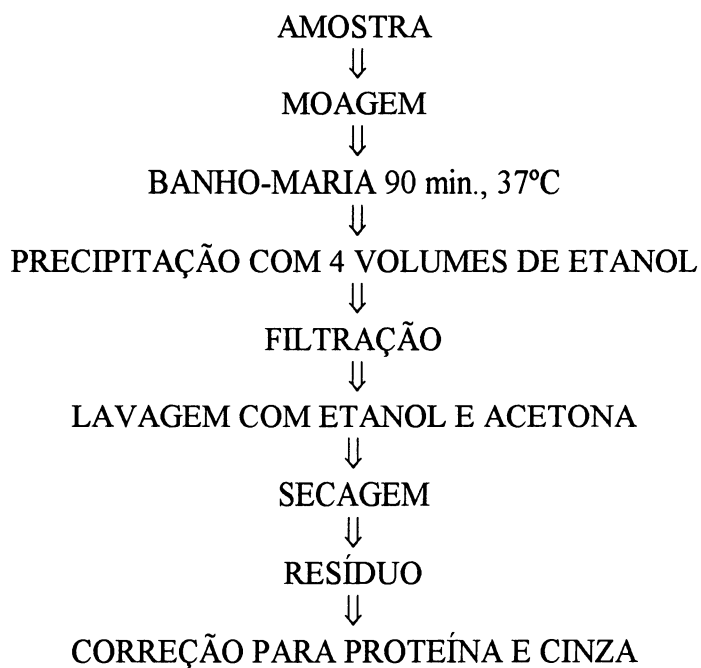


FIGURA 9 FLUXOGRAMA DA DETERMINAÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL ATRAVÉS DO MÉTODO GRAVIMÉTRICO NÃO-ENZIMÁTICO.

3.2.3.3 Proteína

O resíduo e celite foram colocados sobre papel de cigarro e transferidos, juntamente com o papel, para o balão de Kjeldahl. A proteína foi determinada pelo método macro-Kjeldahl conforme descrito por FREITAS *et al.* (32).

3.2.3.4 Cinza

Após quantificação dos resíduos, aqueles através dos quais cinza seria determinada foram transferidos para cadinhos de porcelana, previamente secos em forno mufla (600°C por 2 h) resfriados em dessecador e pesados. O material foi novamente seco em estufa a 105°C, a fim de corrigir incremento no peso, decorrente da umidade ambiente.

Na descrição do método, a determinação de cinza deve ser através do próprio cadinho de vidro, tratado preliminarmente. Este tratamento consta de limpeza e manutenção em mufla durante uma noite a uma temperatura de 525°C. Tal condição foi modificada, considerando que o material é sensível a variações de temperatura e, para garantir a condução e conclusão do experimento, esta etapa foi eliminada. O cálculo do valor de cinza foi feito de acordo com o indicado pelo IAL (45).

3.2.4 Procedimento analítico para fibra bruta

A fibra bruta foi determinada de acordo com o IAL (45), sendo modificadas as condições de filtração do resíduo pela substituição do cadinho de filtração por papel de filtro. O método referido é empregado como rotina pelo CENTRO DE PESQUISA E PROCESSAMENTO DE ALIMENTOS (CEPPA) da Universidade Federal do Paraná..

Para as determinações de fibra bruta a granulometria das amostras foi menor que 1,0 mm. Aproximadamente 3 g da amostra moída foram pesados em duplicata, em copos de bequer de 600 ml e aos quais se adicionou 200 ml de HCl 1,25 %. Estes foram adaptados no aparelho digestor de fibras e mantidos em ebulição por 30 min. .. A solução foi filtrada em

seguida através de bomba a vácuo, sobre papel filtro. O resíduo remanescente foi transferido para o mesmo bequer com auxílio de bastão de vidro e 200 ml de NaOH 1,25 %. Novamente os copos de bequer foram conectados ao aparelho digestor de fibras e permaneceram desta forma por mais 30 min. em ebulição. Seguiu-se a filtração e lavagem do resíduo remanescente no papel filtro, com água quente, até total neutralização da solução. Na sequência, 20 ml de éter etílico e 20 ml de etanol completaram a lavagem. O resíduo, juntamente com o papel filtro previamente seco e pesado, foram secos em estufa por 2 h, resfriados em dessecador e pesados. O resíduo foi quantificado pela diferença no pesos correspondentes, ou seja, do papel sem e com resíduo.

O conteúdo de fibra bruta foi obtido conforme o cálculo a seguir:

$$FB_1 = \frac{R_1 \times 100}{A_1}$$

Onde: FB_1 = porcentagem de fibra bruta da amostra 1

R_1 = peso do resíduo da amostra 1

A_1 = peso da amostra 1

A figura 10 representa o fluxograma das etapas envolvidas no método para determinação de fibra bruta.

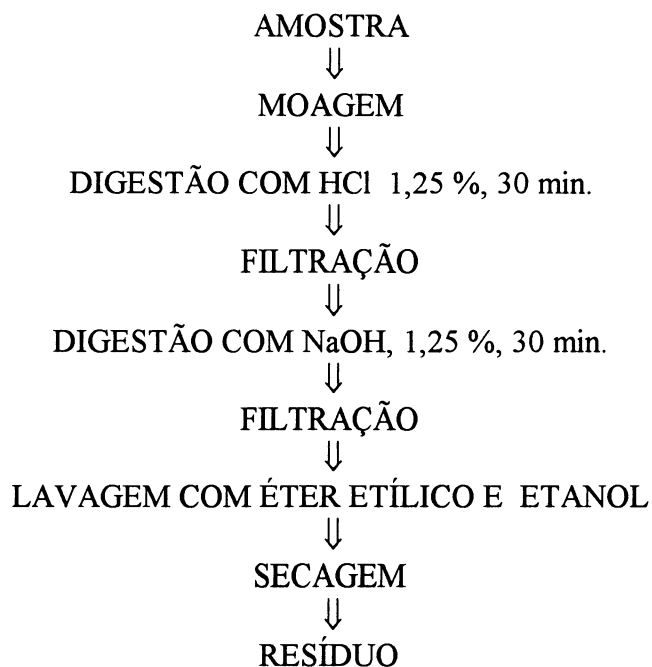


FIGURA 10 FLUXOGRAMA DA DETERMINAÇÃO DE FIBRA BRUTA.

3.2.5 Análise dos resultados

Nos procedimentos analíticos adotados, a precisão dos métodos foi avaliada pela repetibilidade (coeficiente de variação). Para fibra alimentar total, os coeficientes de variação das determinações do resíduo, proteína e cinza foram calculados, a fim de avaliar-se sua interferência sobre o valor final da fibra. A repetibilidade do método de fibra bruta foi analisada da mesma forma e a precisão dos dois métodos, fibra alimentar e fibra bruta, comparada.

4 RESULTADOS

Os resultados são descritos a seguir e referem os ensaios preliminares para determinação de fibra alimentar bem como todas as etapas envolvidas para obtenção dos conteúdos de fibra alimentar total e fibra bruta.

4.1 ENSAIOS PRELIMINARES

Ensaio preliminares foram conduzidos e visaram basicamente à familiarização com os métodos gravimétricos enzimático e não-enzimático. Foram ainda avaliados os aspectos seguintes:

- 1) Comportamento e recuperação de celite pela filtração apenas com água. Este procedimento permitiu verificar a liberação de celite através da filtração, mesmo que em pequenas quantidades. O mesmo não foi verificado quando se empregou o auxiliar de filtração dentro das especificações indicadas pelo método, ou seja, celite 545 ácido lavado.
- 2) Atividade das enzimas: As enzimas empregadas na determinação de fibra alimentar total, referida anteriormente para o método enzimático, foram avaliadas quanto a sua atividade de acordo com a *AOAC* (1990) e se mostraram adequadas.
- 3) Tempos de filtração pelos métodos gravimétricos enzimático e não-enzimático. O tempo de filtração para os dois métodos foi variável. Para comparação foi usado 1 g de celite como auxiliar de filtração e as mesmas amostras. Para o primeiro, ou método enzimático, o tempo de filtração foi aproximadamente de 3 h enquanto que, para o segundo, método não-enzimático, não foram necessários mais que 30 min. para completar a filtração.

4.2 PREPARO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE

A tabela 2 relaciona os vegetais analisados, período de aquisição e época de comercialização dos mesmos. As amostras, cujos conteúdos de fibra foram determinados e

estão relacionados nos resultados, foram obtidas entre os meses de maio a julho de 1993. A análise de fibra alimentar total aconteceu no mesmo período enquanto que para fibra bruta foi posterior.

Dos vegetais analisados, o período de aquisição coincidiu com a época forte de comercialização para o nabo e repolho, enquanto que agrião, cebola, cenoura, couve, pepino e tomate foram obtidos no período de comercialização regular. Pimentão e alface foram adquiridos nos meses em que a comercialização é fraca o que significa que os produtos foram possivelmente adquiridos de outras regiões produtoras.

TABELA 2 - PERÍODO DE AQUISIÇÃO E ÉPOCA DE COMERCIALIZAÇÃO DAS AMOSTRAS ANALISADAS.

VEGETAIS	PERÍODO DE AQUISIÇÃO	ÉPOCA DE COMERCIALIZAÇÃO (MESES) ¹											
		JAN	FEV	MAR	ABR	MAI	JUN	JUL	AGO	SET	OUT	NOV	DEZ
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	julho	X	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XXX	XXX	XXX	XX	XX
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	julho	XX	XX	XXX	XX	XX	X	X	XX	XX	XX	XX	XX
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	maio	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XXX	XXX	XXX	XX	XX
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	julho	X	X	X	X	X	XXX	XX	XX	XX	XX	XX	XX
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	junho	XX	XX	X	XX	X	XX	XXX	XXX	XX	XX	XX	XX
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	julho	X	X	X	XX	XX	XX	XXX	XX	XX	XX	XX	XXX
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	junho	XXX	XXX	XXX	XXX	XX	XX	X	X	X	X	XXX	XXX
Pimentão (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	junho	XX	XXX	XXX	XXX	XX	X	X	X	X	X	X	X
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L. var. <i>capita</i>	maio	XX	XX	XXX	XXX	XXX	XXX	XX	XX	XX	XX	X	X
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	junho	XXX	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XX	XXX	XXX	XX	XX

¹ Intensidade da comercialização a nível de atacado: X = fraca ; XX = regular ; XXX = intensa

FONTE: Calendário de comercialização produtos hortigranjeiros na CEASA de Curitiba (1991) (23)

A Tabela 3 relaciona as quantidades de vegetais adquiridas para secagem e análise, relação peso bruto e peso líquido e a umidade dos produtos *in natura*.

As quantidades adquiridas variaram de acordo com a natureza do vegetal, tendo sido de, no máximo, 6070 g (repolho) e, no mínimo, 860 g (alface). Os demais (pepino,

pimentão, nabo, agrião, tomate, cebola, cenoura e couve), foram adquiridos em quantidades que oscilaram entre 4520 g e 1980 g.

TABELA 3 - CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS .

VEGETAIS	QUANTIDADE (g)	RELAÇÃO PESO LÍQUIDO/PESO BRUTO	UMIDADE (%)
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	2780	0,74	91,64
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	860	0,84	94,38
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	2200	0,95	90,26
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	2020	0,90	89,50
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	1980	0,75	87,08
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	3300	0,80	93,79
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	4520	0,78	96,24
Pimentão (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	3440	0,80	93,67
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L.var. <i>capita</i>	6070	0,86	92,58
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	2320	0,93	93,69

A relação peso líquido-peso bruto das amostras apresentou variações de 0,95 (cebola) a 0,74 (agrião). Para tomate, cenoura, repolho, alface, nabo, pimentão, pepino e couve esta relação foi igual a 0,93; 0,90; 0,86; 0,84; 0,80; 0,80; 0,78 e 0,75, respectivamente.

A umidade dos produtos *in natura*, com exceção da couve (87,08 %) e cenoura (89,5 %), mostrou-se superior a 90%. O pepino foi o produto com maior conteúdo de água (96,24 %). A umidade dos produtos desidratados foi determinada somente no momento da análise, tendo sido, para todas as amostras, inferior a 10 % e superior a 4 %.

4.3 ANÁLISE DAS AMOSTRAS PARA FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA

No procedimento analítico adotado, a precisão dos métodos foi avaliada pela repetibilidade (coeficiente de variação). Os dados colhidos são detalhados a seguir:

4.3.1 Fibra alimentar total

A Tabela 4 refere-se ao conteúdo de resíduo obtido para cada amostra após a etapa de filtração e secagem. O produto que apresentou maior conteúdo de resíduo foi o agrião ($290,60 \pm 3,87$ mg), seguido da couve, alface e pimentão ($279,88 \pm 2,14$ mg, $259,88 \pm 1,71$ g e $202,25 \pm 2,36$ mg, respectivamente). A cebola foi a amostra cujo conteúdo de resíduo foi menor ($92,65 \pm 0,36$ mg). Os demais produtos apresentaram conteúdos de resíduos variando de $179,53 \pm 1,93$ a $136,68 \pm 2,78$ mg (repolho, cenoura, nabo, tomate e pepino). Em termos percentuais, os resíduos corresponderam a, no máximo, $58,06 \pm 0,77$ % e, no mínimo, $18,50 \pm 0,07$ % da amostra inicial para análise.

TABELA 4 - CONTEÚDO DE RESÍDUO DAS AMOSTRAS NA DETERMINAÇÃO DE FIBRA ALIMENTAR.

VEGETAIS	Nº	RESÍDUO (mg)			PORCENTAGEM DO RESÍDUO		
		\bar{X}	Δ	CV (%)	\bar{X}	Δ	CV (%)
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	4	290,60	3,87	1,33	58,06	0,77	1,30
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	4	259,88	1,71	0,66	51,94	0,34	0,66
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	6	92,65	0,36	0,39	18,50	0,07	0,36
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	4	158,08	5,19	3,28	31,60	1,03	3,25
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	4	279,88	2,14	0,76	55,93	0,41	0,73
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	4	153,45	1,23	0,80	30,68	0,24	0,79
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	4	136,68	2,78	2,03	27,33	0,55	2,00
Pimentão (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	4	202,25	2,36	1,17	40,43	0,46	1,00
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L.var.capita	6	179,53	1,93	1,07	35,82	0,37	1,04
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	6	149,50	3,33	2,22	29,67	0,81	2,73

Símbolos usados : Nº = Número de análises; Δ = desvio padrão ; \bar{X} = média ; CV = coeficiente de variação. Para as amostras CB, CN, RE e TO, os resultados referem-se a dias alternados de análise

O maior coeficiente de variação foi verificado para a cenoura, com porcentagens iguais a 3,28 e 3,25 % para quantidade em miligramas e porcentagem do resíduo em relação a amostra, respectivamente. Em contrapartida, a cebola apresentou o menor coeficiente de variação (0,39 e 0,36 % para miligramas e porcentagem da amostra). Os coeficientes de

variação para os resíduos de alface, couve e nabo foram igualmente inferiores a 1 % e, para repolho, pimentão e agrião, maiores que 1 % e menores que 1,33 %. Para o tomate e o pepino, os coeficientes de variação, em miligramas ou porcentagem, permaneceram entre os intervalos de 2,00 a 2,73 %.

A Tabela 5 contém dados referentes aos conteúdos de proteína dos resíduos analisados. Os valores variaram de $137,22 \pm 1,26$ mg, para o agrião, a $6,25 \pm 1,24$ mg, para a cebola. Estes conteúdos, quanto a porcentagem em relação ao resíduo corresponderam, respectivamente, a $46,98 \pm 0,75$ % e $6,74 \pm 1,32$ %. Os demais vegetais apresentaram conteúdos variando de $88,68 \pm 4,40$ mg (alface) a $10,38 \pm 2,60$ mg (cenoura) que, em porcentagem, corresponderam a $34,08 \pm 1,92$ % e $6,58 \pm 1,48$ % do resíduo. Em ordem decrescente, para o conteúdo percentual de proteína em relação ao resíduo seguiram a couve, pepino, repolho, tomate, pimentão e nabo ($29,82 \pm 0,78$ %; $21,66 \pm 1,39$ %; $20,26 \pm 2,12$ %; $16,08 \pm 0,78$ %, $13,56 \pm 0,94$ % e $9,26 \pm 1,64$ %).

Os coeficientes de variação foram igualmente variáveis, tendo sido o maior coeficiente de variação verificado para a cenoura que atingiu índices de 25,00 % para o conteúdo em miligramas e 22,46 % para a porcentagem do resíduo. Cebola, nabo e repolho apresentaram coeficientes de variação menores que 20 % e maiores que 10 %, enquanto que para o pepino, pimentão, tomate, alface e couve, os coeficientes foram menores que 8 % e maiores que 2,5 %. O agrião apresentou o menor coeficiente de variação (0,92 % para o conteúdo em miligramas e 1,60 % para a porcentagem do resíduo).

TABELA 5 - CONTEÚDO DE PROTEÍNA DOS RESÍDUOS.

VEGETAIS	Nº	PROTEÍNA (mg)		CV (%)	PORCENTAGEM DO RESÍDUO		CV (%)
		\bar{X}	Δ		\bar{X}	Δ	
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	2	137,22	1,26	0,92	46,98	0,75	1,60
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	2	88,68	4,40	4,97	34,08	1,92	5,62
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	3	6,25	1,24	19,88	6,74	1,32	19,59
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	2	10,38	2,60	25,00	6,58	1,48	22,46
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	2	83,77	2,52	3,00	29,82	0,78	2,63
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	2	14,26	2,52	17,70	9,26	1,64	17,72
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	2	29,34	2,30	7,83	21,66	1,39	6,43
Pimentão (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	2	27,70	1,96	7,07	13,56	0,94	6,94
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L.var. <i>capita</i>	3	36,15	3,70	10,25	20,26	2,12	10,45
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	3	23,90	1,69	7,08	16,08	0,78	5,04

Símbolos usados : Nº = Número de análises; Δ = desvio padrão ; \bar{X} = média ; CV = coeficiente de variação. Para as amostras CB, CN, RE e TO, os resultados referem-se a dias alternados de análise

A Tabela 6 relaciona os conteúdos de cinza dos resíduos analisados. O resíduo com maior conteúdo de cinza foi a couve com $28,25 \pm 1,20$ mg, que correspondeu, em percentagem, a $10,13 \pm 0,33$ % do resíduo. O menor conteúdo de cinza, em miligramas, foi obtido para a cebola, igual a $2,10 \pm 0,70$ mg, que equivaleu a $2,27 \pm 0,75$ % do resíduo. O agrião e a alface apresentaram conteúdos de cinza na ordem de $21,30 \pm 3,68$ mg ($7,36 \pm 1,12$ %) e $17,04 \pm 4,16$ mg ($6,54 \pm 1,52$ %). Pepino, repolho, nabo, cenoura, tomate e pimentão apresentaram, em ordem decrescente, conteúdos de cinza entre $9,40 \pm 4,53$ mg e $2,20 \pm 0,28$ mg ou $6,76 \pm 3,12$ % e $1,10 \pm 0,14$ % dos resíduos.

Os coeficientes de variação para o conteúdo de cinza do resíduo oscilaram entre 48,14 % e 46,13 %, para os conteúdos em miligramas e percentagem do resíduo de pepino, e 1,49 % do conteúdo em miligramas, e 6,36 %, em percentagem, para o resíduo da cenoura. Os coeficientes de variação dos conteúdos de cinza em miligramas e percentagem do resíduo apresentaram valores acima de 20 % para a cebola, nabo e alface enquanto que, para agrião, pimentão e tomate, os coeficientes de variação foram de, no máximo, 17,26 % e, no mínimo,

9,29 %. Apenas para três amostras (cenoura, couve e repolho) os coeficientes de variação foram inferiores a 10 % para o conteúdo em miligramas e porcentagem. Quando comparados os coeficientes de variação entre a quantidade em miligramas ou porcentagem do resíduo, observa-se variação, sendo para a cenoura maior (1,49 % e 6,36 % para o conteúdo em miligramas e porcentagem, respectivamente).

TABELA 6 - CONTEÚDO DE CINZA DOS RESÍDUOS

VEGETAIS	Nº	CINZA (mg)		CV (%)	PORCENTAGEM DO RESÍDUO		CV (%)
		\bar{X}	Δ		\bar{X}	Δ	
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	2	21,30	3,68	17,26	7,36	1,12	15,27
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	2	17,04	4,16	24,44	6,54	1,52	23,25
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	3	2,10	0,70	33,33	2,27	0,75	33,04
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	2	4,75	0,07	1,49	3,00	0,19	6,36
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	2	28,25	1,20	4,25	10,13	0,33	3,21
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	2	6,90	1,84	26,24	4,50	1,15	25,58
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	2	9,40	4,53	48,14	6,76	3,12	46,13
Pimentão (PI) <i>Capsicum annum</i> L.	2	2,20	0,28	12,86	1,10	0,14	12,86
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L. var. <i>capita</i>	3	7,67	0,38	4,94	4,26	0,24	5,58
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	3	4,70	0,53	11,26	3,17	0,29	9,29

Símbolos usados : Nº = Número de análises; Δ = desvio padrão ; \bar{X} = média ; CV = coeficiente de variação. Para as amostras CB, CN, RE e TO, os resultados referem-se a dias alternados de análise

Através da Tabela 7 são apresentados os conteúdos de fibra alimentar total das amostras analisadas em base seca e base úmida. Considerando o conteúdo de fibra alimentar em base seca, o pimentão foi o produto que apresentou valor superior ($36,58 \pm 0,44$ g/100g), seguido da couve ($35,32 \pm 0,43$ g/100g), alface ($32,96 \pm 0,42$ g/100g), cenoura ($30,71 \pm 0,86$ g/100g), repolho ($28,90 \pm 0,88$ g/100g), nabo ($28,23 \pm 0,35$ g/100g), agrião ($27,70 \pm 0,54$ g/100g), tomate ($25,92 \pm 0,62$ g/100g), pepino ($21,16 \pm 0,85$ g/100g) e cebola ($18,62 \pm 0,20$ g/100g). Em base úmida o produto com maior conteúdo de fibra alimentar foi a couve, com $4,56 \pm 0,05$ g/100g e, com menor, foi o pepino, $0,80 \pm 0,03$ g/100g. Em ordem decrescente para o conteúdo de fibra alimentar total em base úmida,

seguiram a cenoura ($3,22 \pm 0,09$ g/100g), pimentão ($2,32 \pm 0,03$ g/100g) e agrião ($2,32 \pm 0,04$ g/100g), repolho ($2,14 \pm 0,06$ g/100g), alface ($1,85 \pm 0,02$ g/100g), cebola ($1,81 \pm 0,02$ g/100g), nabo ($1,75 \pm 0,02$ g/100g) e tomate ($1,64 \pm 0,04$ g/100g).

TABELA 7 - CONTEÚDO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL EM BASE SECA E BASE ÚMIDA.

VEGETAIS	FIBRA ALIMENTAR TOTAL						
	Nº	BASE SECA (g/100g)			BASE ÚMIDA (g/100g)		
		\bar{X}	Δ	CV (%)	\bar{X}	Δ	CV (%)
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	4	27,70	0,54	1,97	2,32	0,04	1,91
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	4	32,96	0,42	1,27	1,85	0,02	1,11
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	6	18,62	0,20	1,10	1,81	0,02	1,03
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	4	30,71	0,86	2,79	3,22	0,09	2,76
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	4	35,32	0,43	1,23	4,56	0,05	1,17
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	4	28,23	0,35	1,24	1,75	0,02	1,35
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	4	21,16	0,85	4,04	0,80	0,03	3,59
Pimentão (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	4	36,58	0,44	1,20	2,32	0,03	1,19
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L.var. <i>capita</i>	6	28,90	0,88	3,03	2,14	0,06	3,07
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	6	25,92	0,62	2,41	1,64	0,04	2,27

Símbolos usados : N° = Número de análises; Δ = desvio padrão ; \bar{X} = média ; CV = coeficiente de variação. Para as amostras CB, CN, RE e TO, os resultados referem-se a dias alternados de análise

Os maiores coeficientes de variação foram verificados para o pepino e repolho (4,04% e 3,59 %; 3,03 % e 3,07 % respectivamente, para os conteúdos em base seca e base úmida). Cenoura e tomate apresentaram coeficientes de variação inferiores a 3,00 % e superiores a 2 %, enquanto que para todas as outras amostras analisadas (agrião, alface, nabo, couve, pimentão e cebola) os coeficientes de variação foram inferiores a 2,00 % e superiores a 1 %.

Os maiores desvios-padrão, em base seca, foram verificados para o pepino, cenoura e repolho (0,85 mg, 0,86 mg e 0,88 mg, respectivamente). Em base úmida estes desvios foram

de 0,03 mg; 0,06 mg e 0,09 mg. Tal diferença é dependente do conteúdo de água unicamente, pois os coeficientes de variação são iguais.

4.3.2 Fibra bruta

A Tabela 8 relaciona os conteúdos de resíduo das amostras obtidos através da análise de fibra bruta, em miligramas e porcentagem. Tais conteúdos apresentaram variações entre $373,85 \pm 3,04$ mg e $161,10 \pm 2,83$ mg para o pimentão e cebola, respectivamente, e que, em porcentagem, corresponderam a $11,99 \pm 0,13$ e $5,08 \pm 0,01$ %. As demais amostras, por ordem decrescente, agrião, tomate, repolho, alface, nabo, couve, pepino e cenoura, apresentaram conteúdos de resíduo dentro deste intervalo, ou melhor, inferiores 351 mg e superiores a 245 mg. Em porcentagem da amostra inicial representaram menos que 11,70% e mais que 8,00 %.

O maior coeficiente de variação, em miligramas, foi observado para o conteúdo de resíduo do pepino (4,88%), porém, em porcentagem da amostra foi igual a 0,16 %. O mesmo ocorreu para o nabo e couve (3,29 % e 0,05 % para o conteúdo em miligramas e 1,17 e 2,00 % para a porcentagem, respectivamente). Para a alface os coeficientes de variação dos conteúdos de resíduo, em miligramas e porcentagem, apresentaram valores próximos (4,00 e 3,88 %) . Para as outras amostras, repolho, cebola, pimentão, cenoura, agrião e tomate, os coeficientes de variação dos conteúdos de resíduo foram inferiores a 2,35 % quando considerados em miligramas e inferiores a 1,4 % quando como porcentagem da amostra para análise, sendo que menor variação para conteúdo em miligramas não reflete, necessariamente, a mesma variação para porcentagem.

TABELA 8 - CONTEÚDO DE RESÍDUO DAS AMOSTRAS NA DETERMINAÇÃO DE FIBRA BRUTA..

VEGETAIS	Nº	RESÍDUO (mg)		CV (%)	PORCENTAGEM DO RESÍDUO		CV (%)
		\bar{X}	Δ		\bar{X}	Δ	
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	2	350,90	1,56	0,44	11,65	0,04	0,36
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	2	318,10	12,73	4,00	10,58	0,41	3,88
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	2	161,10	2,83	1,76	5,08	0,01	0,97
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	2	245,90	1,13	0,46	8,11	0,08	1,05
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	2	292,30	0,14	0,05	9,56	0,19	2,00
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	2	316,15	10,39	3,29	10,26	0,12	1,17
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	2	279,65	13,65	4,88	8,84	0,01	0,16
Pimentão (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	2	373,85	3,04	0,81	11,99	0,13	1,06
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L.var. <i>capita</i>	2	319,70	7,50	2,34	10,15	0,14	1,39
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	2	345,75	1,34	0,39	11,26	0,08	0,69

Símbolos usados : N° = Número de análises; Δ = desvio padrão ; \bar{X} = média ; CV = coeficiente de variação. Para as amostras CB, CN, RE e TO, os resultados referem-se a dias alternados de análise

Através da Tabela 9 são relacionados os valores de fibra bruta das amostras em base seca e base úmida. As que apresentaram maior conteúdo de fibra bruta em base seca foram pimentão ($12,72 \pm 0,13$ g/100g), agrião ($12,23 \pm 0,04$ g/100g) e tomate ($12,19 \pm 0,08$ g/100g). Os conteúdos de fibra bruta para alface, repolho, nabo e couve, em base seca, foram $11,32 \pm 0,44$ g/100g ; $10,85 \pm 0,16$ g/100g; $10,77 \pm 0,11$ g/100g e $10,06 \pm 0,11$ g/100g, respectivamente. Pepino, cenoura e cebola apresentaram os menores conteúdos de fibra bruta ($9,53 \pm 0,01$ g/100g; $8,76 \pm 0,09$ g/100g e $5,61 \pm 0,06$ g/100g, respectivamente).

Para fibra bruta, em base úmida, os produtos analisados apresentaram valores que oscilaram de $1,30 \pm 0,03$ g/100g para couve e $0,36 \pm 0,00$ g/100g para o pepino. Para todas as outras amostras, com exceção do agrião ($1,02 \pm 0,00$), os conteúdos de fibra bruta em base úmida foram inferiores a 1,00 g/100g.

TABELA 9 - CONTEÚDO DE FIBRA BRUTA EM BASE SECA E BASE ÚMIDA.

VEGETAIS	FIBRA BRUTA						
	Nº	BASE SECA (g/100g)			BASE ÚMIDA (g/100g)		
		\bar{X}	Δ	CV (%)	\bar{X}	Δ	CV (%)
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	2	12,23	0,04	0,35	1,02	0,00	0,00
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	2	11,32	0,44	3,87	0,64	0,02	3,33
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	2	5,61	0,06	1,13	0,54	0,01	1,31
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	2	8,76	0,09	1,05	0,92	0,01	1,54
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	2	10,06	0,11	1,97	1,30	0,03	2,18
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	2	10,77	0,11	1,05	0,66	0,01	1,07
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	2	9,53	0,01	0,15	0,36	0,00	0,00
Pimentão (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	2	12,72	0,13	1,06	0,80	0,01	0,88
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L.var. <i>capita</i>	2	10,85	0,16	1,43	0,80	0,01	0,88
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	2	12,19	0,08	0,70	0,77	0,00	0,00

Símbolos usados : Nº = Número de análises; Δ = desvio padrão ; \bar{X} = média ; CV = coeficiente de variação

Os coeficientes de variação para os produtos avaliados como fibra bruta em base seca e base úmida foram inferiores a 1,55 % , com exceção da alface e couve (3,87 % e 1,97 % em base seca e 3,33 % e 2,18 % em base úmida, respectivamente). Três amostras, agrião, pepino e tomate, apresentaram coeficientes de variação menores que 1,00 % em base seca e base úmida, enquanto que para o pimentão o coeficiente de variação foi menor que 1,00 % apenas para os valores em base úmida.

4.4 COMPARAÇÃO DOS CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR E FIBRA BRUTA OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE E FIBRA ALIMENTAR REFERIDA NA LITERATURA

Através da tabela 10 é possível comparar os conteúdos de fibra alimentar total e fibra bruta das amostras. Para todas elas o conteúdo de fibra bruta foi inferior ao de fibra alimentar, sendo maior a diferença para as amostras de couve e cenoura. Estas corresponderam, em percentagem, a 28,48 % e 28,52% do conteúdo de fibra alimentar total. Tomate, pepino e agrião foram os produtos que apresentaram maior conteúdo de fibra bruta em relação à fibra alimentar total (47,02 %, 45,04 % e 44,16 %, respectivamente). Para

os demais produtos os valores de fibra bruta foram inferiores a 39 % e superiores a 30 % em relação à fibra alimentar.

TABELA 10 - CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA EM BASE SECA.

VEGETAIS	FIBRA ALIMENTAR TOTAL		FIBRA BRUTA		PORCENTAGEM DE FIBRA BRUTA EM RELAÇÃO A FIBRA ALIMENTAR
	BASE SECA (g/100g)		BASE SECA (g/100g)		
	\bar{X}	Δ	\bar{X}	Δ	
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	27,70	0,54	12,31	0,04	44,16
Alface (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	32,96	0,42	11,32	0,44	34,34
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	18,62	0,21	5,61	0,06	30,13
Cenoura (CN) <i>Daucus carota</i> L.	30,71	0,86	8,76	0,08	28,52
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	35,32	0,43	10,06	0,20	28,48
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	28,23	0,35	10,94	0,13	38,75
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	21,16	0,85	9,53	0,01	45,04
Pimentão (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	36,58	0,44	12,72	0,13	34,77
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L.var. <i>capita</i>	28,90	0,88	10,86	0,15	37,58
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	25,92	0,62	12,19	0,08	47,02

Símbolos usados : Δ = desvio padrão ; \bar{X} = média

A Tabela 11 contém os valores de fibra alimentar total dos dez produtos analisados e, para os mesmos produtos, valores tabelados (55). Observa-se que, para os produtos crus, em relação à umidade, os valores foram similares para todos os produtos com exceção da couve (87,08 % e 93,62 % experimental e tabelado, respectivamente). Cenoura, repolho e tomate igualmente mostraram variação quanto ao conteúdo de água quando comparados os dois valores, experimental e tabelado, tendo sido inferiores que a 1,7 %.

Quando comparados os valores de fibra alimentar, maiores variações são observadas para alface, cebola, couve, nabo, pimentão, repolho e tomate. Com exceção do pepino, pimentão e repolho, todos os valores foram superiores aos tabelados.

Os conteúdos de fibra alimentar total foram, para os produtos relacionados, experimental e tabelado, respectivamente, (1,85 e 1,57 g/100g; 1,81 e 1,58g/100g; 4,56 e 2,00 g/100 g; 1,75 e 1,63 g/100 g; 2,32 e 2,45 g/100 g; 2,14 e 2,66 g/100 g; 1,64 e 1,12 g/100 g).

TABELA 11 - CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL, EM BASE ÚMIDA , OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE E TABELADOS.

VEGETAIS	FIBRA ALIMENTAR TOTAL				
	VALORES EXPERIMENTAIS			VALORES TABELADOS ¹	
	UMIDADE (%)	\bar{X} (g/100g)	Δ	UMIDADE (%)	(g/100g)
Agrião (AG) <i>Nasturtium officinale</i> R.Br.	91,64	2,32	0,04	91,14	2,30
Alface lisa (AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	94,30	1,85	0,02	94,69	1,57
Cebola (CB) <i>Allium cepa</i> L.	90,26	1,81	0,02	90,06	1,58
Cenoura (CE) <i>Daucus carota</i> L.	89,50	3,22	0,09	87,85	3,29
Couve (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	87,08	4,56	0,05	93,62	2,00
Nabo (NA) <i>Brassica napus</i> L.	93,79	1,75	0,02	93,35	1,63
Pepino (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	96,24	0,80	0,03	96,02	0,81
Pimentão Verde (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	93,67	2,32	0,03	93,92	2,45
Repolho (RE) <i>Brassica oleracea</i> L.var. <i>capita</i>	92,58	2,14	0,06	91,13	2,66
Tomate (TO) <i>Lycopersicum esculentum</i> Miel	93,69	1,64	0,04	95,20	1,12

Símbolos usados : Δ = desvio padrão ; \bar{X} = média

¹ FONTE: MENDEZ *et al.* (55)

A Tabela 12 contém dados referentes aos conteúdos de fibra alimentar relatadas na literatura e obtidos por métodos gravimétricos e/ou químicos. A fibra é referida como frações (celulose; hemiceluloses; lignina; substâncias pécicas; polissacarídeos não-celulósicos, insolúveis, solúveis e totais; fibra alimentar solúvel e fibra alimentar insolúvel) ou na sua totalidade como fibra alimentar total.

O conteúdo de fibra alimentar para o agrião, reportado na literatura, foi de 2,30 g/100g, das quais 1,07 g/100g, como substâncias pécicas, 0,42 g/100g de lignina e 0,81 g/100g de celulose.

TABELA 12 - CONTEÚDO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL OBTIDO POR MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS E/OU QUÍMICOS, RELATADOS NA LITERATURA. (g/100g)

VEGETAL	MÉTODO	CELULOSE	HMC	LIGNINA	S PÉCTICAS	PNC			FAS	FAI	FAT	REF
						I	S	T				
AGRILÃO(AG) <i>Nasturtium officinale</i> R. Br	G	0,81		0,42	1,07						2,30	55
	ME										2,32	
	ME										27,70	
ALFACE(AL) <i>Lactuca sativa</i> L.	Q	8,66		2,02		5,64			4,70		21,02	1
	Q					0,60	0,60	1,20				30
	Q	10,20				13,00	13,50	26,50				30*
	Q	1,06		tr					0,47		1,53	83
	NE										1,70	28
	Q/G										1,50	49
	G	0,26	0,12	0,62	0,57						1,57	55
	G										23,31	61
	G								0,10	1,10	1,10	100
	G										33,10	6
CEBOLA (CB) <i>Allium cepa</i> L.	ME										1,85	
	ME										32,96	
	G	0,55		tr				1,55			2,10	83
	Q/G										1,30	49
	G	0,62	0,04	0,03	0,89						1,58	55
	G								3,59	13,32		64
	G								0,80	1,30	1,90	22e
	G										15,50	6
	ME										1,81	
	ME										18,62	
CENOURA (CN) <i>Daucus carota</i> L.	Q	7,81		1,01		3,62			11,32		23,76	1
	Q					1,00	1,40	2,40				30
	Q	6,40				8,10	11,40	19,50				30*
	NE										3,20	28
	G								1,10	2,81	3,93	50
	G	0,54	0,15	0,97	1,63						3,29	55
	G										2,71	56
	G										2,95	56
	Q										2,72	56
	G								11,02	32,29		64
COUVE (CV) <i>Brassica oleracea</i> L.	Q/G								13,50	17,20	30,70	70
	ME										3,22	
	ME										30,71	
	Q	0,28	0,33	0,62	0,77						2,00	55
	ME										4,56	
	ME										35,32	
	Q	0,70		tr				1,50			2,20	83
	G	0,68	0,05	0,09	0,81						1,63	55
	G								9,60	11,10	20,71	58
	G								9,32	21,38		64
NABO (NA) <i>Brassica napus</i> L.	ME										1,75	
	ME										28,23	
	G	0,33	0,07	0,10	0,31						0,81	55
	ME										0,80	
	ME										21,16	
	Q/G										1,30	49
	G	1,01	0,07	0,61	0,76						2,45	55
	G										1,89	56
	G										1,96	56
	Q										1,50	56
PEPINO (PE) <i>Cucumis sativus</i> L.	ME										2,32	
	ME										36,58	
	Q	8,34		0,83		5,39			8,68		23,24	1
	Q					1,60	1,50	3,10				30
	Q	12,20				17,50	16,80	34,30				30*
	G										1,57	56
	G										1,77	56
	Q										1,60	56
	G	0,63	0,10	0,87	1,06						2,66	55
	G								5,41	21,60		64
PIMENTÃO (PI) <i>Capsicum annuum</i> L.	ME										2,14	
	ME										28,90	
	Q	6,58		1,69					2,13		13,13	1
	Q	0,45		0,30				0,65			1,40	83
	NE										1,30	28
	Q/G										1,50	49
	G	0,49	0,13	0,19	0,31						1,12	55
	G								0,30	0,80	1,00	100
	ME										1,64	
	ME										25,92	
TOMATE <i>Lycopersicon esculentum</i> MIEL	Q											
	Q											
	NE											
	Q/G											
	G											
	G											
	G											
	G											
	G											
	G											

Símbologia G = gravimétrico, Q = químico, NE = não especificado, ME = método experimental (em base seca e úmida, respectivamente), HMC = hemiceluloses, S PÉCTICAS = substâncias pécticas, PNC = polissacarídeos não -celulósicos (I = insolúveis, S = solúveis, T = totais), FAS = fibra alimentar solúvel, FAI = fibra alimentar insolúvel, FAT = fibra alimentar total, REF = referência Os conteúdos de fibra estão relatados em base úmida com exceção das referências 1 (não especificado), 30*, 61, 70 e 6

Para a alface, os conteúdos de fibra alimentar variaram de 1,10 a 1,70 g/100 g em base úmida, enquanto que, em base seca, os valores foram iguais a 21,02 g/100g; 23,31 g/100g e 33,10 g/100g. São consideradas, ainda, outras frações, como polissacarídeos não-celulósicos em base seca e base úmida, iguais a 26,50 g/100 g e 1,20 g/100 g, respectivamente, para base seca e base úmida. O conteúdo celulose em base seca foi de 8,66 g/100 g e 10,20 g/100 g e, em base úmida, 0,26 g/100 g e 1,06 g/100 g. Como fibra alimentar solúvel e insolúvel, os valores foram 0,10 g/100 g e 1,10 g/100 g, respectivamente.

Para a cebola os valores de fibra alimentar total equivaleram, em base seca, a 15,50 g/100 g e, em base úmida, foram de 1,30 g/100 g a 2,10 g/100 g. Para um total de 1,58 g/100 g de fibra, 0,62 g/100 g corresponderam a celulose, 0,04 g/100 g a hemiceluloses, 0,03 g/100 g a lignina e 0,89 g/100 g a substâncias pécicas.

O conteúdo de fibra alimentar da cenoura está apresentado como valores totais ou frações. O conteúdo de celulose foi, em base seca, igual a 7,81 g/100 g e 6,4 g/100 g, enquanto que, em base úmida, o valor equivaleu a 0,54 g/100 g. Como polissacarídeos não-celulósicos totais, correspondeu, em base seca, a 19,50 g/100 g e, em base úmida, a 2,40 g/100 g e destes últimos 1,00 g /100 g como polissacarídeos não-celulósicos insolúveis e 1,40 g/100 g como polissacarídeos não-celulósicos solúveis. Os valores de fibra alimentar total em base seca variaram de 23,76 g/100 g a 30,70 g/100 g e, em base úmida, a variação compreendeu valores de 2,71 g/100 g a 3,93 g/100 g. Em base seca são ainda relatados valores para fibra como frações solúveis e insolúveis, sendo, respectivamente de 11,02 g/100 g e 32,29 g/100 g.

A couve, como referida na Tabela, diz respeito ao produto que sofreu cocção. Apresentou 2,00 g/100 g de fibra alimentar total, dos quais 0,28 g/100 g corresponderam a celulose, 0,33 g/100 g a hemiceluloses, 0,62 g/100 g a lignina e 0,77 g/100 g a substâncias pécicas.

Para o nabo, os valores relatados na literatura são, quanto ao conteúdo de fibra, em base úmida, como celulose (0,70 g/100 g e 0,68 g/100 g); hemiceluloses (0,05 g/100 g); lignina (0,09 g/100 g); substâncias pécicas (0,81 g/100 g); polissacarídeos não-celulósicos totais (1,50 g/100 g); fibra alimentar solúvel (9,60 g/100 g e 9,32 g/100 g); e fibra alimentar insolúvel (11,10 e 21,38 g/100 g). Como fibra alimentar total, os valores foram de, no mínimo, 1,63 g/100 g e, no máximo, 2,20 g/100 g. Em base seca, a Tabela relaciona conteúdos iguais a 20,71 g/100 g e 28,23 g/100 g.

O pepino, em base úmida, está relatado como contendo 0,33 g/100 g de celulose, 0,07 g/100 g de hemiceluloses, 0,10 g/100 g de lignina e 0,31 g/100 g de substâncias pécicas perfazendo um total de 0,81 g/100 g de fibra alimentar total.

Para o pimentão são relacionados valores de fibra em base úmida que variam de 1,3 g/100 g a 2,45 g/100 g. Para o último valor, 1,01 g/100 g correspondem a celulose, 0,07 g a hemiceluloses, 0,61 g/100 g a lignina e 0,76 g/100 g a substâncias pécicas.

O conteúdo de fibra alimentar referido para o repolho, nos dados levantados, refere valores para celulose (8,34 g/100 g e 12,20 g/100 g em base seca e 0,63 g/100 g em base úmida); hemiceluloses (0,10 g/100 g); lignina (0,83 g/100 g e 0,87 g/100 g); substâncias pécicas (1,06 g/100 g); polissacarídeos não-celulósicos insolúveis (5,39 g/100 g e 17,50 g/100 g em base seca e 1,60 g/100 g em base úmida); polissacarídeos não-celulósicos solúveis (16,80 g/100 g em base seca e 1,50 g/100 g em base úmida); fibra alimentar solúvel (8,68 g/100 g e 5,41 g/100 g), fibra alimentar insolúvel (21,60 g/100 g). O conteúdo de fibra alimentar total em base seca foi de 23,24 g/100 g e, em base úmida, variou de 1,60 a 2,66 g/100 g).

Quanto ao tomate, os conteúdos de fibra alimentar foram quantificados como celulose, 6,58 g/100 g em base seca e 0,45 e 0,49 g/100 g em base úmida. Na quantificação de hemiceluloses foi referido valor igual a 0,13 g/100 g em base úmida e como lignina valores de

1,69 g/100 g em base seca e 0,30 g/100 g e 0,19 g/100 g em base úmida, respectivamente. Substâncias pécicas, em base úmida, equivaleram a 0,31 g/100 g, enquanto que as frações solúveis, em base seca e base úmida, foram iguais a 2,13 g/100 g e 0,30 g/100 g, respectivamente. Em base úmida, os valores reportados para fibra alimentar solúvel e insolúvel corresponderam a 0,30 g/100 g e 0,80 g/100 g. Fibra alimentar total foi de 13,13 g/100 g em base seca e, em base úmida, o valor mais alto observado na Tabela foi 1,50 e o menor, 1,00 g/100 g.

Quando comparados os valores obtidos experimentalmente, estes foram superiores, em relação aos valores indicados na literatura como base seca para as amostras de cebola, nabo, repolho e tomate e inferiores, para a alface e a cenoura. As demais amostras relacionadas na Tabela não apresentaram valores de fibra em base seca. Em base úmida, foram superiores para o agrião, alface, couve e tomate e inferiores para a cebola, cenoura, nabo, pepino, pimentão e repolho.

5 DISCUSSÃO

Nos vegetais a principal fonte de fibra vegetal está presente nos tecidos parenquimáticos, como polissacarídeos. Destes, 35 - 40 % são substâncias pécticas, 35 % celulose e 10 % hemiceluloses. Os não-carboidratos estão presentes na proporção de 5 a 10 % e alguns deles têm efeito significativo sobre as propriedades e ações fisiológicas da fibra alimentar, incluindo lignina e ésteres fenólicos, cutina e ceras em folhas e suberina em raízes e tubérculos (75). Proteoglicanas e glicoproteínas ocorrem, cada qual, nos tecidos parenquimáticos, em proporção igual a 5 ou 10 % . Em se tratando de tecidos lignificados, estão aumentadas as proporções de celulose, hemiceluloses e polifenólicos enquanto que as proporções de substâncias pécticas, glicoproteínas e proteoglicanas estão diminuídas (75).

Os vegetais podem ser classificados, de acordo com o órgão preferencialmente consumido, como folhas, frutos, raízes e bulbos. Dos que foram analisados, fazem parte do primeiro grupo agrião, alface, couve e repolho. Como frutos, estão inclusos pepino, pimentão e tomate. Compõem o grupo dos raízes e bulbos, cenoura e nabo (raízes) e cebola (bulbo).

Folhas apresentam, basicamente, pequena quantidade de matéria seca, sendo que a proteína corresponde a mais de 20 % dela. Glicose, frutose e sacarose ocorrem livres, em pequenas quantidades, enquanto amido pode ser detectado apenas em pequenas quantidades (0,3 g/100 g e 0,00 g para o repolho e alface, em base úmida, respectivamente) (77). Substâncias pécticas estão presentes igualmente em proporções pequenas, assim como a lignina.

Raízes têm composição muito similar às folhas, sendo as proporções de açúcares livres e amido usualmente igualmente baixas (cenoura 0,1 g/100g e traços no nabo, ambos em

base úmida) (77). Nas amostras analisadas, a presença de amido foi constatada na cenoura, nabo, pimentão e tomate, porém em quantidades mínimas. A quantificação de amido, embora não efetuada no presente trabalho, pode ser indicada com o objetivo de estabelecer parâmetros aceitáveis e quantidades limítrofes para vegetais analisados pelo método gravimétrico não-enzimático.

Frutos apresentam metade dos sólidos presentes como açúcares livres. Substâncias pécicas estão presentes e as coberturas de suas sementes são normalmente lignificadas (77). A distribuição de lignina na planta é localizada e está limitada aos integrantes do xilema e esclerênquima (82) e a quantidade de lignina consumida na dieta é geralmente baixa, uma vez que partes lenhosas são normalmente rejeitadas (39).

5.1 PERÍODO DE AQUISIÇÃO E ÉPOCA DE COMERCIALIZAÇÃO DAS AMOSTRAS ANALISADAS

O período de comercialização dos vegetais informa sobre sua disponibilidade no mercado. Mesmo nas épocas de comercialização fraca ou ausente o produto pode estar disponível no mercado oriundo de outras regiões produtoras que não o Paraná. O grau de maturidade da planta próximo ao período de colheita assim como, em parte, as condições de armazenamento pós-colheita, (75) interferem na composição da parede celular. Na planta madura, por exemplo, geralmente aumentam os teores de celulose e lignina (68).

5.2 - CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

A relação peso bruto-peso líquido está vinculada à qualidade do produto e, assim, à quantidade de matéria-prima desprezada em função de defeitos ou partes não-comestíveis, como cascas, sementes e pedúnculos. Todos os produtos selecionados foram de boa qualidade, e as diferenças observadas na relação peso bruto e líquido foram devidas à eliminação de partes normalmente rejeitadas como alimentos. O agrião e a couve foram os produtos para os quais a relação peso bruto-peso líquido foi maior, pois apresentaram quantidades apreciáveis de talos e folhas que sofreram injúrias e, habitualmente, não são

consumidos. Para outros, como o pepino, a relação peso bruto-peso líquido foi semelhante à verificada para as amostras anteriores, porém, decorrente da eliminação da casca. A cebola, por sua vez, apresentou relação peso bruto-peso líquido menor, pois é revestida apenas por uma fina película, denominada "catáfilo papiráceo".

5.3 SECAGEM DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE

Embora os métodos oficiais de análise para fibra alimentar recomendem secagem em estufa, a vácuo e temperatura de 70°C ou por liofilização (10, 13), preferiu-se conduzir o experimento desidratando a matéria-prima em estufa com circulação de ar. Objetivou-se, com este procedimento, manter o processo de análise o mais próximo das condições e disponibilidade de equipamentos dos laboratórios de análise química. A temperatura de secagem das amostras foi fixada a partir de LEE *et al.*(50), que recomendaram, para frutas liofilizadas, após a extração dos açúcares com etanol, secagem em estufa a 40°C. Observando esta condição, os produtos desidratados para o presente trabalho mantiveram suas características organolépticas muito próximas às originais.

5.4 EXTRAÇÃO DA GORDURA

A extração de gordura é indicada anteriormente à moagem e para produtos cujos conteúdos sejam superiores a 10 % (10, 12). ASP *et al* (6) analisaram dietas com conteúdo superior a 20 % sem extração da gordura. Tal prática foi aceita, considerando-se que, provavelmente, parte da gordura se desfaz pela alta temperatura na etapa de gelatinização do amido, etapas de incubação e pelo etanol 78 %, usado para precipitar fibra solúvel. Além disso, remanescentes são removidos pelas sucessivas lavagens do resíduo com álcool e acetona, após a filtração (4, 7). Esta etapa foi desnecessária para as amostras analisadas, porém foi empregada durante a etapa em que foram conduzidos os ensaios preliminares, na análise de aveia.

5.5 MOAGEM DAS AMOSTRAS

A *AOAC* (10, 12, 13) recomenda que a granulometria da amostra moída para análise varie de 0,3 a 0,5 mm. *ASP et al.* (7) sugeriram que granulometria menor que 1 mm pode ser aceitável para amostras mais difíceis de moer. Nos métodos enzimáticos, este processo é essencial para a ação da enzima (4). O rompimento incompleto do tecido dificulta a remoção completa de amido e proteína (74). *SELVENDRAN* e *DUPONT* (73) recomendaram o emprego de moinho de bola e etanol a 90% para a etapa de moagem. Quando os produtos não são muito ricos em amido, os mesmos autores referiram ser adequada granulometria da amostra variando de 0,5 a 1,0 mm. Para alimentos amiláceos em geral, algumas vezes, os resultados não são reprodutíveis pela incompleta remoção do amido.

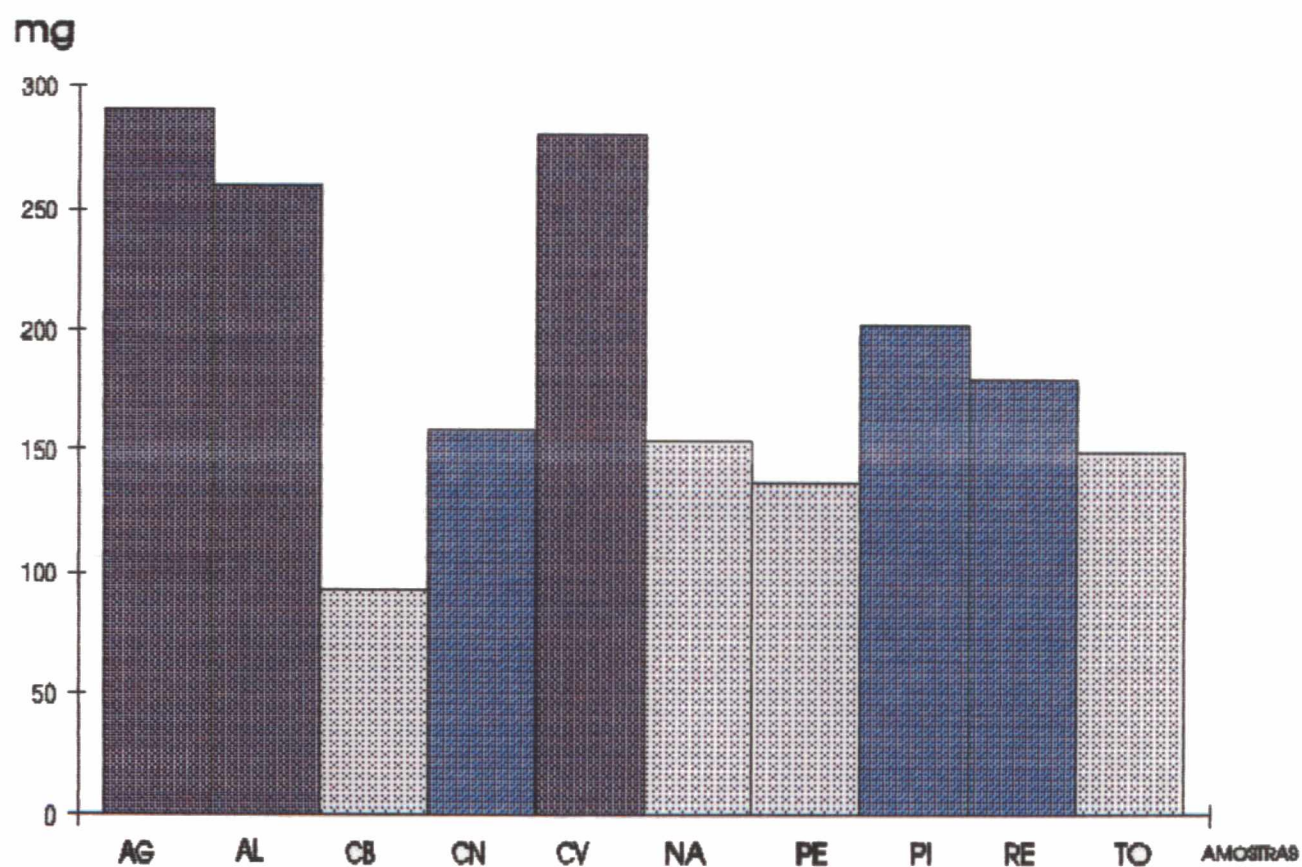
5.6 ANÁLISE DAS AMOSTRAS

5.6.1 Fibra alimentar total

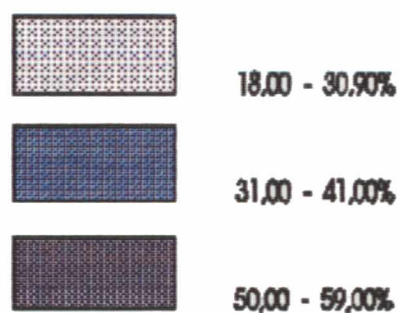
5.6.1.1 Conteúdo de resíduo das amostras

O conteúdo de resíduo das amostras corresponde ao material sólido que resta após a filtração da solução e secagem. Para todas as análises a quantidade de amostra foi de 500,0 a 500,9 mg e o conteúdo de resíduo foi relacionado, em porcentagem, a esta alíquota inicial. O Gráfico 1 representa o conteúdo de resíduo das amostras em miligramas e porcentagem em relação à amostra inicial. Para folhas como agrião, alface e couve, por exemplo, que figuram contendo, em miligramas, quantidades superiores de resíduos, as proporções em relação a amostra são igualmente superiores quando comparados aos outros vegetais.

GRÁFICO 1 - CONTEÚDO DE RESÍDUO DAS AMOSTRAS (FIBRA ALIMENTAR TOTAL).



PORCENTAGEM DA AMOSTRA



Na descrição da técnica de análise de fibra alimentar total por gravimetria pelo INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS (ITAL) (46) é preconizado que, para ensaios com 1 g de amostra, a diferença entre os pesos dos resíduos das duas amostras usadas para correção de cinza e proteína deve ser observada para obtenção do valor final de fibra alimentar total. Assim, para média do peso dos resíduos inferiores a 100 mg, entre 100 e 300 mg e maiores que 300 mg, a diferença entre os valores dos dois resíduos cujo conteúdo de fibra está sendo avaliado, não deve exceder a 5, 10, e 15 mg, respectivamente. Caso contrário, a análise deve ser repetida. Por analogia, foi adotado como verdadeiro para o presente trabalho o mesmo padrão, porém, proporcionalmente ao conteúdo inicial da amostra, e que foi de 500 mg em média. Embora a cenoura tenha apresentado variação superior a 5 mg entre os 4 resíduos obtidos, os valores a partir dos quais a fibra alimentar total foi quantificada pelas correções correspondentes de proteína e cinza, foram inferiores a este valor.

Quando são comparados os coeficientes de variação entre os resíduos das amostras, observa-se que estes são independentes da quantidade, pois são verificados coeficientes maiores ou menores para amostras com conteúdos variáveis de resíduo. A cenoura, por exemplo, que apresentou o maior coeficiente de variação não foi a que, quantitativamente continha menos resíduo enquanto que para o nabo, cujo conteúdo de resíduo foi semelhante, o coeficiente de variação foi menor que 1. Relação similar foi verificada para a cebola e para a couve pois, quantitativamente, seus resíduos foram diferentes e os coeficientes de variação de ambos, inferiores a 1.

5.6.1.2 Conteúdo de proteína dos resíduos

Os métodos enzimáticos gravimétricos exigem correção de proteína indigerível associada com a fibra (4), que normalmente se faz por análise de nitrogênio contido no resíduo pelo método Kjeldahl. Segundo ASP *et al* (7), o valor para correção por este método é arbitrário, uma vez que um fator de conversão não é conhecido (4, 7) e que, em amostras

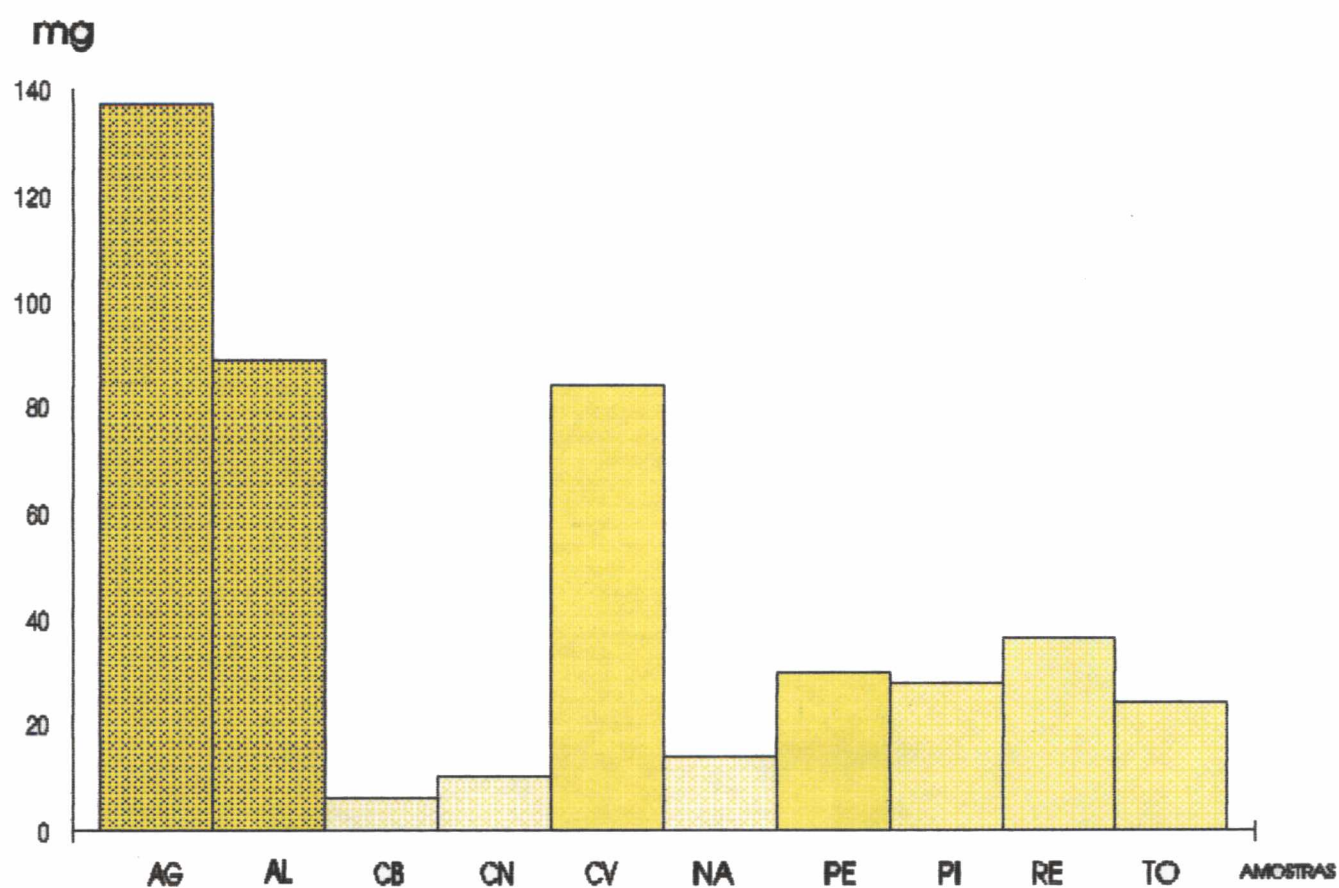
com concentrações de proteína ou contendo aminopolissacarídeos, o uso do fator-padrão pode introduzir um erro. Entretanto, de acordo com os mesmos autores, o erro decorrente da correção de proteína é insignificante na maioria das análises. Produtos de reação de Maillard, que retêm a maioria do conteúdo de nitrogênio, geralmente não contribuem na estimativa da fibra alimentar, por correção de proteína. Resíduo de proteína muito alto é indicativo, nos métodos que empregam enzimas, de curto prazo de incubação na etapa da protease. Apesar disso, pode ser aceito, assim como algumas variações no resíduo devido à escolha das enzimas (4).

A extração com etanol pode resultar em co-precipitação de proteínas intracelulares, polissacarídeos de reserva, ácidos nucléicos e alguns compostos fenólicos (74). A contaminação com proteína intracelular de resíduos insolúveis em etanol varia de 5 a 40 % do seu peso e é dependente do tipo de tecido e maturidade. O tratamento com etanol causa fortes interações (possivelmente via efeitos de ligações de hidrogênio) entre proteínas intracelulares e polissacarídeos da parede celular e, assim, altera suas propriedades. Na determinação de lignina, compostos co-precipitados, como proteína, interferem na determinação. Segundo ASP *et al.* (6), a natureza da proteína indigerível nos métodos enzimáticos gravimétricos é desconhecida, ou seja, se corresponde à proteína da parede celular e é indigerível também *in vivo*. Já no método não-enzimático, a proteína determinada corresponde ao somatório da proteína indigerível e digerível. De acordo com SAUNDERS e BETSCHART (66), a proteína indigerível é componente da fibra alimentar, normalmente omitido como tal. Segundo SOUTHGATE *et al.* (84), a proteína indigerível assim com ceras, cutinas e constituintes inorgânicos não afetam quantitativamente os valores de fibra alimentar na dieta, embora possam ser considerados como constituintes capazes de modificar as propriedades dos polissacarídeos componentes da fibra. A diferença entre os conteúdos de proteína pelo método enzimático e não-enzimático foi apresentada por LI e CARDOZO (52). Os autores relacionaram os resultados da análise de uma das amostras, o repolho. Os valores para proteína pelo método não-enzimático corresponderam, para 0,5 g de amostra

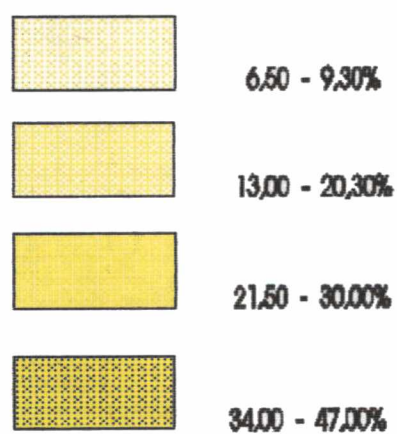
inicial, a 25 mg e 19,2% do resíduo, ao passo que, pelo método enzimático da *AOAC*, o valor da proteína para 1,0 g de amostra foi igual a 16,7 mg ou 6,2 % do resíduo.

Através do método macro-Kjeldahl o conteúdo de proteína do resíduo foi determinado e os valores, para cada vegetal, em miligramas e porcentagem do resíduo, estão representados no Gráfico 2. Os conteúdos de proteína dos resíduos variaram consideravelmente para as mesmas amostras. Agrião, alface e couve, que apresentaram maiores conteúdos de proteína, foram igualmente os que apresentaram menores coeficientes de variação, ao passo que cenoura, cebola e nabo foram os que apresentaram menores proporções de proteína e maiores coeficientes de variação. O repolho foi exceção em relação às amostras anteriormente consideradas, pois o coeficiente de variação foi superior a 10 %. Estes dados sugerem que a precisão na determinação é dependente do conteúdo de proteína do resíduo. Ao mesmo tempo, deve-se considerar que o método indicado para a análise da proteína do resíduo, de acordo com os métodos oficiais (12, 13), é o micro-Kjeldahl e o empregado foi macro-Kjeldahl.

GRÁFICO 2 - CONTEÚDO DE PROTEÍNA DOS RESÍDUOS.



PORCENTAGEM DO RESÍDUO

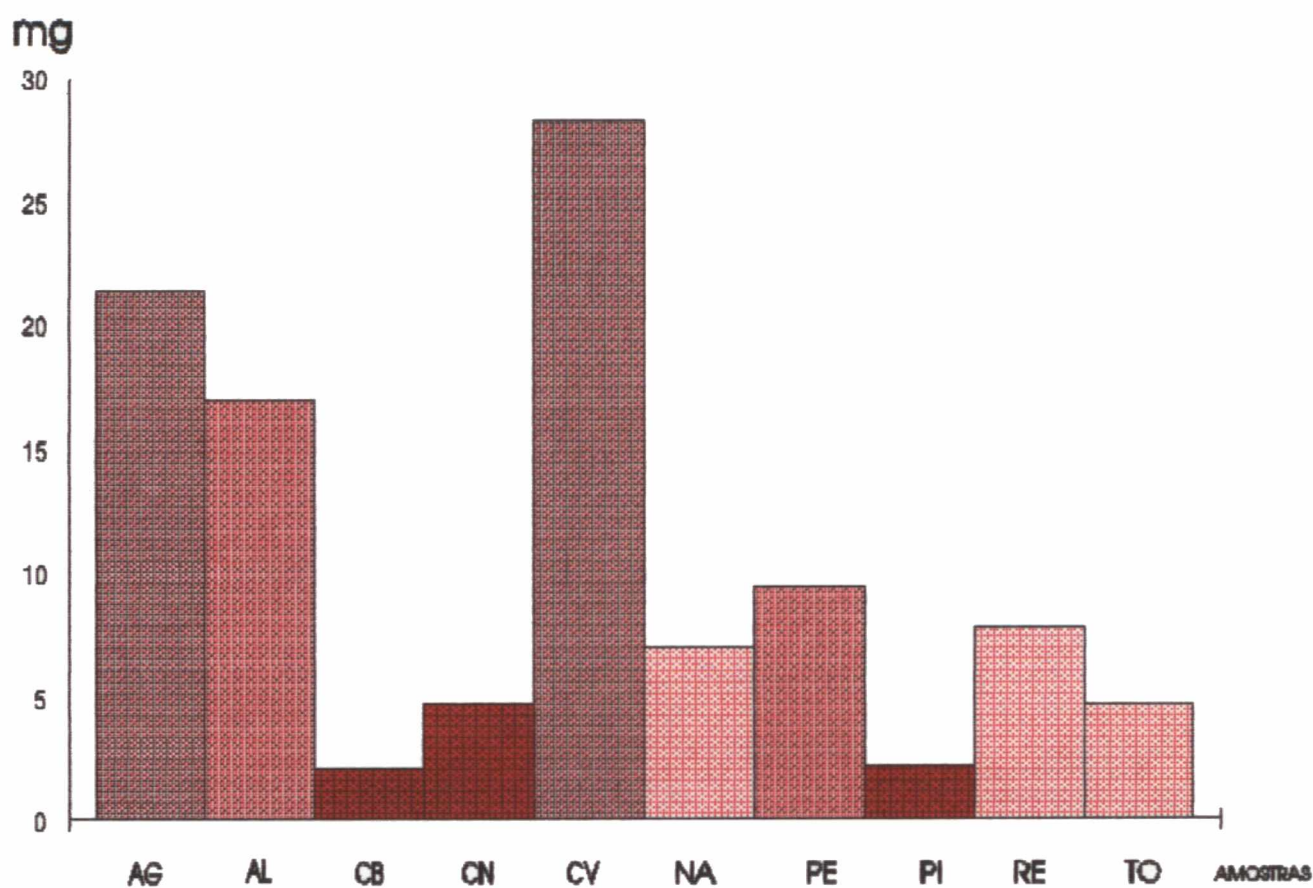


5.6.1.3 Conteúdo de cinza dos resíduos

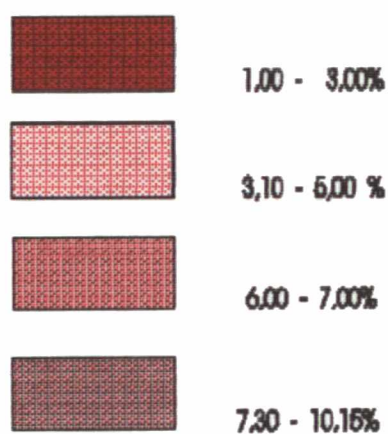
Por incineração, minerais associados com a fibra alimentar ou co-precipitados foram corrigidos. A parte orgânica de ácido fítico, que é recuperada principalmente nas frações solúveis, deverá dar, usualmente, uma pequena e insignificante contribuição. Alguns cuidados devem ser observados quando são analisados materiais ricos em ácidos orgânicos (como ácido oxálico) que podem co-precipitar (7). A força do tampão do meio de incubação, nos métodos enzimáticos, deverá ser mantida suficientemente baixa para evitar excessiva precipitação de cinza e, conseqüentemente, variabilidade desnecessária entre as amostras.

Quando considerados os valores de cinza dos resíduos analisados, foi clara a variação dos conteúdos de cinza entre os resíduos das mesmas amostras. Esta variação é confirmada pelos coeficientes de variação superiores a 9 % para 7 amostras e foi, para as amostras analisadas, independente do seu conteúdo no resíduo. Deve-se considerar que as condições experimentais foram alteradas quando se optou em determinar cinza de outra forma que não a originalmente recomendada., isto é, determinação de fibra através do próprio cadinho utilizado na filtração. Convém ressaltar ainda que os conteúdos de cinza dos resíduos, proporcionalmente às proteínas, são pequenos e que, dependendo do total do resíduo, variações quantitativas tomadas como valores absolutos, na ordem de 0,4 mg, como, por exemplo, para o pimentão, determinaram coeficiente de variação acima de 12 %. O Gráfico 3 ilustra o valor de cinza dos resíduos bem como a sua correspondência em porcentagem.

GRÁFICO 3 - CONTEÚDO DE CINZA DOS RESÍDUOS.



PORCENTAGEM DO RESÍDUO



A determinação de cinzas é de fato uma variável importante na determinação de fibra alimentar total e esta idéia foi reforçada por PROSKY *et al* (64). Os autores analisaram os resultados de um estudo interanalítico conduzido por eles e a média dos valores de cinza dos resíduos de fibra alimentar insolúvel foi negativa (- 2,08 mg), enquanto que, para fibra alimentar solúvel, positiva (3,34 mg). Tal variação foi atribuída a uma liberação menor de celite pela filtração em função do etanol 78 % usado para precipitação da fibra solúvel. Ao mesmo tempo, foi recomendado que a qualidade dos cadinhos e celite empregados para análise fosse checada.

No período que precedeu a análise das amostras para o presente trabalho, foi possível verificar que de fato os cadinhos são sensíveis às variações de temperaturas altas, como as da mufla, e pequenas alterações podem danificar o material ou modificar a porosidade da placa de vidro sinterizada. Paralelamente foram realizados testes com a celite. A maior dificuldade encontrada foi com relação à especificação, ou melhor, à característica de ser ácido-lavada ou não (informação desconhecida pelo próprio fornecedor). Quando fora das especificações exigidas pelo método, parte da celite é liberada durante a filtração e assim, provavelmente, contribuindo para resultados negativos. A continuidade dos experimentos foi possível quando se utilizou o auxiliar de filtração recomendado.

O tempo de filtração também foi testado, pois, igualmente, representa fonte de variação dos resultados. PROSKY *et al.* (61) referiram ser o tempo de filtração longo um dos principais fatores interferentes na repetibilidade dos resultados. Valores altos para o branco e cinza dos resíduos foram observados em amostras cuja filtração foi lenta ou tenham permanecido durante a noite em repouso. VAN SOEST e WINE (99) observaram a ocorrência de obstrução da placa com material residual cuja limpeza consideraram difícil. Em decorrência disso, referiram ser necessário o procedimento de limpeza da placa de vidro sinterizada pela manutenção do cadinho em mufla a 500°C. MONGEAU e BRASSARD (57) referiram ser menor a variação dos resultados quando os cadinhos foram submetidos a

temperaturas altas (500°C). Apesar das considerações anteriores, o procedimento empregado para a limpeza dos cadinhos, no presente trabalho, não interferiu sobre a capacidade de filtração, que se manteve inalterada durante todo o período que transcorreu a pesquisa. Entretanto, convém verificar os efeitos deste tratamento a longo prazo.

5.6.1.4 Conteúdo de fibra alimentar total em base seca

Quando considerados os valores de fibra alimentar total em base seca, os coeficientes de variação foram, para oito produtos, inferiores a 3,00 % e, para os outros dois, variaram de 3,00 a 4,04 % (repolho e pepino, respectivamente). ASP *et al.* (6) consideraram adequados, em seu estudo, coeficientes de variação de 0,50 a 3,00 %. Em estudos interanalíticos como os conduzidos por LEE *et al.* (50), o coeficiente de variação para a repetibilidade relacionado pelos autores, para a cenoura, foi de 3,21 %, ou seja, superior ao coeficiente de variação obtido no presente trabalho para a mesma amostra (2,79 %). PROSKY *et al.* (64), relataram estes valores, separadamente, para fibra alimentar solúvel e insolúvel. Os coeficientes de variação para fibra alimentar insolúvel de repolho, cenoura, cebola e nabo foram, respectivamente, 4,00 %, 5,38 %, 6,51% e 6,60 %. Quando as mesmas amostras são consideradas pela determinação de fibra alimentar solúvel, os coeficientes para a repetibilidade foram, para as mesmas amostras e na mesma sequência, iguais a 11,51 %, 11,37 %, 30,41 % e 10,38 %. Tais dados sugerem que menor repetibilidade dos resultados é verificada quando a fibra alimentar é quantificada como fração solúvel. MONGEAU e BRASSARD (58), por sua vez, em estudo colaborativo do qual participaram oito a dez laboratórios, relataram coeficiente de variação para repetibilidade do valor de fibra alimentar total do nabo igual a 4,85 %. Embora as determinações contidas no presente trabalho tenham sido como fibra alimentar total, o índice de variação observado entre as amostras, aparentemente, está dentro de limites aceitáveis.

Os Gráficos 4, 5 e 6 relacionam os coeficientes de variação, tomados em relação aos valores em miligramas, do resíduo, da proteína, e da cinza, e fibra alimentar total para folhas,

frutos, raízes e bulbo, respectivamente. Observa-se que, embora na análise dos resíduos, proteínas e cinzas, algumas amostras tenham apresentado coeficientes de variação acima de 3 % e até bem superiores a este valor, não determinaram, por assim dizer, variações extremas dos coeficientes de variação da fibra alimentar total, a ponto de inviabilizar o resultado. Deve-se observar que estas variações são dependentes do conteúdo em miligramas como valores absolutos. Ou seja, embora as variações entre mesmas determinações tenham sido próximas de 50 % (como para cinza do resíduo do pepino), tais índices correspondem a valores pequenos (diferença de 4,41 mg no resíduo considerado), a ponto de alterar substancialmente o valor final de fibra alimentar. Entretanto, esta foi a amostra cujo coeficiente de variação para fibra alimentar total foi maior.

Para as folhas (Gráfico 4), não houve predominância quanto a variação maior ou menor dos conteúdos de proteína ou cinza, pois observa-se que ora o coeficiente de variação foi maior para a proteína, ora maior para a cinza. Apenas para a couve estes coeficientes mostraram-se similares. Os frutos, (Gráfico 5) apresentaram maiores coeficientes de variação para os conteúdos de cinza e menores para a proteína. As raízes e o bulbo, (Gráfico 6) foram as amostras cujos conteúdos de cinza e proteína variaram mais, sugerindo ser esta variação característica destes vegetais ou decorrente de co-precipitação de proteína e cinza.

GRÁFICO 4 - COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, TOMADOS EM RELAÇÃO AOS VALORES EM MILIGRAMAS, DO RESÍDUO, DA PROTEÍNA E DA CINZA, E DA FIBRA ALIMENTAR TOTAL (BASE SECA) PARA AS FOLHAS.

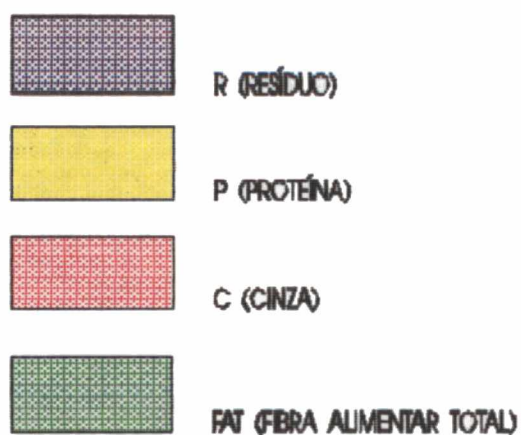
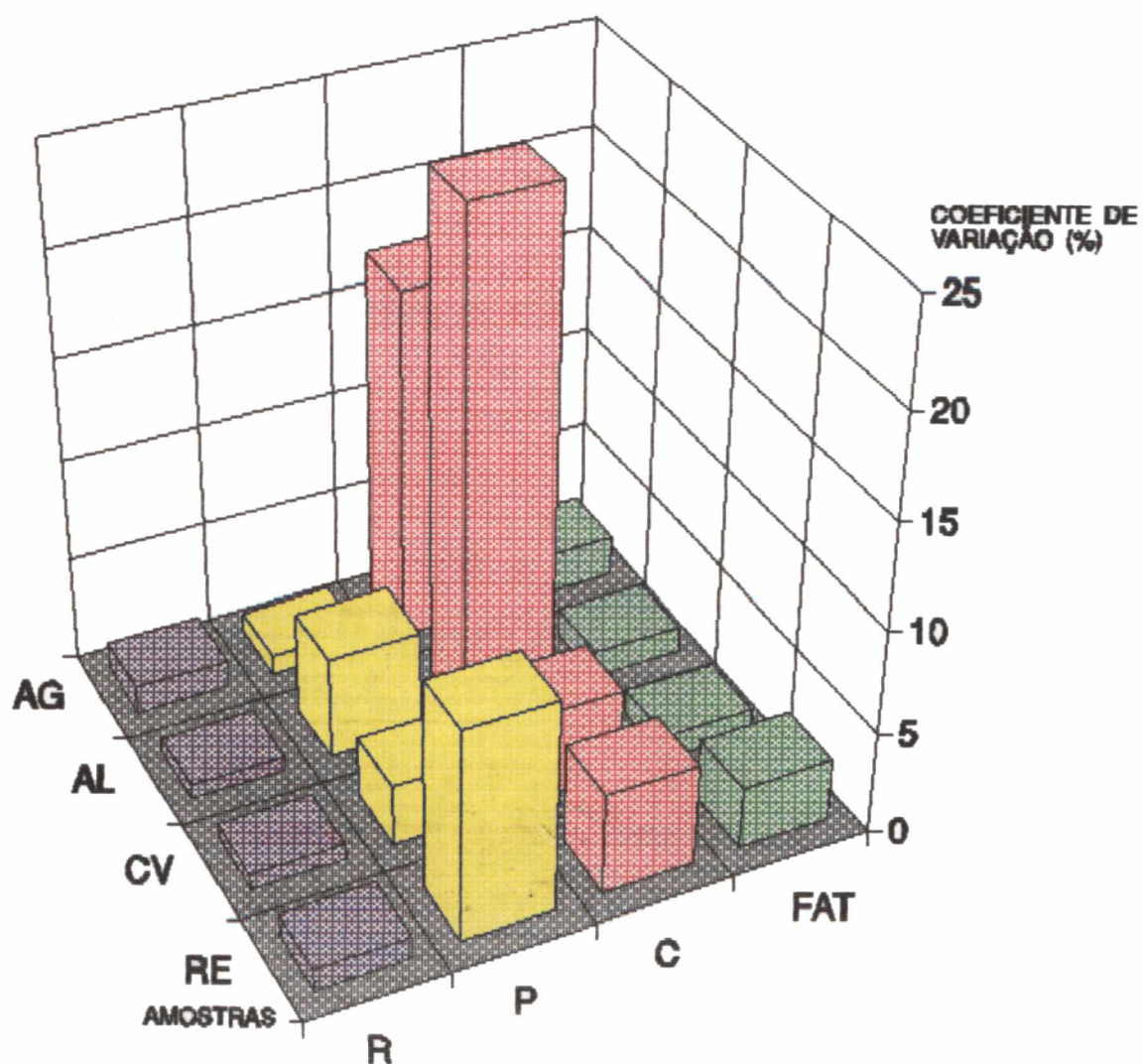


GRÁFICO 5 - COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, TOMADOS EM RELAÇÃO AOS VALORES EM MILIGRAMAS, DO RESÍDUO, DA PROTEÍNA E DA CINZA, E DA FIBRA ALIMENTAR TOTAL (BASE SECA) PARA OS FRUTOS.

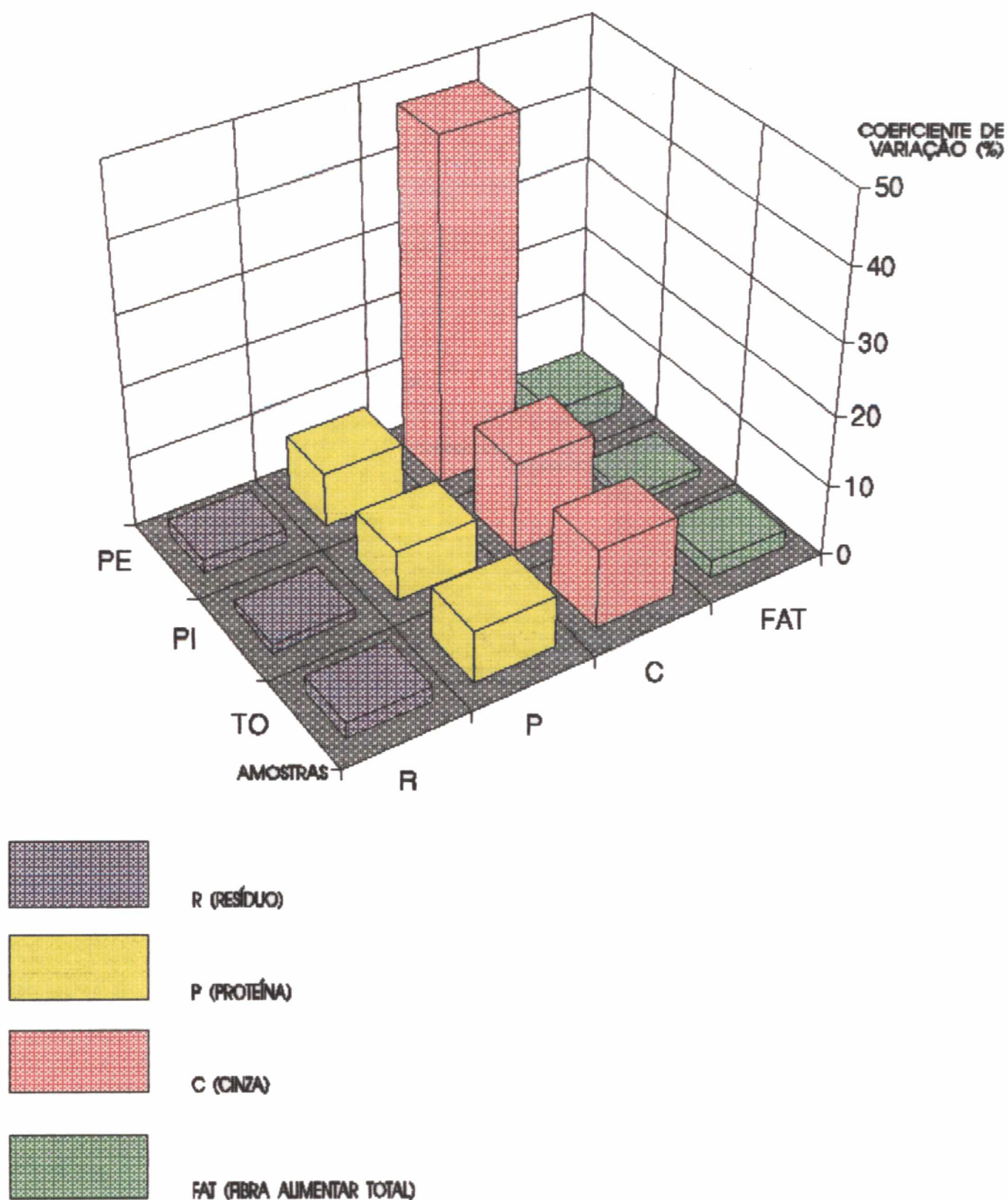
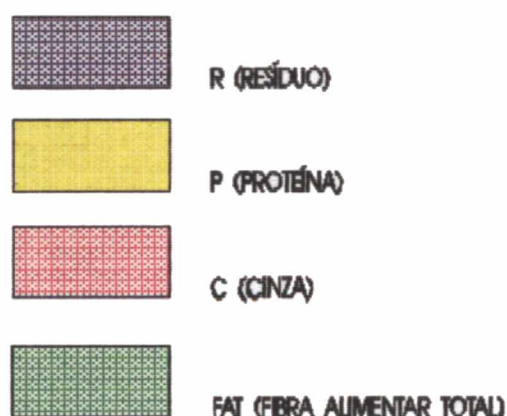
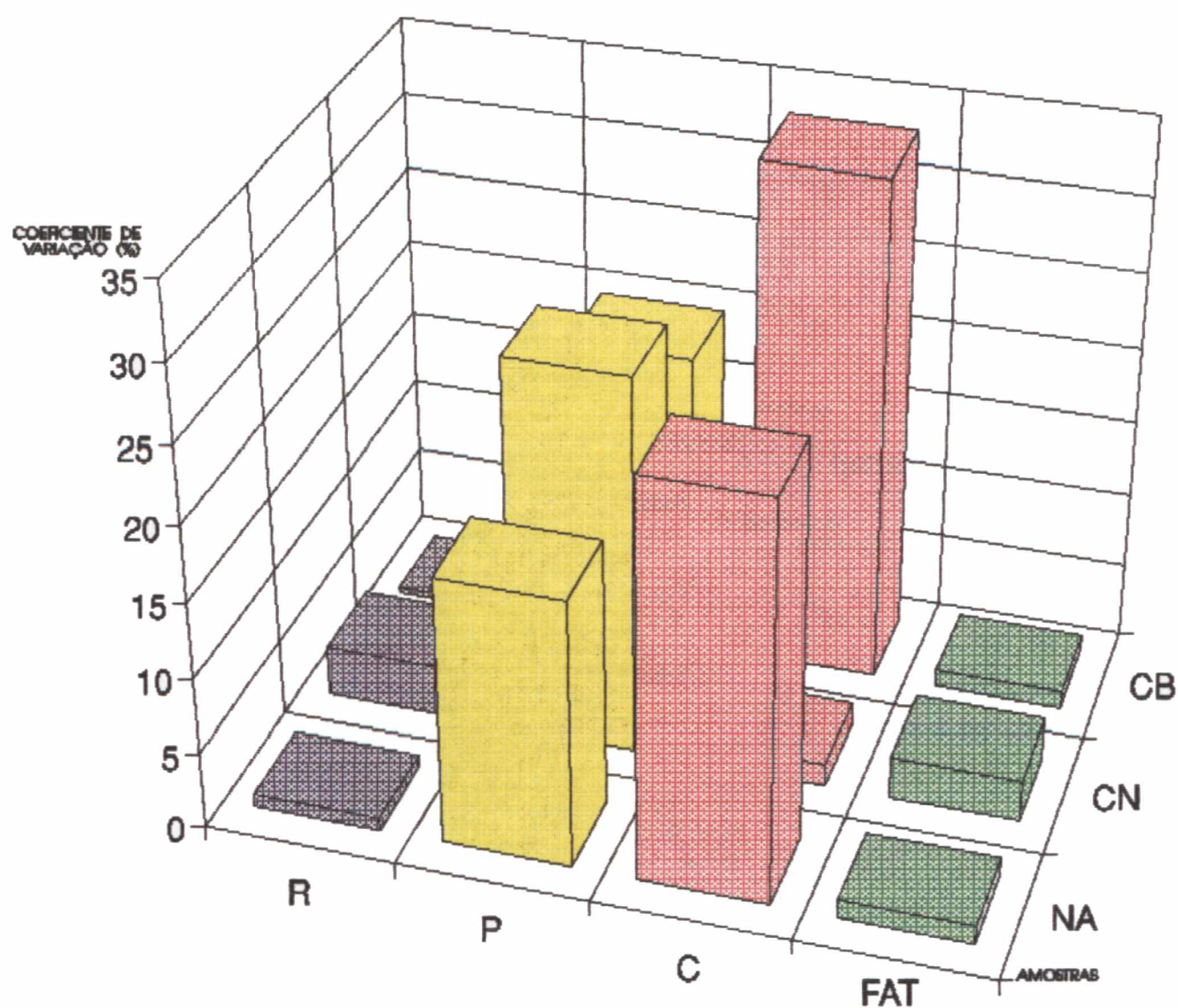


GRÁFICO 6 - COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, TOMADOS EM RELAÇÃO AOS VALORES EM MILIGRAMAS, DO RESÍDUO, DA PROTEÍNA E DA CINZA E FIBRA ALIMENTAR TOTAL PARA AS RAÍZES E O BULBO.

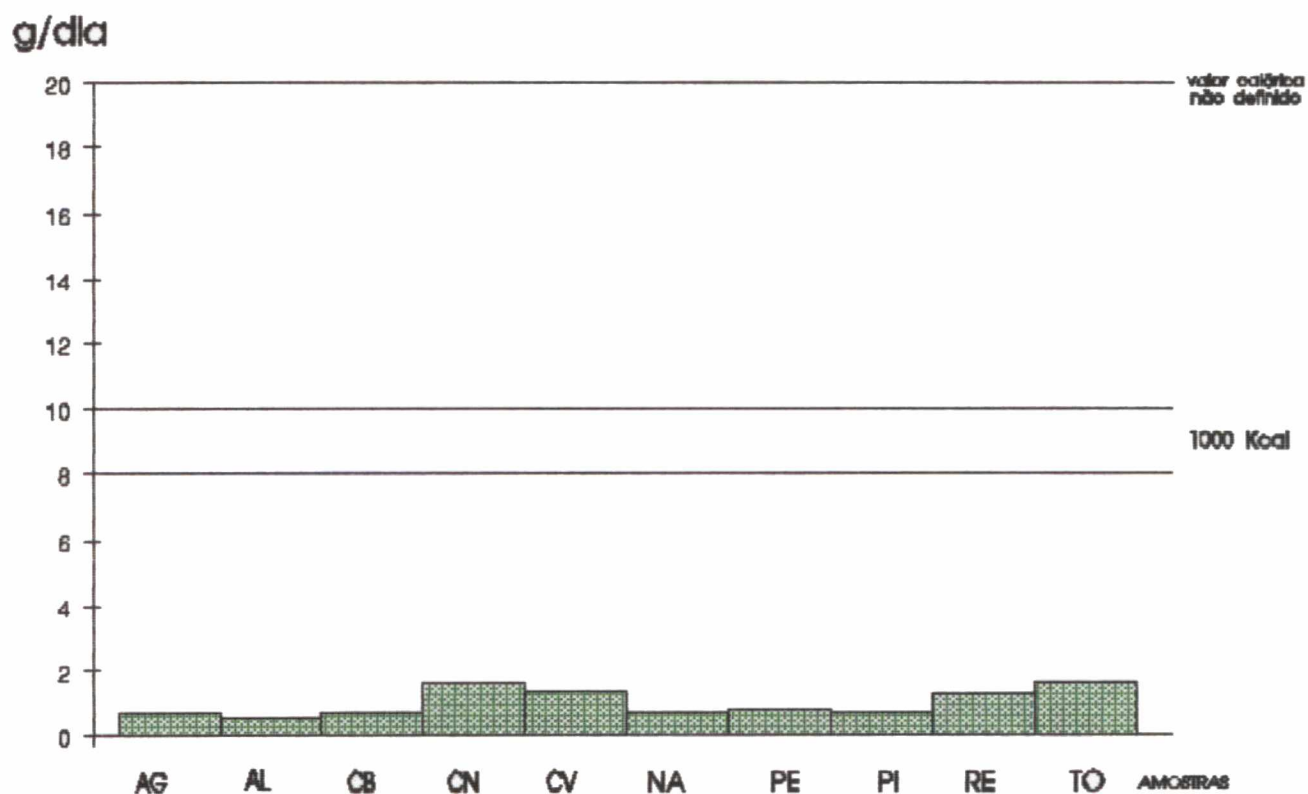


PROSKY *et al.*(61) relacionaram os coeficientes de variação para fibra alimentar total com o seu conteúdo na amostra. Assim, a reprodutibilidade foi melhor para as amostras com maior conteúdo de fibra alimentar. O mesmo não foi observado para as amostras analisadas quanto a repetibilidade. Entretanto, quando são comparados os coeficientes de variação dos resíduos, verifica-se que, quando menores, também são menores os coeficientes de variação para a fibra alimentar total, com exceção do repolho. Isto significa que, de fato, a interferência decorrente da variação nos conteúdos de proteína e cinza é relativamente pequena, embora possa contribuir para aumento do coeficiente de variação da fibra alimentar total.

O conteúdo de fibra alimentar total em base úmida corresponde ao conteúdo de fibra em base seca, corrigido para a umidade do produto fresco.

Quando são analisados os conteúdos de fibra alimentar das amostras em base seca, deve-se observar que, no produto *in natura*, representam pequena proporção, pois são alimentos constituídos, basicamente, por água. Portanto, compõem a dieta em quantidades variáveis e associados a outros alimentos contendo fibra como cereais e leguminosas. Através do Gráfico 7 são comparados os conteúdos de fibra alimentar, em base úmida, contida numa porção do alimento cru e a recomendação brasileira para fibra. Esta corresponde a 20 g/dia para adultos jovens ou 8 a 10g por 1000 kcal (100).

GRÁFICO 7 - CONTEÚDO DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL DOS VEGETAIS ANALISADOS EM RELAÇÃO AO PER CAPITA PARA UMA REFEIÇÃO DE 1300 Kcal E NECESSIDADE DIÁRIA.



A quantidade consumida do vegetal depende, em parte, de sua densidade, ou seja, da relação massa -volume. Para a alface, por exemplo, quantidades equivalentes a 100 g são, em volume, muito superiores a 100 g de tomate. A forma de consumo pode ser como salada crua ou como temperos (cebola e pimentão, por exemplo). Outro aspecto a ser considerado é de que forma ela é apresentada, ou seja, como vegetal único na alimentação ou associado a outros. Também o tipo de corte (fatiado ou ralado) interfere, pois determina aumento ou redução do volume total.

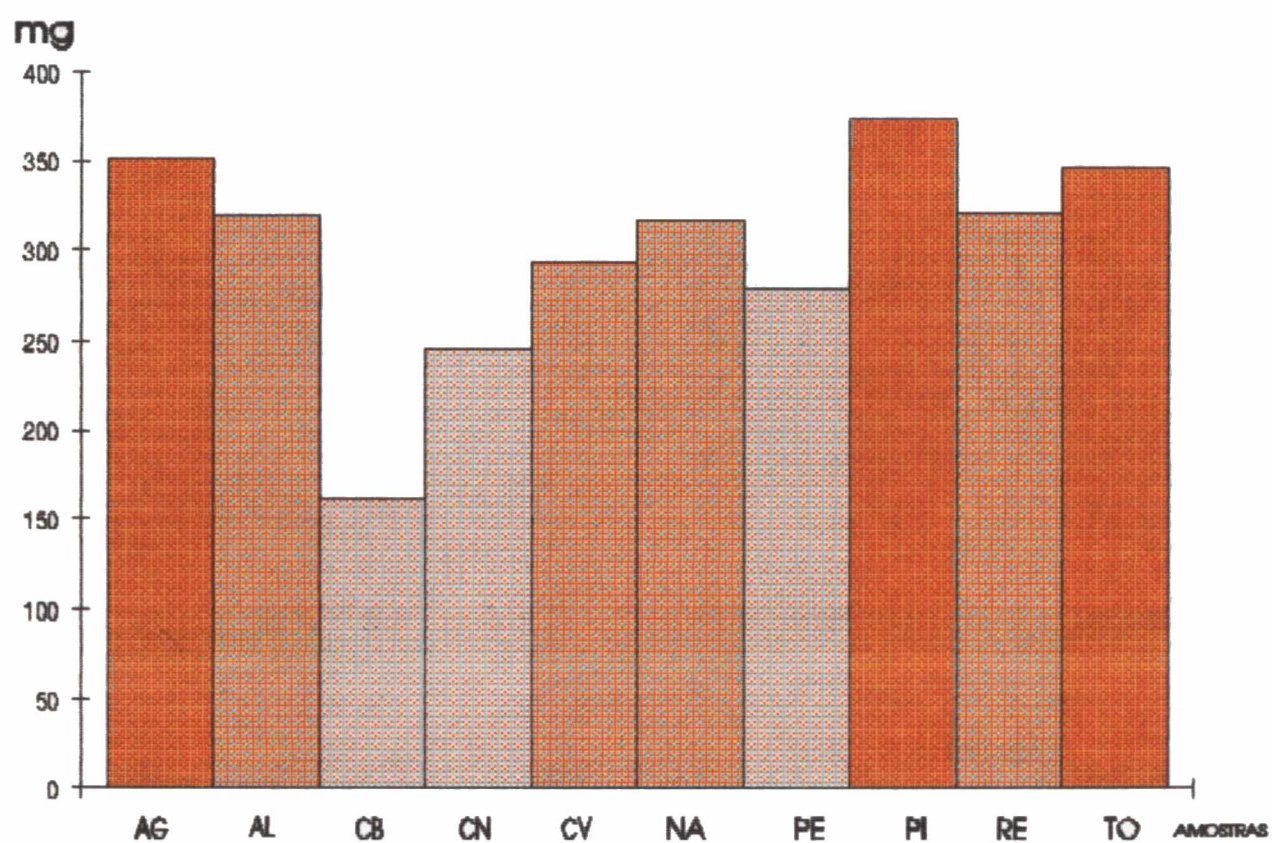
Os *per capita*s foram considerados para preparações cruas, como saladas. Corresponderam a 30 g para o agrião, alface couve e pimentão; 40 g para cebola e nabo; 50 g para a cenoura; 60 g para o repolho e 100 g para o pepino e tomate.

5.6.2 Fibra bruta

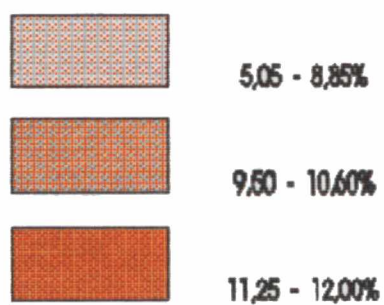
5.6.2.1 Conteúdo de resíduo das amostras

O conteúdo de resíduo das amostras corresponde ao material sólido que resta após o tratamento com ácido e álcali, filtração e secagem. O conteúdo inicial da amostra foi de aproximadamente 3 g e o resíduo remanescente, em percentagem, corresponde a fibra bruta. O Gráfico 8 relaciona os conteúdos, em miligramas, dos resíduos e a porcentagem que representam da amostra inicial. Quando são comparados os gráficos correspondentes aos conteúdos de resíduos das amostras para fibra alimentar e fibra bruta observa-se que, para as duas análises, os conteúdos de resíduo variam, sendo que amostra com maior conteúdo de resíduo na determinação de fibra alimentar, não é, necessariamente, superior na determinação de fibra bruta. O conteúdo de resíduo da couve foi maior que o do nabo na determinação de fibra alimentar, enquanto que, na determinação de fibra bruta foi verificado o contrário. A mesma relação foi observada para o tomate e o repolho nas duas análises, enquanto que o resíduo de cebola foi proporcionalmente menor para as duas determinações.

GRÁFICO 8 - CONTEÚDO DE RESÍDUO DAS AMOSTRAS (FIBRA BRUTA).



PORCENTAGEM DA AMOSTRA

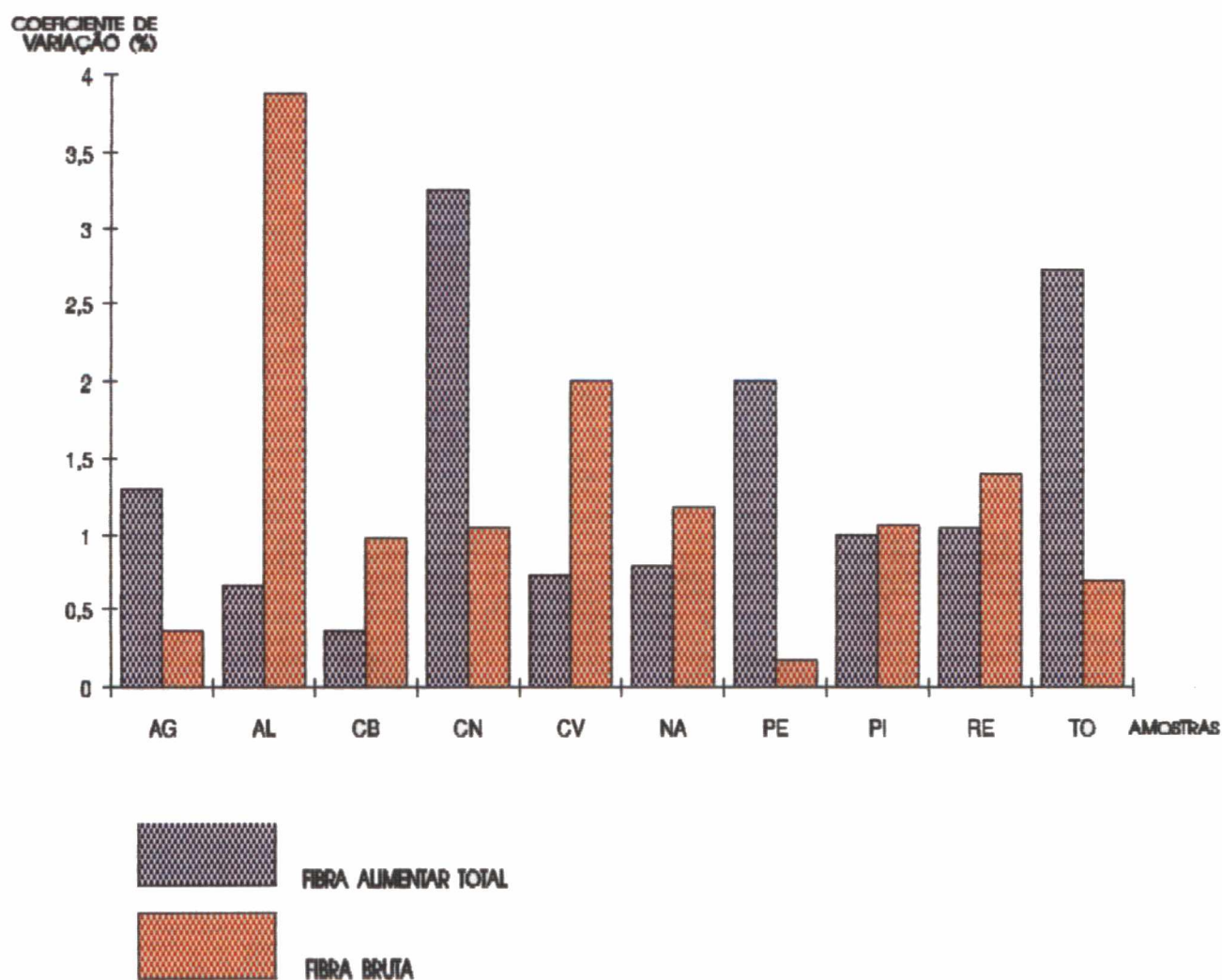


Ao mesmo tempo, os valores dos resíduos, em miligramas, são similares, porém diferem em relação à porcentagem da amostra. Assim, enquanto a amostra de couve para as duas determinações apresentou resíduo de 300 mg a 350 mg, em porcentagem da amostra correspondem a valores distintos.

5.6.2.2 Comparação dos coeficientes de variação entre resíduos de fibra alimentar total e fibra bruta.

Observa-se, para fibra bruta, assim como para fibra alimentar, que os coeficientes de variação para os conteúdos em miligramas e porcentagem são diferentes e dependentes da variação do conteúdo inicial de amostra tomado para análise. Quando são comparados os coeficientes de variação para os resíduos de fibra alimentar e fibra bruta, em porcentagem, da amostra, os valores podem ser considerados similares, além do que são verificados, para as duas análises, coeficientes menores que 4,00 %. Tal variação foi ainda independente da amostra, ou seja, a amostra com maior coeficiente de variação numa análise não o foi para a outra, como demonstrado através do Gráfico 9.

GRÁFICO 9 - COEFICIENTES DE VARIAÇÃO, TOMADOS EM RELAÇÃO À PORCENTAGEM, DOS RESÍDUOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA (BASE SECA).



5.6.2.3 Conteúdo de fibra bruta em base seca e base úmida

O método de fibra bruta é método empregado rotineiramente em laboratórios físico-químicos e, assim como o método de fibra alimentar, apresenta dificuldades no processo de filtração. Em função disso, o método foi adaptado pela substituição do cadinho de filtração por papel filtro. Tal procedimento é adotado por laboratórios cuja frequência de análises desta natureza é alta.

De modo geral, a repetibilidade para o método de fibra bruta pode ser considerada boa, pois os coeficientes de variação foram, na sua maioria, inferiores a 2 % em base seca e base úmida.. Quando comparados os coeficientes de variação dos métodos de fibra alimentar e fibra bruta observa-se que a variação para a repetibilidade entre os dois métodos, em base seca, foi pequena e, tomando-se como base a maior variação dos resultados de fibra bruta, apenas o pepino, na determinação de fibra alimentar, foi a amostra que exibiu variação superior. Considerando-se que o método de fibra bruta é metodologia analiticamente difundida, pode-se dizer que alguma variação de valores é esperada e, por analogia, também para fibra alimentar total.

5.6.3 Comparação dos métodos

Com relação aos métodos gravimétricos enzimáticos observa-se que, de modo geral, poucas são as variações entre eles. Ou seja, para todos há necessidade de adição de um tampão e, no mínimo, duas etapas de ajuste de pH, além de períodos e temperaturas variáveis de incubação para ação das enzimas.

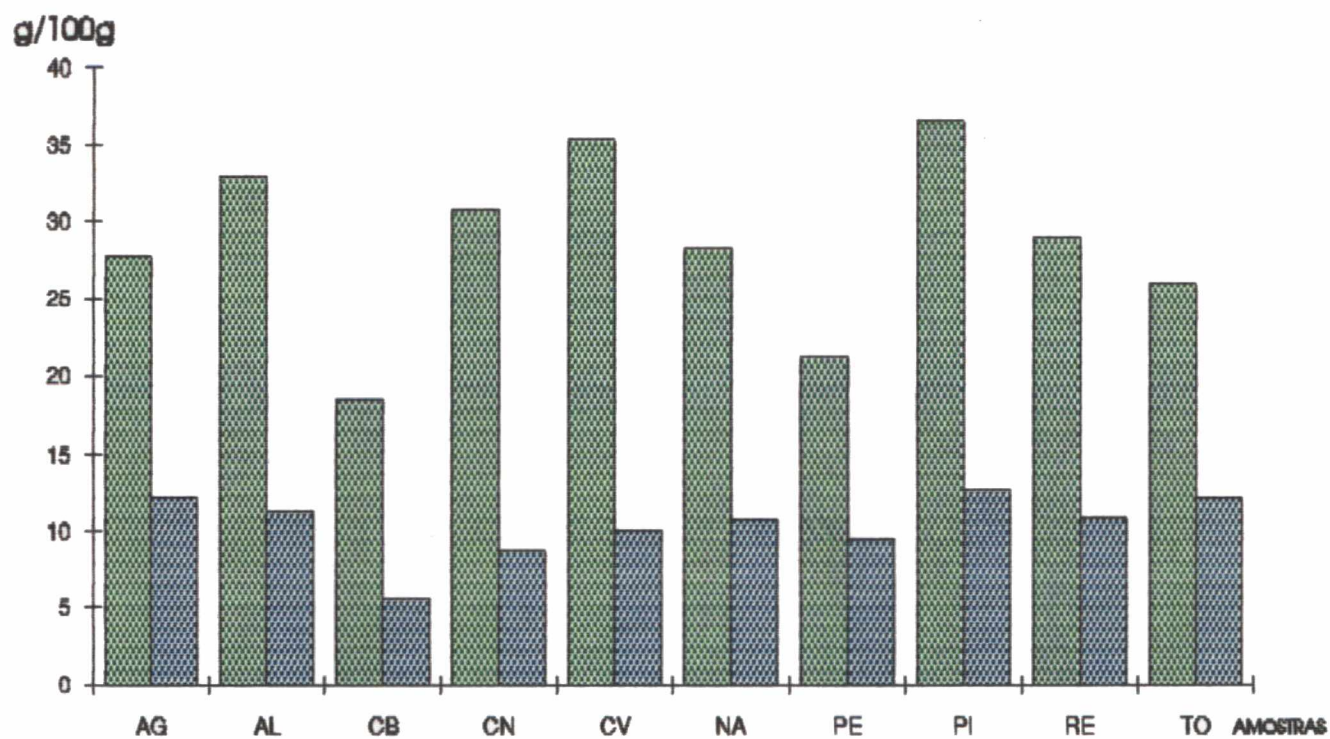
O método gravimétrico não-enzimático se contrapõe aos demais por não empregar enzimas para hidrólise do amido e proteína e, conseqüentemente, os ajustes de pH são desnecessários bem como provas em branco. O volume de etanol, quando comparado aos demais métodos, é inferior, visto que também a quantidade inicial de amostra para análise é menor.

Quando relacionados os métodos gravimétricos enzimático e não-enzimático, este último apresenta como vantagens, além da simplicidade, redução do custo total da análise decorrente da não utilização de enzima, basicamente.

5.6.3.1 Comparação dos conteúdos de fibra alimentar total e fibra bruta

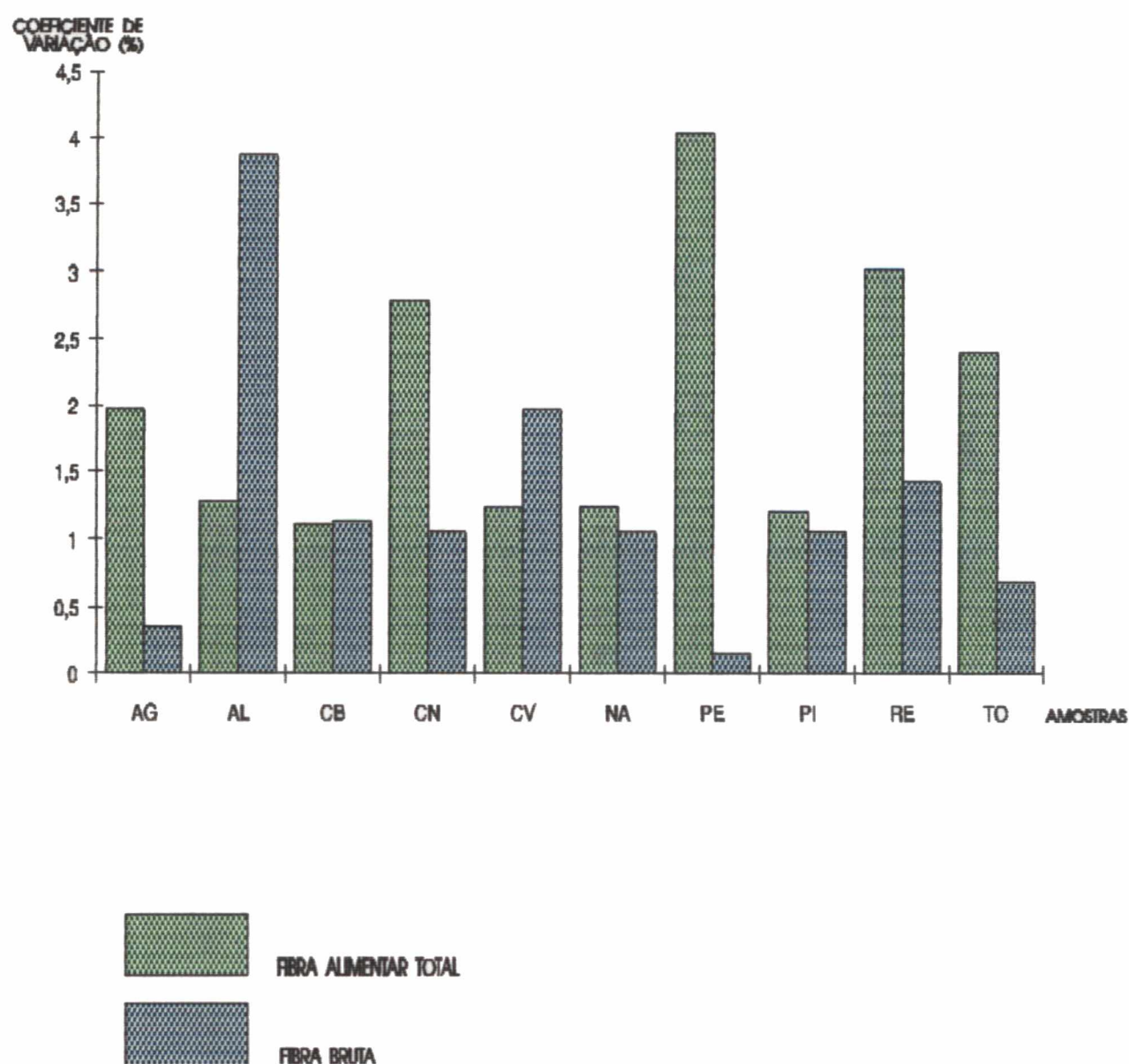
Quando são comparados os valores de fibra alimentar total e fibra bruta, a diferença entre os dois é clara. O Gráfico 10 apresenta os conteúdos de fibra alimentar total e fibra bruta em base seca e, a partir dele, é possível visualizar as diferenças entre os conteúdos de fibra obtidos pelos dois métodos. O conteúdo de fibra alimentar foi, no mínimo, duas vezes superior ao de fibra bruta. Para a cenoura e a couve, por exemplo, esta diferença foi ainda maior, e correspondeu a cerca de 350 % do valor de fibra bruta. A diferença entre os métodos é dependente do alimento e composição da parede celular, uma vez que o método de fibra bruta recupera quantidades variáveis dos diferentes componentes da parede celular das plantas. Não existe relação entre os dois valores, portanto é impossível predizer o valor de fibra alimentar a partir de fibra bruta. Entretanto, de acordo com PAK *et al.* (60), pode-se estimar um fator para converter a ingestão total diária de fibra bruta em um valor aceitável de fibra alimentar. SPILLER (86) relacionou os valores de fibra para alguns alimentos como fibra bruta e fibra alimentar. Para alface crua, cebola crua e tomate, a fibra alimentar correspondeu a 255 %, 355 % e 280 % da fibra bruta, respectivamente. No presente trabalho, este percentual, foi similar e, para os mesmos produtos e na mesma ordem, a relação correspondeu a 289 %, 335 % e 213 %.

GRÁFICO 10 - CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA (BASE SECA).



A precisão dos métodos pode ser verificada através dos coeficientes de variação obtidos para os dois métodos (Gráfico 11). Os coeficientes de variação mínimo e máximo, para fibra alimentar e fibra bruta, foram de 1,10 % e 4,40 % para a primeira, e 0,15 % e 3,87 % para a segunda. Assim, na determinação de fibra bruta, a repetibilidade dos resultados foi maior quando comparada à do método de fibra alimentar total. Ainda assim, a repetibilidade do método experimental pode ser considerada similar. Tomando-se como base o valor máximo para o coeficiente de variação de fibra bruta, apenas uma amostra (pepino), na determinação de fibra alimentar, apresentou valor superior.

GRÁFICO 11 - COEFICIENTES DE VARIAÇÃO DOS CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E FIBRA BRUTA (BASE SECA).

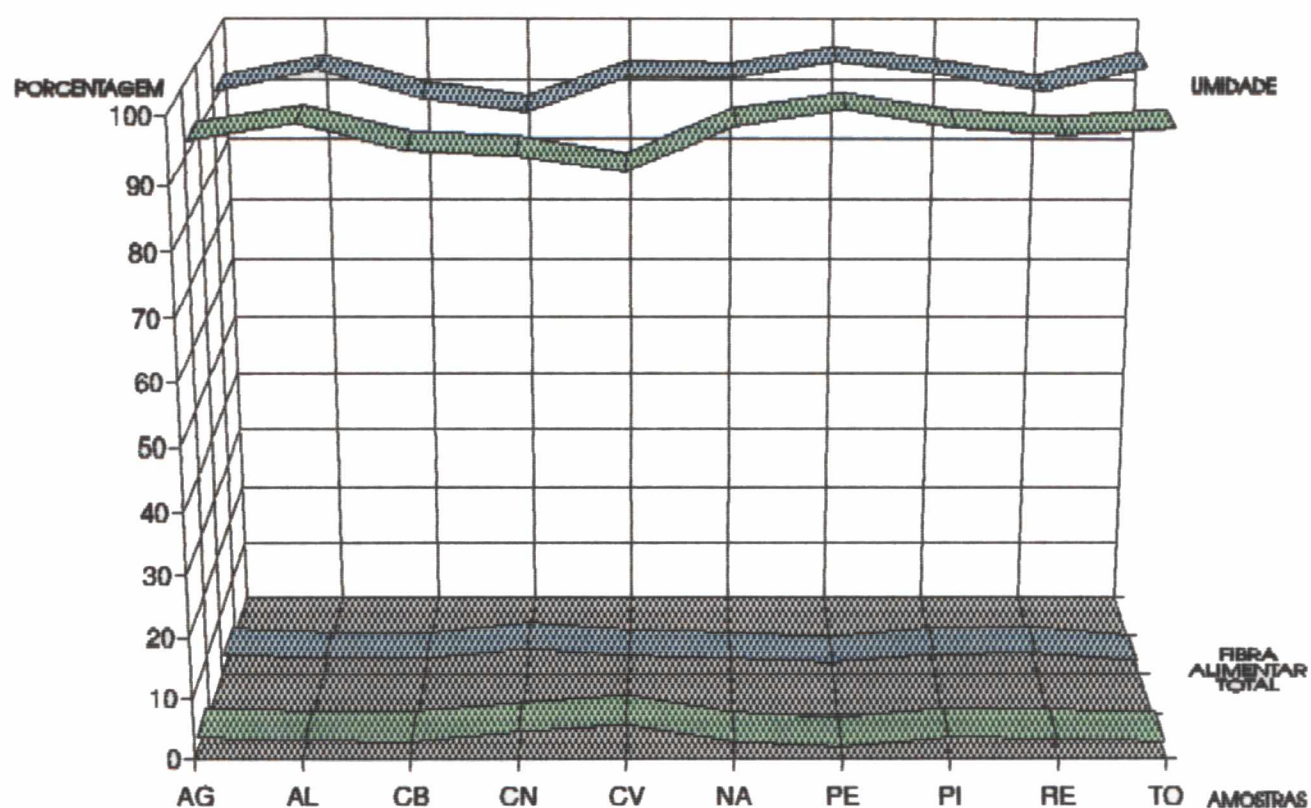


5.6.3.2 Conteúdos de fibra alimentar referidos na literatura

A comparação de valores obtidos por outros autores e por diversos métodos ilustra justamente a variabilidade dos resultados, que é dependente de vários fatores. Entre eles podem ser destacados a seleção, época de coleta e preparo do material para análise, eliminação de partes não-comestíveis e métodos de análise.

O Gráfico 12 representa os conteúdos de fibra alimentar total experimental e referidos na literatura nacional (55) para os produtos analisados. Assim como a umidade entre as amostras variou, também as proporções de fibra alimentar, mesmo porque os métodos de análise foram diferentes. Estas variações foram mais acentuadas apenas para um amostra, a couve, sobretudo decorrente da umidade. Entretanto, os valores de umidade e de fibra alimentar total, mesmo que obtidos por métodos diversos, podem ser considerados similares.

GRÁFICO 12 - CONTEÚDOS DE FIBRA ALIMENTAR TOTAL E UMIDADE OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE E TABELADOS



VALORES OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE



VALORES TABELADOS

A seleção do método é dependente, entre outros fatores, da informação ou informações desejadas. Os métodos gravimétricos são, de modo geral, simples e práticos, porém menos específicos que os métodos químicos ou instrumentais, que fornecem informações mais completas acerca da fibra. WOLTERS *et al.* (102) referem que o método da *AOAC* para determinação de fibra alimentar total é apropriado para análises de rotina, por ser relativamente rápido, ao mesmo tempo em que são desnecessários equipamentos sofisticados. A obtenção de valores de fibra, como frações solúvel e insolúvel ou ainda, como celulose, hemiceluloses, substâncias pécicas e lignina separadamente, permite relacionar mais claramente necessidades e funções da fibra na alimentação. Para MARLETT (53), a seleção de método de análise deve ser baseada no uso a que se destina e na natureza do alimento a ser analisado. Considera que os métodos podem ser desenvolvidos para análise de alimentos ou grupos de alimentos distintos. O método gravimétrico não-enzimático é exemplo claro desta idéia, pois é próprio para vegetais e frutas com conteúdos mínimos ou nulos de amido.

6 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

O método gravimétrico não-enzimático empregado no presente trabalho é procedimento analítico simples, de fácil execução para análise de fibra alimentar total. Tem a vantagem de ser mais rápido e menos dispendioso que os métodos gravimétricos enzimáticos de modo geral, porém, limitado pelo fato de ser indicado para vegetais e frutas com conteúdos mínimos ou nulos de amido.

Através dos resultados obtidos para as amostras analisadas, pode-se concluir que:

- a) os coeficientes de variação entre as determinações de proteína do resíduo foram diversos e sugerem que a repetibilidade dos resultados é dependente do seu conteúdo, ou seja, maior proporção de proteína resultou em menor variação dos resultados;
- b) os coeficientes de variação entre as determinações de cinza do resíduo foram relativamente altos e aparentemente independentes do conteúdo no resíduo;
- c) a variação dos conteúdos de cinza e proteína parece interferir pouco sobre a repetibilidade dos valores de fibra alimentar, pois representam quantidades relativamente pequenas em relação ao resíduo;
- d) a diferença entre os coeficientes de variação do método de fibra alimentar e os do método de fibra bruta é pequena, e apenas para uma amostra (PE) a variação foi superior à maior variação verificada para fibra bruta, o que corrobora a favor da boa repetibilidade do método empregado.

Na continuidade dos experimentos, sugere-se:

- a) avaliar modificações quanto à granulometria da amostra e recuperação do resíduo;
- b) conduzir novos experimentos, com os mesmos produtos e outros, porém, com maior número de repetições;

- c) empregar o método descrito no presente trabalho como procedimento analítico de treinamento para análise de fibra alimentar por método gravimétrico enzimático;
- d) desenvolver o método, também, para determinação de fibra alimentar solúvel e fibra alimentar insolúvel;
- e) avaliar os efeitos das modificações nos procedimentos para quantificação de proteína e cinza.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 ANDERSON, James W.; BRIDGES, Susan R. Dietary fiber content of selected foods. **The American Journal of Clinical Nutrition**, New York, v. 47 , p. 440-447, 1988.
- 2 ____; CHEN, Wen-Ju Lin. Plant fiber. Carbohydrate and lipid metabolism. **The American Journal of Clinical Nutrition**, New York, v. 32, n. 2, p. 346-363, February, 1979.
- 3 ____; DEAKINS, Dee A.; FLOORE, Tammy L.; SMITH, Belinda M.; WHITIS, Sarah E. Dietary fiber and coronary heart disease. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Cleveland, v. 29, n. 2, p. 95-147, 1990.
- 4 ASP, Nils-Georg. Enzymatic gravimetric methods. In: SPILLER, Gene A. **CRC Handbook of dietary fiber in human nutrition**. Boca Raton : CRC Press, 1986. 483 p. p. 45 -55.
- 5 ____; JOHANSSON, Claes-Göran. Techniques for measuring dietary fiber: principal aims of methods and a comparison of results obtained by different techniques. In: JAMES, W. P. T.; THEANDER Olof. **The analysis of dietary fiber in food**. New York : Marcel Dekker. 1981. 276 p. p. 173-189.
- 6 ____; ____; HALLMER Håkan; SILJESTROM, Monica. Rapid enzymatic assay of insoluble and soluble dietary fiber. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Columbus, v. 31, n. 3, p. 476-482, May/Jun. 1983.
- 7 ____; SCHWEIZER, T. F.; SOUTHGATE, D. A.T.; THEANDER O. Dietary Fiber Analysis. In: SCHWEIZER Thomas; EDWARDS, Christiane A. **Dietary fibre - a component of food nutritional function in health and disease**. Berlin : Springer Verlag, 1992. 354 p. p. 57-101.
- 8 ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis**. 15 ed. Fiber (acid detergent) and lignin in animal feed, 973.18. Arlington, 1990. v. 1.
- 9 _____. _____. 15 ed. Fiber (crude) in animal feed. Ceramic fiber filter method, 962.09. Arlington, 1990. v. 1.
- 10 _____. _____. 15 ed. Insoluble dietary fiber in food and food products. Enzymatic-gravimetric method, phosphate buffer, 991.42. Arlington, 1992. v. 2 (suplemento).
- 11 _____. _____. 15 ed. Microchemical determination of nitrogen, micro-Kjeldahl method, 960.52. Arlington, 1990. v. 1.

- 12 _____. _____. 15 ed. Total dietary fiber in foods. Enzymatic-gravimetric method, 985.29. v. 2. Arlington, 1990.
- 13 _____. _____. 15 ed.. Total, soluble and insoluble dietary fiber in foods. Enzymatic-gravimetric method, MES-TRIS buffer, 991.43. Arlington, 1992. v. 2 (suplemento).
- 14 _____. Total dietary fiber in foods. Enzymatic-gravimetric method, changes in methods. **Journal of the Association Official Analytical Chemists**. Arlington, v. 68, n. 2, p. 399, 1985.
- 15 _____. Vitaminus and other nutrients (2), changes in methods. **Journal of the Association Official Analytical Chemists**. Arlington, v. 69, n. 2, p. 370, 1986.
- 16 BAKER, Doris. Notes on the neutral detergent fiber method. In: JAMES, W. P. T.; THEANDER, Olof. **The analysis of dietary fiber in food**, New York : Marcel Dekker, 1981. 276 p. p. 159 - 162.
- 17 BREET, C. T. The role of the cell wall in the life of the plant. In: BRETT, C.; WALDRON K. **Physiology and biochemistry of plant cell walls**. London : Unwin Hyman, 1990. 194 p. p. 1-3.
- 18 _____. WALDRON, K. Cell wall structure and the skeletal functions of the wall. In: _____. **Physiology and biochemistry of plant cell walls**. London : Unwin Hyman, 1990. 194 p., p. 4-88.
- 19 BURGESS, Jeremy. The cell wall and development. In: _____. **An introduction to plant cell development** Cambridge : Cambridge University Press, 1989. 246 p. p. 67-93.
- 20 BURKITT, Denis P. Relationships between diseases and their etiological significance. **The American Journal of Clinical Nutrition**, New York, v. 30, n.2, p. 262-267, February, 1977.
- 21 _____. Some diseases characteristic of modern Western civilization. **British Medical Journal**, Edinburgh, v.1, p. 274-278, february 1973.
- 22 BUVAT, Roger. Cytology of the processes of differentiation and dedifferentiation during the ontogeny of vascular plants. In: _____. **Ontogeny, cell differentiation, and structure of vascular plants**. Berlin : Springer - Verlag, 1989. 580 p. p. 189-225.
- 23 CALENDÁRIO de comercialização de produtos hortigranjeiros na Ceasa de Curitiba. Curitiba : Secretaria do Estado da Agricultura e do abastecimento. Centrais de abastecimento do Paraná, 1991.
- 24 CHRISTENSEN, Steen Hojgaard. Pectins. In: GLICKSMAN, Martin. **Food Hydrocolloids**, New York : CRC Press. 1986. v. 3, 247 p., p. 205-230.

- 25 CUTTER, Elizabeth G. The cell wall. In: _____, **Plant anatomy**. 2 ed. London : Addison-Wesley, part 1, 1978. 315 p. p. 48-68.
- 26 DIETARY fiber. In: ESTADOS UNIDOS. National Research Council. **Diet and health. Implications for reducing chronic disease risk**. Washington, 1989. 749 p. p. 291-309.
- 27 DIETARY Fiber. **Food Technology**. Chicago, v. 33, n. 1, p. 35-39, January, 1979.
- 28 DIETARY Fiber. **Food Technology**. Chicago, v. 43, n. 10, p. 133-139, October 1989.
- 29 EASTWOOD, M. A.; PASSMORE, R. Dietary fibre. **The Lancet**. Londres, v. 2, p. 202-205, July 1983.
- 30 ENGLYST, Hans N.; CUMMINGS, John H. Improved method for measurement of dietary fiber as non-starch polysaccharides in plant food. **Journal of the Association Official Analytical Chemists**, Arlington, v. 71, n. 4, p. 808-814, 1988.
- 31 FILLISETTI-COZZI, Tulia, M. C. C. Fonte, aspectos analíticos e consumo de fibras alimentares. **Fibras News**. São Paulo, v. 1, n. 3, outubro/novembro/dezembro 1988.
- 32 FREITAS, Renato João Sossela; DAHER, Anice Lúcia Kalluf; SANTOS, Maria Aparecida Barros; TIBONI, Emilia; Borges; CECATO, Edson. **Técnicas analíticas de Alimentos**. Curitiba : Instituto de Tecnologia do Paraná - área química, 1979. 114 p.
- 33 FREY-WYSSLING, Albert. Ultrastructure and biogenesis of the cell wall. In: _____. **The plant cell wall**. 3 ed. Berlin: Gebrüder Bortraeger, 1976. 294 p. p. 1-87.
- 34 FURDA, Ivan. Simultaneous analysis of soluble and insoluble dietary fiber. In: JAMES W. P. T.; THEANDER, Olof. **The analysis of dietary fiber in food**. New York : Marcel Dekker, 1981. 276 p. p. 163-172.
- 35 GLICKSMAN, Martin. Functional properties of hydrocolloids. In: _____. **Food Hydrocolloids**. New York: CRC Press, 1982. v. 1, 219 p. p. 547-99.
- 36 GODDING, Edmund W. Dietary fiber redefined. **The Lancet**. Londres, v. 1, p. 1129, May, 1976.
- 37 GORDON, Dennis T. Functional properties vs physiological action of total dietary fiber. **Cereal Foods World**. Minneapolis, v. 34, n. 7, p. 517-525, July 1989.
- 38 HALL, John M. A review of total dietary fiber methodology. **Cereal Foods World**. Minneapolis, v. 34, n. 7, p. 526-528, July 1989.

- 39 HARLAND, B. F., PROSKY, L. Development of dietary fiber values for foods. **Cereal Foods World**. Minneapolis, v. 24, n. 9, p. 387-394. 1979.
- 40 HELLENDORRN, Emilie W.; NOORDHOFF, Maria G.; SLAGMAN Johan. Enzymatic determination of the indigestible residue (dietary fibre) content of human food. **Journal Science Food Agricultural**. London, v. 26, n. 10, p. 1461-1468, 1975.
- 41 HELLER, Steven N.; HACKLER, Ross L. Changes in the crude fiber content of the American diet. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, v. 31, n. 9, p. 1510-1514, September, 1978.
- 42 HISPLEY, Eben H. Dietary "Fibre" and pregnancy toxemia. **British Medical Journal**. Edinburgh, v. 2, p. 420-422, Aug. 1953.
- 43 HORVATH, Peter J.; ROBERTSON, James, B. Detergent analysis of foods. In: SPILLER, Gene A. **CRC Handbook of dietary fiber in human nutrition**. Boca Baton : CRC Press, 1986. 483 p. p. 37-40.
- 44 HUGHES, Joe S. Potential contribution of dry bean dietary fiber to health. **Food Technology**. Chicago, v. 2, n. 9, p. 122-126, September 1991.
- 45 INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Determinações gerais. In: _____. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. 3. ed. São Paulo, 1985. v. 1, 533 p. p. 16- 76.
- 46 INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS. Fibra alimentar. Método enzimático/gravimétrico. São Paulo, p. 1-14. s/d.
- 47 JONES, L. H. P. Mineral components fo plant cell walls. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, v. 31, n. 10, p. S-94 - S-98, October 1978.
- 48 KRITCHEVSKY, David. Dietary fiber. **Annual Review of Nutrition**. Califórnia, v. 8, p. 301 - 328, 1988.
- 49 LANZA, Elaine; BUTRUM, Ritva R. A critical review of food fiber analysis and dada. **Journal of the American Dietetic Association**. Chicago, v. 86, n. 6, p. 732-740. 1986.
- 50 LEE, Sungsoo C., PROSKY, Leon; DeVRIES, Jonathan W. Determination of total, soluble, and insoluble dietary fiber in foods - enzymatic - gravimetric method, MES-TRIS buffer: Colaborative study. **Journal of the Association of Official Analytical Chemists International**. Arlignton, v. 75, n. 3, p. 395-416, 1992.
- 51 LI, Betty W.; ANDREWS Karen. Simplified method for determination of total dietary fiber in foods. **Journal of the Association Official Analytical Chemists**. Arlignton, v. 71, n. 5, p. 1063-1064, 1988.

- 52 ____; CARDOZO, Maria S. Nonenzymatic-gravimetric determination of total dietary fiber in fruits and vegetables. **Journal of the Association of Official Analytical Chemists International**. Arlington, v. 75, n. 2 p. 372-374. 1992.
- 53 MARLETT, Judith. Analysis of dietary fiber in human foods. In: KRITCHEVSKY David; BONFIELD, Charles; ANDERSON, James W. **Dietary fiber: chemistry, physiology, and health effects**. New York : Plenum Press, 1990. 499 p p. 31-48
- 54 MENDEZ, Maria Heidi Marques; DERIVI, Sandra Casa Nova; RODRIGUES, Maria Celia Rezende; MACHADO, Ricardo Luiz Dantas. Método de fibra detergente neutro modificado para amostras ricas em amido. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v. 5, n. 2, p. 123-131, 1985.
- 55 ____; ____; ____; FERNANDES, Maria Leonor. **Tabela de composição de alimentos: amiláceos, cereais e derivados, hortaliças, leguminosas**. Niterói : EDUFF, 1992.
- 56 MONGEAU, Roger; BRASSARD, René. A comparison of three methods for analyzing dietary fiber in 38 foods. **Journal of Food Composition and Analysis**. San Diego, v. 2, p. 1-5, 1989.
- 57 ____; _____. A rapid method for the determination of soluble and insoluble dietary fiber: comparison with AOAC total dietary fiber procedure and Englyst's method. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 51, n. 5, p. 1333-1336, 1986.
- 58 ____; _____. Determination of insoluble, soluble, and total dietary fiber: Collaborative study of a rapid gravimetric method. **Cereal Foods World**. Minneapolis, v. 35, n. 3, p. 319-324, March 1990.
- 59 OLSON, Alfred; GRAY, Gregory M.; CHIU Mei-Chen. Chemistry and analysis of soluble dietary fiber. **Food Technology**. Chicago, v. 41, n. 7, p. 71-80, February, 1987.
- 60 PAK, Nelly; AYALA, Carmen; VERA, Gloria; PENNACCHIOTTI, Irma; ARAYA, Héctor. Fibra dietética soluble e insoluble en cereales y leguminosas cultivadas en Chile. **Archivos Latinoamericanos de Nutricion**. Caracas, v. 40, n. 1, p. 116-125, marzo, 1990.
- 61 PROSKY, Leon; ASP, Nils-Georg; FURDA, Ivan; DeVRIES, Jonathan W.; SCHWEIZER, Thomas F.; HARLAND, Barbara F. Determination of total dietary fiber in foods, food products, and total diets: Interlaboratory study. **Journal of the Association Official Analytical Chemists**. Arlington, v. 67, n. 6, p. 1044-1052, 1984.
- 62 ____; ____; ____; ____; ____; _____. Determination of total dietary fiber in foods and food products. Collaborative study. **Journal of the Association Official Analytical Chemists**. Arlington, v. 68, n. 4, p. 677-679, 1985.

- 63 _____; _____; SCHWEIZER, Thomas F.; DeVRIES, Jonathan W.; FURDA, Ivan; Determination of insoluble, soluble and total dietary fiber in foods and food products: Interlaboratory study. **Journal of the Association Official Analytical Chemists**. Arlington, v. 71, n. 5, p. 1017-1023, 1988.
- 64 _____; _____; _____; _____. Determination of insoluble, soluble and total dietary fiber in food products: Collaborative study. **Journal of the Association Official Analytical Chemists International**, Arlington v. 75, n. 2, p. 360-367, 1992.
- 65 ROBERTSON, James B.; VAN SOEST, Peter J. The detergent system of analysis and its application to human foods. In: JAMES, W. P. T.; THEANDER, Olof. **The analysis of dietary fiber in food**. New York : Marcel Dekker, 1982. 276 p. p. 123-158.
- 66 SAUNDERS R. M.; BETSCHART A. A. The significance of protein as a component of dietary fiber. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, v. 33, n. 5, May 1980.
- 67 SCHALLER, Daryl. Fiber content and structure in foods. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, n. 31, p. S99 - S102, October, 1978.
- 68 SCHNEEMAN, Barbara Olds. Dietary fiber. Physical and chemical properties, methods of analysis, and physiological effects. **Food Technology**. Chicago, v. 40, n. 2, p. 104-110, 1986.
- 69 _____; GALLAHER, Daniel D. Fibras de la dieta. In: INSTITUTO INTERNACIONAL DE CIÊNCIAS DE LA VIDA. **Conocimientos actuales sobre nutrición**. 6. ed. Washington : OPS, 1991. 628 p. p. 94-103.
- 70 SCHWEIZER, Thomas F.; WÜRSCH, Pierre. Analysis of dietary fiber. **Journal Science of Food Agricultural**. London, v. 30, n. 6, p. 613-619, 1979.
- 71 SEIBERT, Scott E. Oat bran as a source of soluble dietary fiber. **Cereal Foods World**. Minneapolis, v. 32, n. 8, p. 552-553, 1987.
- 72 SELVENDRAN, Robert R. The plant cell wall as a source of dietary fiber: chemistry and structure. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, v. 39, n. 2, p. 320-337, February 1984.
- 73 _____; DUPONT Susan M. Problems associated with the analysis of dietary fibre and some recent developments. In: KING, R. D. **Developments in food analysis techniques - 3**. New York: Elsevier, 1984. 217 p. p. 1-68.
- 74 _____; RING, Stephen G.; DUPONT Susan. Determination of the dietary fiber content of the EEC samples and a discussion of the various methods of analysis. In: JAMES, W. P. T.; THEANDER Olof. **The analysis of dietary fiber in food**. New York : Marcel Dekker, 1981. 276 p. p. 95-121.

- 75 ____; VERNE A. Verena F. V.. The chemistry and properties of plant cell walls and dietary fiber. In: KRITCHEVSKY, David; BONFIELD, Charles; ANDERSON, James W. **Dietary fiber. Chemistry, physiology, and health effects**. New York : Plenum Press, 1990. 499 p, p. 1-12.
- 76 SLAVIN, Joanne L.; MARLETT, Judith A.. Evaluation of high-performance liquid chromatography for measurement of the neutral saccharides in neutral detergent fiber. **Journal of Agricultural an Food Chemistry**. Washington, v. 31, n. 3, p. 467 - 471, May/June, 1983.
- 77 SOUTHGATE, D. A . T. The analysis of carbohydrates in specific groups of foods. In: _____. **Determination of food carbohydrates**. London : Applied Science Publishers, 1976. 178 p. p. 85-98.
- 78 _____. Determination of carbohydrates in foods. II - Unavailable carbohydrates. **Journal Science of food Agricultural**. London, v. 20, p. 332-335, June 1969.
- 79 _____. The dietary fibre hipothesis. A historical perspective. In: SCHWEIZER Thomas F.; EDWARDS, Christine A. **Dietary fibre - A component of food: nutritional function in health and disease**. Berlin : Springer - Verlag, 1992. 354 p. p. 3-20.
- 80 _____. Food components associated with dietary fiber. In: SPILLER, Gene A. **CRC handbook of dietary fiber in human nutrition**. Boca Raton : CRC Press, 1986. 483 p. p. 23 - 25.
- 81 _____. Food components that behave as dietary fiber. In: SPILLER, Gene A. **CRC Handbook of dietary fiber in human nutrition**. Boca Raton : CRC Press, 1986, 483 p p. 21-22.
- 82 _____. The measurement of unavailable carbohydrates: structural polysaccharides. In: _____. **Determination of food carbohydrates**. London : Applied Science Publishers, 1976. 78 p. p. 61-74.
- 83 _____. Table 3 - Dietary fiber content of selected foods by the Southgate methods (grams per 100 g edible part). In: SPILLER, Gene A. **CRC Handbook of dietary fiber in human nutrition**. Boca Raton : CRC Press, 1986. 483 p. p. 447-449.
- 84 ____; HUDSON, Geoffrey J.; ENGLYST, Hans. The analysis of dietary fibre - The choices for the analyst. **Journal Science of Food Agricultural**. London, v.29, n. 11, p. 979 - 988, 1978.
- 85 ____; SPILLER Gene A.; WHITE Margaret; McPHERSON-KAY Ruth. Glossary of dietary fiber components. In: SPILLER, Gene A. **CRC Handbook of dietary fiber in human nutrition**. Boca Raton : CRC Press, 1986. 483 p. p. 29-33.

- 86 SPILLER Gene A. Comparison of analyses of dietary fiber and crude fiber. In: _____, **CRC Handbook of dietary fiber in human nutrition**. Boca Raton : CRC Press, 1986. 483 p. p 455.
- 87 _____. Definition of dietary fiber. In: _____, **CRC Handbook of dietary fiber in human nutrition**. Boca Raton : CRC Press, 1986. 483 p. p. 15-18.
- 88 _____; AMEN, Ronald J. Plant fibers in nutrition: need for better nomenclature. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, v. 28, n. 7, p. 675-676, July 1975.
- 89 _____; FASSETT-CORNELIUS, Gayle; BRIGGS, George M. A new term of plant fibers in nutrition. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, v. 29, n. 9, p. 934-935, September 1976.
- 90 THEANDER Olof; ÅMAN, Per. Analysis of dietary fibers and their main constituents. In: JAMES, W. P. T.; THEANDER, Olof. **The analysis of dietary fiber in food**. New York : Marcel Dekker, 1981. 276 p. p. 51-70.
- 91 _____, WESTERLUND, E., ÅMAN, Per. Structure and components of dietary fiber. **Cereal Foods World**. Minneapolis, v. 38, n. 3, p. 135-141, March 1993.
- 92 THIBAUT, J. F.; LAHAYE, M.; GUILLON F. Physico-chemical properties of food plant cell walls. In: SCHWEIZER Thomas; EDWARDS Christine A. **Dietary fibre - A component of food: nutritional function in health and disease**. London : Springer - Verlag. 1992. 354 p. p. 21-39.
- 93 TROWELL, Hugh. Definition of dietary fiber and hypotheses that it is a protective factor in certain diseases. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, v. 29, n. 4, p. 417-427, April, 1976.
- 94 _____. Definitions of fibre. **The Lancet**. London, v.1, p. 503, March, 1974.
- 95 _____. Ischemic heart disease and dietary fiber. **The American Journal of Clinical Nutrition**. New York, v. 25, n. 9, p. 926-932, September, 1972.
- 96 _____; SOUTHGATE, David A. T.; WOLEVER, Thomas M. S.; LEEDS, Anthony R.; GASSULL, Miguel A.; JENKINS, David J. A. Dietary fibre redefined. **The Lancet**. London, v. 1, p. 967, May 1976.
- 97 VAN SOEST, P. J. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. I. Preparation of fiber residues of low nitrogen content. **Journal of the Association of Official Analytical Chemists**. Arlington, v. 46, n. 5, p. 825-829, 1963.
- 98 _____. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. II. A rapid method for the determination of fiber and lignin. **Journal of the Association of Official Analytical Chemists**. Arlington, v. 46, n. 5, p. 829 - 835, 1963.

- 99 ____; WINE, R. H. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. IV. Determination of plant-cell constituents. **Journal of the Association of Official Analytical Chemists**. v. 50, n. 1, p. 50 - 55, 1967.

- 100 VANUCCHI, Helio; MENEZES, Elizabete Wenzel de; CAMPANA, Álvaro Oscar; LAJOLO, Franco Maria. Fibra alimentar ou fibra da dieta. In: _____. **Aplicações das recomendações nutricionais adaptadas à população brasileira**. São Paulo :Sociedade Brasileira de Alimentação e Nutrição, 1990. v. 2, 157 p. p. 73-78.

- 101 VOLLENDORF, N. W.; MARLETT, J. A. Dietary fiber methodology and composition of oat groats, bran, and hulls. **Cereal Foods World**. Minneapolis, v. 36, n. 7, p. 565-570.

- 102 WOLTERS, Metchteldis G. E.; VERBEEK, Cornelis; WESTEROP, Jahanas J. M. van; HERMUS, Ruud J. J.; VORAGEN, Alfons G. J.. Comparison of different methods for determination of dietary fiber. **Journal of the Association Official Analytical Chemists International**. Arlington, v. 75, n. 4, p. 626-634, 1992.

- 103 ZAMBONI, Claydes de Quadros; ALVES, Helena Ide; SPITERI, Nazareth; RODRIGUES Regina M. M. Silva; JORGE, Luzia Ilza Ferreira, ATUI, Marcia Bittar; PEREIRA, Ulysses. Métodos para pesquisa de materiais estranhos (sujidades) e elementos histológicos de vegetais em alimentos. In: _____. **Manual de análise microscópica de alimentos**. São Paulo, 1986. p. 6 (mimiografado), 78 p.