

## PERTE DE COMPOSÉS VOLATILS LORS DE LA DÉTERMINATION A L'ÉTUVE DE LA TENEUR EN MATIÈRE SÈCHE DES ENSILAGES

J.-P. DULPHY, C. DEMARQUILLY et Martine HENRY

avec la collaboration technique de Marie JAILLER, Jacqueline JAMOT et L. L'HOTELIER

*Laboratoire des Aliments,  
Centre de Recherches de Clermont Ferrand, I. N. R. A.,  
Theix, Saint Genès Champanelle, 63110 Beaumont*

### RÉSUMÉ

Nous avons cherché à mettre au point une méthode de correction de la teneur en matière sèche des ensilages déterminée à l'étuve qui tienne compte des différents produits volatils contenus dans ces ensilages et de leur taux de perte lors de l'étuvage.

Tout d'abord nous avons comparé les teneurs en matière sèche déterminées dans deux étuves de type différent, mais réglées à la même température (80°C). La différence de teneur en matière sèche est très faible et négligeable par rapport à la précision des déterminations de la digestibilité et de l'ingestibilité des ensilages par les moutons.

La quantité de produits volatils perdue a été très comparable d'une étuve à l'autre. Les taux de perte des différents produits volatils ont varié selon les espèces végétales ou groupes d'espèces (graminées, luzernes, maïs) et selon le pH ou la composition chimique des ensilages. De plus, nous avons chiffré les pertes en acide lactique et alcools à l'étuve.

Compte tenu de cela, la quantité perdue à l'étuve peut être estimée par les équations suivantes :

$$\begin{array}{ll} \text{pour les graminées} & Y = 0,616 x_1 + 0,142 x_2 + 0,830 x_3 + 1,000 x_4 \\ \text{pour les luzernes} & Y = 0,534 x_1 + 0,732 x_3 + 1,000 x_4 \\ \text{pour les maïs} & Y = 0,382 x_1 + 0,106 x_2 + 0,782 x_3 + 1,000 x_4 \end{array}$$

dans lesquelles Y est la quantité de matière sèche perdue lors du séchage en g par kg de matière sèche non corrigée et  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_3$  et  $x_4$  respectivement les teneurs en ammoniac, acide lactique, acides gras volatils et alcools exprimés en g par kg de matière sèche non corrigée.

Pour corriger la teneur en matière sèche, il suffit alors de rajouter à 1 000 g de « matière sèche étuve » la quantité Y.

Cette méthode de correction permet une bonne concordance avec celle de DEWAR et McDONALD (1961) qui utilisent une distillation dans le toluène. Elle est plus précise que celle proposée par FATIANOFF et GOUET (1969) car elle tient compte des espèces végétales et, si on le veut, des caractéristiques propres de l'ensilage. De plus, elle inclut l'acide lactique et les alcools. Cependant, pour obtenir une meilleure concordance avec la méthode de DEWAR et McDONALD (1961), il aurait fallu vraisemblablement doser l'acide formique dans les ensilages ayant reçu cet acide comme conservateur.

## INTRODUCTION

La teneur en matière sèche des ensilages est habituellement déterminée après séchage à l'étuve. Or, on sait depuis longtemps que ce séchage entraîne des pertes de produits volatils (SCHOCH, 1949 ; COLOVOS *et al.*, 1957). Il faut donc corriger la teneur déterminée à l'étuve (FATIANOFF et GOUET, 1969) ou utiliser une autre méthode de détermination. La méthode la plus précise qui a été proposée est celle de McDONALD et DEWAR (1960) complétée par DEWAR et McDONALD (1961). Elle consiste à déterminer l'eau contenue dans l'ensilage par une distillation dans le toluène. Elle a été reprise en particulier par FENNER et BARNES (1965) et BRAHMAKSHATRIYA et DONKER (1971). Cependant, elle présente toujours quelques inconvénients pour devenir une méthode de routine (AERTS *et al.*, 1974) ; impossibilité de déterminer un grand nombre de teneurs en matière sèche chaque jour, nécessité d'utiliser de petits échantillons, danger pour la personne qui manipule. C'est pourquoi nous avons cherché à mettre au point une méthode de correction inspirée de celle de SCHOCH (1949) et de FATIANOFF et GOUET (1969) mais tenant compte plus précisément des différents produits volatils contenus dans les ensilages. Dans un premier temps, nous avons comparé les teneurs en matière sèche déterminées à même température dans 2 étuves différentes pour savoir si la teneur en matière sèche déterminée par séchage était liée au type d'étuve. Puis, nous avons mesuré l'importance des pertes des différents produits volatils des ensilages et leurs facteurs de variations. Enfin, nous avons examiné la possibilité de corriger les teneurs déterminées à l'étuve en y rajoutant les produits connus perdus à l'étuve et en comparant le résultat obtenu à la teneur en matière sèche déterminée après distillation dans le toluène.

## MATÉRIEL ET MÉTHODES

*Ensilages*

Nous avons, au cours de 2 années successives (1972 et 1973), utilisé au total 121 ensilages de graminées, de luzerne et de maïs (plante entière) se répartissant comme il est indiqué dans le tableau 1.

Les maïs avaient une teneur en matière sèche faible en 1972 (environ 22 p. 100) et plus élevée en 1973 (environ 36 p. 100).

*Mesures effectuées*

a) Nous avons comparé les teneurs en matière sèche déterminées dans 2 étuves différentes :

— une étuve A de petite capacité, non ventilée ( $t = 80^{\circ}\text{C}$ , 48 heures) et utilisée au laboratoire pour déterminer sur 200 g de matière fraîche la teneur en matière sèche de l'échantillon représentatif de l'ensilage distribué pendant la période de 6 jours (12 repas) de mesure de l'ingestibilité et de la digestibilité par des moutons. Sur cet échantillon ont été déterminées au laboratoire, la composition chimique et les caractéristiques fermentaires de l'ensilage frais ;

— une étuve B ventilée de grande capacité ( $t = 80^{\circ}\text{C}$ , 24 heures) utilisée pour déterminer sur 1 kg de matière fraîche la teneur en matière sèche des ensilages offerts à chaque repas aux moutons.

Pour cette comparaison les 121 ensilages ont été utilisés et tous ont été au préalable broyés pour éviter les difficultés d'échantillonnage.

TABLEAU I

Nombre d'ensilages sur lesquels ont été effectuées les différentes mesures

Catégorie d'ensilages	Total	Année		Ensilages dont la teneur en matière sèche a été déterminée dans le toluène	
		1972	1971	Ensilages préparés avec addition d'acide formique	Ensilages préparés sans conservateur ou sans acide formique
Graminées	74	39	35	22	19
Luzerne	21	8	13	13	0
Maïs	26	16	10	0	15

b) Évaluation des pertes en ammoniacque, acides organiques (lactique, acétique, propionique, butyrique) et alcools (méthanol, éthanol, propanol, butanol) par comparaison de leurs teneurs avant et après séchage. Pour cela nous avons utilisé 24 ensilages de graminées, 18 de luzerne et 23 de maïs, séchés dans l'étuve A. De plus, 10 des ensilages de chaque catégorie ont été étudiés après passage dans l'étuve B. Nous avons dosé l'acide lactique des ensilages avant et après séchage bien que FATIANOFF et GOUET (1969) l'aient considéré comme non volatil car McDONALD et DEWAR (1960) et WILSON *et al.* (1964) ont montré qu'il était partiellement volatil.

c) Comparaison des teneurs en matière sèche mesurées dans l'étuve A et après distillation dans le toluène. Elle a porté sur 41 ensilages de graminées, 13 de luzerne et 15 de maïs.

#### Analyses

Les analyses des échantillons frais ont été effectuées soit sur le jus extrait par pression (pH, teneur en ammoniacque, acides gras volatils et alcools) soit sur le jus provenant d'une macération de 50 g d'ensilage frais dans 450 g d'eau pendant 16 heures à + 4°C (acide lactique). Les analyses des échantillons séchés à l'étuve ont été effectuées sur le jus provenant d'une macération de 50 g d'ensilage sec dans 250 g d'eau pendant 16 heures à + 4°C (ammoniacque, acides organiques, alcools).

L'ammoniacque a été dosé par la méthode de CONWAY (1957) et l'acide lactique par la méthode de BARKER et SUMMERSON (1941).

Les acides gras volatils ont été dosés par chromatographie en phase gazeuse selon la méthode de RIGAUD et JOURNET (1970) modifiée. En effet, nous n'utilisons plus qu'une seule colonne de 1,50 m contenant un mélange de 80 p. 100 de Carbowax 20-M et 20 p. 100 de chromosorb WAW. La température du four est de 145°C et celle de l'injecteur de 190°C.

Les alcools ont été dosés également par chromatographie en phase gazeuse après distillation du jus d'ensilage saponifié (par la soude). Nous avons utilisé ensuite la même technique que pour le dosage des acides gras volatils mais la température du four était fixée à 80°C et celle de l'injecteur à 125°C.

#### Détermination de la teneur en matière sèche

— A l'étuve : par pesé avant et après séchage.

— A l'étuve après correction : en rajoutant les produits volatils perdus dans l'étuve, soit réellement mesurés, soit estimés à partir des teneurs des ensilages en différents produits volatils et du pourcentage de perte à l'étuve de ces produits.

— Après distillation dans le toluène (DEWAR et McDONALD, 1961) et correction pour les produits volatils comme suit :

— acides après dosage à la soude et utilisation de la formule de DEWAR et McDONALD, (1961) ;

— alcools en tenant compte du volume occupé par l'éthanol et de son coefficient de volatilisation dans le toluène (86 p. 100 pour les 10 mesures effectuées dans notre laboratoire).

## RÉSULTATS

*Comparaison des teneurs en matière sèche mesurées dans 2 étuves différentes (tabl. 2)*

Pour les 121 ensilages comparés, la teneur moyenne en matière sèche déterminée dans l'étuve A a été de 21,16 contre 21,27 dans l'étuve B. La différence est très faible (0,11 point soit 0,52 p. 100) bien qu'elle soit significative pour certaines catégories d'ensilage ; elle est négligeable par rapport à la précision des déterminations de la digestibilité ( $\pm 2,5$  p. 100) et de l'ingestibilité ( $\pm 10$  p. 100) des ensilages par les moutons.

TABLEAU 2

*Différence dans la détermination de la teneur en matière sèche des ensilages selon le type d'étuve utilisé*

	Année	Nombre d'échantillons	Teneur en Matière Sèche		Seuil de signification de la différence
			Étuve A	Étuve B	
Graminées	1972	39	20,18	20,44	P < 0,05
	1973	35	17,13	17,05	NS
Luzerne	1972	8	21,63	21,86	NS
	1973	13	21,67	21,85	P < 0,05
Maïs	1972	16	22,21	22,29	NS
	1973	10	36,40	36,38	NS

*Étude du taux de pertes des différents composés volatils des ensilages*

En comparant les teneurs en produits volatils déterminées sur les ensilages frais et après séchage à l'étuve, nous avons calculé les quantités de produits volatils perdues lors du séchage et les taux de pertes de ces différents produits.

La quantité de produits volatils perdue suivant le type d'étuve utilisée n'a pas été significativement différente pour les graminées (tabl. 3). Pour les luzernes et les maïs, la différence a été très faible : 2 g, en accord avec le fait que les teneurs en matière sèche déterminées dans ces deux types d'étuve ont été elles-mêmes très voisines.

Le taux de pertes de l'ammoniac a varié beaucoup. Il a été en moyenne de 50,8 p. 100 pour les 65 ensilages étudiés (tabl. 4). Sauf pour les ensilages de maïs, le taux de pertes de ce composé (tabl. 5) a été d'autant plus important que sa teneur était élevée (ensilages de luzerne), le pH élevé et la teneur en acide lactique faible

(ensilages de graminées et de luzerne) ou que les teneurs en acides gras volatils totaux étaient faibles (ensilages de graminées). On peut noter que pour un pH ou une teneur en acide lactique donné, le taux de pertes de l'ammoniac est plus important pour les ensilages de graminées que pour ceux de luzerne et de maïs.

TABLEAU 3

*Différence entre les pertes (en g par kg de matière sèche)  
de composés volatils (sauf alcools et acides propionique et butyrique)  
selon le type d'étuve utilisé pour la détermination de la teneur en matière sèche*

	Composé volatil	Étuve A	Étuve B
Graminées <i>n</i> = 10	Ammoniaque	0,8	0,8
	Acide lactique	12,1	12,9
	Acide acétique	27,3	27,7
	TOTAL	40,2	41,4
Luzernes <i>n</i> = 10	Ammoniaque	3,5	3,0
	Acide lactique	0	0
	Acide acétique	18,4	16,8
	TOTAL	21,9	19,8
Maïs <i>n</i> = 10	Ammoniaque	0,7	0,7
	Acide lactique	6,0	4,4
	Acide acétique	9,0	8,6
	TOTAL	15,7	13,7

Le séchage n'a entraîné des pertes d'acide lactique que dans les ensilages de graminées et de maïs. Dans ces derniers, le taux de pertes de cet acide a été en moyenne de 12,4 p. 100, mais a varié beaucoup (tabl. 4). Quoique très variable, ce taux de pertes n'a été lié ni au pH, ni aux teneurs en ammoniac ou en acides organiques de l'ensilage.

Le taux de pertes de l'acide acétique a été en moyenne de 78,7 p. 100 pour les 65 ensilages, avec de faibles variations. Le taux de pertes de l'acide butyrique n'a pu être mesuré que sur 7 ensilages ; il a été proche (83,2 p. 100 en moyenne) de celui de l'acide acétique. Les autres ensilages contenaient trop peu d'acide butyrique, de même que tous les ensilages contenaient trop peu d'acide propionique pour qu'il soit possible de doser correctement les traces de ces acides restant après séchage.

Pour les diverses catégories d'ensilage, le taux de pertes de l'acide acétique a été d'autant plus important que le pH et la teneur en ammoniac étaient faibles (bien que les liaisons ne soient pas significatives pour les ensilages de maïs), et que les teneurs en acides lactique et acétique étaient élevées. Il est intéressant de constater que pour un même pH les taux de pertes de l'acide acétique dans les ensilages de graminées et de luzernes ne sont pas significativement différents et sont en moyenne

TABLEAU 4

*Pertes des produits volatils à l'étuve (Étuve A)*

	Composés volatils	Teneur en g/kg de matière sèche non corrigée	Quantité perdue dans l'étuve en g/kg de matière sèche non corrigée	Taux de pertes (%)
Graminées $n = 24$ $pH = 4,19 \pm 0,22$	Ammoniaque	2,26 (1,15 à 3,65)	1,4 (0,27 à 3,01)	$61,6 \pm 22,4$
	Acide lactique	77,3 (46,5 à 126,2)	10,9 (0,1 à 36,4)	$14,2 \pm 8,5$
	Acide acétique	23,2 (11,0 à 44,1)	19,7 (8,4 à 39,5)	$83,0 \pm 7,5$
	Acide propionique	0,5 (0,0 à 2,0)	non déterminé	non déterminé
	Acide butyrique	4,7 (0,0 à 30,9)	déterminé sur 2 ensilages	$87,2 (n = 2)$
	Alcools	14,5 (3,2 à 62,3)	14,5	100,0
	TOTAL		50,4	
Luzerne $n = 17$ $pH = 4,60 \pm 0,28$	Ammoniaque	5,10 (2,42 à 11,16)	3,1 (0,73 à 10,56)	$53,4 \pm 19,5$
	Acide lactique	53,4 (11,4 à 87,4)	— 1,5 (— 9,6 à + 13,3)	— $4,3 \pm 11,2$
	Acide acétique	24,9 (18,4 à 36,4)	18,3 (11,5 à 29,9)	$73,2 \pm 9,5$
	Acide propionique	1,4 (0,0 à 3,7)	non déterminé	non déterminé
	Acide butyrique	15,3 (0,0 à 78,9)	déterminé sur 5 ensilages	$81,6 (n = 5)$
	Alcools	12,0 (4,3 à 20,9)	12,0	100,0
	TOTAL		44,4	
Maïs $n = 24$ $pH = 4,13 \pm 0,19$	Ammoniaque	2,42 (1,70 à 3,27)	0,9 (0,24 à 1,80)	$38,2 \pm 11,7$
	Acide lactique	60,4 (32,3 à 95,2)	6,6 (— 3,6 à 23,9)	$10,6 \pm 8,4$
	Acide acétique	17,9 (8,6 à 30,1)	14,6 (5,1 à 30,8)	$78,2 \pm 11,2$
	Acide propionique	0,0	0,0	—
	Acide butyrique	0,0	0,0	—
	Alcools	32,5 (2,5 à 86,1)	32,5	100,0
	TOTAL		54,6	

TABLEAU 5

*Influence du pH, des teneurs en ammoniacque, acide lactique et acides organiques sur le taux de pertes (Y en p. 100) des différents composés volatils*

	Composé volatil	X (1)	Coefficient de corrélation	Liaisons	Écart-type résiduel
Graminées n = 24	NH <sub>3</sub>	pH	0,466*	Y = - 135 + 46,9 X	20,1
		NH <sub>3</sub>	NS	—	—
		Ac. lact.	- 0,560**	Y = 105,0 - 0,56 X	18,9
		Ac. org.	- - 0,592**	Y = 112,4 - 0,48 X	18,3
	Ac. lactique	pH	NS	—	—
		NH <sub>3</sub>	NS	—	—
Ac. lact.		NS	—	—	
Ac. org.		NS	—	—	
Ac. acétique	pH	- 0,709**	Y = 182,8 - 23,8 X	5,3	
	NH <sub>3</sub>	- 0,514*	Y = 95,0 - 5,3 X	6,5	
	Ac. lact.	0,521**	Y = 69,5 + 0,17 X	6,5	
	Ac. org.	0,641 **	Y = 71,2 + 0,5 X	5,8	
Luzernes n = 17	NH <sub>3</sub>	pH	0,851**	Y = - 131,9 + 40,3 X	10,5
		NH <sub>3</sub>	0,837**	Y = 14,5 + 7,6 X	11,0
		Ac. lact.	- 0,732**	Y = 94,2 - 0,77 X	13,8
		Ac. org.	NS	—	—
	Ac. acétique	pH	- 0,889**	Y = 167,6 - 20,5 X	4,5
		NH <sub>3</sub>	- 0,888**	Y = 93,3 - 4,0 X	4,5
Ac. lact.		0,669**	Y = 55 + 0,34 X	7,2	
Ac. acét.		NS	—	—	
Maïs n = 24	NH <sub>3</sub>	pH	NS	—	—
		NH <sub>3</sub>	NS	—	—
		Ac. lact.	NS	—	—
		Ac. org.	NS	—	—
	Ac. lactique	pH	NS	—	—
		NH <sub>3</sub>	NS	—	—
Ac. lact.		NS	—	—	
Ac. org.		NS	—	—	
Ac. acétique	pH	NS	—	—	
	NH <sub>3</sub>	NS	—	—	
	Ac. lact.	0,691**	Y = 48,6 + 0,49 X	8,1	
	Ac. acét.	0,842**	Y = 56,4 + 1,2 X	5,8	

(1) pH exprimé en unité pH ; Ammoniacque et acides en g/kg de matière sèche non corrigée.

inférieurs de 5 à 6 points pour les ensilages de maïs, ce qui d'ailleurs ne correspond pas non plus à une différence significative.

Le taux de pertes de l'alcool a été de 100 p. 100; nous n'avons en effet jamais retrouvé d'alcool dans les ensilages séchés à l'étuve.

Finalement pour les 65 ensilages étudiés les quantités perdues de produits volatils connus ont représenté en moyenne 50,8 g par kg de matière sèche non corrigée.

*Proposition d'une méthode de correction  
de la teneur en matière sèche déterminée par séchage*

Nous avons donc une idée relativement précise des taux de pertes à l'étuve des différents composés volatils des ensilages et de leurs facteurs de variation. Nous avons reporté les valeurs de ces taux dans le tableau 6. Pour les pertes en acide propionique et en acide butyrique nous avons pris les valeurs concernant l'acide acétique.

Connaissant la teneur d'un ensilage en produits volatils et les taux de pertes de ces derniers à l'étuve, il est facile de calculer les pertes de matière sèche volatile lors du séchage. Pour corriger la teneur en matière sèche déterminée à l'étuve, il suffit alors de rajouter ces pertes. Par exemple, si la perte de matière sèche volatile lors du séchage est de 50 g par kg de matière sèche non corrigée, on sait que 1 000 g de matière sèche non corrigée correspondent à 1 050 g de matière sèche corrigée. La teneur en matière sèche déterminée à l'étuve est donc sous-estimée de

$$\frac{1\ 050}{1\ 000} = 1,050 \text{ d'où :}$$

$$\text{teneur en matière sèche réelle} = 1,050 \times \text{teneur en matière sèche déterminée à l'étuve.}$$

Pour le calcul des pertes à l'étuve dans les conditions de séchage voisines des nôtres (étuve réglée à 80°C, séchage durant 24 ou 48 heures suivant que l'étuve est ventilée ou non), on pourra :

— soit utiliser les taux de pertes donnés dans le tableau 6 en fonction du pH qui est le principal facteur de variation du coefficient de volatilité de l'ammoniac et de l'acide acétique dans les ensilages de graminées et de luzerne, et en fonction de la teneur en acide acétique pour le taux de pertes de ce dernier dans les ensilages de maïs. On supposera que le taux de pertes des acides propionique et butyrique est identique à celui de l'acide acétique ;

— soit plus simplement en utilisant les taux de pertes moyens, ce qui donne les formules suivantes :

$$\begin{array}{ll} \text{Graminées} & Y = 0,616 x_1 + 0,142 x_2 + 0,830 x_3 + 1,000 x_4 \\ \text{Luzernes} & Y = 0,534 x_1 + 0,732 x_3 + 1,000 x_4 \\ \text{Maïs} & Y = 0,382 x_1 + 0,106 x_2 + 0,782 x_3 + 1,000 x_4 \end{array}$$

dans lesquels Y est la quantité de matière sèche volatile perdue lors du séchage en g par kg de matière sèche non corrigée et  $x_1, x_2, x_3, x_4$  respectivement les teneurs en ammoniac, acide lactique, acides gras volatils et alcools exprimés en g par kg de matière sèche non corrigée.

Ce sont ces formules que nous avons appliquées dans la suite de cette étude car



pour nos ensilages, la prise en compte des variations des coefficients de volatilité n'apporte que de faibles différences dans l'estimation des pertes à l'étuve.

Dans ces pertes nous n'avons pas inclus les pertes d'acide formique parce que nous n'avons pas dosé cet acide. Il aurait fallu en tenir compte car il est classiquement trouvé dans les ensilages, notamment s'ils ont été préparés avec addition d'acide formique comme conservateur (WALDO *et al.*, 1971).

TABLEAU 6

*Influence du pH ou de la teneur en acide acétique sur les taux de pertes (p. 100) de différents composés*

	Produits volatils	Facteur de variation		
		pH = 3,8	pH = 4,4	pH = 5,0
Graminées	Ammoniaque	63,2	71,3	99,5
	Acide lactique	14,2	14,2	14,2
	Acides gras volatils	92,4	78,1	63,8
	Alcools	100,0	100,0	100,0
Luzernes	Ammoniaque	21,2	45,4	69,6
	Acide lactique	0,0	0,0	0,0
	Acides gras volatils	89,7	77,4	65,1
	Alcools	100,0	100,0	100,0
Maïs		Teneur en acide acétique (g/kg MS)		
		10	20	30
	Ammoniaque	38,2	38,2	38,2
	Acide lactique	10,6	10,6	10,6
	Acide acétique	68,4	80,4	92,4
	Alcools	100,0	100,0	100,0

*Étude de la validité de la méthode proposée*

Nous avons mesuré par la méthode au toluène la teneur en matière sèche de 38 (14 graminées, 11 luzernes et 13 maïs) des 65 échantillons d'ensilage sur lesquels l'ammoniaque, l'acide lactique, les acides gras volatils et les alcools ont été dosés avant et après séchage. Pour ces 38 ensilages, il existe une très bonne concordance entre la teneur en « matière sèche toluène » et la teneur en « matière sèche étuve corrigée » pour les pertes réellement observées (différences de teneurs avant et après étuvage) lors du séchage à l'étuve (fig. 1). En moyenne, la teneur en « matière sèche étuve corrigée » est cependant légèrement plus faible que celle déterminée au toluène : 23,73 contre 23,83 pour les 38 échantillons; la différence n'étant cependant significative ( $P < 0,05$ ) que pour les 14 graminées : 23,82 contre 24,12).

De même, il existe, pour l'ensemble des 69 échantillons dont nous avons mesuré la teneur en matière sèche par la méthode au toluène, une bonne concordance entre la teneur en « matière sèche toluène » et la teneur en « matière sèche étuve corrigée » pour les quantités estimées (selon nos formules) de produits volatils perdus

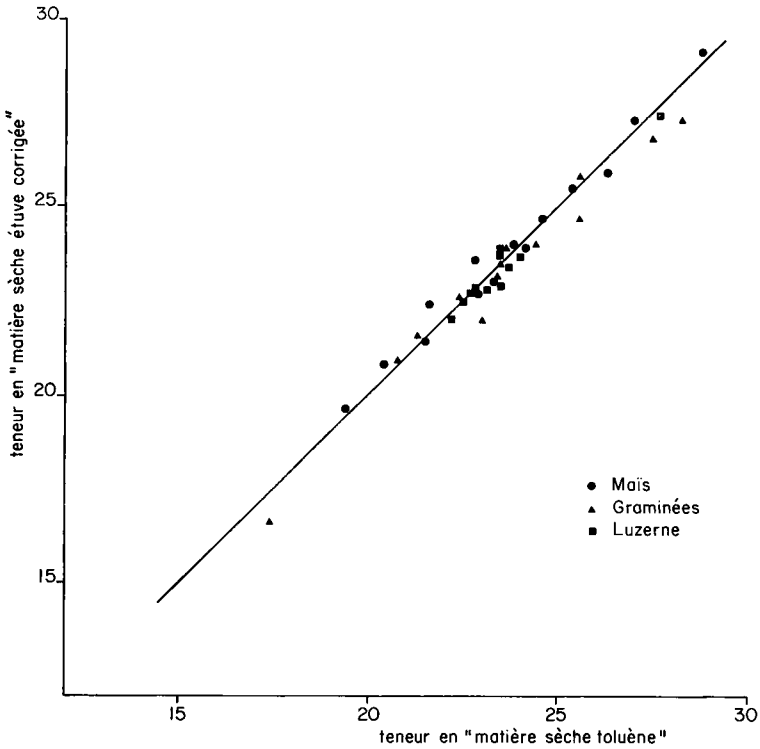


FIG. 1. — Liaison entre teneurs en « matière sèche toluène » et « matière sèche étuve corrigée » selon nos formules

lors du séchage, respectivement en moyenne pour les 69 échantillons 22,73 contre 22,64, la différence (0,09 point, soit 0,4 p. 100) n'étant pas significative (tabl. 7). On peut cependant observer que l'accord est meilleur pour les échantillons d'ensilages préparés sans addition d'acide formique, respectivement pour la « matière sèche toluène » et la « matière sèche étuve corrigée » (selon nos formules) 23,33 contre 23,37 p. 100 pour  $n = 34$ , soit une différence de 0,04 point (0,17 p. 100) et pour ceux préparés avec addition d'acide formique 22,15 contre 21,93, soit une différence de 0,22 point (1 p. 100), ce qui correspond à une sous-estimation d'environ 10 g par kg de matière sèche des pertes de produits volatils lors du séchage à l'étuve.

Nous avons également recalculé la teneur en « matière sèche étuve corrigée » des 56 ensilages étudiés par C. DEMARQUILLY (1973). Les alcools, non dosés, n'ont pas été pris en compte dans la méthode « toluène » ou « étuve corrigée ». Dans ce cas, encore il y a une bonne concordance dans les résultats obtenus, respectivement en moyenne 21,77 contre 21,61.

TABLEAU 7

*Comparaison entre les teneurs en matière sèche déterminée soit à partir de la distillation dans le toluène (1), soit après avoir rajouté à la matière sèche déterminée à l'étuve les quantités estimées de produits volatils perdus (2)*

	Teneur en matière sèche déterminée à l'étuve	Teneur en matière sèche déterminée selon (1)	Teneur en matière sèche corrigée selon (2)
41 graminées	21,05	22,14	21,97
13 luzernes	22,28	23,33	23,17
15 Mais	22,29	23,83	23,99
TOTAL (n = 69)	21,55	22,73	22,64
Ensilages sans acide formique (n = 34)	21,98	23,32	23,37
Ensilages avec acide formique (n = 35)	21,13	22,15	21,93
Ensilages étudiés par DEMARQUILLY (1973) (n = 56 ; alcools non dosés)	20,66	21,77	21,61

## DISCUSSION

La méthode au toluène de détermination de la teneur en matière sèche des ensilages proposée par DEWAR et McDONALD (1961) n'étant pas adaptée au dosage en série d'un grand nombre d'échantillons chaque jour, nous avons cherché à mettre au point une méthode d'estimation des produits volatils perdus lors du séchage à 80°C afin de pouvoir corriger la teneur en matière sèche déterminée à l'étuve. Les teneurs en matière sèche déterminées dans les deux types d'étuves utilisées étant comparables, on peut supposer que nos résultats sont extrapolables à d'autres types d'étuve dans la mesure où leur température de séchage est de 80°C.

Prenant comme référence la méthode de DEWAR et McDONALD, la teneur en matière sèche déterminée à l'étuve réglée à 80°C de 69 échantillons de différents ensilages a été en moyenne sous-estimée de 5,47 p. 100 (de 3,3 à 14,4 p. 100 selon les échantillons si on excepte un échantillon dont la teneur en matière sèche « étuve » a été supérieure de 3,9 p. 100 à celle déterminée au toluène). Cette valeur moyenne est tout à fait comparable à celles trouvées par BRAHMAKSHATRIVA (1971), LARSEN

et JONES (1973), AERTS *et al.* (1974) soit en moyenne respectivement 3,4 à 8,5, 6,1 à 8,1 et 7,0 à 9,5 p. 100 selon la température de séchage employée.

Comme l'ont fait SCHOCH (1949) et FATIANOFF et GOUET (1969), nous proposons de corriger la teneur en matière sèche déterminée à l'étuve en estimant les pertes de matière sèche volatile lors du séchage. Cette estimation suppose la connaissance de la teneur de l'ensilage en composés volatils et du taux de pertes de chacun de ces composés. Le dosage de ces derniers à l'exception de l'acide formique et parfois des alcools, est déjà classiquement effectué pour connaître la qualité de conservation de l'ensilage. Il suffit donc de connaître le taux de pertes des différents composés volatils.

Les taux de perte de l'ammoniaque et des acides gras volatils que nous avons trouvés sont en moyenne tout à fait comparables à ceux trouvés par d'autres auteurs et revus par FATIANOFF et GOUET (1969) du moins quand les températures de séchage adoptées sont voisines des nôtres. FATIANOFF et GOUET (1969) travaillant essentiellement sur des ensilages de luzerne, proposent d'ailleurs pour une température de séchage de 70°C, des taux de perte respectivement de 54 et 69 p. 100 pour l'ammoniac et les acides gras volatils, alors que nous proposons 53,4 p. 100 et 73, 2 p. 100. Nous avons pu expliquer en partie les variations du taux de pertes des différents composés d'un ensilage à l'autre. Elles sont liées essentiellement au pH et à la teneur en acides qui déterminent les proportions d'ammoniaque et d'acides gras volatils libres et sous forme de sels plus ou moins sujets à la volatilisation. C'est ainsi que l'ammoniaque est plus volatil lorsque le pH augmente et que la teneur en acides diminue. De même, les acides gras volatils (notamment l'acide acétique qui est le seul que nous avons pu étudier en détail) sont plus volatils lorsque leur teneur ou celle de l'acide lactique augmente; c'est l'inverse lorsque le pH de l'ensilage augmente. Cela est dû vraisemblablement au fait que pour des pH bas, il y a très peu de bases volatiles libres et beaucoup d'acides gras libres alors que c'est l'inverse quand le pH est élevé. Sauf si les ensilages sont très différents de ceux utilisés dans cette étude (pH plus faible ou plus élevé) il ne semble cependant pas indispensable de tenir compte de ces variations des coefficients de volatilité en fonction du pH.

L'ammoniaque et les acides gras volatils ne sont cependant pas les seuls composés volatils perdus en quantité importante lors du séchage et c'est pourquoi la méthode de correction proposée par FATIANOFF et GOUET (1969), basée sur ces 2 seuls composés conduit à une correction insuffisante (tabl. 8); l'acide lactique, qui est en concentration souvent importante dans les bons ensilages, étant partiellement volatil (volatilité de 11 à 14 p. 100) du moins dans les ensilages de graminées et de maïs. WILSON *et al.* (1964) lui trouvent même un coefficient de volatilité de 34 p. 100 lorsque le séchage est effectué à 100°C. Les alcools, volatils à 100 p. 100, sont en concentrations très variables et parfois importantes dans les ensilages puisqu'ils peuvent constituer jusqu'à 6 p. 100 de la matière sèche des ensilages de graminées et 8,5 p. 100 de celle de certains ensilages de maïs très immatures (cf. tabl. 3).

En définitive, la méthode que nous proposons, exigeant moins de travail et beaucoup mieux adaptée aux analyses en série que la méthode au toluène, donne des résultats tout à fait comparables à cette dernière sauf pour les ensilages préparés avec addition d'acide formique. Pour ces derniers, les corrections proposées sous-estiment de 10 g environ par kg de matière sèche les pertes lors du séchage à l'étuve. Il est vraisemblable que l'acide formique présent dans ces ensilages explique la différence. En effet WALDO *et al.* (1971) trouvent de l'ordre de 13 g d'acide for-

TABLEAU 8

*Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes*

Catégories d'ensilages	MS déterminée selon DEWAR et McDONALD (1961)	MS déterminée selon FATIANOFF et GOUET (1969)	MS déterminée selon DULPHY <i>et al.</i> (1975)
Graminées			
- Sans acide formique ( <i>n</i> = 19)	22,93	22,21	22,88
- Avec acide formique ( <i>n</i> = 22)	21,45	20,74	21,19
Luzerne (avec acide formique) <i>n</i> = 13	23,33	22,94	23,17
Maïs ( <i>n</i> = 15)	23,83	22,69	23,99

mique par kg de matière sèche dans 4 ensilages préparés avec addition d'acide formique. Cet acide, plus volatil que l'acide acétique, est pris en compte en même temps que tous les acides lorsqu'on saponifie le distillat dans la méthode au toluène. Il apparaît donc qu'il faudrait le doser et en tenir compte pour obtenir un bon accord entre la méthode de DEWAR et McDONALD (1961) et la nôtre dans le cas des ensilages préparés avec de l'acide formique.

*Reçu pour publication en avril 1975.*

## SUMMARY

### DETERMINATION OF SILAGE DRY MATTER CONTENT AFTER OVEN-DRYING AND LOSSES OF VOLATILE COMPONENTS

1. An attempt was made to develop a method for correcting the dry matter content of silages determined after oven-drying, taking into account the various volatile components of these silages and the level of their losses during oven-drying.

2. Comparison was made of the dry matter contents determined after drying in two different ovens, but adjusted at the same temperature (80°C). The difference between the dry matter contents was very small (on an average 0.11, *i.e.*, 0.52 p. 100) and negligible as compared to the accuracy of the determinations of silage digestibility and voluntary intake in sheep (table 2).

3. Losses of different volatiles were very similar for the two ovens (table 3). Therefore, a more detailed study was made on the losses observed during drying in the oven (A) used at the laboratory.

4. Losses of ammonia represented on an average 50.8 p. 100, but they varied much according to plant species and characteristics of the silages (tables 4 and 5). Ammonia was more volatile with increasing pH levels (grasses and lucerne, table 6).

Drying caused losses of lactic acid in grass and maize silages only. In the latter, the average losses of this acid represented 12.4 p. 100 (table 4). This percentage, although much variable, could not be related to the characteristics of the silages (table 5).

The average losses of acetic acid was 78.7 p. 100. For grass and lucerne samples, these losses mainly varied with pH and ammonia content of the silages (tables 5 and 6). In the case of maize, they varied with the acetic content itself (table 6).

The losses of alcohol always represented 100 p. 100.

For the 65 silages studied in details, the amounts lossed of known volatiles represented, on an average, 50.8 g per kg non corrected dry matter.

5. On account of these data we suggest, for correction of the dry matter content (determined at 80°C), to add a quantity Y (volatile components lossed at oven-drying) to 1 000 g « oven dry matter ». The values of Y are given by the following relations :

$$\begin{array}{l} \text{Grass} \quad Y = 0.616 x_1 + 0.142 x_2 + 0.830 x_3 + 1.000 x_4 \\ \text{Lucerne} \quad Y = 0.534 x_1 + 0.732 x_3 + 1.000 x_4 \\ \text{Maize} \quad Y = 0.382 x_1 + 0.106 x_2 + 0.782 x_3 + 1.000 x_4 \end{array}$$

in which Y is the amount of volatile dry matter lossed during oven-drying in g per kg non corrected by matter and  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_3$  and  $x_4$  the contents of ammonia, lactic acid, volatile fatty acids and alcohols, respectively, expressed in g per kg non corrected dry matter.

6. Our correction method leads to a good concordance between the dry matter contents corrected for losses at oven-drying and the dry matter contents determined by distillation with toluene, except for silages containing formic acid (table 7 and fig. 1). For the latter, the value of Y determined by our formulae is about 10 g lower than the real losses estimated by comparing the dry matters determined after oven-drying with those obtained after distillation with toluene. This difference is probably largely due to the presence of volatile, but non determined, formic acid. For more exact information, a quantitative determination of this acid would therefore be necessary. The results are discussed.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AERTS J. V., DE BRABANDER D. L., COTTYN B. G., BUYSSE F. X., MOERMANS R. J., 1974. Comparison of methods for dry matter determination of high moisture roughages and feces. *J. Sci. Fd. Agric.* **25**, 619-627.
- BARKER J. B., SUMMERSON W. H., 1941. The coloric determination of lactic acid in biological material. *J. Biol. Chem.*, **137**, 535-554.
- BRAHMAKSHATRIYA R. D., DONKER J. D., 1971. Five methods for determination of silage dry matter. *J. Dairy Sci.*, **54**, 1470-1474.
- COLOVOS N. F., KEENER H. A., DAVIS H. A., 1957. Errors in drying silage and feces for protein and energy determinations. Improved procedures. *J. Dairy Sci.*, **40**, 173-179.
- CONWAY E. J., 1957. *Microdiffusion analysis and volumetric error*. Crosby, Lokwood, London.
- DEMARQUILLY C., 1973. Composition chimique, caractéristiques fermentaires, digestibilité et quantité ingérée des ensilages de fourrages. Modifications par rapport au fourrage vert initial. *Ann. Zootech.*, **22**, 1-35.
- DEWAR W. A., McDONALD P., 1961. Determination of dry matter in silage by distillation with toluene. *J. Sci. Fd. Agric.*, **12**, 790-795.
- FATIANOFF N., GOUET Ph., 1969. Relation permettant de corriger rapidement et avec précision la matière sèche des ensilages séchés à l'étuve. *Ann. Zootech.*, **18**, 407-418.
- FENNER H., BARNES H. D., 1965. Improved method for determining dry matter in silage. *J. Dairy Sci.*, **48**, 1324-1328.
- LARSEN R. E., JONES G. M., 1973. Effects of different dry matter determination methods on chemical composition and *in vitro* digestibility of silages. *Can. J. Anim. Sci.*, **53**, 753-760.
- McDONALD P., DEWAR W. A., 1960. Determination of dry matter and volatiles in silage. *J. Sci. Fd. Agric.*, **11**, 566-570.
- RIGAUD J., JOURNET M., 1970. Méthode de dosage des acides gras volatils dans le liquide du rumin. *Ann. Biol. anim. Bioch. Biophys.*, **10**, 151-157.
- SCHOCH W., 1949. Die bei der Trocknung von silage proben in Trockenschrank auftretenden verluste an flüchtigen Säuren und Basen. *Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygien.*, **40**, 170-189.
- WALDO D. R., KEYS J. E. Jr., SMITH L. W., GORDON C. H., 1971. Effect of formic acid on recovery, intake, digestibility and growth from un wilted silage. *J. Dairy Sci.*, **54**, 77-84.
- WILSON R. F., TILLEY J. M. A., MARIA STEEMERS A. Th., 1964. Comparison of oven drying and toluene distillation in the determination of the dry matter content of silage. *J. Sci. Food Agr.*, **15**, 197-200.