

# Determinación del contenido de la materia seca de ensilajes de trébol rosado por cuatro métodos<sup>1</sup>

Claudio Ciudad B.<sup>2</sup>

## INTRODUCCION

El contenido de materia seca y su análisis químico posterior es esencial en cualquier estudio de eficiencia de procesos de ensilaje. La tendencia general es analizar el material previamente secado en horno a 100°C hasta peso constante, por la comodidad y disponibilidad de aparataje que éste representa. Sin embargo, últimamente el uso de destilación con tolueno (1) ha cobrado importancia en las determinaciones de humedad en ensilajes. No obstante, ambas técnicas pueden conducir a resultados erráticos si no se toman las debidas precauciones.

En el primer caso, Mc Donald (3) informa que la temperatura de 100° C durante tiempos prolongados conduce a la pérdida parcial de gran parte de algunos ácidos orgánicos, tales como ácido láctico, p. e. 122°C; ac. acético p. e. 118°C; ac. butírico p. e. 162°C; ac. propiónico p. e. 141°C y ac. succínico p. e. 235°C. También se generan alcoholes y amo-

niaco, productos propios de los procesos de fermentación. Es de hacer notar que todos los puntos de ebullición de los ácidos están sobre los 100°C; por lo tanto, el grado de vaporización dependerá fundamentalmente del tiempo de exposición a esta temperatura. Dewar (2) y Minson (4) usando técnicas de alta precisión como la cromatografía gaseosa, han concluido que el calentamiento en horno de 40° C a 100°C produce pérdidas de materia orgánica.

Por otra parte, Dewar (2) y Minson (4) en la determinación de humedad por tolueno, reportan pérdidas de materia seca, debido a la incorporación de ácidos orgánicos y alcoholes a la fracción acuosa. Estos autores han aplicado índices de corrección al residuo acuoso que resultan ser satisfactorios, pero no recomendables en análisis rutinario.

Noller *et al.* (5) usando la técnica de liofilización, han demostrado que temperaturas de 80°C y 60°C causan pérdidas de materia orgánica representada fundamentalmente por ácidos grasos volátiles.

De aquí que los objetivos del presente estudio, sean el detectar las diferencias existentes entre los distintos métodos de determinación

<sup>1</sup> Recepción manuscrito: 16 de abril de 1969.

<sup>2</sup> Bioquímico, Proyecto Producción Animal, Estación Experimental La Platina, Instituto de Investigaciones Agropecuarias.

de materia seca, tanto en sus resultados, como en la factibilidad práctica de ejecutarlos para muestras de ensilaje de leguminosas.

### MATERIAL Y METODOS

En este estudio se utilizaron muestras tomadas al azar, provenientes de ocho silos sometidos a diferentes tratamientos en que la materia base fue trébol rosado (*Trifolium pratense* L.).

Estos ocho silos tenían las siguientes características:

- |  |            |
|--|------------|
| 1. Trébol rosado tierno parva compactado               | T.R.T.P.C. |
| 2. Trébol rosado tierno parva sin compactar            | T.R.T.P.S. |
| 3. Trébol rosado tierno parva canadiense compactado    | T.R.T.C.C. |
| 4. Trébol rosado tierno parva canadiense sin compactar | T.R.T.C.S. |
| 5. Trébol rosado maduro parva compactado               | T.R.M.P.C. |
| 6. Trébol rosado maduro parva sin compactar            | T.R.M.P.S. |
| 7. Trébol rosado maduro canadiense compactado          | T.R.M.C.C. |
| 8. Trébol rosado maduro canadiense sin compactar       | T.R.M.C.S. |

En el momento de tomar la muestra, de aproximadamente un kilogramo, se colocó dentro de una bolsa de plástico y se llevó rápidamente al laboratorio para ser procesada. Esta fue cortada finamente y cuarteada; de esta se tomaron submuestras que fueron analizadas simultáneamente por cuatro métodos. La operación descrita se hizo por tres y cuatro días sucesivamente.

- a) *Determinación de materia seca en estufa a 100° C. y presión reducida de 100 mm. de Hg.*

Se cuantificó la M.S. según la AOAC (1) de 10 gr. de muestra durante 4 horas, en cápsulas de aluminio. Por razones de comodidad se usó este método como patrón de referencia.

- b) *Determinación de materia seca por destilación con tolueno.*

Fundamentalmente se aplicó el método recomendado por la AOAC (1) con algunas modificaciones desarrolladas en el laboratorio.

En matraz redondo de fondo plano de 250 ml. esmerilado se pesó 10 gr. de muestra y se le agregó 50 ml. de tolueno p. a.; a continuación se conectó a un aparato de destilación a reflujo, que consiste en un recibidor graduado

en 1/10 ml. y con una capacidad de 25 ml. unido a un refrigerante de Liebig. Se refluja aproximadamente por espacio de 2 horas y se mide el volumen de agua recolectado, que corresponde a la humedad de la muestra.

- c) *Determinación de materia seca en estufa de aire forzado de 60° C.*

Para esta determinación se usó 100 gr. de muestra colocada en una caja metálica inoxidable de fondo de malla con el objeto de facilitar el paso de aire caliente a través del material en análisis, cuyas medidas son: 15 cm. de largo, 11 cm. de ancho y 5 cm. de fondo.

En este caso particular, fue necesario establecer el tiempo para alcanzar peso constante. Para cumplir este objetivo se analizaron muestras de los ocho ensilajes a diferentes tiempos 2, 4, 6 y 24 horas y los resultados de humedad se expusieron porcentualmente como rendimiento de extracción. Como referencia se usó el secado en estufa a 100° C durante 4 horas, el cual tiene un rendimiento de un 100 por ciento.

- d) *Determinación de materia seca en estufa de aire forzado de 60° C.*

A diferencia del método anterior se usaron bolsas de papel que contenían 100 gr. de muestra, las que fueron tratadas durante 24 horas a 60° C en corriente de aire, a objeto de simular la metódica habitual que se hace para secar este tipo de material.

Los datos se analizaron estadísticamente mediante la prueba de t-Student para observaciones pareadas, comparando el método de secado de 100° C con el resto de los métodos. Se realizó también un análisis de correlación entre las diferentes variables.

### RESULTADO Y DISCUSION

En el Cuadro 1 se presenta el porcentaje de humedad y rendimiento de la extracción a 60° C en aire forzado en cajas metálicas a diferentes tiempos, para los ocho ensilajes en estudio. También se incluye como referencia para cada muestra la humedad extraída en horno de 100° C y 100 mm. de Hg. de vacío durante 4 horas.

Es de hacer notar que en todos los casos se alcanzó el máximo poder de extracción a las 6 horas de exposición. Incluso las muestras con menor humedad necesitaron sólo cuatro horas de ataque.

Dadas las características físicas de las cajas metálicas, éstas favorecen el paso del aire caliente a través de las muestras, aumentando la eficiencia y brevedad del proceso.

Cuadro 1 — Contenido de humedad y rendimiento a 60°C con aire forzado, de diferentes silos de leguminosas a diferentes tiempos vs. contenido de humedad a 100°C y 100 mm. de Hg de vacío.

% Humedad y Rendimiento a 60°C a diferentes tiempos en aire forzado.									% Humedad a 100°C y 100 mm. de vacío	
Horas	2		4		6		24		4	
	% Humedad	% Rend.	% Humedad	% Rend.						
TRTPC	65	80	80	98	81	100	81	100	81	100
TRTPS	68	85	80	100	80	100	80	100	80	100
TRTCC	69	87	78	98	79	100	79	100	79	100
TRTCS	57	71	77	96	80	100	80	100	80	100
TRMPC	73	98	74	100	74	100	74	100	74	100
TRMPS	52	73	71	100	71	100	71	100	71	100
TRMCC	78	98	79	100	79	100	79	100	79	100
TRMCS	74	100	74	100	74	100	74	100	74	100

En el Cuadro 2 se compara en forma pareada el contenido de materia seca por tolueno y el contenido de materia seca por estufa a 60°C en aire forzado en bolsas de papel contra el contenido de materia seca 100°C, 100 mm. de Hg. de vacío.

Cuando se computó el contenido de materia seca a 100°C vs. materia seca por tolueno no se encontraron diferencias significativas a la prueba de "t", existiendo una alta correlación entre ambos métodos ( $r=0.9613$ ) (Figura 1).

Esto significaría, la posibilidad de usar indistintamente estos dos métodos. Sin embargo, ambos presentan el inconveniente de que la materia residual no es adecuada para análisis posteriores. Además, hay que considerar que estos métodos producen cierta pérdida de materia orgánica en ensilajes que hace que los resultados de M. S. obtenidos se vean castigados en esa proporción, pero, como los resultados de M. S. obtenidos por estos métodos son similares, hay que convenir que estas pérdidas de materia orgánica son semejantes, tanto en el método térmico a 100°C como en el de destilación por tolueno.

Los inconvenientes de estos métodos pueden obviarse con mayor o menor dificultad. Así, para el caso de dejar material residual para análisis posteriores, el secado puede hacerse a una temperatura inferior, tal como se discute más adelante. La corrección para materia seca,

por otra parte, puede hacerse determinando, a través de cromatografía gaseosa, las fracciones volátiles de la materia orgánica que no alcanzan a detectar estos métodos. No obstante se estima que la corrección para análisis rutinarios de M. S. no reportaría mayor utilidad por el hecho de que la mayor precisión a lograr no pasaría del 1 por ciento del resultado final.

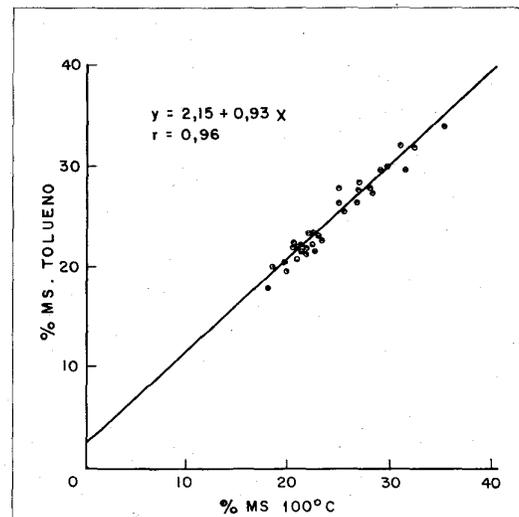


FIGURA 1.—Relación entre el contenido de MS a 160°C, 100mmHg de vacío y el contenido de MS por destilación con tolueno

Al comparar el porcentaje de materia seca a 100°C vs por ciento materia seca a 60°C en bolsas de papel, se encontraron diferencias significativas al nivel del 1 por ciento con un coeficiente de correlación significativo al 1 por ciento ( $r=0.9451$ ). A pesar del buen coeficiente de correlación entre estos métodos, la técnica de secado a 60°C en bolsas de papel debería corregirse en la ecuación  $y = 5.2949 + 0.8697 x$  (Figura 2). En todo caso no es recomendable hacerlo, pues no se estaría cumpliendo con los requisitos mínimos que exige una técnica analítica. Es decir, en este método se pierde la reproducibilidad de los resultados, debido a la dificultad de controlar las posibles fuentes de error, como son, tamaño de las bolsas y grosor de las paredes de éstas que impiden el paso de aire hacia la muestra, y que indudablemente afectan la eficiencia del proceso. Aún más, el tiempo de exposición es excesivamente largo, sobre 24 horas.

La finalidad principal de este trabajo fue desarrollar un método práctico de cuantificación de materia seca, que sea rápido, de alta eficiencia y representativo del ensilaje. En el

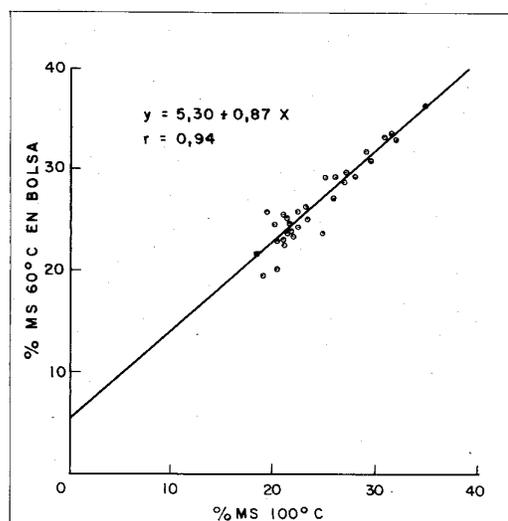


FIGURA 2.—Relación entre el contenido de MS a 100°C, 100 mm Hg de vacío y el contenido de MS determinado a 60°C, en aire forzado, en bolsa de papel

Cuadro 2 — Contenido de materia seca a 100°C y 100 mm Hg vs. contenido de materia seca tolueno vs. contenido de materia seca en bolsas, a 60°C con aire forzado.

Tipo Silo	TRTPC			TRTPS			TRTCC			TRTCS		
	%MS 100°C	%MS Tolueno	%MS 60°C b*	%MS 100°C	%MS Tolueno	%MS 60°C b	%MS 100°C	%MS Tolueno	%MS 60°C b	%MS 100°C	%MS Tolueno	%MS 60°C b
Día 1	20.7	21.8	20.0	22.5	22.0	24.1	22.3	23.7	23.5	22.9	21.5	25.5
2	19.2	20.0	19.9	20.8	21.6	22.9	21.0	21.7	23.6	21.7	21.6	24.5
3	20.5	19.5	23.5	23.1	23.1	25.0	19.8	20.4	25.6	20.3	22.0	24.5
4	18.1	18.3	21.3	21.1	21.7	23.5	21.6	22.2	25.2	21.5	21.7	25.3

Tipo Silo	TRMPC			TRMPS			TRMCC			TRMCS		
	%MS 100°C	%MS Tolueno	%MS 60°C b*	%MS 100°C	%MS Tolueno	%MS 60°C b	%MS 100°C	%MS Tolueno	%MS 60°C b	%MS 100°C	%MS Tolueno	%MS 60°C b
Día 1	29.2	29.7	31.9	31.0	32.3	33.3	25.0	28.2	23.7	32.3	31.9	32.2
2	27.9	28.8	29.4	35.0	34.2	36.0	22.1	23.4	24.2	23.2	23.9	26.2
3	28.1	27.4	29.0	29.9	30.3	30.9	25.6	25.5	27.2	25.2	26.5	29.3
4	26.6	29.0	29.2	32.2	29.6	33.7	27.7	27.9	28.9	27.0	26.4	29.2

\* Bolsa de papel.

**Cuadro 3 — Contenido materia seca estufa a 100°C y vacío 100 mm. Hg. vs. materia seca estufa aire forzado 60°C en cajas.**

Tipo Silo	TRTPC		TRTPS		TRTCC		TRTCS	
	% MS 100°C	% MS 60°C						
1	18.6	19.0	20.2	20.0	20.4	21.0	19.1	20.0
2	21.5	22.0	21.3	20.0	20.1	20.0	21.6	21.0
3	19.9	20.0	20.0	19.0	22.5	23.0	20.4	22.0

Tipo Silo	TRMPC		TRMPS		TRMCC		TRMCS	
	% MS 100°C	% MS 60°C						
1	25.9	26.0	28.6	29.0	20.8	21.0	26.2	26.0
2	24.9	23.0	30.1	30.0	23.0	23.0	27.3	28.0
3	26.0	24.0	31.3	31.0	27.0	29.0	30.4	31.0

Cuadro 3 se compara el porcentaje de materia seca a 100°C vs. porcentaje de materia seca a 60°C en cajas metálicas, no existiendo diferencias significativas entre estos dos métodos y con un muy buen índice de correlación ( $r=0.9724$ ) el más alto de todos los métodos (Figura 3).

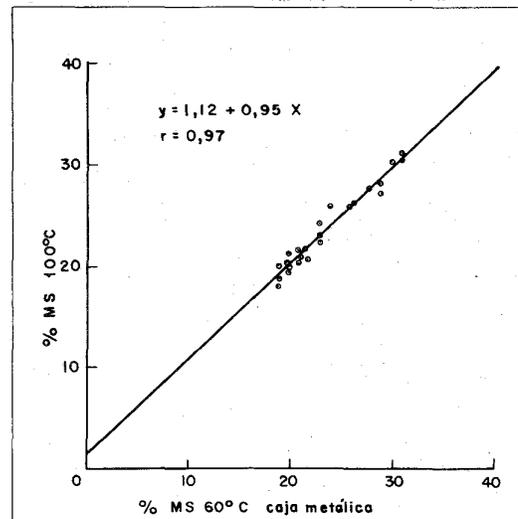
Es indudable que la temperatura de 60°C provoca pérdidas de materia orgánica en menor grado que la de 100°C, pero ofrece la ventaja de no inducir alteraciones mayores en la materia residual, con gran ventaja para el posterior análisis.

Se pudo constatar que no existía interacción entre los distintos métodos y los tipos de ensilajes usados.

### CONCLUSIONES

Los experimentos efectuados en ensilajes de leguminosas demuestran que no hay diferencias estadísticamente significativas entre el contenido de materia seca determinado con tolueno y 60°C en cajas metálicas contra la determinación de materia seca a 100°C.

Se recomienda el uso de secado a 60°C con aire forzado en cajas metálicas por las ra-



**FIGURA 3.— Relación entre el contenido de MS a 100°C, 100 mmHg de vacío y el contenido de MS determinado a 60°C, en aire forzado, en caja metálica**

zones expuestas en la discusión de este trabajo.

Finalmente, no sería recomendable el secado en aire forzado en bolsas de papel.

## RESUMEN

Se estudió el contenido de materia seca de ocho ensilajes sometidos a diferentes tratamientos, en que la materia base es trébol rosado. Se probaron cuatro métodos, tres de ellos de uso habitual en el laboratorio, en forma simultánea, tomando muestras durante cuatro días consecutivos. Se exponen cuadros comparativos de los datos obtenidos por los diferentes procedimientos. De ellos se deduce que no existen diferencias significativas entre las determinaciones de materia seca a 100°C al vacío, tolueno y 60°C en aire forzado en cajas metálicas, teniendo amplias ventajas prácticas el último.

Se establece que el uso de bolsas de papel para secar muestras de silo no es recomendable.

## SUMMARY

A study was made of the dry matter content of eight red clover silages subjected to different treatments. Four methods, three of which are commonly used in the laboratory, were tested simultaneously, taking samples during four consecutive days. Tables are presented showing the comparative data significant differences between the dry matter determinations in vacuum at 100°C, toluene and in metal boxes in forced air at 60°C, the latter method having various practical advantages.

It was established that the use of paper bags for drying silages samples is not commendable.

## LITERATURA CITADA

1. ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS. Official methods of analysis of the Association of Official Agricultural Chemists. Menasha, Wisconsin, George Banta Company, Inc. 1964. 283 p.
2. DEWAR, W. A. and Mc DONALD, P. Determination of dry matter in silage by distillation with toluene. J. Sci. Food Agric. 12 (11): 790-795. 1961.
3. Mc DONALD, P. and DEWAR, W. A. Determination of dry matter and volatiles in silage. J. Sci. Food Agric. 11 (10): 566-570. 1960.
4. MINSON, D. J. and LANCASTER, R. J. The effect of oven temperature on the error in estimating the dry matter content of silage. New Zealand Journal of Agricultural Research. 6 (1): 140-146. 1963.
5. NOLLER, C. H. *et al.* Changes in chemical composition and digestibility of forages with method of sample handling and drying. Proceeding of the X International Grassland Congress. 1966. pp. 429-434.