

サイレージの化学成分と品質に関する研究  
(第15報) 凍結乾燥によるサイレージの乾物定量法の改善

内田 仙二  
(家畜飼養学研究室)

Received July 1, 1978

Studies on the Chemical Composition and Quality of Silage  
XV. Improved Freeze-Drying Method for  
Determining Dry Matter in Silage

Senji UCHIDA  
(Laboratory of Animal Nutrition)

In order to find a method for accurate determination of dry matter in silage, the quantities of dry matter in 50 silage samples, which were made from various forages and had various fermentative qualities, were determined by freeze drying, oven drying and toluene distillation methods. And also the volatile fatty acids and ammonia nitrogen in 3 silages dried by freeze drying and oven drying methods were determined to estimate losses of volatile constituents during drying.

The mean values of dry matter contents in the silages were  $21.84 \pm 6.55\%$  by freeze drying,  $19.64 \pm 6.29\%$  by oven drying and  $21.92 \pm 6.19\%$  by toluene distillation. There was a significant difference in contents of dry matter in the silages between freeze drying and oven drying methods, but no significant difference in contents of dry matter in the silages was found between freeze drying and toluene distillation methods. And amounts of volatile fatty acids and ammonia in the silages dried by freeze drying method were higher than those in the silages dried by oven drying method.

These results suggest that the freeze drying method can be applied for accurate determination of dry matter in silage.

結 言

飼料の乾物含量を正確に把握することは飼料に関する試験研究の分野においてはもちろん家畜飼養の実際においてもはなほ重要な事柄である。ところでサイレージは他の飼料に比べ多量の揮発性成分を含むため、従来の加熱乾燥法によって乾物含量を定量する場合、乾燥中にこれら揮発性成分の一部が揮発して失なわれるため乾物含量を過小に評価する結果となること、さらにそれらに基づいて査定される飼料価値は実際より低く見積られる可能性のあることが知られている<sup>1,2,3,9,10,13,15,16</sup>。これらの誤差をより少なくして定量する方法としてトルエン蒸留法が試みられ<sup>2,3,4,5,9,13,14,15,17</sup>、サイレージの乾物定量のための改良法として今日比較的広く応用されている。しかしこの方法による場合、個々の成分の分析と直接結びつけることが不可能であるため各成分の定量や飼料価値の査定に応用することが困難である。これらのことから著者は、サイレージの乾燥法ならびに分析試料調製のための処理として凍結乾燥法に着目し一連の実験を実施している。本実験はその一つとして、この方法をサイレージの乾物定量に応用するための基礎的資料を得る目的で実施したものである。すなわち種

類ならびに品質の異なる50点のサイレージについて、凍結乾燥法と従来の加熱乾燥法およびトルエン蒸留法をそれぞれ適用して乾物を定量し、各方法の定量値を比較検討した。さらに凍結乾燥法および加熱乾燥法によって乾燥されたサイレージの揮発性脂肪酸およびアンモニアを分析し、その残存の程度を比較した。

## 材 料 と 方 法

### 1. 実験材料

本実験に供用したサイレージ50点は岡山大学農学部および岡山市周辺の酪農家で生産されたもので、材料の種類別は Table 1 に示すようである。すなわちイタリアンライグラスおよ

Table 1 Type of silages

Type of silages	Number of silages
Italian ryegrass	27
Alfalfa	16
Japanese millet	6
Sorghum	1
Total	50

びアルフェルファが主体であり、調製方法や調製時期などは区々である。これらサイレージの発酵的品質を FLIEG 法<sup>12)</sup>によって調査した結果は Table 2 のようであり、品質分布では3級品、4級品など中品質のものが高い割合を占めている。

Table 2 Distribution of fermentative quality of silage samples

Grade	Score	Number of samples
Excellent	81-100	4
Good	61-80	2
Satisfactory	41-60	14
Middle	21-40	21
Inferior	0-20	10
Total		50

### 2. 実験方法

#### (1) 乾物定量法

約0.5cmの長さに細切した新鮮サイレージを用いて次の3方法により、それぞれ乾物を定量した。

1) 凍結乾燥法：予め秤量したガラス製秤量瓶(φ55×35mm)に上記試料20gを正確に秤取し、凍結乾燥機付属のフリーザーによって予備凍結したのち、コンデンサー温度約-70°C、真空度約5μの条件で24時間乾燥した。乾燥終了後ただちに秤量し、その間の減量を求めて水分値として乾物含量を算出した。供用した装置は VIRTIS (10-147 MR-BA 型) 自動凍結真空乾燥機である。

2) 加熱乾燥法：予め加熱秤量した上記秤量瓶に細切試料約20gを正確に秤取し、105°C

の電気恒温乾燥器内で24時間乾燥したのちデシケーター中で放冷し、秤量して、この間の減少量を水分量とし乾物値を算出した。

3) トルエン蒸留法：50g用トルエン蒸留水分定量装置のフラスコに上記試料50gを正確に秤取し、常法によって2時間蒸留を続けた後水分分画を補正ビューレットに移して定量し、水分含量を算出して乾物値を求めた。なお本実験では留出揮発性成分についての修正はおこなわなかった。

以上の各方法によって定量した各サイレージの乾物値について比較検討した。

#### (2) 揮発性脂肪酸およびアンモニア含量の調査

品質の異なる3点のサイレージを供試し、新鮮サイレージ中および凍結乾燥後または加熱乾燥後のサイレージ中の揮発性脂肪酸とアンモニアを定量し、乾燥方法による残存量の差異について比較した。

1) 揮発性脂肪酸の定量：新鮮サイレージおよび乾燥サイレージの水浸出液を用い、ガスクロマトグラフ法<sup>6)</sup>によって定量した。

2) アンモニアの定量：上記浸出液を用い水蒸気蒸留法<sup>7)</sup>によってアンモニア態窒素を定量し算出した。

## 結果と考察

### 1. 乾物定量値の比較

凍結乾燥法、加熱乾燥法およびトルエン蒸留法の各方法によって定量した各サイレージの乾物値を統計処理し、平均値および標準偏差を算出して方法間の差を検定した結果はTable 3のようである。

Table 3 Comparison of dry matter contents in silages determined by three methods

Methods	n	$\bar{x}$	s	Difference	p
		(%)	(%)	(%)	
Freeze drying*	50	21.84	6.55	2.20	p<0.001
Oven drying**	50	19.64	6.26		
Freeze drying	50	21.84	6.55	0.08	p>0.05
Toluene distillation***	50	21.92	6.19		

\* Drying conditions: freeze-dried sample, 20g; vacuum pressure, 5 $\mu$ ; period, 24hr.

\*\* Drying conditions: sample, 20g; oven temperature, 105°C; period, 24hr.

\*\*\* Conditions of distillation: sample, 50g; period, 2hr.

Not corrected for volatiles in distillate

すなわち凍結乾燥法による乾物含量の平均値、標準偏差は21.84 $\pm$ 6.55%、加熱乾燥法のそれらは19.64 $\pm$ 6.29%であり、トルエン蒸留法の場合はそれぞれ21.92 $\pm$ 6.19%であった。そして凍結乾燥法による乾物の平均値と加熱乾燥法による乾物の平均値との間に2.20%の統計的に有意の差が認められた。いっぽう凍結乾燥法による乾物定量値の平均とトルエン蒸留法によるそれとの差は0.08%であり有意差は認められなかった。

以上の傾向はサイレージの発酵的品質などにより大きく影響されることが予想されるが、凍結乾燥法によれば加熱乾燥法による場合より乾燥過程に生ずる揮発性成分の損失が抑制され、より正しい乾物定量値が得られる可能性のあることが推察される。BRAHMAKSHATRIYAら<sup>2)</sup>はトウモロコシなど18点のサイレージについて、著者の実験条件とはほぼ同様の条件によ

って凍結乾燥，加熱乾燥およびトルエン蒸留による乾物定量値を比較し，凍結乾燥法による場合，加熱乾燥法によるより乾物定量値が平均2.77%高くなり，また未修正トルエン蒸留法による値より平均0.49%低くなったと報告している。さらに SCHMID ら<sup>11)</sup>はトウモロコシおよびソルガムサイレージ6点を用いて乾物定量値を比較し，100°C 加熱乾燥による定量値に比し凍結乾燥法による値の方が平均3.4%高くなったとしている。本実験結果は上記諸結果と共に，凍結乾燥法がサイレージの乾物をより正しく定量する手段として有用であることを示すものと思われる。

## 2. 乾燥サイレージ中の揮発性成分含量

さきの実験の結果で示された乾燥方法に起因する乾物定量値の差は，主としてその乾燥過程で生ずる揮発性成分の損失量の違いに由来すると推定される。この点を確認するために，両乾燥法によって乾燥したサイレージ中の揮発性脂肪酸およびアンモニアを定量し，新鮮サイレージ中の含量と乾燥サイレージ中の含量とを品質の異なる3点のサイレージについて比較した。その結果は Table 4 に示すようである。

Table 4 Contents of volatile fatty acids and ammonia in silages dried by freeze drying and oven drying

Silage		Treatment	Acetic acid	Propionic acid	i-Butyric acid	n-Butyric acid	Ammonia
Sample	Score						
( % of dry matter )							
A (Alfalfa)	95	Fresh	1.6	—	—	—	0.28
		Freeze dried	1.1	—	—	—	0.30
		oven dried	T	—	—	—	0.17
B (Alfalfa)	58	Fresh	1.8	2.3	0.7	3.8	1.25
		Freeze dried	1.3	1.6	0.5	3.6	1.27
		oven dried	T	—	—	—	0.12
C (Italian ryegrass)	20	Fresh	1.1	0.7	T	6.3	0.38
		Freeze dried	0.8	T	T	5.0	0.38
		oven dried	T	—	—	—	0.07

— : No detectable amount

T : Detected in trace amount

Table 4 より，新鮮サイレージ中のこれらの成分は，凍結乾燥法による場合は乾燥物中にかなり残存するが，加熱乾燥による場合にはそのほとんどが失なわれることが知られる。本実験の結果は，さきの実験において認められた乾物定量値の方法間の差の大半が，これらの揮発性物質（アルコールなども含めて）の乾燥過程における揮発損失の差に起因するものであることを実証しているものと思われる。

これら諸結果より，サイレージの乾物定量法としての凍結乾燥法は，従来の加熱乾燥法によるより乾燥中の誤差が少なく，より正しい定量値を得るために有用な方法であることが明らかにされた。この結果はさらに，本法がサイレージの飼料価値をより正しく査定するための手段となり得ることを示唆しているものと思われる。

なお，本法で乾燥した乾燥物中には若干の水分が残存するとする報告<sup>11)</sup>も認められるが，

それらについては、その修正方法と合わせて別途検討している。

### 摘 要

本実験はサイレーズの乾物含量をより正しく測定する方法を知る目的で、凍結乾燥法について検討したものである。すなわち種類および品質の異なる50点のサイレーズを供用し、凍結乾燥法、加熱乾燥法およびトルエン蒸留法によって、それぞれ乾物定量をおこない定量値を比較検討した。さらに凍結乾燥法および加熱乾燥法で乾燥したサイレーズ中の揮発性脂肪酸とアンモニアを定量し乾燥過程中的損失の程度を調べた。

実験結果の要約は次のようである。

(1) 乾物定量値の平均および標準偏差はそれぞれ凍結乾燥法 $21.84 \pm 6.55\%$ 、加熱乾燥法 $19.64 \pm 6.29\%$ 、そしてトルエン蒸留法 $21.92 \pm 6.19\%$ であった。しかし、凍結乾燥法による定量値と加熱乾燥法による定量値との間に有意差が認められ、凍結乾燥法による定量値とトルエン蒸留法による定量値との間に有意差は認められなかった。

(2) 凍結乾燥法と加熱乾燥法によって乾燥したサイレーズ中の揮発性脂肪酸ならびにアンモニアの含量は、いずれも凍結乾燥法で乾燥した場合に高い値を示した。

本実験の結果より、凍結乾燥法はサイレーズの乾物含量をより正しく定量する手段として有用であることが認められた。

### 文 献

- 1) BERG, K. und F. WEISSBACH : Arch. Tierernährung 26, 661-672 (1976)
- 2) BRAHMAKSHATRIYA, R. D. and J. D. DONKER : J. Dairy Sci, 54, 1470-1474 (1971)
- 3) DEWAR, W. A. and P. McDONALD : J. Sci. Fd Agric, 12, 790-795 (1961)
- 4) FENNER, H. and H. D. BARNES : J. Dairy Sci, 48, 1324-1328 (1965)
- 5) HAIGH, P. M. and J. R. HOPKINS : J. Sci. Fd Agric, 28, 477-480 (1977)
- 6) 蔭山勝弘・森 治夫・佐藤勝郎 : 日畜会報 44, 465-469 (1973)
- 7) 小林 昇 : Japan Analyst 15, 855-856 (1966)
- 8) McDONALD, P. and W. A. DEWAR : J. Sci. Fd Agric, 11, 566-570 (1960)
- 9) MINSON, D. M. and R. J. LANCASTER : N. Z. J, Agric. Res, 6, 140-146 (1963)
- 10) PERKINS, A. E. : J. Dairy Sci, 26, 545-551 (1943)
- 11) SCHMID, A. R., G. C. MARTEN and R. D. GOODRICH : Agron. J, 62, 543-546 (1970)
- 12) 須藤 浩 : サイレージと乾草(初版) 152-156, 養賢堂・東京 (1971)
- 13) 須藤 浩・内田仙二 : 岡山大農学報 27, 49-56 (1966)
- 14) 須堂 浩・内田仙二・古川任男 : 岡山大農学報 42, 39-46 (1973)
- 15) Voss, N. : Das wirtschaftseigene Futter 4, 275-283 (1965)
- 16) WEISSBACH, F. und K. BERG : Arch. Tierernährung 27, 69-84 (1977)
- 17) WILSON, R. F., J. M. A. TILLEY and M. A. H. STEEMERS : J. Sci. Fd Agric, 15, 197-200 (1964)