

酸性デタージェント繊維(ADF)の定量方法

ANKOM Technology-9/99

A. 試薬

- (a) 酸性デタージェント溶液(AD - 20gのセチル-トリメチル-アンモニウム-ブロミド(CTAB)を1Lの1.00N(0.5 mol/L) 硫酸に加え予め標準化しておく。(ANKOM 混合済み溶液 - 型番 FAD20 又は FAD20C) 溶解を促進するため加熱振とうする。
- (b) アセトン - 無色透明で揮発した後に滓を残さないグレード(ANKOM - 型番 FACE)

B. 安全上の注意 - 付属の MSDS 参照

- (a) アセトンは非常に引火し易い。アセトンを取扱う際は排煙フードを使用し、蒸気を吸い込んだり、液が皮膚に着くのを避けること。アセトン洗浄した後の検体入りフィルターバッグはよく風乾し、灰化等のためオープンに入れる前に、念のためアセトンが完全に揮発して残っていないことを確認すること。
- (b) 硫酸を取扱うときはゴム手袋と防災面を着用すること。常に硫酸を水に注いで希釈すること。酸が皮膚に着いてしまった時は、多量の水で洗うこと。
- (c) CTAB は粘膜を刺激します。この薬品を取扱う時には防塵マスクと手袋を着用してください。

C. 装置

- (a) 消化装置 - 型番 ANKOM²⁰⁰ ファイバーアナライザー
- (b) 濾過装置 - ANKOM 型番 F57 フィルターバッグ
- (c) インパルス加熱ハットシーラー フィルターバッグの高分子樹脂を溶かし封着するのに十分高い温度が必要。(ANKOM - 型番 1915 / 1920)
- (d) デシケーター ANKOM モイスターストップ計量小袋 - 型番 F39

D. 手順

- (a) 試料の準備
 - 1) フィルターバッグの重量(W_1)を計量し、記録すると共に秤に風袋としてセットする。
 - 2) 挽いて 1mm の篩を通過した風乾した試料(W_2)を 0.5g(± 0.05 g)を直接フィルターバッグに計り取る。空のフィルターバッグを1つ、重さを量り、空のバッグの補正係数(C_1)を得るため消化過程に他の試料入りバッグといっしょに含める。
 - 3) ヒートシーラーを使ってフィルターバッグの開口部から 5 mm以内の位置でシールして口を閉じる。
 - 4) フィルターバッグ内部の試料を揺すったり軽く弾いたりして均一にひろげ、塊をなくす。
 - 5) 最大 24 袋のフィルターバッグがサスペンダーに収められます。全 9 つのトレーが、処理中のバッグの数にかかわらず使用されます。1 つのトレー毎に 3 つのバッグをセットし、それからトレーを支柱を中心に各レベル 120 度ずつ、ずらして積み重ねます。重しを最上部のバッグが入っていない空のトレーにセットして、バッグサスペンダーをデタージェント液に十分に漬け、浮き上がりを防止します。

6) **注意:大豆または粗脂肪 5%以上を含む試料** - 蓋付 500ml ボトルに試料入りのバッグ 24 バッグを入れ、脂肪を抽出して除去します。ボトルにアセトンをつぶり入れ、バッグが十分浸るようにして、蓋をしっかりと閉めます。ボトルを 10 回振り動かします。それから 10 分間バッグを浸しておきます。新しいアセトンに入れ替えて同じ操作を繰り返します。アセトンを流し出してバッグを網の上に載せ約 5 分間風乾します。**例外：煎り大豆** - 煎った大豆特有の性質により、この試料からの脂肪の抽出除去方法には修正が必要です。煎り大豆の入ったバッグを 500ml の蓋付きボトルに入れます。ボトルにアセトンをつぶり入れ、バッグが十分浸るようにして蓋をしっかりと閉めます。ボトルを 10 回振り動かした後、アセトンを排出します。新しいアセトンを加え、12 時間バッグを浸しておきます。その後アセトンを排出し、次のステップの前にバッグを風乾します。

- (b) 24 の検体バッグを処理するには、1900-2000ml の室温と同温の酸性デタージェント溶液を ANKOM 繊維解析装置内の容器に加えます。もし 20 バッグ以下のときは、1 バッグ当たり 100ml のデタージェント溶液を加えます。(最低でも 1500ml (バッグサスペンダーが液で覆われているのを確認すること)) 検体が入ったバッグサスペンダーを容器の中の溶液の中に入れます。振とうを開始させ、ヒーターを ON にします。そしてバッグサスペンダーがまともに振とうしていることを確かめます。タイマーを 60 分にセットしてスタート鈕を押します。装置の抽出容器の蓋を開め、気密確保の操作をします。
- (c) 60 分経過後(タイマーが鳴ります)、振とうとヒーターのスイッチを OFF にします。蓋を開ける前に排液バルブを開き、熱い溶液を装置から排出させます。**注意：容器中の溶液は圧力が下がっています。ですから蓋は開きにくくなっていますので、まずバルブを開けて陰圧を除き、蓋が開けられるようになるまで待ってください。廃液ホースが安全な廃液処理が出来るようにしっかりと接続されていることを確かめてください。**
- (d) 溶液が排出された後、バルブを閉めて蓋を開けます。約 2000ml の熱湯(90~100)を加えます。蓋を下げます。でも気密にはしないで下さい。振とうスイッチを ON に、ヒーターは OFF のままにしておいて下さい。その状態で 3~5 分すぎます。排水してからまたすぎ、全部で 3 回すぎます。又は排水の pH が中性になるまですぎます。
- (e) 最後のすすぎの後、フィルターバッグをバッグサスペンダーから取出し、含んだ水をそっと押し出します。バッグをピーカーに移し、アセトンを隠れるくらい入れます。3 分ほど浸しておき、それからアセトンを流し出し、バッグを軽く押しつけて残っているアセトンを押し出します。
- (f) バッグを取出し並べひろげてアセトンを蒸発させます。乾燥機に入れて 105 で 2 時間以上かけ、乾燥させます。**注意：アセトンが完全に蒸発してから、乾燥機に入れてください。**乾燥機の性能や新種の試料がくる頻度によってはもっと長い時間の乾燥が必要となる場合もあります。バッグを乾燥機からすぐに直接重量測定用袋**モイスターストップ**に入れ、袋を平らによくつぶして空気を押し出します。周囲温度と同じになるまで冷まし、重さ(W₃)を量ります。

E. **計算式(%ADF(as - is basis))** : =
$$\frac{(W_3 - (W_1 \times C_1)) \times 100}{W_2}$$

ADF(DM basis) : =
$$\frac{(W_3 - (W_1 \times C_1)) \times 100}{W_2 \times DM}$$

ADF_{OM} (DM basis) : =
$$\frac{(W_4 - (W_1 \times C_2)) \times 100}{W_2 \times DM}$$

記号説明：W₁ = バッグ風袋

W₂ = 試料重量

W₃ = 抽出後の試料重量

W₄ = 有機物重量(OM)(バッグと繊維残留物の灰化時減量重量)

C₁ = ブランクバッグ補正係数(乾燥機最終乾燥後重量 / ブランクバッグ重量)

C₂ = 灰化補正係数(ブランクバッグ灰化時減量重量 / ブランクバッグ重量)