

ビーカー内での酸性デタージェント-リグニン(ADL)定量法

ANKOM Technology-9/99

A. 試薬

- (a) 硫酸溶液(72 重量%)(ANKOM--型番 **FSA72**) 又は人手で市販規格濃度の硫酸を希釈あるいは混合して 20 で 1634g/L となるようにする。あるいは 24.00N : 1200g 硫酸を 440ml の水に加える。(1L MCA メスフラスコの中で希釈。外側から冷やししながら。) 混合液の一部を除去したり、水や硫酸を追加して 20 で 1634g/L となるように調整し規格に適合させる。

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のでアセトンを取扱う際は排煙フードを使用し、蒸気を吸引したり、液が皮膚に着くのを避けること。乾燥機に入れる前に、念のためアセトンが完全に揮発していて、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. 装置

- (a) 濾過装置 - **ANKOM** 型番 **F57** フィルターバッグ
- (b) インパルス加熱バッグシーラー 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**)
- (c) デシケーター **ANKOM** モイスチャーストップ計量小袋 - 型番 **F39**
- (d) 2L 及び 3L ビーカー

D. 手順

フィルターバッグの重量(W_1)を計量記録と秤に風袋としてセット。

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はかり取る。空のフィルターバッグを 1 つ重さを量り、シールし、空の場合のバッグの灰化補正係数(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。

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 10mm 以内の位置でシールして口を閉じる。フィルターバッグ内部の試料を弾いたりして均一にひろげ、塊をなくす。

繊維解析装置を使用して ADF 定量(酸性デタージェント繊維定量法)と同じ操作をします。

ADF 定量操作後、乾燥させたバッグと試料を 3 L のビーカーに入れ、バッグの上にかぶるくらいの十分な量の(約 250ml)の 72%硫酸を入れます。

重 要：バッグは、濃硫酸を加える前に完全に乾燥され、室温と同じ温度まで下がっていなければなりません。もし湿気がバッグの中に入っていたら硫酸と水の反応熱により、結果に影響が出ます(バッグ内の試料が炭化する)。

2L ビーカーを 3L ビーカーの中の検体の上に入れて検体を溶液中に沈めます。2L ビーカーを押し下げ引っ張りあげにより約 30 回上下して振とうします。これを最初及びその後 30 分毎に実施します。

3 時間後に硫酸を流し出し、熱湯(90-100)ですすぎをして、全ての酸を除去します。pH が中性になるまですすぎを繰り返します。次に約 250ml のアセトンで 3 分間すすぎ、水を除去します。**警告：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。**

乾燥機に入れて 105 で 2 時間以上かけ、乾燥させます。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チャーストップに入れ、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(W_3)を量ります。全部の検体試料バッグとブランクバッグを秤量済みビーカー(30 又は 50ml)で 525 で 3 時間かけて、あるいは炭素が完全燃焼して消滅するまで、灰化してから冷却し、秤量して灰化減量重量(W_4)を計算します。ADF とリグニンの工程を経たブランクバッグを灰化した時の減量重量を使って灰化補正係数を計算します。

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 : W_1 = バッグ風袋

W_2 = 試料重量

W_3 = 抽出後の試料重量

W_4 = 有機物重量(OM)(バッグと繊維残留物の灰化時減量重量)

C_1 = 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)

C_2 = 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)