

粗繊維(CF)の定量方法
ANKOM Technology-9/99

A. 試薬

- (a) 硫酸溶液-- $0.255 \pm 0.005N$. (0.125mol/L) 1.25g 硫酸/100ml 蒸留水(濃度は滴定してチェックすること)又は **ANKOM 混合済み溶液 - 型番 FCFA20 又は FCFA**。
- (b) 水酸化ナトリウム-- $0.313 \pm 0.005N$.(0.313mol/L) 1.25g NaOH/100ml 蒸留水。(濃度は滴定してチェックすること) NaOH は Na_2CO_3 を含まない又は殆ど含まないことが必要です。(濃度は滴定してチェックすること) 又は **ANKOM 混合済み溶液 - 型番 FCFB20 又は FCFB**。
- (c) 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--薬品と共に提供される MSDS 参照

- (ア) 酸やアルカリ液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

- (ア) 消化装置--型番 **ANKOM²⁰⁰ ファイバーアナライザー**
- (イ) 濾過装置--**ANKOM 型番 F57 フィルターバッグ**
- (ウ) 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 / 1920)**
- (エ) 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

- (ア) フィルターバッグ / 試料の準備

F57 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。バッグは無視できるくらいの微量湿気を含んでいますが予め乾燥させる必要はありません。ただし乾燥剤入れている容器内には保管せずに高湿度の環境下に置かれていた場合には除湿乾燥処理が必要です。

挽いて 1mm の篩を通過した風乾した試料(W_2)を $1.0g(\pm 0.05g)$ 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、空の場合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。

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 (**ANKOM 型番#1915 又は 1920**)。

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。

- (イ) 蓋付の 500ml ボトルに、試料入りのバッグ 24 袋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 分間バッグを浸したままにしておきます。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。

- (ウ) 4袋のフィルターバッグをバッグサスペンダー(ANKOM 型番#F11)に収めます。1つのトレイ毎に3つのバッグをセットします。全部で24バッグです。トレイの支柱を中心に各レベル120度ずつ、ずらして積み重ねます。9番目のトレイはバッグを入れない空のトレイとし、8番目のトレイの抑えとします。バッグサスペンダー重しを9番目のトレイの頂部にセットしてバッグサスペンダーを液に十分に漬け浮き上がりを防止します。
- (エ) 1900-2000mlの室温と同温の0.255N硫酸溶液をANKOMファイバーアナライザー内の容器に加えます。バッグを担ったバッグサウペンダーを溶液中に沈めます。タイマーを45分にセットして振とうを開始させ、ヒーターをONにします。スタート鈕を押しタイマーをスタートさせます。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、装置の抽出容器の蓋を閉め気密確保の操作をします。温度は自動的に100に制御されます。**注意：バッグが24より少なく、溶液も減らした運転は経験を積みれば可能ですが、最低でも1500mlの溶液は必ず要ります。バッグが載せられていてもいなくても、9つのトレイ全てを必ずセットして使って下さい。**
- (オ) 45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。**
- (カ) 溶液が排出された後、バルブを閉めて蓋を開けます。約1900-2000mlのすすぎ用の熱湯(90~100)を加え、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。蓋を下げます。でも気密にはしないで下さい。振とうしながら3-5分すぎます。排水してからまたすすぎ、全部で3回すぎます。
- (キ) 1900-2000mlの室温と同温の0.313N NaOH溶液をANKOMファイバーアナライザー内の容器に加えます。タイマーを45分にセットして振とうを開始させ、ヒーターをONにします。装置の抽出容器の蓋を閉め、気密確保の操作をし、タイマーをスタートさせます。温度は自動的に100に制御されます。
- (ク) 45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。約1900-2000mlのすすぎ用の熱湯(90~100)を加え、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。蓋を下げます。でも気密にはしないで下さい。振とうしながら3~5分すぎます。排水してからまたすすぎ、全部で3回すぎます。
- (ケ) 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250mlピーカーに移し、アセトンを隠れるくらい入れます。2~3分ほど浸しておき、それからアセトンを流し出し、バッグを軽く押しアセトンを押し出します。
- (コ) 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で完全に乾燥させます。(大抵の乾燥機は完全に乾燥させるのに2~4時間以内で出来ます)。バッグを乾燥機から出して乾燥剤入りの袋に入れます。(大きなジップロック付きの袋で小さな乾燥剤入袋が中に入っている。例えばANKOMモイスターストップ計量袋) 周囲温度と同じになるまで冷まし、重さ(W₃)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のつばで550で2時間かけて灰化してデシケーターで冷却し、有機物マター(OM)計算のために秤量します。

E. 計算式(%CF_{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)