

Metodenavn: ADL (Acid Detergent Lignin)

BIOVIT-nr.: Arb1035

1. Innledning/hensikt

ADL (Acid Detergent Lignin) er definert som rest-materialet etter ekstraksjon med en kokende, sur acetyltrimetyl ammonium bromid (CTAB) løsning, etterfulgt av ekstraksjon med 72 % svovelsyre. I praksis gjøres dette ved å først la prøvene gjennomgå en ADF prosedyre (Acid Detergent Fiber- ARB 1036). Deretter ekstraheres prøvene i H₂SO₄ i 3 timer med jevnlig røring, før prøvene tilslutt skylles godt og foraskes for å kunne korrigere for uorganisk materiale. Innholdet av ADL bestemmes gravimetrisk.

2. Reagenser og kontrollprøve

- 24 M H₂SO₄ (1634 g/L)
 - Ha 350 mL destillert H₂O i en 1 L målekolbe og kjøøl ned
 - Tilsett 1200 g konsentrert H₂SO₄ (under kjøøling!!)

- Aceton
- Kontrollprøve: Må etableres

3. Risikovurdering

- H₂SO₄ – Bruk hansker og jobb i avtrekk. Tilsett alltid syren i vann (IKKE motsatt). Ved syresøl på hud; vask med store mengder vann.
- Aceton - Svært brannfarlig. Jobb i avtrekk. Unngå inhalering og hudkontakt. Pass på at all aceton har fordampet før prøvene settes i ovnen.

4. Utstyr

- Ankom²⁰⁰ Fiber Analyzer
- Varmeforselger
- Filterposer (F57 fra Ankom)
- Analysevekt (nøyaktighet: 0,1 mg)
- Tørkeskap (103 ± 2 °C)
- Desiccator (moisture Stop pouch)
- Tusj (permanent marker)
- 2L og 3L målebeger
- Foraskningsovn (550 °C)
- Telleglass (som tåler over 550 °C)
- Stålbrett (til å sette prøvene i)

5. Prøvemateriale

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Elin Follaug Johnsen	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 06.2018	Revisjon	Erstatter	Dokumentnavn: Arb1035_1035_ Arb_ADL (Acid Detergent Lignin)_NO	Side 1/4

Metoden kan benyttes på de fleste typer prøver, men partikkelstørrelsen burde ikke være mindre enn 1 mm. Mindre partikler vil øke sannsynligheten for feil i analyseresultatene.

6. Arbeidsbeskrivelse

Innveiting av prøver

1. Merk filterposene med prøvens nummer
2. Vei filterposen og noter vekta (**W₀**)
3. Tarer vekta med posen oppå
4. Vei inn 0,5 g prøve direkte i filterposen og noter vekta (**W₁**)
5. Varmeforsegl filterposen ca 0,5 cm fra åpningen
6. Rist posen slik at prøvematerialet blir jevnt fordelt i posen
7. Gjenta disse punktene med alle prøvene og en tom filterpose

ADF-prosedyre

8. Gjør ADF bestemmelse på prøvene (se Arb 1036 ADF)

Ekstraksjon med H₂SO₄

9. Etter ADF: plasser de tørkede posene med prøve i en 3 L målekolbe
10. Dekk posene helt med 72 % H₂SO₄ (ca 250 mL)

NB: Posene MÅ være helt tørre og romtempererte før punkt 10 gjennomføres!!

Ellers blir resultatet feil pga varmeutvikling.

11. Plasser en 2 L målekolbe inni 3 L målekolben for å holde posene nede.
12. Dytt den øverste målekolben forsiktig opp og ned ca 30 ganger (for å røre)
13. Gjenta punkt 12 med 30 minutters intervall (30/60/90/120/150/180 min)
14. Etter 3 timer: hell H₂SO₄ av (forsiktig!!)

Skylling

15. Skyll med kranvann for å fjerne all syre

NB: Hvis det er syrerester på posene vil prøvene brenne og resultatene bli for høye.

16. Gjenta skylling til pH-papir viser nøytral farge når de legges på posene (pH ca 7).
17. Skyll med ca 250 mL aceton i 3 minutter for å fjerne vann. **Vær varsom med posene under skyllingen! Ellers kan ligning partikler gå igjennom filteret.**

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Elin Follaug Johnsen	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 06.2018	Revisjon	Erstatter	Dokumentnavn: Arb1035_1035_ Arb_ADL (Acid Detergent Lignin)_NO	Side 2/4

Tørking

18. Tørk posene ved 105 ° C i 2-4 timer

NB: IKKE plasser posene i tørkeskap før all aceton har fordampet!!!

VIKTIG INFO: IKKE tørk posene over natt! Det holder med 2-4 timer. Lengre tørketid eller høyere temperatur kan ødelegge filtreringsmaterialet i posene.

19. Ta posene ut av ovnen og plasser direkte i desiccant-pose. Flat ut for å fjerne luft.

20. Kjøl ned til romtemperatur og vei av posene (W_2)

Foraskning

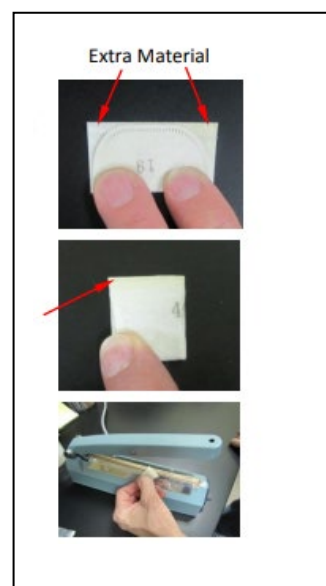
21. Klargjør poser til foraskning: (Se bilde)

- Brett posen fra bunn til topp
- Brett posen fra høyre mot venstre
- Alt ekstramateriale på posen er nå i øvre venstre hjørnet
- Forsegl posen over ekstramaterialet

22. Merk telleglasset med prøvens nummer

23. Vei telleglasset og noter vekta (W_3)

24. Legg posen oppi telleglasset og sett prøven(e) i foraskningsovnen



NB! Nummereringen forsvinner under foraskningen.

Merk deg derfor hvordan du plasserer prøvene.

25. Sjekk at foraskningsovnen er stilt inn på riktig temperatur (525 °C) og start oppvarmingen. La prøvene stå til foraskning i 3 timer

26. La de avkjøles litt i romtemperatur.

27. Foraskede prøver settes i eksikator (med aktivt tørkemiddel) til avkjøling.

28. Når temperaturen på prøvene er blitt stabil (romtemperatur) veies prøvene (W_4).

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Elin Follaug Johnsen	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 06.2018	Revisjon	Erstatter	Dokumentnavn: Arb1035_1035_ Arb_ADL (Acid Detergent Lignin)_NO	Side 3/4

7. Beregning av analyseresultatet

$$\frac{(W_2 - W_0 \times F) - (W_4 - W_3)}{W_1} \times 1000 = \text{mengde ADL(om) i prøven (g/kg)}$$

W_0 = vekt av pose

W_1 = vekt av innveid prøve

W_2 = vekt av vasket prøve + pose

W_3 = vekt av telleglass

W_4 = vekt av telleglass + aske

F = posekorrigeringsfaktor

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Elin Follaug Johnsen	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 06.2018	Revisjon	Erstatter	Dokumentnavn: Arb1035_1035_ Arb_ADL (Acid Detergent Lignin)_NO	Side 4/4