

Metodenavn: ADFom (askekorrigert)

BIOVIT-nr.: Arb1037

1. Innledning/hensikt

Moderne metoder i mat- og fôranalyser deler det kjemiske innholdet i to hovedfraksjoner

- cellevegger
- celleinnhold

Acid detergent fiber (ADF) er en del av celleveggen og er definert som cellulose og lignin. Cellulose og lignin kan separeres fra resten av cellematerialet ved å vaske den aktuelle prøven med en sur såpелøsning. Det materialet som ikke blir vasket bort vil da være definert som ADF og bestemmes gravimetrisk.

Dessverre klarer ikke såpелøsningen og løse alt av det uorganiske materialet i prøven. En mindre mengde uløselige silikater vil være tilstede i den ferdig analyserte prøven og vil derfor være en del av den beregnende ADF-verdien. For å korrigere for denne uorganiske delen kan man forbrenne prøven ved 550 °C. Restene etter forbrenningen er et mål på den uorganiske delen av prøven og man kan da bestemme det som blir kalt askekorrigert ADF, *ADF on organic matter basis*, (ADFom). Uded et al. anbefaler at det er denne formen som benyttes når ADF-verdier skal publiseres i fagfelleverderte journaler

2. Reagenser og kontrollprøve

- o Aceton
- o "Acid Detergent" AD - løsning
 - 20 g cetyltrimetylammoniumbromid (CTAB)
 - 1 L svovelsyre (1,00 N) = 565ml 95% svovelsyre
- o Kontrollprøve: LabTek-kontrollen (miks til NDF/ADF/trevler/kjeldahl-N)

3. Risikovurdering

Etter koking og skylling **MÅ** avløpskrana på venstre side av instrumentet åpnes (loddrett = åpen) før lokket på kammeret åpnes. Hvis dette ikke gjøres vil det varme innholdet i kammeret sprute på de personene som står rundt instrumentet. Dette skjer på grunn av overtrykket som oppstår i kammeret under kokingen og skyllingen.

VIKTIG: Foraskningsovnen må ikke åpnes på 550 °C. Hvis det fortsatt er organisk materiale igjen vil en flamme slå ut når døren åpnes!

Bruk tang og evt. hansker når du skal ta ut prøvene av askeovnen.

Skulle du brenne deg; bruk rennende kaldt vann de første minuttene. Bruk så rennende lunket vann slik at frostskaader ikke oppstår.

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Michel Brunnes Berg	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 03.2012	Revisjon 06.2018	Erstatter 03.2012	Dokumentnavn 1037_Arb_ADF om (askekorrigert)_ NOom.docx	Side 1/5

4. Utstyr

- Ankom²⁰⁰ Fiber Analyser
- Varmeforsegler
- Filterposer (F57 eller F58 fra Ankom)
- Analysevekt (nøyaktighet: 0,1 mg)
- Tørkeskap (103 ± 2 °C)
- Eksikator
- Tusj (permanent marker)
- Kokeplate
- Vannkjele
- Målebeger
- Glass m/lokk
- Foraskningsovn (550 °C)
- Telleglass (som tåler over 550 °C)
- Stålbrett (til å sette prøvene i)

5. Prøvemateriale

Metoden kan benyttes på de fleste typer prøver, men partikkelstørrelsen burde ikke være mindre enn 1 mm i diameter for kuttemøller eller 2mm for malmøller. Mindre partikler vil øke sannsynligheten for feil i analyseresultatene.

6. Arbeidsbeskrivelse

Innveiting av prøver:

1. Merk filterposene (F57) med prøvens nummer. (Permanent marker svart).
2. Vei filterposene og registrer vekta (W_0).
3. Tarer ut posen og vei 0,45-0,5g prøve i filterposen. (Sørg for at det ikke er prøvepartikler i forseglingsområdet).
4. Registrer prøvevekta (W_1).
5. Forsegl filterposen ca. 4mm fra åpningen. Hold forseglararmen nede 2-3 sek etter at det røde lyset har slukket for å avkjøle forseglingen.
6. Rist og fordel prøven i posen for å forhindre at prøven klumper seg.

Avfetting:

Dersom prøvene inneholder soyabønneprodukter eller overstiger 5% fett, skal prøvene avfettes på følgende måte:

1. Legg prøvene i et glass med lokk.

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Michel Brunnes Berg	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 03.2012	Revisjon 06.2018	Erstatter 03.2012	Dokumentnavn 1037_Arb_ADF om (askekorrigert)_ NOom.docx	Side 2/5

2. Fyll opp glasset med aceton så det dekker prøvene.
3. Sett på lokket.
4. Rist glasset 10 ganger og la det stå i 10 minutter.
5. Tøm ut acetonet.
6. Gjenta pkt 1-5 én gang til.
7. La prøvene lufttørke.

Dersom prøvene inneholder *ristede* soyabønner skal prøvene avfettes på følgende måte:
Pkt 1-3 følges likt fra forrige avfettingsprosedyre.

4. Rist glasset 10 ganger.
5. Tøm ut acetonet.
6. Fyll glasset med ny aceton og la prøvene ligge i 12 timer.
7. Tøm ut acetonet.
8. La prøvene lufttørke.

Fyll poseholderen:

Poseholderen består av 9 brett med plass til 3 poser pr. brett. Plasser de lufttørkede posene i brettene. De 3 første plasseres i utdypningene på det første brettet. De neste 3 plasseres i brett nr 2 osv. Brettene roteres 120° i forhold til hverandre. Brett nr 9, det øverste brettet, skal være tomt. Dette fungerer som et lokk for de 8 andre brettene.

PROSEDYRE PÅ ANKOM

NB! Kammeret må ha romtemperatur før analysen kan settes i gang.

1. Skru på Ankom.
2. Plasser poseholderen i kammeret.
3. Sett topploddet på plass.
4. Tilsett maks 2,0 liter ADF-løsning.
5. Trykk inn **HEAT** og **AGITATE**-knappene. Se i kammeret at prøveholderen er i bevegelse.
6. Lukk igjen lokket.
7. La det stå i 60 minutter.
8. Slå av **HEAT** og **AGITATE**.

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Michel Brunos Berg	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 03.2012	Revisjon 06.2018	Erstatter 03.2012	Dokumentnavn 1037_Arb_ADF om (askekorrigert)_ NOom.docx	Side 3/5

9. **NB!!!** ÅPNE AVLØPSKRANA OG TØM KAMMERET FOR LØSNING OG FOR Å FJERNE OVERTRYKKET.

10. Åpne lokket til kammeret.

11. Lukk avløpskranen.

Skylling:

1. Tilsett 1,9-2,0 liter 70-90°C vann.

OBS: Dersom **HEAT**-knappen ikke slås på kan lokket stå åpent under rensing.

Skrur du den på **må** lokket igjen. (Valgfri metode).

2. Trykk inn **AGITATE**-knappen og la det stå 5 minutter.

3. Åpne avløpskrana sakte og la rensenvannet tømmes.

4. Gjenta pkt. 1-3 for 2.vask.

5. Tilsett 1,9-2,0 liter 70-90°C vann.

6. **IKKE** trykk inn **HEAT**-knappen. Trykk inn **AGITATE**-knappen og la den 3.

vasken stå i 5 minutter. **NB!** Før kammeret tømmes den 3. gangen skal pH sjekkes.

Dersom pH ikke er nøytral fortsettes vask til nøytral pH er oppnådd.

Videre prosedyre:

1. Åpne lokket og ta ut poseholderen.

2. Legg prøvene i et 250ml begerglass.

3. Press forsiktig med hånden ut overflødig vann og tøm begerglasset for vannet.

4. Tilsett aceton nok til å dekke prøvene og la prøvene ligge i 3-5 minutter.

5. Hell ut acetonet.

6. Press forsiktig med hånden ut overflødig aceton og tøm begerglasset.

7. La posene lufttørke til de er helt fri for aceton.

8. Legg posene i tørkeskap ved 102°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) i 2-4 timer.

9. Legg posene direkte i Desiccant Pouch zip poser.

10. Flat ut zip posen så mye som mulig for å fjerne så mye luft som mulig.

11. La prøvene avkjøles til romtemperatur. (Ca.10-15min).

12. Vei av prøvene og registrer vekta (W_2).

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Michel Brunet Berg	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 03.2012	Revisjon 06.2018	Erstatter 03.2012	Dokumentnavn 1037_Arb_ADF om (askekorrigert)_ NOom.docx	Side 4/5

Foraskning

1. Merk telleglasset med prøvens nummer
2. Vei telleglasset og noter vekta (W_3)
3. Legg posen oppi telleglasset og sett prøven(e) i foraskningsovnen

NB! Nummereringen forsvinner under foraskningen.

Merk deg derfor hvordan du plasserer prøvene.

4. Sjekk at foraskningsovnen er stilt inn på riktig temperatur (550 °C) og start oppvarmingen. La prøvene stå til foraskning i min. 4 timer, maks 20 timer
5. La de avkjøles litt i romtemperatur.
6. Foraskede prøver settes i eksikator (med aktivt tørkemiddel) til avkjøling.
7. Når temperaturen på prøvene er blitt stabil (romtemperatur) veies prøvene (W_4).

7. Beregning av analyseresultatet

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

W_0 = vekt av pose (g) - posevekt

W_1 = vekt av innveid prøve (g)

W_2 = vekt av prøve + pose etter tørking (g) - tørrvekt

W_3 = telleglass (g)

W_4 = vekt av forasket prøve + telleglass (g)

F = posekorrigeringsfaktor = 0,9987

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet Michel Brunnes Berg	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 03.2012	Revisjon 06.2018	Erstatter 03.2012	Dokumentnavn 1037_Arb_ADF om (askekorrigert)_ NOom.docx	Side 5/5