

4.4.1.d 過塩素酸法

(1) 概要

この試験法はシリカゲル肥料を含まない肥料に適用する。この試験法の分類は Type E であり、その記号は 4.4.1.d-2017 又は S-Si.d-1 とする。

分析試料に塩酸(1+23)を加えて抽出し、過塩素酸を加えて加熱し、生じた無水けい酸の質量(SiO_2)を測定し、分析試料中の塩酸(1+23)可溶性けい酸(可溶性けい酸(S-SiO₂))を求める。

(2) 試薬等

- a) **塩酸**: JIS K 8180 に規定する特級又は同等の品質の試薬。
- b) **過塩素酸**: JIS K 8223 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

(3) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

- a) **恒温上下転倒式回転振り混ぜ機**: $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ に調節できる恒温槽内に設置された 250 mL 全量フラスコを毎分 30 回転～40 回転で上下転倒して回転させられるもの。
- b) **ホットプレート**: 表面温度 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ まで調節できるもの。
- c) **電気炉**: $1000\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ に調節できるもの。
- d) **るつぼ**: JIS R 1301 に規定する化学分析用磁器るつぼを $1000\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ の電気炉で加熱した後、デシケーター中で放冷し、質量を 1 mg の桁まで測定しておく。

(4) 試験操作

(4.1) 抽出 抽出は、次のとおり行う。

- a) 分析試料 1 g を 1 mg の桁まではかりとり、250 mL 全量フラスコに入れる。
- b) 約 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ に加温した塩酸(1+23)約 150 mL を加え、毎分 30 回転～40 回転($30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$)で 1 時間振り混ぜる。
- c) 速やかに冷却した後、標線まで水を加える。
- d) ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

備考 1. (4.1)の操作で得た試料溶液は、附属書 B に示した成分にも適用できる。

(4.2) 測定 測定は、次のとおり行う。

- a) 試料溶液の一定量を 100 mL トールビーカーにとる。
- b) 過塩素酸約 10 mL を加え、ホットプレート上で加熱する。
- c) 過塩素酸の白煙が発生するようになったら、時計皿で覆い、15 分間～20 分間加熱して二酸化けい素の沈殿を生成させる。
- d) 放冷後、塩酸(1+4)約 50 mL を加え、時計皿で覆い、ホットプレート上で $70\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ で数分間加熱する。
- e) 加熱後、直ちにろ紙 5 種 C でろ過し、容器を加温した塩酸(1+10)で洗浄して沈殿を全てろ紙中に移し入れる。
- f) 沈殿及びろ紙を加温した塩酸(1+10)で 2 回洗浄し、更に熱水で数回洗浄する⁽¹⁾。
- g) 沈殿をろ紙ごとるつぼに入れる。

- h) るつぽを乾燥器に入れ、約 120 °C で 1 時間乾燥する。
- i) 放冷後、るつぽを電気炉に入れ、穏やかに加熱して炭化させる⁽²⁾。
- j) 1000 °C～1100 °C で 1 時間強熱する⁽²⁾。
- k) 強熱後、るつぽをデシケーターに移して放冷する。
- l) 放冷後、るつぽをデシケーターから取り出し、その質量を 1 mg の桁まで測定する。
- m) 次の式より分析試料中の可溶性けい酸(S-SiO₂)を算出する。

$$\begin{aligned} & \text{分析試料中の可溶性けい酸(S-SiO}_2\text{)(\% (質量分率))} \\ & = A \times (V_1/V_2)/W \times 100 \end{aligned}$$

A : 沈殿の質量(g)

W : 分析試料の質量(g)

V_1 : (4.1)c)における試料溶液の定容量(mL)

V_2 : (4.2)a)における試料溶液の分取量(mL)

注(1) ろ液に塩化物の反応がなくなるまで行う。

(2) 炭化及び灰化操作例: 室温から約 250 °C まで 30 分間～1 時間で昇温した後 1 時間程度加熱し、更に 1000 °C～1100 °C まで 1 時間～2 時間で昇温する。

参考文献

- 1) 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.143～144, 養賢堂, 東京 (1988)

(5) **可溶性けい酸試験法フローシート** 肥料中の可溶性けい酸試験法のフローシートを次に示す。

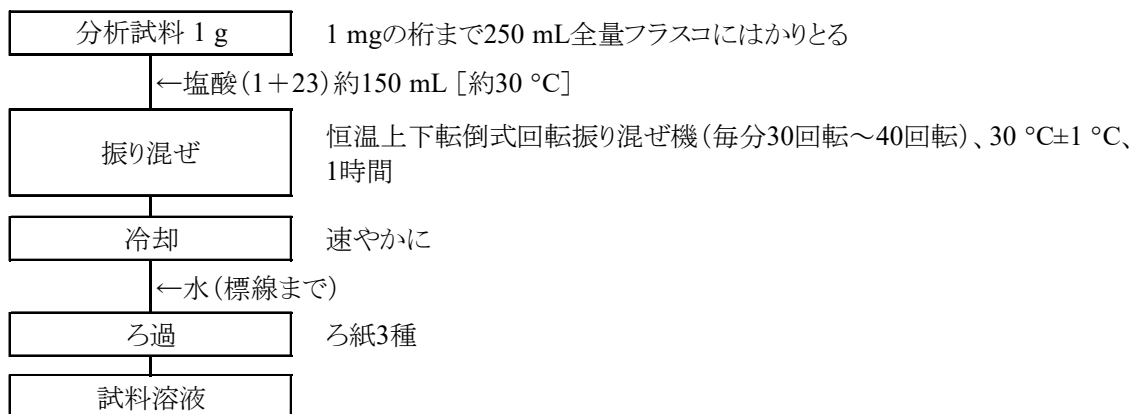


図1 肥料中の可溶性けい酸試験法フローシート(抽出操作)

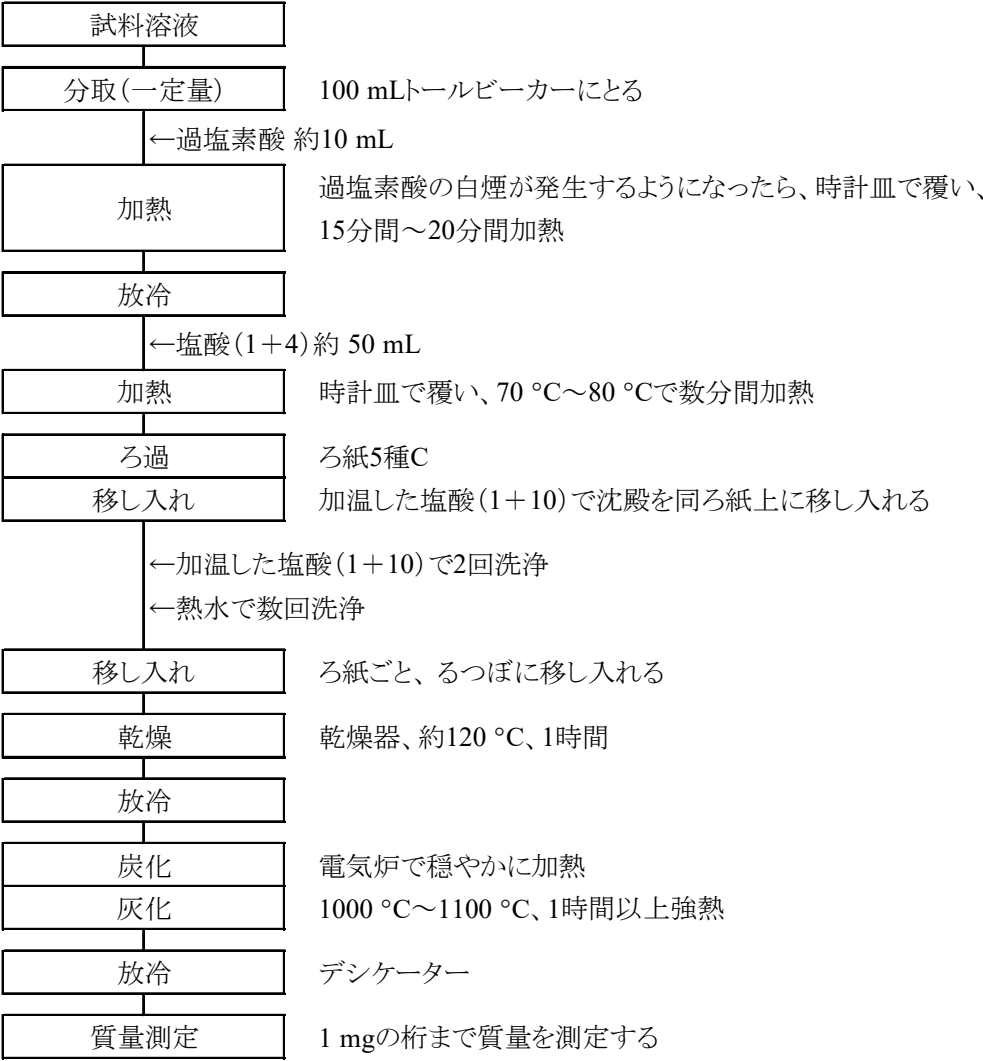


図2 肥料中の可溶性けい酸試験法フローシート(測定操作)