4.4.1 可溶性けい酸

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($S\text{-}SiO_2$))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 °C±1 °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できるもの。

b) ホットプレート: 表面温度 250 °C まで調節できるもの。

c) 電気炉: 1000 °C～1100 °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 °C～1100 °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 °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 °C±1 °C)で 1 時間振り混ぜる。

c) 速やかに水浴中等で冷却した後、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 °C～80 °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） るつぼを乾燥器に入れ、約 120 °C で 1 時間乾燥する。

i） 放冷後、るつぼを電気炉に入れ、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、るつぼをデシケーターに移して放冷する。

l） 放冷後、るつぼ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（$S\text{-}SiO_2$）を算出する。

分析試料中の可溶性けい酸（$S\text{-}SiO_2$）（%（質量分率））

$= A \times (V_1/V_2)/W \times 100$

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。

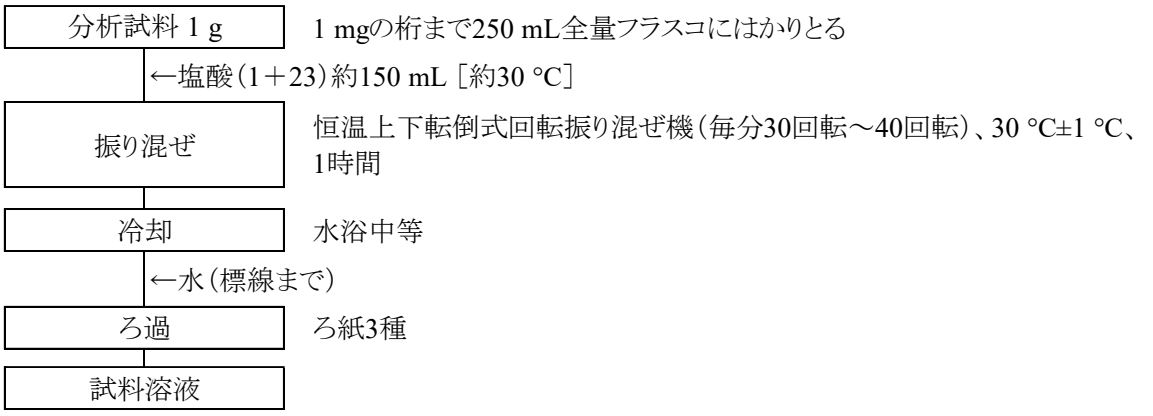


図1　肥料中の可溶性けい酸試験法フローシート（抽出操作）

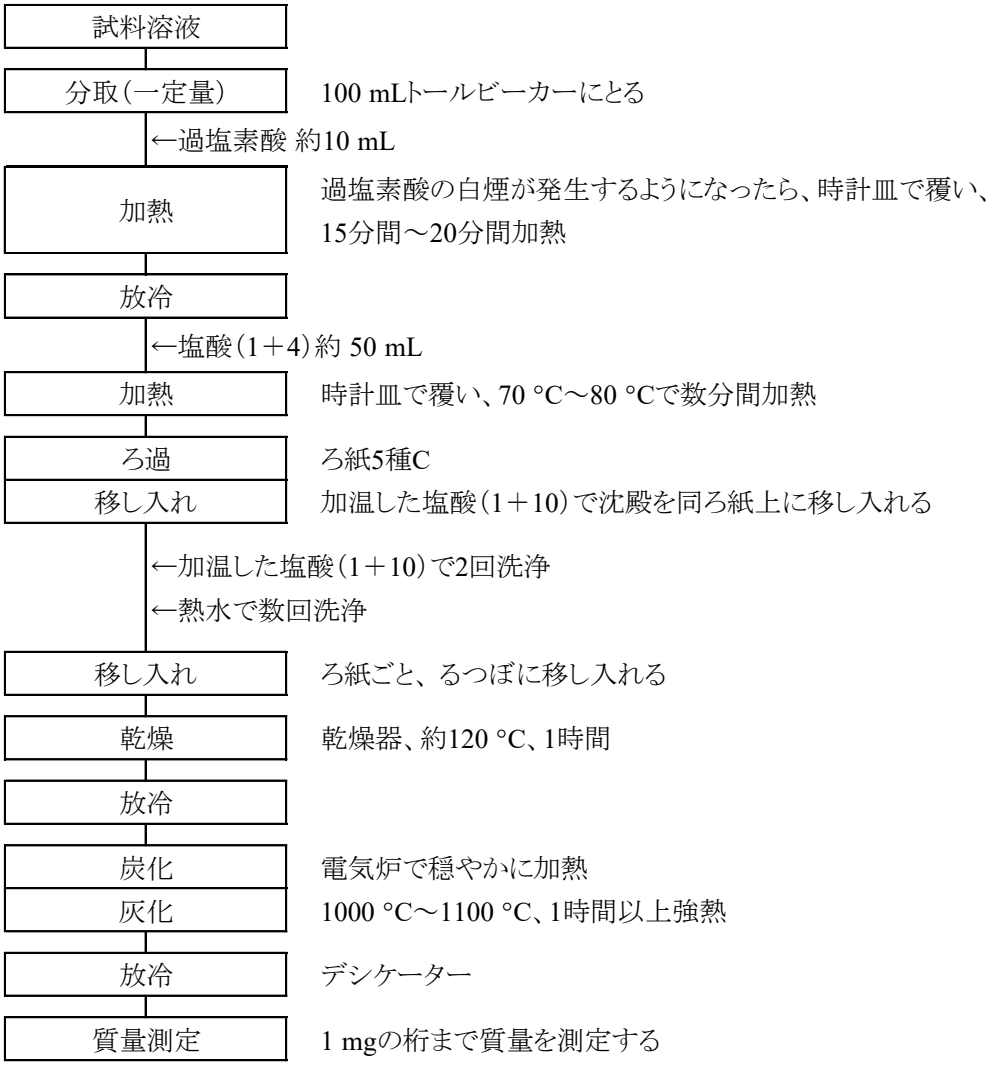


図2　肥料中の可溶性けい酸試験法フローシート（測定操作）