

## アルミニウム箔を利用した乾式灰化による水稻及び小麦茎葉中珪酸の定量

中島 秀治・大野 康雄\*

(東北農業試験場・\*岩手県立農業短期大学校)

Determination of Silicon Dioxide in Rice and Wheat  
Plants by Dry Degradation Using the Aluminum Foil  
Hideharu NAKAJIMA and Yasuo OHNO\*

(Tohoku National Agricultural Experiment Station)  
\*Iwate-ken Agricultural Junior College

### 1 はじめに

水稻及び小麦体中珪酸濃度は、病虫害抵抗性、耐倒伏性等の指標として活用されている。著者らは農業改良普及所や農業協同組合などの実験室における水稻及び小麦茎葉中珪酸定量分析法として、一般家庭用アルミニウム箔 (Al箔)<sup>1)</sup> を利用した乾式灰化による分析手法 (本法) を確立したので報告する。

### 2 試験方法

(1) 試料 水稻は東北農業試験場 (厨川)、小麦は岩手県農業試験場県南分場のそれぞれの試験区圃場から採取し風乾後粉碎して用いた。試料秤量に当たっては、試料容器中で上下に葉匙で良くかき混ぜて用いた。

しかし、実際の現場実験室においては、作物体の止葉葉身等の試料を田畑より採取し、直接 Al 箔容器とともに秤量して分析試料とすれば良いと考えられる。

(2) 装置 Sartorius A200S型分析天秤、池田MFP-400N型マッフル炉及びヤマト科学DZ-2型電気定温器。

(3) Al 箔の成形 Al 箔を6.5×26cmに切断し直径1.9×13cm型試験管の曲面を利用して一重または二重壁容器に成形し、手製針金製試験管立てに立て使用した。

Al 箔は、試料採取量やマッフル炉の大きさに応じて様々な成形でき、しかも耐熱温度が約700℃もあり、Al 箔と酸化アルミニウムの重量差は少ないので、灰化時の試料揮散に注意さえすれば、様々な成形及び利用方法があると考えられる。

#### (4) 試薬

1) 酢酸マグネシウム・メチルアルコール液 100ml 三角フラスコに水15ml採り、酢酸マグネシウム [Mg(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O] 2.5g及び水酢酸 [CH<sub>3</sub>COOH] 0.2 mlを添加し溶解する。次にメチルアルコール [CH<sub>3</sub>OH] を加えメスシリンダーを用いて100mlとした。

2) 塩酸液 塩酸 [HCl] 100mlに対し水1 lの比率で混合し1~3 l三角フラスコ保存した。

3) 水 純水を用いた。

(5) 分析操作 あらかじめ重量を求めたAl 箔容器に試料1~2gを採り、重量を正確に求めた。電気定温器に入

れ105℃で24時間加熱した。約5~10分間放冷し重量を正確に求めた。次に酢酸マグネシウム・メチルアルコール液を試料約1gにつき約1mlの比率で添加し1~2時間放置した後、乾燥器等に入れ1~2時間風乾した。マッフル炉に入れ250~300℃で約1時間、500~550℃で3~5時間加熱し灰化した。マッフル炉からA1容器を取り出し、灰化物が灰色を呈しない場合は、水0.2~0.5mlを滴下して再びマッフル炉へ入れ灰化を続けた。試料の大部分が灰色を呈したと考えられる時点で灰化作業を中止し放冷した。約100ml広口ビンに東洋濾紙NO.6を折り込み、水を滴下して濡し、濾紙上にA1箔中の灰化物を静かに葉匙や刷毛を用いて全部を移した。70~80℃塩酸液を約5mlずつ3回駒込ピペット等を用いて洗浄し、続いて約70℃熱水を洗ビン等に入れて濾紙及び灰化物を3回以上洗浄し塩酸を完全に洗い落とした。濾紙上の水が完全に落下した後、若干風乾して、あらかじめ重量を求めた二重壁A1容器に濾紙と残査を移した。再びマッフル炉に入れ、250~300℃1時間、500~550℃3~5時間加熱した。放冷後0.2~0.5ml水を滴下し500~550℃2~3時間加熱し、残査が灰白色になるまで、水滴下と加熱を繰り返して、灰化作業を終了した。マッフル炉から出してから5~10分後に試料及びAl容器の重量を正確に測定した。各々の重量差から水分・乾物・二酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub>) の各重量を求め百分率で表した。

標準法として硝酸・過塩素酸分解法<sup>2)</sup>を用いた。

### 3 結果

(1) 空試験値 濾紙中灰分が本法の空試験値で定量限界となるので、濾紙中灰分定量値と分析精度を求めた。

結果は、表1に示したが、東洋濾紙NO.6の場合、ロット5検体で4±3mg、それぞれのロット中バラツキは0.3±0.2mgであった。分析試料1gを採取した時、SiO<sub>2</sub>1%以上の珪酸が試料中に含有している場合は、同一ロット濾紙を用い、空試験値の平均値を試料定量値から差し引くことによって有効数字2桁までは求められると考えられる。

(2) 本法と硝酸・過塩素酸分解法の比較 小麦茎葉及び穂を用い本法と硝酸・過塩素酸分解法<sup>2)</sup>で珪酸を定量し、本法での珪酸回収量を検討した。

結果は表2に示したが、茎葉及び穂中珪酸の定量値は本

表1 濾紙の灰分定量 (乾物)

ロット No.	濾紙の灰分重量 (mg)			空試験値(%) *1	
	$\bar{X}$	Sx	CV*2	$\bar{X}$	Sx
1	3.6	0.2	5.6	0.36	0.02
2	3.3	0.3	9.1	0.33	0.03
3	1.8	0.1	5.6	0.18	0.01
4	2.7	0.4	14.8	0.27	0.04
5	8.5	0.5	5.9	0.85	0.05

注. \*1. 試料1g採取した時の濾紙灰分の影響  
\*2. CV: 変動係数% n=5  
濾紙: 東洋濾紙No.6 直径 9cm

表2 小麦体中珪酸の本法と硝酸・過塩素酸分解法の比較 (乾物 SiO<sub>2</sub>%)

品 種	茎 葉				穂			
	法		HNO <sub>3</sub> ・HClO <sub>4</sub> 法		法		HNO <sub>3</sub> ・HClO <sub>4</sub> 法	
	1	2	合計	合計	1	2	合計	
ナンブ	6.31	6.39	tr	6.39	2.74	2.76	tr	2.76
キタカミ	7.26	6.75	0.51	7.26	4.01	3.88	0.14	4.02
コユキ	9.53	8.94	0.61	9.55	3.58	3.62	tr	3.62
ハチマン	8.71	8.89	tr	8.89	3.43	3.81	0.07	3.88

注. 1, 2: 回収回数 採取時期; 収穫期

表3 稲体中珪酸の分析精度 (乾物 SiO<sub>2</sub>%)

稲 体 部 位	本法 *1			HNO <sub>3</sub> *2 HClO <sub>4</sub> 法
	$\bar{X}$	Sx	CV	$\bar{X}$
茎葉 *3	13.2	0.12	0.92	11.9
茎	8.99	0.11	1.2	7.71
葉	22.1	0.18	0.82	21.6
葉柄	21.5	0.07	0.33	20.3
枝梗	13.5	0.19	1.4	13.2
籾殻	22.8	0.19	0.82	22.7
穂	4.99	0.084	1.7	4.68

注. \*1 n=5, \*2 n=2, \*3 ひこばえ  
品種 たかねみのり

表4 小麦体中珪酸の分析精度 (乾物 SiO<sub>2</sub>%)

小麦体 部 位	*3 採 取 月 日	本法 *1			HNO <sub>3</sub> *2 HClO <sub>4</sub> 法
		$\bar{X}$	SX	CV	$\bar{X}$
茎 葉	12.13	2.68	0.083	3.1	2.28
"	4.16	5.95	0.19	3.2	5.50
"	6.25	10.3	0.44	4.3	9.80
穂	6.25	4.09	0.12	3.0	3.97

注. \*1 n=5, \*2 n=2, \*3 平成2年度産  
品種 コユキコムギ

法と硝酸・過塩素酸分解法と良く一致し、本法による珪酸の濾液への溶解は無視できるものと考えられた。

(3) 分析精度 本法による分析精度を検討した。結果は、水稻の場合を表3に、小麦の場合を表4に示した。分析精

表5 稲体中珪酸の時期別含有量 (乾物 SiO<sub>2</sub>%)

稲 体 部 位	採 取 期	本 法		HNO <sub>3</sub> HClO <sub>4</sub> 法
		1回目	2回目	1回目
茎 葉	生育期 1	7.92	7.69	7.81
"	" 2	7.80	7.85	7.83
"	幼穂形成期	8.04	8.13	8.09
"	出穂揃期	11.5	11.5	11.5
"	出穂後20日	14.8	14.4	14.6
"	収 穫 期	13.6	14.6	14.1
穂	出穂揃期	9.21	9.56	9.39
"	出穂後20日	6.14	5.72	5.93
"	収 穫 期	5.00	4.90	4.99

注. あきたこまち, 分析日は1回目から2回目までは約1か月間の時差がある。

度CV%は、水稻が0.2~2%, 小麦が3~4%で、作物体中珪酸含有量が高くなるに従って分析精度が向上し、低くなるに従って悪化する傾向が認められた。また本法と硝酸・過塩素酸分解法の珪酸定量値は良く一致した。

(4) 稲体中珪酸の時期別含有量 本法の実験試料への応用を検討した。

結果は表5に示した。稲体中珪酸を本法で定量すると、稲体中珪酸含有量の時期別変化が十分解析できた。

しかし玄米中には珪酸含有量が1%以下で本法の適用は困難であった。

#### 4 ま と め

本法の分析精度はCV5%以下で、正確さは硝酸・過塩素酸分解法とほぼ同等であった。本法の定量操作時間は、著者らが使用したマッフル炉を用いた場合、50~100点の試料でA1成形からデータ処理まで、4~6日間であった。農業生産現場等に近い実験室において本法による利活用が期待できる。

#### 引 用 文 献

- 1) 中島秀治. 1986. アルミニウム箔を利用した土壌及び作物体中の水分・灰分・灼熱減量の逐次定量. 東北農業研究 39: 141-142.
- 2) 農林水産省農蚕園芸局農産課編. 1979. 珪酸 土壌環境基礎調査における土壌水質及び作物体分析法 p. 170-171.