

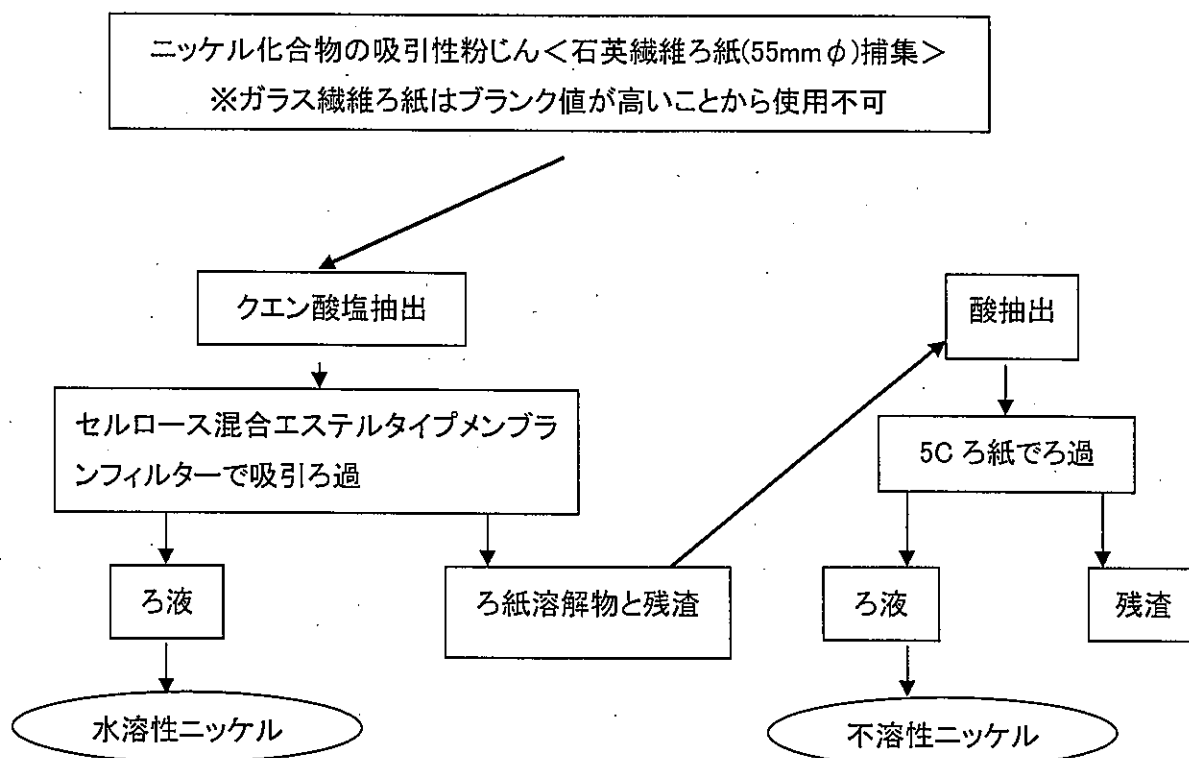
## ニッケル化合物の分析測定方法について

直径 100  $\mu\text{m}$  以下の粒子状のニッケル化合物を対象に石英繊維ろ紙とセルロースエステルメンブランフィルターについて分析方法を検討した。クエン酸アンモニウム溶液 (pH4.4) を使用し、 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  で 60 分間の超音波攪拌で水溶性ニッケル化合物を抽出し、その後さらにフィルター溶解物と残渣を混酸処理して不溶性ニッケルを対象とし、ICP-AES による分析が可能であることを確認した。

本分析方法により作業環境測定 (A 測定: 173L/10min. 採気) で水溶性ニッケルの許容濃度の 1/10 を確実に測定分析できることが確認された。また、試料の保存安定性は抽出操作後の 8 日目であっても略 100% の保存性が認められた。

したがって、本法はニッケル化合物の作業環境測定方法として適用することが可能であると判断された。なお、当方法によれば不溶性ニッケルについてもその許容濃度の 1/10 の測定分析が可能であることが確認された。

図1 ニッケル化合物(ニッケルカルボニルを除き粉状の物に限る)の分析フロー



(平成24年度新たな作業環境測定方法の実証的検証事業報告書より抜粋)

別紙

ニッケル化合物分析法

<p>構造式: Ni</p>	<p>CAS No.: 7440-02-0</p>
<p>許容濃度等</p> <p>日本産業衛生学会 水溶性: 0.01mg/m<sup>3</sup> 不溶性: 0.1mg/m<sup>3</sup></p> <p>ACGIH 金属 : 1 mg/m<sup>3</sup> 可溶性化合物 : 0.1 mg/m<sup>3</sup> 不溶性化合物 : 0.2 mg/m<sup>3</sup> 亜硫酸ニッケル : 0.1 mg/m<sup>3</sup></p> <p>有害大気汚染物質指針(環境省) ニッケル化合物 : 0.025 μgNi/m<sup>3</sup></p> <p>作業環境測定 管理濃度 : 0.1 mg/m<sup>3</sup></p>	<p>分子量 : 58.69 比重 : 8.85~8.9 沸点 : 2,730~3,075°C 融点 : 1,453~1,455°C 水への溶解度: g/L (18~20°C)</p> <p>可溶性ニッケル化合物 塩化ニッケル : 642 硝酸ニッケル : 485 硫酸ニッケル : 275 不溶性ニッケル化合物 炭酸ニッケル : 0.093 水酸化ニッケル: 0.013 硫化ニッケル : 0.004</p>
<p>サンプリングと分析フロー</p>	
<p>捕集ろ紙: 石英繊維ろ紙(東京ダイレック 2500 QA T-UP、55mm φ) 捕集速度: 17.3L/min(面速 19cm/s) 50mL 共栓試験管中に裁断して入れる(セラミック製鉢使用)</p> <p>↓</p> <p>クエン酸アンモニウム溶液(pH4.4)10mL 中に 37°C ±2°Cで 60 分間超音波攪拌</p> <p>↓</p> <p>メンブランフィルター アスピレータ吸引ろ過</p> <p>↓</p> <p>ろ液 クエン酸アンモニウム溶液にて 25ml メスアップ(水溶性ニッケル試験溶液とする)</p> <p>↓</p> <p>残ったフィルター(石英繊維ろ紙とメンブランフィルター)90°C以上で 2 時間抽出(時々振とう)</p> <p>↓ ← 混酸(6M HNO<sub>3</sub>:4M HCl=1:1) 20mL</p> <p>ろ過 ろ紙 5C 使用</p> <p>↓</p> <p>50mL に超純水でメスアップ(不溶性ニッケル試験溶液とする)</p> <p>↓</p> <p>ICP-AES にて測定</p> <p>※クエン酸アンモニウム溶液 クエン酸二アンモニウム 17g、クエン酸一水和物 5g を純水に溶解させ 1000mL にメスアップ。必要に応じてアンモニアやクエン酸で pH を 4.4 に調整する。</p>	<p style="text-align: center;">分析</p> <p>分析条件 機器 : ICP-AES VISTA PRO 測定波長 : 221.648nm 内部標準 : Yb(328.937) 定量法 : 内部標準補正法 RF パワー : 1.30kW プラズマフロー : Ar(16.5L/min)</p> <p style="text-align: center;">精度</p> <p>定量下限値 液濃度として 4.2 μg/L 25mL メスアップ 173L 採気時: 0.0006mg/m<sup>3</sup></p>