

水素化リチウム 測定分析手法検討結果

1. 目的

水素化リチウム (LiH CAS 番号 7580-67-8) のばく露防止及び保護措置における管理濃度は現在未設定である。許容濃度は、日本産衛学会は未設定であるが、ACGIH は TLV-TWA が $0.025\text{mg}/\text{m}^3$ に設定されている¹⁾。本検討では、ACGIH で示された許容濃度 $0.025\text{mg}/\text{m}^3$ (as Li $0.022\text{mg}/\text{m}^3$) の 1/1000 相当の濃度を検出可能な分析方法について確立することを目的とする。

2. 水素化リチウムの物性などについて

水素化リチウムの物性および許容濃度を表 1 に示す¹⁾。

水と反応して水酸化リチウムを生成し、水中では Li イオンとして存在する。

表1 物性および許容濃度

物質名	水素化リチウム
別名	リチウムハイドリド
化学式	LiH
分子量	7.95 Li → 6.94
CAS番号	7580-67-8
外観	白色-灰色
密度	$0.82\text{g}/\text{cm}^3$ Merch
沸点	850°C 分解
融点	680°C
蒸気圧	データなし
溶解性	水と反応 $\text{LiH} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{LiOH} + \text{H}_2$
許容濃度	日本産衛学会 未設定
	ACGIH TLV-TWA $0.025\text{mg}/\text{m}^3$

3. 分析方法に関する文献調査および予備検討

リチウム (Li) の分析方法は、OSHA ID-121 に示されている²⁾。これによれば、孔径 $0.8\mu\text{m}$ の混合セルローズエステル (Mixed cellulose ester、MCE) フィルターを用いて水素化リチウムを捕集し、脱イオン水にて溶出、これをフレイム原子吸光光度計あるいは ICP-OES を用い Li として測定を行う。

ここでは、ICP-OES に比べて定量下限値が優れており³⁾、操作が単純であること、ランニングコストが安価であることなどから、グラファイト炉原子吸光法にて検討を行った。LiH への濃度換算は、グラファイト炉原子吸光光度法による Li の分析結果を 1.136 倍して求める。

3-1. バックグラウンド補正

原子吸光法における Li の分析線は波長 670.8nm であり、長波長側であることから通常バックグラウンド吸収はほとんど無いとされている。しかし、試料のマトリクスによっては、バックグラウンド吸収が存在する⁴⁾ことが知られている。精確な分析を行うためには、バックグラウンド補正機能として、ゼーマン分裂補正方式や自己反転補正方式を備えた原子吸光光度計が推奨される。ここでは、ゼーマン分裂補正方式をバックグラウンド吸収の補正に採用しているグラファイト炉原子吸光光度計により検討を行った。

4. 分析方法

4-1. 試薬

検討には表 2 に示す試薬を使用した。

表2 試薬詳細

試薬	メーカー	グレード	純度
イオン交換水	メルク株式会社	超純水	18.3MΩ・cm
Li標準溶液 (1000 μg/mL)	関東化学株式会社	原子吸光用	
水素化リチウム(固体)	和光純薬工業株式会社	特級	95%
硝酸	関東化学株式会社	Ultrapure-100	69%
塩化ストロンチウム六水和物	和光純薬工業株式会社	原子吸光用	99%

1) Li 標準原液

関東化学株式会社製の Li 標準溶液 (1000 μg/mL 炭酸リチウム 0.01mol/L 硝酸酸性) を標準原液として用いた。

2) Li 標準溶液

検量線に用いる標準溶液は、1)の標準原液を用いて、表2の硝酸の4%溶液(表2の硝酸40mLをとり、イオン交換水で100mLとしたもの)で適宜希釈して調製した。なお、単に4%硝酸溶液と示したものは、表2の硝酸の4%溶液を示す。

3)干渉抑制剤として、ストロンチウム (Sr) を用いた。原子吸光用試薬の塩化ストロンチウム六水和物より 2% Sr 溶液を調製した。使用時には、これより 1mL をとり、硝酸 0.4mL を加えて 10mL とした。以後 0.2% S r 溶液と表記する。なお、本溶液は、必ず 4%硝酸溶液とする。硝酸の添加を忘れると バックグラウンド吸収が増大する。

4-2. 測定条件

グラファイト炉原子吸光光度計による一般的な測定条件を表3に示す。試料の再現性が10%を超える場合、温度プログラムの温度、時間を微調整する。なお、後述するが化学修飾剤を用いた場合には、別途測定条件を示す。

表3 装置および測定条件

装置	日立ZA3300形原子吸光光度計	
原子化方法	グラファイト炉	
BKG補正	ゼーマン分裂補正方式	
分析波長	670.8nm	
ランプ電流値	10.0mA	
スリット	0.4nm	
キュベット種類	パイロチューブCHR	
加熱制御方法	光温度制御	
試料注入量	20 μL	
	温度プログラム	
ステージ	温度 (°C) / 時間 (s)	ガス流量(mL/min)
乾燥	50-110°C 60s	200
	110-300°C 30s	200
灰化	600°C 20s	200
原子化	2700°C 5s	10
クリーン	2800°C 4s	200

4-3. 捕集条件と試料前処理

OSHA ID-121 において水素化リチウムの捕集は、混合セルロースエステルフィルター（MCE フィルター孔径 $0.8\mu\text{m}$ 、 37mm ）を用い（Part No.MAWP037 A0 メルク社）、 $2\text{L}/\text{min}$ にて 240 分間環境空気を吸引し捕集を行なっている。測定試料の調製は、フィルターを取り出し、テフロン製のビーカーに移した後、イオン交換水 15mL を用いて 5 分間溶出を行なう。その後、不溶物が認められる場合には、孔径 $0.45\mu\text{m}$ の MCE フィルターにより、試料をろ過し、最終的に 25mL に定容することとしている。ここでは、図 1 に示したように、 5mL のイオン交換水で Li を溶出し、ろ過後ろ液に 0.4mL の硝酸を加え、容積計量器に試料を移して、イオン交換水により 10mL に定容する。なお、リチウムは水と反応してアルカリ性を示す。容器はガラス製を避ける必要がある。

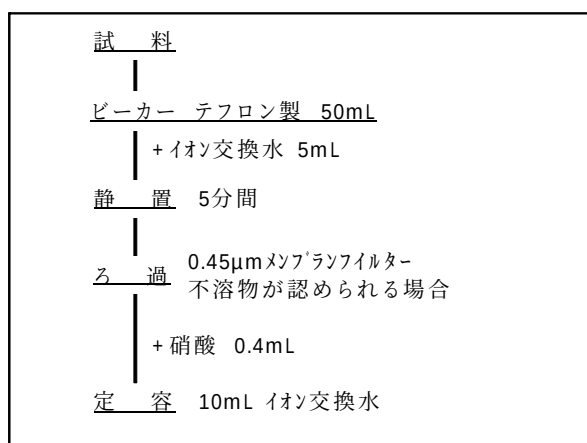


図1 水素化リチウムの前処理方法

5. 検討結果

5-1. 検量線の直線性確認

グラファイト炉原子吸光光度計を用い、Li 標準溶液 $0-0.008\mu\text{g}/\text{mL}$ ($0-8.0\text{ng}/\text{mL}$) の検量線の直線性を確認した。図 2 に検量線、表 4 に Li の原子吸収信号のピーク高さ値を示す。Li 検量線の直線範囲は $0-0.004\mu\text{g}/\text{mL}$ ($0-4.0\text{ng}/\text{mL}$) であり、 $0-0.004\mu\text{g}/\text{mL}$ ($0-4.0\text{ng}/\text{mL}$) の相関係数 (R^2) は 1.000 であった。また、後述するが、ナトリウム (Na) を Li と共存させると、フレイム原子吸光法と同様 Li の原子吸収信号が正の干渉を受けた。これより干渉抑制剤として $0.2\%\text{Sr}$ 溶液を原子吸光光度計の試薬添加機能により試料へ $10\mu\text{L}$ 添加し、検量線の作成を行った。測定の結果得られた Li の原子吸収信号のピーク高さ値を表 5 に示し、検量線を図 3 に示した。また、測定条件を表 6 に示した。Li の原子吸収信号の大きさは、 $0.2\%\text{Sr}$ 溶液を加えない場合と比べて同程度であり、検量線の直線範囲も 4% 硝酸酸性下で作成した場合と同様 $0-0.004\mu\text{g}/\text{mL}$ ($0-4.0\text{ng}/\text{mL}$) であった。また、相関係数 (R^2) も 1.000 であった。

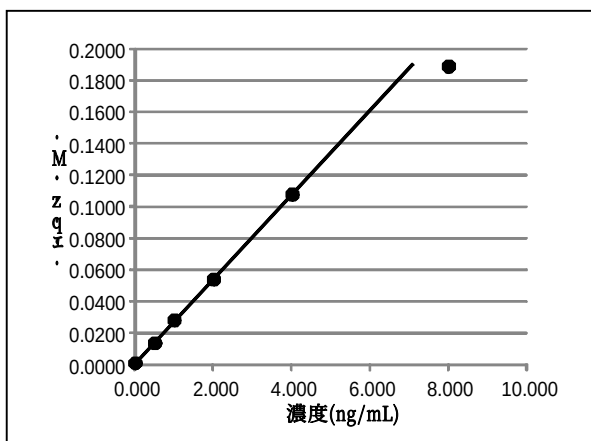


図2 4%硝酸酸性における Li 検量線の一例

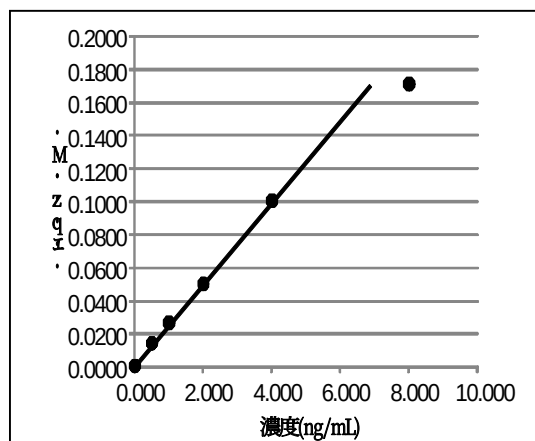


図3 4%硝酸酸性 (0.2% Sr 溶液添加) における Li 検量線の一例

表4 ピーク高さ値 (4%硝酸酸性)

濃度 (ng/mL)	原子吸収 信号
0.000	0.0012
0.500	0.0138
1.000	0.0284
2.000	0.0544
4.000	0.1081
8.000	0.1889

表5 ピーク高さ値 (4%硝酸+0.2% Sr 溶液添加)

濃度 (ng/mL)	原子吸収 信号
0.000	0.0010
0.500	0.0147
1.000	0.0268
2.000	0.0507
4.000	0.1010
8.000	0.1716

表6 装置および測定条件

装置	日立ZA3300形原子吸光光度計	
原子化方法	グラファイト炉	
BKG補正	ゼーマン分裂補正方式	
分析波長	670.8nm	
ランプ電流値	10.0mA	
スリット	0.4nm	
キュベット種類	パイロチューブCHR	
加熱制御方法	光温度制御	
試料注入量	20 μL	
化学修飾剤	塩化ストロンチウム(as Sr 2000mg/L) 10 μL	
修飾剤注入法	連続注入	
温度プログラム		
ステージ	温度(℃) / 時間(s)	ガス流量(mL/min)
乾燥	50-110℃ 65s	200
	110-300℃ 30s	200
灰化	600℃ 20s	200
原子化	2800℃ 5s	10
クリーン	2900℃ 4s	200

5-2. 検出限界および定量下限値の確認

4%硝酸酸性にて Li 標準溶液 0-0.004 μ g/mL (0-4.0ng/mL) を調製して検量線を作成し、Li 濃度 0.0005 μ g/mL (0.5ng/mL) を 5 検体繰り返して測定、検出限界および定量下限値を求めた。検出限界は、Li の原子吸収信号のピーク高さ値より算出した濃度の標準偏差の 3 倍、定量下限濃度は標準偏差の 10 倍として算出した(表7)。Li 濃度 0.0005 μ g/mL (0.5ng/mL) 溶液の 5 回繰り返した定量値の変動係数は 4.52%、Li の検出限界 (3σ) は 0.000072 μ g/mL (0.072ng/mL)、定量下限値 (10σ) は 0.000241 μ g/mL (0.241ng/mL) であった。

表7 Liの検出限界及び定量下限値(4%硝酸酸性)

No.	濃度 (ng/mL)	平均濃度 (ng/mL)	標準偏差 (σ)	変動係数 (CV%)	検出限界 (3σ) (ng/mL)	定量下限値 (10σ) (ng/mL)	検量線詳細		検量線 相関係数
							濃度(ng/mL)	吸光度	
1	0.5405	0.5331	0.0241	4.52	0.0723 LiHとして 0.0821	0.241 LiHとして 0.274	0.000	0.0012	1.000
2	0.5069						0.500	0.0138	
3	0.5219						1.000	0.0284	
4	0.5704						2.000	0.0544	
5	0.5256						4.000	0.1081	

上記と同様に 0.2%Sr 溶液を干渉抑制剤として添加した場合の検出限界と定量下限値を求めた。Li 濃度 0.0005 μg/mL (0.5ng/mL) の溶液の 5 回繰り返し定量値の変動係数は 2.34%、Li の検出限界 (3σ) は 0.000040 μg/mL (0.040ng/mL)、定量下限値 (10σ) は 0.000132 μg/mL (0.132ng/mL) であった。

表8 Liの検出限界及び定量下限値(4%硝酸酸性+0.2%Sr)

No.	濃度 (ng/mL)	平均濃度 (ng/mL)	標準偏差 (σ)	変動係数 (CV%)	検出限界 (3σ) (ng/mL)	定量下限値 (10σ) (ng/mL)	検量線詳細		検量線 相関係数
							濃度(ng/mL)	吸光度	
1	0.5598	0.5630	0.0132	2.34	0.0396 LiHとして 0.0450	0.132 LiHとして 0.145	0.000	0.0010	1.000
2	0.5800						0.500	0.0147	
3	0.5437						1.000	0.0268	
4	0.5638						2.000	0.0507	
5	0.5679						4.000	0.1010	

表7の4%硝酸酸性下において検討した定量下限値(10σ)より、捕集剤から脱着後の最終液量を10mLとし、気体の捕集量を変化させた場合の気中定量下限値を算出した(表9)。捕集量20L(通気流量2L/min、10min)のLiHの気中濃度定量下限値は0.000136mg/m³(as Li 0.00012mg/m³)、捕集量480L(通気流量2L/min、240min)では0.0000057 mg/m³(as Li 0.000005mg/m³)であった。

表9 気中濃度定量下限値(4%硝酸酸性下)

捕集量 (L)	通気流量 (L/min)	捕集時間 (min)	最終液量 (mL)	Li定量下限値 (μg/mL)	Li気中濃度 定量下限値 (mg/m ³)	水素化リチウム への換算値 (mg/m ³)	水素化リチウムの 二次評価値との比較*
20	2.0	10	10	0.00024	0.0001200	0.0001363	0.00545
40		20			0.0000600	0.0000682	0.00273
120		60			0.0000200	0.0000227	0.00091
240		120			0.0000100	0.0000114	0.00045
480		240			0.0000050	0.0000057	0.00023
960		480			0.0000025	0.0000028	0.00011
10	1.0	10	10	0.00024	0.0002400	0.0002726	0.01091
20		20			0.0001000	0.0001136	0.00454
60		60			0.0000400	0.0000454	0.00182
120		120			0.0000200	0.0000227	0.00091
240		240			0.0000100	0.0000114	0.00045
480		480			0.0000050	0.0000057	0.00023

*気中濃度定量下限値/二次評価値

<計算式>

$$\text{気中濃度 (mg/m}^3\text{)} = \frac{\text{定量下限値濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{最終試料液量 (mL)}}{\text{吸引空気捕集量 (L)}}$$

0.2%Sr 溶液を添加した場合、捕集剤から脱着後の最終液量を 10mL として、表 8 の定量下限値(10 σ)より気体の捕集量を変化させた場合の気中濃度定量下限値を算出した(表 10)。捕集量 20L (通気流量 2L/min、10min) の LiH の気中定量下限値は 0.0000738mg/m³ (as Li 0.0000650mg/m³)、捕集量 480L では 0.0000031 mg/m³ (as Li 0.0000027mg/m³)であった。ACGIH で示された許容濃度 0.025mg/m³ (as Li 0.022mg/m³) の 1/1000 相当濃度以上を高感度に検出可能であることを確認した。

表10 気中濃度定量下限値 (4%硝酸酸性、0.2%Sr添加)

捕集量 (L)	通気流量 (L/min)	捕集時間 (min)	最終液量 (mL)	Li定量下限値 (μ g/mL)	気中濃度 定量下限値 (mg/m ³)	水素化リチウム への換算値 (mg/m ³)	水素化リチウムの 二次評価値との比較*
20	2.0	10	10	0.00013	0.0000650	0.0000738	0.00295
40		20			0.0000325	0.0000369	0.00148
120		60			0.0000108	0.0000123	0.00049
240		120			0.0000054	0.0000062	0.00025
480		240			0.0000027	0.0000031	0.00012
960		480			0.0000014	0.0000015	0.00006
10	1.0	10	10	0.00013	0.0001300	0.0001477	0.00591
20		20			0.0000650	0.0000738	0.00295
60		60			0.0000217	0.0000246	0.00098
120		120			0.0000108	0.0000123	0.00049
240		240			0.0000054	0.0000062	0.00025
480		480			0.0000027	0.0000031	0.00012

* = 気中濃度定量下限値/二次評価値

5-3. 測定時における共存物質の干渉

グラファイト炉原子吸光法にて Li を分析する際に、共存元素が Li の原子吸収信号に及ぼす影響を検討した。0.001 μ g/mL (1 ng/mL 通気量 2.0L、捕集量 480L としたときの許容値の 1/1000 の濃度に相当) の Li 溶液にナトリウム (Na) を 10 および 100 μ g/mL 共存させ検討した。結果を表 11 に示した。

表11 NaのLi原子吸収信号への干渉

共存元素	濃度 (μ g/mL)	塩	回収率, %
Na	10	NaCl	113
	100		129

グラファイト炉原子吸光法に先立ち、フレイム原子吸光法で検討を行ったところ、Na とカリウム (K) について正の干渉を示したが、グラファイト炉原子吸光法でも Na は正の干渉を示した。

フレイム原子吸光法では、Sr を添加することにより干渉抑制が可能であったことから、ここでも 0.2%Sr 溶液を化学修飾剤として添加し干渉抑制効果を検討した。0.2% Sr 溶液はグラファイト炉原子吸光光度計のオートサンプラを用い試料 20 μ L に対して 10 μ L を添加した。

表12 0.2%Sr溶液を化学修飾剤に用いた時の干渉抑制効果

共存元素	濃度 (μ g/mL)	塩	回収率, %
Na	100	NaCl	102
K	100	KCl	100
Ca	100	CaCO ₃	94
Mg	1	Mg(Metal)	98.8
	10		116
	100		121
Ni	10	Ni(metal)	100
	100		108
Fe	10	Fe(metal)	102
	100		85.4
Co	100	Co(NO ₃) ₂	103
Mn	100	Mn(metal)	98.2

検討した元素は、Na, K ,カルシウム (Ca) ,マグネシウム (Mg) に加えて、リチウムイオン二次電池製造において正極材料に使われているニッケル (Ni)、鉄 (Fe)、コバルト (Co)、マンガン (Mn) を対象とした。

干渉の検討は、Li 0.001 $\mu\text{g/mL}$ (1ng/mL) に対して 10 万倍の濃度である 100 $\mu\text{g/mL}$ を基本として行なった。なお、10 万倍共存時に干渉が認められる場合は 1/10 倍ずつ共存濃度を減少させて再度検討した。結果を表 12 に示した。Na, K, Ca, Co, Mn は、10 万倍の共存濃度でも Li の原子吸収信号に対して干渉は示さなかった。なお、Mg, Ni, Fe は、10 万倍の共存濃度では Li の原子吸収信号に対して干渉が認められたが、さらに検討を行ったところ、Mg は、1000 倍、Ni, Fe は 1 万倍程度の共存で Li の原子吸収信号に干渉を与えなかった。

5-6. 硝酸濃度が Li の原子吸収信号に与える影響

LiH は、水に溶解すると塩基性を示す。これを硝酸酸性条件下で測定することを考慮し、硝酸濃度が Li の原子吸収信号に及ぼす影響について検討した。すなわち、硝酸濃度を 0, 0.01, 0.1, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0% に調製し、それぞれの溶液に 0.001 $\mu\text{g/mL}$ (1.0ng/mL) になるように Li を添加して Li の原子吸収信号の大きさを比較した。なお、それぞれの硝酸濃度で得た結果は、硝酸濃度 4.0% の時の Li の原子吸収信号を 1 として規格化して比較した。また、測定時には干渉抑制剤の 0.2% Sr 溶液を 10 μL 添加している（オートサンブラの機能を使用）。検討結果を表 13 に示す。

表13 硝酸濃度がLiの原子吸収信号に及ぼす影響

硝酸濃度(%)	0	0.01	0.1	1	2	4	8
原子吸収信号	0.92	1.00	1.00	0.98	1.00	1.00	0.99

4%硝酸溶液時のLiの原子吸収信号を1として計算

これより、硝酸を加えなかった場合の Li の原子吸収信号は、硝酸を加えた場合と比較して 8% 程度低値となるが、0.01% から 8% の硝酸酸性下では Li の原子吸収信号の大きさは一定であることが分かった。測定時には、酸を添加して分析することが必要であることがわかった。

5-7. フィルターブランクの確認

孔径 0.8 μm の混合セルロースエステル (Mixed cellulose ester、MCE メルク社製) フィルター 3 枚を 50mL のテフロンビーカーにそれぞれ 1 枚ずつ入れ、10mL のイオン交換水へ 6 時間浸漬し、Li 濃度をグラファイト炉原子吸光光度計により測定した。

結果を表 14 に示した。これより、実験に供したフィルターは 3 枚とも Li の汚染は認められなかった。従って、使用に際して酸などによるフィルターの洗浄は必要ないことが分かった。

表14 フィルターブランク測定結果

試料	溶出濃度 ng/mL
イオン交換水	ND <0.13
No.1	ND <0.13
No.2	ND <0.13
No.3	ND <0.13

ND: 不検出(定量下限未満)

5-8. 添加回収試験

水素化リチウムの添回収試験を行なった。すなわち、孔径 $0.8\mu\text{m}$ の混合セルロースエステル (Mixed cellulose ester、MCE) フィルター上にリチウムを添加して、フィルターごとイオン交換水 5mL に 15 分間浸漬した後、溶液を定容用容器に移した。硝酸を濃度 4% となるように添加して、イオン交換水で 10mL に定容し、Li 濃度を測定した。結果を表 15 に示した。フィルターに添加した Li は、吸着などの損失や汚染は起こらず良好に回収されることが分かった。

表15 フィルターへの添加回収試験結果

Li添加量 μg	液量 mL	理論Li濃度* $\mu\text{g/mL}$	理論LiH換算濃度 $\mu\text{g/mL}$	Li分析値 $\mu\text{g/mL}$	LiH換算分析値 $\mu\text{g/mL}$	回収率 %	平均回収率 %
0.01	10	0.001 (E/1000相当)	0.00114	0.000982	0.00112	98.2	96.3 ± 3.2
				0.000989	0.00112	98.2	
				0.000946	0.00107	93.9	
				0.000917	0.00104	91.2	
				0.001010	0.00114	100	
1	10	0.1 (E/10相当)	0.114	0.097	0.110	96.5	97.0 ± 0.4
				0.098	0.111	97.4	
				0.097	0.110	96.5	
				0.098	0.111	97.4	
				0.098	0.111	97.4	
20	10	2 (2E相当)	2.272	2.007	2.281	100	99.9 ± 0.8
				2.007	2.281	100	
				1.970	2.239	98.5	
				2.013	2.288	101	
				2.004	2.277	100	

*捕集量480L (通気流量2L/min、240min) として計算

**回収率は、LiHとして計算

5-9. 保存試験

試験溶液の保存試験を行った。すなわち、5-8 項で得られた溶液を 6 日間冷蔵保存 (4°C) し、Li の原子吸光信号の経時変化を検討した。用事調製した標準溶液を用いて定量分析し、上記溶液の Li の濃度を理論濃度 (値) で除して割合で示し検討した (回収率)。結果を図 4 および表 16 に示した。

0.01, 1, 2 μg を添加して、保存試験を行なったが、いずれの濃度、保存日数とも平均回収率は 92.5%-99.9% となり、また SD も十分に小さいことから、試料を 6 日間保存しても、Li の汚染や損失はなく、分析を行う上で問題がないことが分かった。

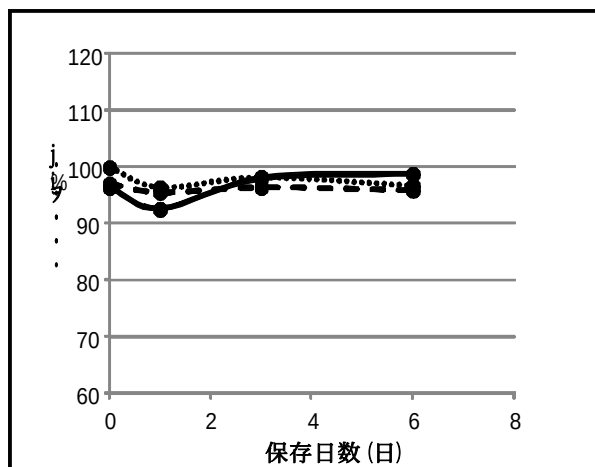


図4 Liの保存試験結果

表16 保存試験結果

Li添加量	経過日数			
	0	1	3	6
0.01 μg	96.3 $\pm$ 3.2	92.5 $\pm$ 0.7	97.9 $\pm$ 2.3	98.7 $\pm$ 3.0
1 μg	97.0 $\pm$ 0.4	95.4 $\pm$ 0.9	96.3 $\pm$ 0.9	95.8 $\pm$ 1.0
20 μg	99.9 $\pm$ 0.8	96.3 $\pm$ 0.6	98.1 $\pm$ 0.8	96.6 $\pm$ 1.0

用事調製した検量線により保存溶液を定量し、理論値で除して回収率とした

6. まとめ

LiHの捕集は、孔径0.8 μ mの混合セルロースエステル (Mixed cellulose ester、MCEメルク社製) フィルターを用いて行ない、これを水抽出して溶液化する。LiHは、水と接するとLiOHを経て瞬時にLiイオンとなるため、LiHを直接分析することは困難である。

ここでは、試験溶液中のLiをグラファイト炉原子吸光分析法により分析し、LiHへ換算する方法を確立した。

分析にあたっては、共存元素の影響が認められるため、0.2% Sr 溶液を化学修飾剤として用いることとした。

フィルターへのLiの添加回収試験および保存試験についても問題なく、ACGIHで示された許容濃度0.025mg/m³ (as Li 0.022mg/m³) の1/1000 相当以上の濃度を検出可能な分析方法を確立することができた。

7. 検討機関

株式会社日立ハイテクサイエンス 光学技術部 技術二グループ

参考文献

- 1) 製品安全データシート (水素化リチウム)、厚生労働省、2006
- 2) OSHA ID-121 METAL&METALLOID PARTICULATES IN WORKPLACE ATMOSPHERES
- 3) 日鉄住金テクノロジー NTR report No. M-1110
- 4) 日立ハイテクノロジーズ シート No. AA090069-00
- 5) 阿部光雄、林研司：分析化学、28、700 (1979).

(別紙)

水素化リチウム標準測定分析法

化学式：LiH

CAS No：7580-67-8

許容濃度等：

ACGIH TLV-TWA：0.025mg/m³

OSHA TLV-TWA：—

日本産業衛生学会：—

物性等

分子量：7.95 沸点(°C)：850°C 分解

融点：680°C 蒸気圧：—

形状：白-灰色固体

別名 リチウムハイドリド

サンプリング	分 析		
<u>サンプラー</u> ：個人ばく露 φ37mm 0.8 μm 混合セルロースエステルフィルター(AAEP03700)	<u>分析方法</u> ：グラファイト炉原子吸光法 イオン交換水による抽出（5 分間）を行い、試料溶液に硝酸を 0.4mL 添加して全量を 10mL とし、これを試験溶液とする。この溶液をグラファイト炉原子吸光法にて分析する。		
<u>サンプリング流量</u> ：2.0L/min			
<u>サンプリング時間</u> ：10 分（20L） 4 時間（480L）			
<u>採気量</u> ：120L 以上			
<u>保存性</u> ：添加量 0.01 μg、1 μg、20 μg において、 冷蔵 4℃で少なくとも 6 日間は安定である事を確認。 (Li 濃度として最終液量 10mL とした時)	<u>機器</u> ：グラファイト炉原子吸光光度計 ZA3000 偏光ゼーマン原子吸光光度計 (日立ハイテクサイエンス社製)		
<u>ブランク</u> ：分析時はブランクが必要。			
精 度	装置および測定条件		
<u>回収率</u> ：	装置	日立ZA3300形原子吸光光度計	
	原子化方法	グラファイト炉	
	BKG補正	ゼーマン分裂補正方式	
	分析波長	670.8nm	
	ランプ電流値	10.0mA	
	スリット	0.4nm	
	キュベット種類	パイロチューブCHR	
	加熱制御方法	光温度制御	
	試料注入量	20 μL	
	化学修飾剤	塩化ストロンチウム(as Sr 2000mg/L) 10 μL	
修飾剤注入法	連続注入		
	温度プログラム		
検出下限 (3σ)	ステージ	温度 (°C) / 時間 (s)	ガス流量(mL/min)
		50-110°C 65s	200
定量下限 (10σ)	乾燥	110-300°C 30s	200
	灰化	600°C 20s	200
採気量 20 ℓ	原子化	2800°C 5s	10
	クリーン	2900°C 4s	200
採気量 480 ℓ	塩化ストロンチウム溶液は、必ず 4%硝酸溶液とする。		
	<u>検量線</u> ：0～0.004 μg/mL の範囲で直線性が得られている。0.4%硝酸酸性(硝酸濃度 0.01～8%は Li の吸光度に変化は無い)		
	定量法：絶対検量線法		

適用

妨害：Na, K, Ca, Co, Mn は、Li0.001 μg/mL に対して 10 万倍共存しても干渉はない。

：Ni, Fe は、Li0.001 μg/mL に対して 1 万倍共存しても干渉はない。

：Mg は、Li0.001 μg/mL に対して 1000 倍共存しても干渉はない。

参考

平成 26 年 2 月 27 日

