

ニッケル(金属および合金)の
測定・分析手法に関する検討結果報告書

1. はじめに

ニッケルの物理化学的性状を示した¹⁾ (表 1)。

表 1 ニッケルの物理化学的性状

CAS No.	7440-02-0	
用途	特殊鋼、鋳鍛鋼品、電熱線など	
分子量	58.69	
物性	比重	8.85～8.9
	沸点	2,730～3,075℃
	融点	1,453～1,455℃
	形状	固体
許容濃度等	日本産業衛生学会	水溶性：0.01 mg/m ³ 不溶性：0.1 mg/m ³
	ACGIH	金属：1 mg/m ³ 可溶性化合物：0.1 mg/m ³ 不溶性化合物：0.2 mg/m ³ 亜硫化ニッケル：0.1 mg/m ³
	有害大気汚染物質指針(環境省)	ニッケル化合物：0.025 µgNi/m ³
	作業環境測定 管理濃度	: 0.1 mg/m ³

ニッケル化合物は労働安全衛生法施行令及び特定化学物質障害予防規則の改正に伴い、特定化学物質の管理第 2 類物質に該当し、これにより平成 22 年 4 月 1 日から作業環境測定が義務づけられている。

ニッケル化合物の分析方法は、これまでに作業環境測定ガイドブック 4 金属類など、様々な文献で報告されているが、今回はこれらの分析方法を参考にニッケル(金属および合金)の分析方法を検討したので報告する。

2. 文献調査

- ・NIOSH Manual of Analytical Methods 7300
- ・NIOSH Manual of Analytical Methods 7301
- ・NIOSH Manual of Analytical Methods 7303
- ・作業環境測定ガイドブック 4 金属類
- ・中央労働災害防止協会「ニッケル化合物分析法に関する検討結果報告書」
- ・中央労働災害防止協会「作業環境中ニッケル化合物の測定方法について」

3. 分析条件

はじめに、ニッケル(金属および合金)の前処理方法について調査文献を参考に 2 法検討した。

1 つは、作業環境測定ガイドブック 4 金属類「ニッケル化合物」、中央労働災害防止協会の「ニッケル化合物分析法に関する検討結果報告書」、及び「作業環境中ニッケル化合物の測定方法について」を参考にした方法(検討-1 法)、もう 1 つは、今回の目的が合金の分解である為、作業環

環境測定ガイドブック 4 金属類「コバルトおよびその無機化合物」を参考とした方法(検討-2 法)である。前処理方法について表 2 に示す。

合金ニッケルは、表 3 の標準品を使用した。なお、ニッケル化合物については吸引性粉じん(インハラブル粒子)を捕集することを原則としていることから、本検討に使用する標準品は直径 100 μm 以下の粒子を目安とした(powder, 45micron max. particle size 篩径)。

次に、各検討法で前処理した試料を誘導結合プラズマ発光分光分析装置(以後 ICP-AES と記載)にて分析を行った。

表 2 前処理方法

【検討-1 法】

50 mL 試験管に標準品(ニッケル合金 FeCr18Ni10)を秤量し入れる(1E, 0.5E 相当)

↓

混酸(6 M 硝酸 : 4 M 塩酸 = 1 : 1) 20 mL

↓

90°C以上 温水中で 2 時間加熱 (時々攪拌)

↓

50 mL メスフラスコに 5%硝酸でメスアップ

ICP-AES にて測定

【検討-2 法】

50 mL テフロンビーカーに標準品(ニッケル合金 FeCr18Ni10)を秤量し入れる(1E, 0.5E 相当)

↓

塩酸 3mL・硝酸 1mL + 硝酸 6 mL

↓

ホットプレートで 140°C加温

↓

乾固直前まで分解

↓

※塩酸 3 mL、フッ化水素酸 1mL を加えさらに加温

↓←加温しながら

過酸化水素を滴下し加温分解

↓

※からの操作を 4 回繰り返す

↓

50 mL メスフラスコに 5%硝酸でメスアップ

ICP-AES にて測定

表 3 ニッケル(合金ニッケル)

標 準 品
Stainless Steel-AISI 304 (Fe/Cr18/Ni10) Powder Max. Particle Size: 45micron 篩径

3－1．装置

(1) 天秤

装置：METTLER UMT2

読取限度：0.1 µg

ひょう量範囲：2100 mg

風袋差引範囲(減法)：0～2100 mg

再現性(S) 0～2 g : 0.25 µg

(2) ICP-AES

装置：Agilent 720

測定波長：221.648 nm

内部標準：Yb (328.937)

RF パワー：1.20kW

プラズマフロー：Ar (15.0 L/min)

測定回数：3 回繰り返し

4．ニッケルの純度試験

標準品のニッケル含有量を JIS G 1258-2:2014 鉄及び鋼-ICP 発光分光分析方法-第 2 部：多元素定量方法-硫酸りん酸分解法を参考に分析したところ、含有量は 10.7%であった。

5．添加回収試験

検討-1 法によるニッケル合金の添加回収試験結果を表 4 に、検討-2 法によるニッケル合金の添加回収試験結果を表 5 に示す。

表 4 検討-1 法におけるニッケル合金、添加回収試験結果

	ニッケル合金 添加量(mg)	添加ニッケル量 (mg)	分析値 (mg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1E 相当	1.9735	0.2112	0.2167	103	101
	2.2094	0.2364	0.2374	100	
	2.6769	0.2864	0.2846	99.4	
	2.2354	0.2392	0.2408	101	
0.5E 相当	1.2467	0.1334	0.1344	101	100
	1.1211	0.1200	0.1202	101	
	1.0985	0.1175	0.1169	100	
	1.2498	0.1337	0.1351	99.6	

表 5 検討・2 法におけるニッケル合金、添加回収試験結果

	ニッケル合金 添加量(mg)	添加ニッケル量 (mg)	分析値 (mg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1E 相当	2.1213	0.2270	0.2312	102	101
	2.6245	0.2808	0.2813	100	
	2.1374	0.2287	0.2307	101	
	2.1711	0.2323	0.2318	99.8	
0.5E 相当	0.9589	0.1026	0.1022	99.6	100
	1.2720	0.1361	0.1365	100	
	1.4428	0.1544	0.1543	100	
	1.1124	0.1190	0.1202	101	

6. 検量線 (H22 年度の検討報告)

検量線については表 6 と図 2 に示す。0、10、20、40、61、101、506、1,012、3,036、5,060 (μg/L) の 10 段階の標準系列を調製し、検量線の直線性について確認を行った。その結果、良好な直線性が得られた (図 2)。

表 6 ICP-AES の検量線テーブル

濃度 (μg/L)	強度 (C/S)
0	15.120
10	75.907
20	138.37
40	244.21
61	358.39
101	583.40
506	2884.4
1,012	5739.5
3,036	16949
5,060	28399

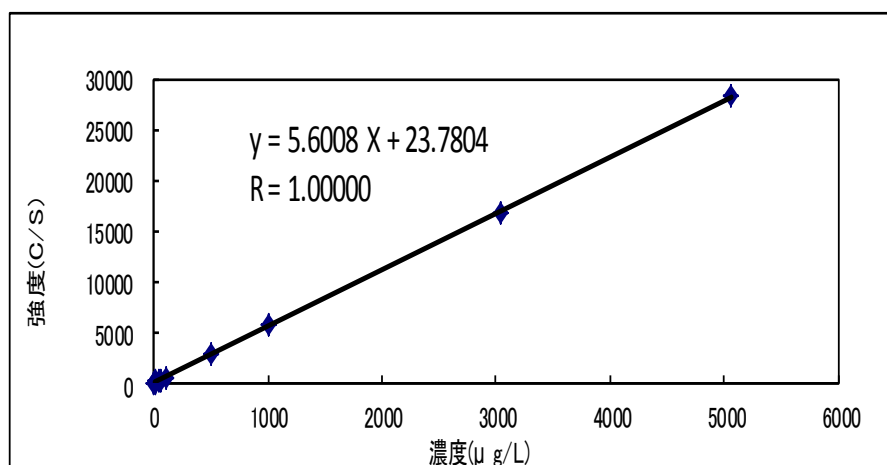


図 2 ニッケル検量線 (ICP-AES)

7. 検出下限および定量下限

標準液（10 µg/L）を 10 回繰り返し分析し、その標準偏差（SD）を算出した。得られた標準偏差から検量線を用い、次式より検出下限および定量下限を求めた。

$$\text{検出下限 (}\mu\text{g/L)} = 3\text{SD} / a$$

$$\text{定量下限 (}\mu\text{g/L)} = 10\text{SD} / a$$

※ a は検量線の傾き

その結果、検出下限および定量下限は表 7 に示すとおりとなった。管理濃度の 10 分の 1 (0.001 mg/m³) を満たすための必要採気量は表 8 に示すとなる。

表 7 ICP-AES の繰り返し測定結果（単位：µg/L）

n=1	9.717
n=2	10.344
n=3	10.788
n=4	10.536
n=5	10.478
n=6	9.768
n=7	10.384
n=8	10.664
n=9	9.790
n=10	10.748
average	10.322
SD	0.41446
CV (%)	4.0155
3σ	1.2434
10σ	4.1446

表 8 管理濃度の 10 分の 1 (0.001 mg/m³) を満たすための必要採気量

分析装置	メスアップ量(mL)	必要採気量(L)
ICP-AES	25	105
	50	210
	100	420

8. 抽出液の保存安定性（H23 年度の検討報告）

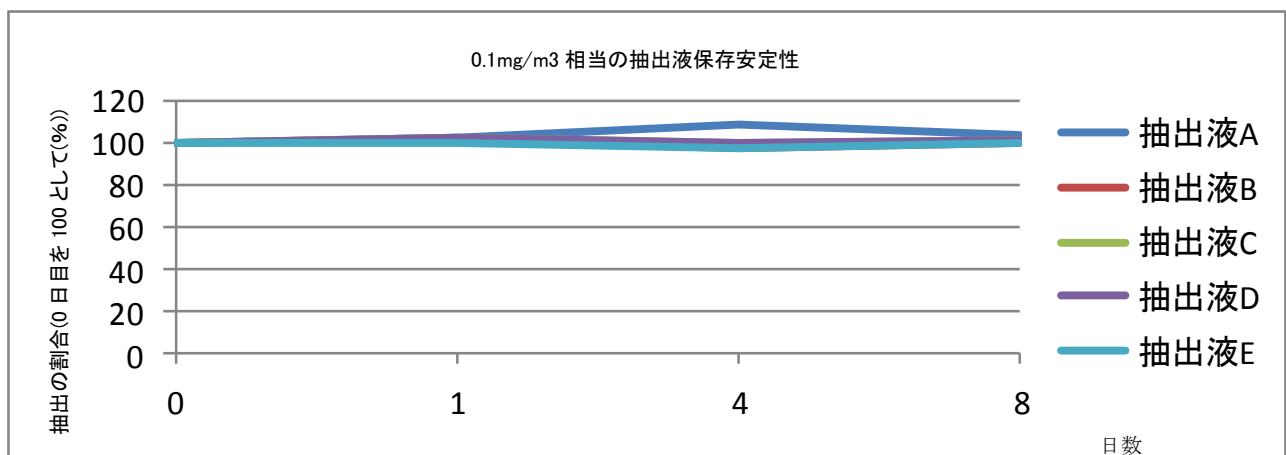
抽出したサンプルを常温で保存し、抽出後 0 日目、1 日目、4 日目、8 日目に行った分析結果を表 9、10、11、12 と図 3、4 に示す。

表 9 0.1 mg/m³相当の分析結果(mg)

n	0 日後 ニッケルの量(mg)	1 日後 ニッケルの量(mg)	4 日後 ニッケルの量(mg)	8 日後 ニッケルの量(mg)
抽出液 A	0.008953	0.009142	0.009646	0.00919
抽出液 B	0.009075	0.009163	0.008847	0.00907
抽出液 C	0.01502	0.01533	0.01487	0.01524
抽出液 D	0.009624	0.009829	0.009601	0.00972
抽出液 E	0.011	0.011	0.01064	0.011

表 10 0.1 mg/m³相当の分析ニッケル 0 日目に対する割合(%)

n	0 日目の割合(%)	1 日後の割合(%)	4 日後の割合(%)	8 日後の割合(%)
抽出液 A	100	102	108	103
抽出液 B	100	101	97	100
抽出液 C	100	102	99	101
抽出液 D	100	102	100	101
抽出液 E	100	100	97	100
平均	100	101	98	101

図 3 0.1 mg/m³相当の抽出液保存安定性表 11 0.3 mg/m³相当の分析結果(mg)

n	0 日後 ニッケルの量(mg)	1 日後 ニッケルの量(mg)	4 日後 ニッケルの量(mg)	8 日後 ニッケルの量(mg)
抽出液 A	0.03601	0.03594	0.0355	0.03589
抽出液 B	0.0624	0.06145	0.06074	0.06266
抽出液 C	0.03334	0.03362	0.03304	0.03358
抽出液 D	0.05442	0.05411	0.05279	0.05385
抽出液 E	0.0365	0.03653	0.03554	0.03603

表 12 0.3 mg/m³相当の分析ニッケル 0 日目に対する割合(%)

n	0 日目の割合(%)	1 日後の割合(%)	4 日後の割合(%)	8 日後の割合(%)
1	100	102	99	100
2	100	101	97	100
3	100	102	99	101
4	100	102	97	99
5	100	100	97	99
平均	100	101	98	100

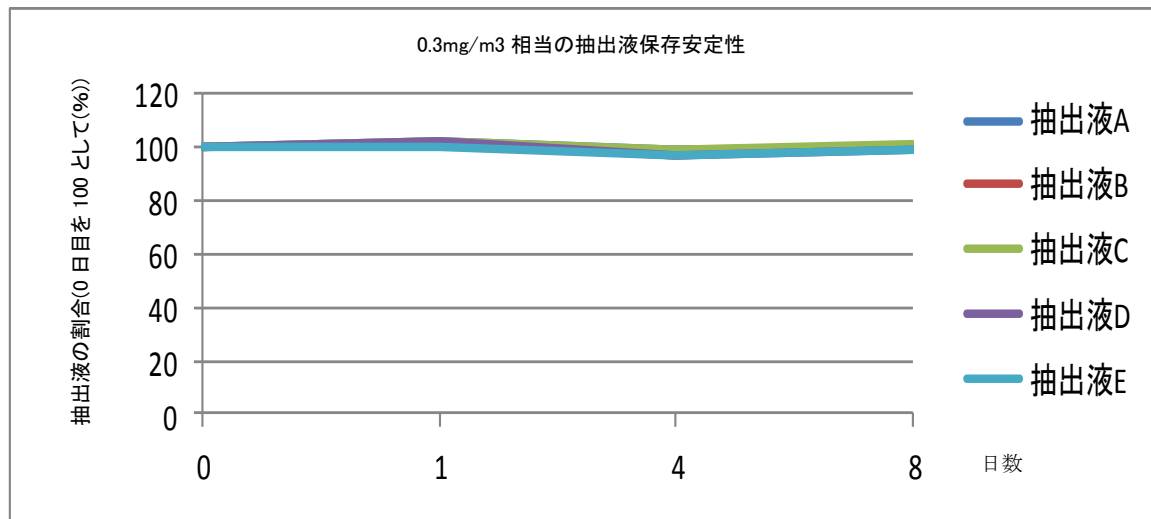


図 4

0.3 mg/m³相当の抽出液保存安定性

9. まとめ

本検討の結果、検討-1 法、検討-2 法いずれの方法でも良好な回収率を得ることが出来た。操作の容易性から検討-1 法で十分に定量できる精度であることが確認できた。

10. 参考文献

- ・ NIOSH Manual of Analytical Methods 7300
- ・ NIOSH Manual of Analytical Methods 7301
- ・ NIOSH Manual of Analytical Methods 7303
- ・ 作業環境測定ガイドブック 4 金属類
- ・ 中央労働災害防止協会「ニッケル化合物分析法に関する検討結果報告書」
- ・ 中央労働災害防止協会「作業環境中ニッケル化合物の測定方法について」

(別紙)

ニッケル(金属および合金)標準測定分析法

原子組成: Ni	分子量: 58.69	CASNo: 7440-02-0
許容濃度等: 日本産業衛生学会	水溶性: 0.01 mg/m ³ 不溶性: 0.1 mg/m ³ 金属: 1 mg/m ³ 可溶性化合物: 0.1 mg/m ³ 不溶性化合物: 0.2 mg/m ³ 亜硫化ニッケル: 0.1 mg/m ³	比重: 8.85~8.9 沸点: 2,730~3,075℃ 融点: 1,453~1,455℃ 水への溶解度: g/L (18~20℃) 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
ACGIH	有害大気汚染物質指針(環境省) ニッケル化合物: 0.025 µgNi/m ³	
作業環境測定	管理濃度: 0.1 mg/m ³	

別名	
サンプリング	分析
捕集ろ紙: 石英繊維ろ紙(東京ダイレック 2500 QAT-UP、 φ55mm) 捕集速度: 17.3 L/min(面速 19cm/s)	【1 法】 混酸(6M 硝酸:4M 塩酸=1:1)20 mL 加え 90℃以上 の温水中 2 時間加熱(時々攪拌)し、5%硝酸で 50 mL にメスアップ後、ICP-AES 測定 【2 法】 塩酸 3 mL・硝酸 1 mL(=王水)で分解後、硝酸 6 mL 加え、140℃加温し乾固直前まで分解。*塩酸 3 mL、フッ化水素酸 1 mL を加え加温、加温し ながら過酸化水素を滴下し加温分解。*からの操 作を 4 回繰り返した後、5%硝酸で 50 mL にメスア ップし、ICP-AES 測定 分析条件 機器: ICP-AES Agilent 720 推奨測定波長: 221.648 nm 内部標準: Yb (328.937) 定量法: 内部標準補正法 RF パワー: 1.20 kW プラズマフロー: Ar (15.0 L/min) 検量線 5 mg/L 3 mg/L 1 mg/L 0.5 mg/L 0.1 mg/L 60 µg/L 40 µg/L 20 µg/L 10 µg/L 0 µg/L (以上、ニッケルとして) 内部標準物質 イッテルビウム 1 mg/L
精度	
検出下限(3σ) 1.3 µg/L 定量下限(10σ) 4.2 µg/L 定量下限 (気中濃度) 173L 採気時: 0.0012 mg/m ³	

適用: 作業環境測定 (個人ばく露測定は、平成 18 年度のニッケル化合物の検討結果報告書を参照)

妨害: -

- ・ NIOSH Manual of Analytical Methods 7300
- ・ NIOSH Manual of Analytical Methods 7301
- ・ NIOSH Manual of Analytical Methods 7303
- ・ 作業環境測定ガイドブック 4 金属類
- ・ 中央労働災害防止協会「ニッケル化合物分析法に関する検討結果報告書」
- ・ 中央労働災害防止協会「作業環境中ニッケル化合物の測定方法について」

作成日; 平成 27 年 2 月 28 日