

ニッケル（可溶性、不溶性）の捕集法と分析法

松村芳美

1) ニッケルとニッケル化合物の基礎情報

- a) 輸入されるニッケル鉱石：ニッケルはニッケルマット（Ni 含有量 70%～80%、オーストラリア及びインドネシア産）またはガーニライト鉱石（Ni 含有量約 3%、ニューカレドニア、インドネシア、フィリピン産）として輸入される。
- b) ニッケルの工業利用
- ・合金として；特殊鋼、鋳鍛鋼品、合金ロール、電熱線（ニクロム線）、電気通信機器、洋白、メッキ、貨幣など
 - ・触媒として；重油の水素添加触媒、ベンゼンの水素添加触媒、その他
 - ・着色顔料、表面処理剤、電池、その他として；メッキ、窯業用顔料、Ni-Cd 電池、その他
- c) ニッケル及びニッケル化合物の基礎的性質（常温での形態、溶解性など）
- ニッケル及びニッケル化合物の例を挙げて、その基礎的性質を表 1 に示す。

化学便覧—基礎編

表 1 ニッケル及びニッケル化合物の基礎的性質

物質名	融点℃	沸点℃	室温での形態	溶解性	主な用途
ニッケル（金属）	1,453	2,730	塊状、展伸性		原材料、合金
スルファミン酸ニッケル			緑色結晶	水に易溶	メッキ、電鍍
水酸化ニッケル					
硫酸ニッケル			緑色結晶/粉末	水に易溶 (20℃) (27.5g/100mL)	メッキ、触媒、 顔料、着色料
炭酸ニッケル			淡緑色結晶/粉末	水に不溶、酸に可溶	触媒、メッキ、 窯業用顔料
硝酸ニッケル			緑色結晶で潮解性	水に易溶。エタノール、アンモニア水に可溶	触媒原料、金属表面処理、 メッキ、電池
塩化ニッケル			黄緑色結晶で潮解	温水に易溶。冷水、エタノール、アンモニア水に可溶	メッキ、試薬
硫化ニッケル			黒色結晶	水に不溶。王水と硝酸に可溶	

注) 上記の表中の化合物は工業的原材料として使用されるものの一部で、最終製品としては更に多種類の化合物がある。

2) ニッケル及びニッケル化合物に関する米国 NIOSH と OSHA の測定法

米国 NIOSH は空気中ニッケル及びニッケル化合物の濃度測定法として NIOSH Manual of Analytical Methods 7300, 7301 及び 7303 を、沈降した粉じん堆積物のワイプ試料について 9102 を公表している。空気中粉じんの捕集にはセルローズエステルメンブランフィルタを用い、その金属成分溶解に、硝酸と過塩素酸(7300)、王水(7301)、又は加熱ブロックと塩酸・硝酸(7303)を用いており、分析法としては一様に ICP を用いている。最終的な ICP によるニッケルの定量下限は 7300 及び 7301 に比べて 7303 は高くなっているが、これは処理法の影響であるか、分析法の開発時期による ICP の機差であるか不明である。ワイプ試料は濃硝酸と濃硫酸で溶解している。これらの NIOSH 分析法では、不溶性ニッケルも可溶性ニッケルも区別なく溶解する処理をしており、総ニッケル量の分析となっている。

OSHA の分析法も、空気中微粒子のフィルタ捕集試料とワイプ試料を対象としている。フィルタとして混合セルロースエステルフィルタを使用する。分析法は原子吸光分析法か原子発光分析法のどちらかとしており、励起炎として (Air/C₂H₂)、(NO/ C₂H₂)又は (Air/H₂) を用いることとしている。フィルタに捕集した試料の処理を、可溶性成分の分析は水で処理することとし、不溶性成分の分析には高濃度酸を使用することとしている。

- a) NIOSH Manual of Analytical Methods 7300
- b) NIOSH Manual of Analytical Methods 7301
- c) NIOSH Manual of Analytical Methods 7303
- d) OSHA ID-121, T-ID121-FV-02-0202M

これらの分析法は、いずれも多種類の金属を対象とした分析法であるが、その中からニッケルに関する分析に着目して捕集条件と分析感度を表 2 に示す。

表 2 NIOSH 及び OSHA の空気中ニッケルに関する測定法の概要

分析番号	メンブランフィルタ (37mm Φ)	捕集速度 L/min (全捕集量)	捕集試料の前処理	分析法 検出下限
NIOSH 7300	0.8 μ m cellulose ester 又は 5.0 μ m PVC	1～4 (5-1000L)	濃硝酸 (4ml) + 濃過塩素酸 (1ml) 室温 30 分、その後 150℃ホット プレートではほぼ乾固灰化。 固形分を希釈用酸 2～3mL で 溶解した後、25mL に定容。	ICP 0.8ng/mL
NIOSH 7301	0.8 μ m cellulose ester 又は 5.0 μ m PVC	1～4 (5-1000L)	王水 5mL (硝酸 1 : 塩酸 3) で 室温 30 分、その後 120℃ホット プレートではほぼ乾固灰化。 固形分を希釈用酸 2～3mL で 溶解した後、25mL に定容	ICP 0.8ng/mL
NIOSH 7303	0.8 μ m cellulose ester	1～4 (1-50000L)	濃塩酸 1.25mL を添加してホ ットプレート上 15 分ではほぼ乾 固、その後濃硝酸 1.25mL 添加	ICP 12ng/mL

			し、再度、ホットプレート上で 15 分。 脱イオン水で溶解し、25mL に 定溶。	
OSHA ID-121	0.8 μ m mixed-cellulose ester (MCE)	2 (480-960L)	フィルタを脱イオン水中に浸 す。フィルタカセットの洗浄水 を加える。全体で 15mL の脱 イオン水に浸した試料を 10 分 間、超音波水浴で振動する。浸 出液を 0.45 μ m MCE フィル タでろ過する。Ni 分析用の最 終試料液は 4%硝酸溶液とす る。不溶性 Ni の分析には、濃 硝酸と濃塩酸でフィルタを処 理する。	AAS 又は AES Fe 共存で妨 害あり 5 μ g/mL= 0.15ABS Sensitivity= 0.15 μ g/mL

上記の測定を参照すれば、水溶性ニッケルの測定法としては、セルローズメンブランフィルタ上に捕集したサンプルを、脱イオン水で超音波抽出した後に硝酸溶液(5%)とすることにより分析試料液を調製し、全ニッケルの測定法としては高濃度の酸にフィルタを浸してホットプレート上で灰化处理し、これを所定の低濃度硝酸溶液とすることで分析試料液を調製することができる。ただし、脱イオン水中で 10 分間、超音波水浴中で振動する間に溶解する成分を水溶性ニッケルとすることとなり、そのニッケル化合物の組成を特定することは目的としていない。

3) 空气中微粒子の溶解性及び粒度による区分について

上記の米国 OSHA の測定法を参照すれば、溶解性ニッケルはフィルタ上に捕集した試料を水中で 10 分間の超音波振動を行ったときの溶解成分であると定義することとなる。

空气中微粒子を、Respirable particle か Inhalable particle かによって区分して捕集することは、捕集に用いるサンプラーを選択することで実現できる。

4) 新しい管理濃度の提案に伴う作業環境測定法の整備について

ニッケル及びニッケル化合物を溶解性と不溶解性に区分して、それぞれに管理濃度を指定する場合には、フィルタ上に捕集した試料を溶解性と不溶解に分別して溶解し、溶液試料を調整する必要があるため、作業環境測定法としても 2 つの手順（捕集試料の前処理法）を用意し、それぞれの目的によって使い分ける必要がある。ただし、溶液となった試料の中の Ni 濃度の定量分析は同じ方法（ICP）でよい。原子吸光分析法では感度が十分ではない。