

## ニッケル（試薬）

Nickel

Ni *AW*: 58.693 42

1. **適用範囲** この規格は、試薬として用いるニッケルについて規定する。

**備考** この規格の引用規格を、次に示す。

**JIS K 8001** 試薬試験方法通則

2. **共通事項** この規格に共通する事項は、**JIS K 8001** による。

3. **種類** 特級

4. **性質** ニッケルは、次の性質を示す。

(1) **性状** ニッケルは、銀色の粒状、板状のもの又は灰色の粉状のものがある。希塩酸には冷時に溶けにくく、加熱すると徐々に溶ける。熱硝酸に溶けやすい。

(2) **定性方法** 試料 0.1g に、硝酸 5ml を加え加熱して溶かし、冷却した後アンモニア水(2+3)を加えて塩基性とし、ジメチルグリオキシム・エタノール溶液 0.5ml を加えると、赤い沈殿が生じる。

5. **品質** 品質は、6.によって試験し、表 1 に適合しなければならない。

表 1 品質

項目	規格値
純度	99.5%以上
けい素 (Si)	0.005%以下
硫黄 (S)	0.001%以下
銅 (Cu)	0.001%以下
マグネシウム (Mg)	0.001%以下
鉛 (Pb)	0.001%以下
マンガン (Mn)	0.001%以下
鉄 (Fe)	0.005%以下
コバルト (Co)	0.03%以下

6. **試験方法** 試験方法は、次のとおりとする。

(1) **純度** 99.5%以上

試料 0.5g (0.1mg のけたまではかる) + 硝酸(1+1)20ml → 加熱して溶かす → 冷却 → 全量フラスコ 100ml

に入れる→水を標線まで加える→その 25ml (正確にとる) →アンモニア水(2+3)で中和+塩化アンモニウム溶液 (100g/l) 5ml+0.1mol/l EDTA2Na 溶液 20ml (ビュレットを用いる) →50~60℃に加熱+アンモニア水(1+10)10ml→引き続き 0.1mol/l EDTA2Na 溶液で滴定 (指示薬: ムレキシド希釈粉末。終点は液の色が緑から紫に変わる点)。

0.1mol/l EDTA2Na 溶液 1ml は、0.005 869gNi に相当する。

(2) **けい素 (Si)** 0.005%以下

**試料側溶液:** 試料 2.0g+硝酸(1+1)40ml→加熱して溶かす+過酸化水素 (3%) 1ml→煮沸して濃縮→水浴上で蒸発乾固+水 (→100ml) →その 25ml (試料量 0.5g) +水 (→35ml)。

**標準側溶液:** 硝酸(1+1)10ml+過酸化水素 (3%) 0.25ml→水浴上で蒸発乾固+水 25ml+けい素標準液 (0.01mgSi/ml) 2.5ml+水 (→35ml)。

**操作:** 試料側溶液, 標準側溶液それぞれに, +硝酸(1+1)1.6ml→約 50℃で 5 分間加熱+セモリブデン酸六アンモニウム溶液 (100g/l) 2ml→約 50℃で 10 分間加熱+硝酸(1+1)5.3ml+3-メチル-1-ブタノール 10ml→1 分間激しく振り混ぜる+水酸化ナトリウム-ほう酸溶液<sup>(1)</sup>10ml→1 分間激しく振り混ぜる→分離→水層+水 (→40ml) 試料側の色は, 標準側の黄色より濃くない。

**注<sup>(1)</sup> 水酸化ナトリウム-ほう酸溶液の調製** 0.1mol/l 水酸化ナトリウム溶液20ml→ほう酸溶液 (40g/l) で pH11.0~11.5に調節→水で2倍に希釈。

(3) **硫黄 (S)** 0.001%以下

**試料側溶液:** 試料 6g+硝酸 40ml+塩素酸カリウム 1g (徐々に加える) →溶かす→水浴上で蒸発 (結晶が析出するまで) →冷却 “+塩酸(2+1)20ml→水浴上で蒸発乾固” (2 回行う) →冷却→+塩酸(2+1)10ml→水浴上で蒸発乾固+塩酸(2+1)5ml+水 25ml→5 分間煮沸→溶かす→ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過→塩酸(1+50)で洗う→(ろ液+洗液) +水 (→60ml) (B 液)。

B 液 20ml (試料量 2g) →アンモニア水(2+3)で中和+塩酸(2+1)0.3ml+エタノール(95)3ml。

**標準側溶液:** B 液 20ml→アンモニア水(2+3)で中和+塩酸(2+1)0.3ml+塩化バリウム溶液 (100g/l) 2ml→沸騰するまで加熱→1 時間放置→ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過→ろ液+エタノール(95)3ml。

**操作:** JIS K 8001 の 5.15 (硫酸塩) (2) [比濁法 (着色試料の場合)] による。この場合, 硫酸塩標準溶液 (0.01mgSO<sub>4</sub>/ml) 6.0ml を用いる。

(4) **銅 (Cu)** 0.001%以下

**試料側溶液:** 試料 10g+硝酸(1+1)140ml→加熱して溶かす→引き続き約 50ml になるまで濃縮→冷却+水 (→100ml) (S 液) [(5)及び(9)の試験にも用いる]。

S 液 25ml (試料量 2.5g) +水 (→50ml) (X 液) [(6)及び(7)の試験にも用いる]。

**標準側溶液:** S 液 25ml+銅標準液 (0.01mgCu/ml) 2.5ml+鉛標準液 (0.01mgPb/ml) 2.5ml+マンガン標準液 (0.01mgMn/ml) 2.5ml+水 (→50ml) (Y 液) [(6)及び(7)の試験にも用いる]。

**空試験溶液:** 硝酸(1+1)35ml+水 (→50ml) (Z 液) [(6)及び(7)の試験にも用いる]。

**操作:** JIS K 8001 の 5.31 (原子吸光法) (1) (直接噴霧法) (d)による。測定波長 324.7nm。

(5) **マグネシウム (Mg)** 0.001%以下

**試料側溶液:** (4)の S 液 10ml (試料量 1g) +水 (→100ml) (X 液) [(8)の試験にも用いる]。

**標準側溶液:** (4)の S 液 10ml+マグネシウム標準液 (0.01mgMg/ml) 1.0ml+鉄標準液 (0.01mgFe/ml) 5.0ml+水 (→100ml) (Y 液) [(8)の試験にも用いる]。

**空試験溶液:** 硝酸(1+1)14ml+水 (→100ml) (Z 液) [(8)の試験にも用いる]。

**操作:** JIS K 8001 の 5.31(1)(d)による。測定波長 285.2nm。

(6) 鉛 (Pb) 0.001%以下

試料側溶液：(4)の X 液。

標準側溶液：(4)の Y 液。

空試験溶液：(4)の Z 液。

操作：JIS K 8001 の 5.31(1)(d)による。測定波長 283.3nm。

(7) マンガン (Mn) 0.001%以下

試料側溶液：(4)の X 液。

標準側溶液：(4)の Y 液。

空試験溶液：(4)の Z 液。

操作：JIS K 8001 の 5.31(1)(d)による。測定波長 279.5nm。

(8) 鉄 (Fe) 0.005%以下

試料側溶液：(5)の X 液。

標準側溶液：(5)の Y 液。

空試験溶液：(5)の Z 液。

操作：JIS K 8001 の 5.31(1)(d)による。測定波長 248.3nm。

(9) コバルト (Co) 0.03%以下

試料側溶液：(4)の S 液 2.0ml (試料量 0.2g) + 水 (→100ml) (X 液)。

標準側溶液：(4)の S 液 2.0ml + コバルト標準液 (0.01mgCo/ml) 6.0ml + 水 (→100ml) (Y 液)。

空試験溶液：硝酸(1+1)3ml + 水 (→100ml) (Z 液)。

操作：JIS K 8001 の 5.31(1)(d)による。測定波長 240.7nm。

7. 容器 気密容器とする。

8. 表示 容器には、次の事項を表示しなければならない。

(1) 名称 “ニッケル” 及び “試薬” の文字

(2) 種類

(3) 元素記号，原子量

(4) 品質（純度）

(5) 内容量

(6) 製造番号

(7) 製造業者名又はその略号

## 原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	久保田 正 明	物質工学工業技術研究所計測化学部
	細 川 幹 夫	通商産業省基礎産業局生物化学産業課
	津 田 博	通商産業省機械情報産業局計量行政室
	地 崎 修	工業技術院標準部繊維化学規格課
	喜多川 忍	通商産業検査所化学部化学標準課
	野々村 誠	都立工業技術センター無機化学部
	加 山 英 男	財団法人日本規格協会
	石 橋 無味雄	厚生省国立衛生試験所
	川 瀬 晃	社団法人日本分析化学会
	柳 瀬 斉 彦	社団法人日本化学工業協会
	藤 貫 正	社団法人日本分析化学会
	並 木 昭	財団法人化学品検査協会
	鶴 田 利 行	硫酸協会
	中 村 靖	日本鋳業協会
	大 槻 孝	社団法人日本鉄鋼協会
	日 暮 喜八郎	第一化学薬品株式会社
	北 田 佳 伸	和光純薬工業株式会社
	高 野 虞美子	東京化成工業株式会社
	中 村 穰	森田化学工業株式会社
	山 岡 宏	片山化学工業株式会社
	飯 岡 寛 一	柳島製薬株式会社
	山 田 和 夫	関東化学株式会社
(事務局)	平 井 信 次	日本試薬連合会