

5-11. セレン (Se)

H18 問13

水素化合物発生原子吸光法によるセレンの検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 試料を硫酸と硝酸で処理して有機物を分解する。
- (2) 次に、塩酸酸性として90～100℃で10分間加熱する。
- (3) 塩酸酸性下の加熱処理により、セレン(IV)がセレン(VI)に酸化される。
- (4) 放冷後、テトラヒドロほう酸ナトリウムを加えてセレン化水素を発生させる。
- (5) セレン化水素を水素-アルゴンフレイムに導く。

H20 問13

水素化合物発生原子吸光法によるセレンの検定に関する記述中、下線を付した箇所のうち、誤っているものはどれか。

試料を硫酸と硝酸で処理して有機物を分解した後、約6mol/L⁽¹⁾塩酸酸性とし、90～100℃で⁽²⁾10分間加熱する。放冷後、⁽³⁾テトラヒドロほう酸ナトリウムを加えて⁽⁴⁾セレン化水素を発生させ、これを⁽⁵⁾誘導結合プラズマに導いて原子吸光分析する。

H27 問14

セレン及びその化合物の検定方法として、用いられないものはどれか。

- (1) 水素化合物発生原子吸光法
- (2) ICP 質量分析法
- (3) 3,3'-ジアミノベンジジン吸光光度法
- (4) ガスクロマトグラフ質量分析法
- (5) 水素化合物発生ICP 発光分光分析法

H29 問14

水素化合物発生原子吸光法によるセレンの検定に関する次の記述中，ア～ウの（ ）の中に挿入すべき語句の組合せとして，正しいものはどれか。

試料を（ア）と硝酸で加熱（乾固直前まで）して有機物を分解した後，約6 mol/L の（イ）酸性とし，90 ～ 100 °Cで10 分間加熱してセレン(VI)をセレン(IV)に還元する。放冷後，連続式水素化合物発生装置に，この溶液，テトラヒドロほう酸ナトリウム及び塩酸を定量ポンプで送入し，発生したセレン化水素を（ウ）-アルゴンフレイムに導き，波長196.0 nm の吸光度を測定し，セレンを定量する。

- | | （ア） | （イ） | （ウ） |
|-----|------|-----|-------|
| (1) | 硫酸 | 硝酸 | アセチレン |
| (2) | 硫酸 | 塩酸 | 水素 |
| (3) | 塩酸 | 硝酸 | アセチレン |
| (4) | 塩酸 | 硫酸 | 水素 |
| (5) | 過塩素酸 | 塩酸 | アセチレン |

5-12. シアン (CN)

H20 問14

シアン化合物の検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) シアン化合物を含む排水は、ガラス容器又はプラスチック容器に採取する。
- (2) 試料中に残留塩素などの酸化性物質が共存しない場合には、水酸化ナトリウムを加えてpH を約12にして保存し、できるだけ早く試験する。
- (3) シアン化水素酸、シアン化物イオン、金属のシアン化錯体などのすべての形態のシアン化合物を含んだ排水を、一定条件下で前処理する。
- (4) 前処理では、EDTA を共存させ、pH 12以上のアルカリ性で加熱蒸留して、試料中のシアン化合物をシアン化水素として留出させる。
- (5) 留出液のpH を約7とし、クロラミンTを加え、さらにピリジン-ピラゾロン溶液を加えて、生成した青色化合物の吸光度を測定する。

H22 問14

ピリジン-ピラゾロン吸光光度法によるシアン化合物の検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) EDTA を共存させ、pH 2以下のりん酸酸性下で加熱蒸留して、シアン化水素として留出させる。
- (2) コバルトや水銀のシアノ錯体も完全に分解されて、シアン化水素を発生する。
- (3) 加熱蒸留により留出したシアン化水素は、水酸化ナトリウム溶液に捕集する。
- (4) 捕集液のpHを約7とし、クロラミンTと反応させて塩化シアンとする。
- (5) 塩化シアンとピリジン-ピラゾロン溶液が反応して生成する青色化合物の吸光度を測定する。

H26 問14

シアン化合物の検定方法に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) EDTA を共存させ、pH 2以下のりん酸酸性下で加熱蒸留する方法が採用されている。
- (2) 加熱蒸留方法では、コバルト、水銀、金などのシアノ錯体もほぼ分解し、シアン化水素として蒸留される。
- (3) 加熱蒸留により留出したシアン化水素を水酸化ナトリウム溶液に捕集した後、吸光光度法で定量する。
- (4) 試料中のシアン化合物は変化しやすいので、試料採取後、直ちに試験することが望ましい。
- (5) 直ちに試験できず保存する場合、残留塩素を含まない試料に対しては、水酸化ナトリウムを添加してpH 約12として保存する。

H27 問15

シアン化合物の検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 試料中のシアン化合物は変化しやすいので、試料採取後、直ちに試験する。
- (2) 直ちに試験できない場合は、りん酸を加えてpH を約2 として保存する。
- (3) 試料中に残留塩素がある場合は、アスコルビン酸を加えて還元しておく。
- (4) 分析前処理においてはEDTA を共存させ、pH 2 以下のりん酸酸性下で加熱蒸留する。
- (5) コバルト、水銀などのシアノ錯体は、加熱蒸留時の分解率が低い。

5-13. チウラムシマジンチオベンカルブ

H21 問14

ガスクロマトグラフ質量分析法によるシマジン及びチオベンカルブの検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 前処理には、溶媒抽出法又は固相抽出法が用いられる。
- (2) クリーンアップには、フロリジルカラムを用い、シリカゲルカラムは用いない。
- (3) 妨害物質がないときは、クリーンアップ操作を省略できる。
- (4) カラム溶出液を濃縮した後、スプリットレス方式又はコールドオンカラム方式でガスクロマトグラフに注入する。
- (5) 選択イオン検出法で特有の質量数をモニターし、クロマトグラムを記録する。

5-14. 亜硝酸化合物

H25 問14

ナフチルエチレンジアミン吸光光度法による亜硝酸化合物の検定に関する記述中、ア～エの（ ）の中に挿入すべき語句の組合せとして、正しいものはどれか。

(ア) 溶液中で亜硝酸イオンにより4-アミノベンゼンスルホンアミドを(イ)化し、これと二塩化N-1-ナフチルエチレンジアンモニウムとを反応させて生じた(ウ)の(エ)化合物の発色の強さを測定する。

	(ア)	(イ)	(ウ)	(エ)
(1)	酸性	酸	青色	酸化
(2)	酸性	ジアゾ	赤色	アゾ
(3)	中性	アミド	赤色	アジド
(4)	アルカリ性	ジアゾ	紫色	アゾ
(5)	アルカリ性	酸	青色	酸化

H30 問15

排水中の窒素化合物に関する記述として、正しいものはどれか。

- (1) 排水基準の有害物質として規制されているのは、アンモニア、アンモニウム化合物、亜硝酸化合物、硝酸化合物、有機体の窒素化合物である。
- (2) アンモニア性窒素をインドフェノール青吸光光度法で定量する場合、前処理としての蒸留操作は必要ない。
- (3) アンモニア性窒素をイオンクロマトグラフ法で定量する場合、前処理としての蒸留操作は必要である。
- (4) 亜硝酸化合物をナフチルエチレンジアミン吸光光度法で定量する場合、直ちに試験できないときには、試料を冷凍保存する。
- (5) 亜硝酸化合物をイオンクロマトグラフ法で定量する場合、保存処理は行わず、直ちに試験を行う。

5-15. 塩素化炭素 ベンゼン

H20 問15

パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ質量分析法による塩素化炭化水素及びベンゼンの検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 試料をパージ容器にとり、内標準物質及びメタノールを加える。
- (2) パージガスを通じて、揮発性有機化合物をトラップ管に捕集する。
- (3) トラップ管を冷却して有機化合物を脱着させ、冷却凝縮装置に吸着させる。
- (4) 冷却凝縮装置を加熱して、有機化合物をガスクロマトグラフ質量分析装置に導入する。
- (5) 選択イオン検出法又はこれと同等な方法で選択イオンのクロマトグラムを記録する。

H25 問15

塩素化炭化水素及びベンゼンの検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 試料はガラス容器に泡立てないように静かに採取し、気泡が残らないように満水にして密栓する。
- (2) ゴム栓やコルク栓は使用しない。
- (3) 試験が直ちに行えない場合は、4 ° C 以下(凍結させない)の暗所に保存し、できるだけ早く試験する。
- (4) 溶媒抽出-ガスクロマトグラフ法では、検出器にはFID を用いる。
- (5) ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ法では、塩素化炭化水素の検出にはECD を用いるが、ベンゼンにはFID を用いる。

H27 問11

ガスクロマトグラフ法による揮発性有機化合物又は農薬の検定において、分離、濃縮を目的とする前処理法として、用いられないものはどれか。

- (1) パージ・トラップ法
- (2) ヘッドスペース法
- (3) 溶媒抽出法
- (4) 水蒸気蒸留法
- (5) 固相抽出法

H29 問15

ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ質量分析法によるベンゼンの検定方法に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) バイアルに塩化ナトリウムをとり、試料を空間が残るように静かに泡立てないように加える。
- (2) バイアルに加える塩化ナトリウムは、試料の塩濃度の相違による分析値のばらつきを防止するとともに、塩析効果による感度向上のためである。
- (3) 試料に添加するフルオロベンゼンは内標準物質として用いられる。
- (4) 一定温度に調節した恒温槽に、試料を入れたバイアルを1～2分間静置し、気液平衡状態とする。
- (5) 気液平衡状態となった気相の一定量をガスタイトシリンジでとり、ガスクロマトグラフ質量分析計に注入する。