

5-6. カドミウム (Cd) 鉛 (Pb)

H28 問14

カドミウム及びその化合物の検定法として、用いられないものはどれか。

- (1) フレーム原子吸光法
- (2) ICP 質量分析法
- (3) 電気加熱原子吸光法
- (4) ICP 発光分光分析法
- (5) イオンクロマトグラフ法

H28 問15

次の文章は、鉛及びその化合物の検定に用いられる電気加熱原子吸光法の概要を記したものである。文章中のア～ウの () の中に挿入すべき語句の組合せとして、適切なものはどれか。

前処理した試料に (ア) として硝酸パラジウム(II)を加えた後、一定量を電気加熱炉に注入し、乾燥、(イ) の過程を経て原子化し、特定波長の吸光度を測定して鉛を定量する。この際、(ウ) を用いる。

(ア)	(イ)	(ウ)
(1) 内標準物質	脱塩	標準添加法
(2) 内標準物質	灰化	内標準法
(3) マトリックスモディファイヤー	灰化	内標準法
(4) マトリックスモディファイヤー	灰化	標準添加法
(5) マトリックスモディファイヤー	脱塩	内標準法

5-7. クロム (Cr)

H19 問14

ジフェニルカルバジド吸光光度法によるクロム(VI)の検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 試料を硫酸酸性とし、ジフェニルカルバジド溶液を加えて錯体を形成させる。
- (2) 別に同量の試料を取り、エタノールを加えてクロム(III)をクロム(VI)にして対照液とする。
- (3) クロム(III)を含む試料は、鉄共沈法によってクロム(III)を除去する。
- (4) 着色している試料の場合には、鉄共沈法を適用する。
- (5) 鉄共沈法では、硫酸アンモニウム鉄(III)溶液を加えた後、微アルカリ性として沈殿を生成させる。

H22 問12

クロム(VI)の検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 二クロム酸イオンは還元されやすいので、試料採取後、早く試験する。
- (2) 試料を保存するときは、そのままの状態でも0～10°Cの暗所に保存する。
- (3) 検定法には、ジフェニルカルバジド吸光光度法、フレイム原子吸光法、ICP発光分光分析法等を用いる。
- (4) ジフェニルカルバジド吸光光度法では、エタノールによりクロム(VI)を還元した後、発色させたものを対照液に用いることにより、共存物の影響を避ける。
- (5) 鉄共沈法を用いるICP発光分光分析法では、水酸化鉄(III)によりクロム(VI)を共沈させて分離し、この沈殿を硝酸に溶かしてクロム(VI)濃度を定量する。

H25 問11

ジフェニルカルバジド吸光光度法によるクロム(VI)の検定に関する記述として、正しいものはどれか。

- (1) 採水に用いる試料容器は試料で共洗いをしない。
- (2) 直ちに測定できない場合には、アルカリ性にして0～10°Cの暗所で保存する。
- (3) 試料をアルカリ性とし、ジフェニルカルバジド溶液を加えて赤紫の錯体を形成させる。
- (4) 別に同量の試料を取り、エタノールを加えてクロム(VI)をクロム(III)に還元して、同じ発色操作を行い、対照液とする。
- (5) 発色させた試料の吸光度を紫外部で測定する。

H30 問13

クロム(VI)化合物の検定法として、用いられないものはどれか。

- (1) ジフェニルカルバジド吸光光度法
- (2) 水素化物発生原子吸光法
- (3) 電気加熱原子吸光法
- (4) ICP 発光分光分析法
- (5) ICP 質量分析法

5-8. ヒ素 (As)

H21 問13

ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法によるヒ素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。

前処理した試料による化カリウムと①塩化すず(Ⅱ)を加えてしばらく放置し、ヒ素(V)をヒ素(Ⅲ)に②還元する。これに③亜鉛を加え、発生する④塩化ヒ素をジエチルジチオカルバミド酸銀・ブルシン・クロロホルム溶液に吸収させる。⑤赤紫に発色した吸収液の吸光度を測定する。

H24 問14

水素化物発生原子吸光法によるヒ素の検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 試料は硫酸、硝酸及び過マンガン酸カリウムで前処理した後、塩酸酸性溶液とする。
- (2) 前処理の硝酸が残存すると、水素化ヒ素の発生が促進される。
- (3) 前処理後の試料溶液による化カリウムを加えて、ヒ素(V)をヒ素(Ⅲ)に還元する。
- (4) ヒ素(Ⅲ)の溶液をテトラヒドロほう酸ナトリウム溶液と反応させて、水素化ヒ素を発生させる。
- (5) 水素化ヒ素は水素-アルゴンフレームに導いて吸光度を測定する。

H26 問13

水素化物発生原子吸光法による、ひ素化合物の検定方法に関する記述中、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。

試料を硫酸、硝酸及び（ア）で前処理した後、塩酸酸性溶液とする。これに（イ）を加えしばらく放置し、ひ素(V)をひ素(III)に還元する。この溶液を連続式水素化物発生装置において（ウ）と反応させて水素化ひ素を発生させ、これを水素-アルゴンフレームに導いて吸光度を測定し、ひ素を定量する。

- | | (ア) | (イ) | (ウ) |
|-----|--------------|----------------|----------------|
| (1) | よう化カリウム | ペルオキシ二硫酸カリウム | テトロヒドロほう酸ナトリウム |
| (2) | ペルオキシ二硫酸カリウム | テトラヒドロほう酸ナトリウム | よう化カリウム |
| (3) | 過マンガン酸カリウム | よう化カリウム | テトラヒドロほう酸ナトリウム |
| (4) | 過マンガン酸カリウム | テトラヒドロほう酸ナトリウム | よう化カリウム |
| (5) | 重クロム酸カリウム | よう化カリウム | ペルオキシ二硫酸 |

5-9. 水銀 (Hg)

H19 問15

還元気化原子吸光法による全水銀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。

試料の適量を取り、水を加えて一定量とした後、硫酸、硝酸及び①酸化剤として過マンガン酸カリウム、ペルオキシ二硫酸カリウムを加え、95°Cの水浴中で2時間加熱する。冷却後、過剰の過マンガン酸カリウムを塩化ヒドロキシルアンモニウムで②還元し、直ちに塩化すず(II)を加えて③水銀イオンを④金属水銀に⑤酸化する。これに空気を循環通気して水銀蒸気を発生させ、波長253.7nmで吸光度を測定する。

H23 問12

還元気化原子吸光法による総水銀の検定に関する記述として、誤っているものはどれか。

- (1) 試料に硫酸、硝酸、過マンガン酸カリウム及びペルオキシ二硫酸カリウムを加えて加熱し、水銀化合物を水銀(II)にする。
- (2) 冷却後、過剰の過マンガン酸カリウムをペルオキシ二硫酸アンモニウムで酸化する。
- (3) 直ちに、塩化すず(II)を加えて水銀(II)を金属水銀にする。
- (4) これに空気を循環通気して水銀蒸気を発生させ、吸光度(253.7nm)を測定する。
- (5) ベンゼン、アセトンなどの揮発性有機化合物は、正の誤差を生じる。

H24 問 15

総水銀の検定に関する記述中，（ア）から（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。

試料を強酸と酸化剤で処理して，いろいろな水銀化合物を（ア）にする。過剰な酸化剤を（イ）した後，すず(Ⅱ)を加えて（ア）を（ウ）に（イ）し，これに通気して発生する（エ）による原子吸光を測定する。

	（ア）	（イ）	（ウ）	（エ）
(1)	水銀(Ⅱ)	還元	金属水銀	水銀蒸気
(2)	水銀(Ⅱ)	酸化	水銀蒸気	金属水銀
(3)	金属水銀	還元	水銀蒸気	水銀(Ⅱ)
(4)	金属水銀	酸化	水銀(Ⅱ)	水銀蒸気
(5)	水銀蒸気	酸化	金属水銀	水銀(Ⅱ)

H30 問14

総水銀の検定法に関する記述として，誤っているものはどれか。

- (1) すべての化学形態の無機水銀化合物は，測定対象に含まれる。
- (2) すべての化学形態の有機水銀化合物は，測定対象に含まれる。
- (3) 強酸と酸化剤による前処理では，いろいろな水銀化合物を2 価の無機水銀にする。
- (4) 前処理で生成した無機水銀は，水素化ほう素ナトリウムにより金属水銀に還元する。
- (5) 還元気化原子吸光法では，還元された金属水銀を水中から気相に移し，水銀の吸光度を測定し，水銀を定量する。

5-10. ホウ素 (B)

H18 問15

メチレンブルー吸光光度法によるほう素化合物の検定に関する記述として、下線を付した箇所のうち、誤っているものはどれか。

ほう素化合物に①硫酸と②ふっ化水素酸を加えて③テトラフルオロほう酸イオンとした後、メチレンブルーを加え、生成する④イオン会合体を⑤ヘキサンで抽出し、その吸光度を測定する。

H23 問13

メチレンブルー吸光光度法によるほう素及びその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) 用いる水の精製には、ほうけい酸ガラス製の蒸留器を使用する。
- (2) 試料を硫酸酸性とし、メチレンブルーと1,2-ジクロロエタンを加えて振り混ぜた後、1,2-ジクロロエタン層を捨てる。
- (3) ふっ化水素酸溶液を加えて振り混ぜ、テトラフルオロほう酸イオンを生成させて、メチレンブルーと反応させる。
- (4) 生成するイオン会合体を1,2-ジクロロエタンで抽出する。
- (5) 1,2-ジクロロエタン層を硫酸銀溶液で洗浄し、吸光度(660nm)を測定する。

H25 問13

ほう素及びその化合物の検定法として、誤っているものはどれか。

- (1) メチレンブルー吸光光度法
- (2) アゾメチンH 吸光光度法
- (3) ガスクロマトグラフ法
- (4) ICP 発光分光分析法
- (5) ICP 質量分析法