

化学分析概論及び濃度の計量

注意事項

- 1 解答時間は、午前 10 時 50 分から 12 時までの 1 時間 10 分である。
- 2 解答用紙の所定の欄に、氏名、生年月日及び受験番号を正確に記入し、生年月日及び受験番号については、その下のマーク欄にもマークすること。
- 3 問題は 25 問で、全問必須である。
- 4 出題の形式は、各問に対して五つの選択肢が用意されており、その中から一つの解答を選ぶ五肢択一方式である。
- 5 解答は、各問の番号に対応するマーク欄に一か所のみマークすること。
- 6 マークの記入は、解答用紙に記された記入例を参照のこと。
- 7 解答の記入にあたっては、次の点に注意すること。
 - (1) 筆記具は HB の黒鉛筆又は黒シャープペンシルを用い、マーク欄の枠内をぬりつぶすこと。
 - (2) 解答を修正する場合は、消しゴムできれいに消して、消しくずを残さないようにすること。
 - (3) 解答用紙は、汚したり、折り曲げたりしないこと。
- 8 携帯電話の電源は切り、電卓は使用しないこと。

以上の注意事項及び係官からの指示事項が守られない場合には、採点されないことがある。

指示があるまで開かないこと。

問 1 濃度が質量分率 12.6% の HNO_3 水溶液のモル濃度 (mol dm^{-3}) として、次の中から最も近いもの一つ選べ。ただし、水素、窒素、酸素の原子量は、それぞれ

1、14、16、上記水溶液の密度は、 1.1 g cm^{-3} とする。

- 1 2.0
- 2 2.1
- 3 2.2
- 4 2.3
- 5 2.4

問 2 $0.5 \text{ mol dm}^{-3} \text{K}_2\text{CrO}_4$ 溶液中の Ag_2CrO_4 の溶解度 (mol dm^{-3}) として、次の中から最も近いもの一つ選べ。ただし、 Ag_2CrO_4 の溶解度積 (K_{sp}) は 2.0×10^{-12} とする。

- 1 1.0×10^{-6}
- 2 2.0×10^{-6}
- 3 3.0×10^{-6}
- 4 4.0×10^{-6}
- 5 5.0×10^{-6}

問 3 マグネシウム 1.2 g を硝酸に溶解して 0.5 mol dm^{-3} の硝酸性のマグネシウム (II) 溶液を 250 cm^3 調製するときに、加えるべき 6.5 mol dm^{-3} の硝酸溶液の体積 (cm^3) として、次の中から最も近いもの一つ選べ。ただし、マグネシウムの原子量は 24 とする。なお、揮散などによる硝酸の損失は考えない。

- 1 15
- 2 20
- 3 25
- 4 30
- 5 35

問 4 日本工業規格 (JIS Z 8808) に規定されている排ガス中のダスト濃度の測定において、必要な測定項目と使用器具の組合せとして擬っているものはどれか。次の中から一つ選べ。

測定項目	使用器具
1 排ガス温度	熱電対
2 吸引流量	湿式ガスメータ
3 排ガス流速	ピトー管
4 水分量	吸湿管
5 ダスト量	カスケードインパクト

問 5 イオン電極法を用いた排ガス中の塩化水素分析法に関する次の記述のうち、日本工業規格 (JIS K 0107) に適合しないものはどれか。一つ選べ。

- 1 試料ガス中の塩化水素を水酸化ナトリウム溶液に吸収させる。
- 2 試料採取操作後の吸収液に酢酸緩衝液を加えて、分析用試料溶液とする。
- 3 片対数方眼紙の対数軸に塩化物イオン濃度をとり、均等軸に電位をとって、検量線を作成する。
- 4 塩化物イオン濃度を 10 倍変化させたときの電位変化を測定し、電位こう配を求めらる。
- 5 試料ガス中の他のハロゲン化物、シアニ化物、硫化物などは測定に影響を与えらる。

問 6 排ガス中のダイオキシン類及びコプラナー PCB の測定に関する次の記述のうち、日本工業規格 (JIS K 0311) に適合しないものを一つ選べ。

- 1 検量線の作成には、各検量線作成用標準液を 1 濃度に対して最低 3 回 GC/MS に注入し、全濃度領域で合計 15 点以上のデータを得る。
- 2 試料測定時の検出下限及び定量下限は、試料ガスの採取量の影響を受けないので、一連の測定において一度求めておく。
- 3 操作ブランク試験は、測定用試料の調製または GC/MS への導入操作などに起因する汚染を確認し、測定に支障の無い測定環境を設定するために行うものである。
- 4 装置の検出下限及び定量下限は、使用する GC/MS 及び測定条件を変更した場合などには必ず確認する。
- 5 トラベルブランク試験は、試料ガス採取準備時から試料測定時までの汚染の有無を確認するためのものである。

問 7 排ガス中のベンゼン分析法に関する次の記述のうち、日本工業規格 (JIS K 0088) に適合しないものを一つ選べ。

- 1 試料採取に用いる捕集バッグ法はガスクロマトグラフ法に適用する。
- 2 試料採取に用いる濃縮法は低濃度試料の場合のガスクロマトグラフ法に適用する。
- 3 試料採取に用いる吸収瓶法は 4-アミノピリン吸光度法に適用する。
- 4 試料ガス採取管は、排ガス中の腐食性ガスによって侵されない材質、例えば、ガラス管、石英ガラス管、四ふっ化エチレン樹脂管などを用いる。
- 5 排ガス中にダストなどが混入することを防ぐため、採取管の先端又は適当な位置に適当なる過材を詰める。

問 8 工場排水中の鉛の定量方法として、次の方法のうち、日本工業規格(JIS K 0102)に規定されていないものを一つ選べ。

- 1 ジエチルジチオカルバミド酸吸光度法
- 2 フレーム原子吸光法
- 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

問 9 工場排水中のほう素の定量法に関する次の記述のうち、日本工業規格(JIS K 0102)に適合しないものを一つ選べ。

- 1 分析操作において、ガラス器具は石英ガラス又はソーダ石灰ガラス製のものを用いる。
- 2 メチレンブルー吸光度法では、ほう素化合物に硫酸とふつ化水素酸を加えて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、生成するイオン会合体を 1, 2-ジクロロエタンで抽出し、その吸光度を測定する。
- 3 アゾメチン H 吸光度法では、ほう酸が pH 約 6 でアゾメチン H と反応して生成する黄色の錯体の吸光度を測定する。
- 4 イオンクロマトグラフ法では、陰イオン交換体を充てんしたカラムを用いる。
- 5 ICP 発光分光分析法では、メモリー効果が大きいため、次の試料を噴霧する前に、水を十分な時間噴霧する。

問 10 次の記述は、水質汚濁に係る環境基準(昭和 46 年環境庁告示第 59 号、平成 5 年告示第 16 号追加)の付表 4 (昭和 46 年環境庁告示第 59 号、平成 5 年環境庁告示第 16 号で追加記載)によるチウラムの測定方法における前処理について示したものである。(ア)、(イ)、(ウ)、(エ)に入れる語の組合せのうち、正しいものを一つ選べ。

試料の前処理において溶媒抽出は、試料 11 を分液漏斗に採り、(ア) 40 g 及び (イ) 100 ml を加え、振とう機を用いて約 10 分間振とうする。溶媒層と水層を分離した後、水層に (イ) 50 ml を加え、再び振とう機を用いて約 10 分間振とう抽出する。固相抽出は、塩酸(1 + 1)で pH を (ウ) に調整した試料 500 ml を固相カラムに吸引しながら毎分 10~20 ml で流下させる。固相カラムの水分を除去後、カラムの上端から (エ) 3 ml を緩やかに通し、チウラムを溶出させる。

- | | (ア) | (イ) | (ウ) | (エ) |
|-----------|---------|-----|---------|-----|
| 1 塩化ナトリウム | ヘキサン | 2.5 | ジクロロメタン | |
| 2 硫酸ナトリウム | ジクロロメタン | 3 | メタノール | |
| 3 塩化ナトリウム | ジクロロメタン | 3.5 | アセトニトリル | |
| 4 硫酸ナトリウム | 酢酸エチル | 4 | 酢酸エチル | |
| 5 塩化ナトリウム | ヘキサン | 4.5 | メタノール | |

問 11 排水中のトリクロロエチレン、テトラクロロエチレンの試験に関する次の方法のうち、日本工業規格(JIS K 0125)に規定されていないものを一つ選べ。

- 1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ質量分析法
- 2 ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ質量分析法
- 3 溶媒抽出-ガスクロマトグラフ法
- 4 水素炎イオン化検出器(FID)を用いたヘッドスペース-ガスクロマトグラフ法
- 5 電子捕獲検出器(ECD)を用いたパージ・トラップ-ガスクロマトグラフ法

問12 土壌中の揮発性有機化合物を測定するための前処理に関する次の記述のうち、土壌の汚染に係る環境基準(平成3年環境庁告示第46号)の付表による前処理操作に適合しないものを選択べ。

- 1 採取した土壌は、密封できるガラス製容器又は測定の対象とする物質が吸着しない容器に、空げきが残らないように収める。
- 2 試験を直ちに行えない場合には、4℃以下の冷暗所に保存し、できるだけ速やかに試験を行う。
- 3 採取した土壌からおおむね粒径5mmを超えろ中¹⁰小礫、木片等を除く。
- 4 試料液の調製は、あらかじめかくはん子を入れたねじり付三角フラスコに試料と溶媒とを重量体積比10%の割合となるようにとり、速やかに密栓する。
- 5 溶出は、調製した試料液を常温・常圧に保ち、マグネチックスターラーで1時間連続してかくはんする。

問13 溶液導電率方式計測器による排ガス中の二酸化硫黄測定に関する次の記述の中から正しいものを選択べ。

- 1 本計測器によれば、硫黄酸化物のうち二酸化硫黄のみが測定される。
- 2 共存するCO₂、NH₃、HCl、NO₂の影響を無視、又は除去できる場合に適用する。
- 3 吸収液には、通常塩酸性の過酸化水素水を用いる。
- 4 本計測器の最大測定範囲は、0～1.00 vol ppmである。
- 5 比較電極は、二酸化硫黄吸収後の吸収液の導電率を測定するのに用いる。

問14 pH測定に関する次の記述の中から、正しいものを選択べ。

- 1 フタル酸塩pH標準液は、2種類の試薬を水に溶かしたものである。
- 2 pH計のゼロ校正は、検出部をフタル酸塩pH標準液に浸して行う。
- 3 pH値が7を超える試料を測定する場合は、通常しゅう酸塩pH標準液を用いる。
- 4 強酸化剤を含んだ水溶液のpH測定には、通常ガラス電極を用いる。
- 5 ガラス電極は測定終了後、乾燥空气中で保存しなければならぬ。

問15 ガスクロマトグラフ法に関する以下の記述において、ア、イ、ウに入れる語の組合せの中で、正しいものを選択べ。

ガスクロマトグラフ法において、試料導入部で気体となった試料は ア によって運ばれて、 イ で成分毎に分離された後、検出器によって検出される。検出器の応答を時間の経過に従って記録したものを ウ と呼ぶ。

- | | | |
|-----------|---------|---------|
| ア | イ | ウ |
| 1 キヤピラリー | ヘッドスペース | ヒストグラム |
| 2 スプリット | カラム | クロマトグラム |
| 3 キャリヤーガス | ヘッドスペース | ダイヤグラム |
| 4 キヤピラリー | ネプライザー | ヒストグラム |
| 5 キャリヤーガス | カラム | クロマトグラム |

問16 ICP(誘導結合プラズマ)発光分光分析に関する次の記述の中で、誤っているものを選択べ。

- 1 検量線法には発光強度法と強度比法がある。
- 2 検量線の作成において、マトリックスマツチングを行うことがある。
- 3 通常、同軸形ネプライザーを使用するので、物理干渉は無視できる。
- 4 プラズマの温度が高いので、化学干渉は原子吸光分析の場合と比較して小さい。
- 5 分光干渉の補正には、元素間干渉補正、スペクトル分離による補正及びバックグラウンド補正がある。

問17 フレーム原子吸光分析における次の記述の中で、誤っているもの一つ選べ。

- 1 カドミウム測定の場合、アルカリ金属のハロゲン化物が多量に存在すると、定量値に正の誤差を生じる。
- 2 アルミニウム、チタン、バナジウム等の測定では、低温フレーム(プロパン-空気炎等)を用いる。
- 3 水銀測定の場合は、通常還元気化法を適用し、フレームは使用しない。
- 4 ひ素、アンチモン、セレン等の測定では、水素化物発生法を適用すると高感度に測定できる。
- 5 りん及び硫黄の測定では、共鳴線が真空紫外領域にあるので、通常、原子吸光分析の対象としない。

問18 非分散形赤外線濃度計の構成要素として使用されないものを次の記述の中から一つ選べ。

- 1 回折格子
- 2 コンデンサマイクロホン
- 3 試料セル
- 4 回転セクタ
- 5 光源(ニクロム線)

問19 JIS K 0095 に準拠した排ガス試料採取方法に関する次の記述の中から、誤っているもの一つ選べ。

- 1 試料採取に先立って配管内を試料ガスで十分置換する。
- 2 採取位置断面において排ガス濃度変動が少なく(±15%以内)、均一であると認められる場合、任意の一点を採取点とすることができる。
- 3 煙道の断面形状が急激に変化している部分は、採取位置として適切でない。
- 4 排ガス中のメルカプタン(チオール)の測定に使用する採取管、導管の材質には、ステンレス鋼が適している。
- 5 排ガスの露点が高い場合、採取管を加熱する。

問20 排ガス中の窒素酸化物自動計測器(JIS B 7982)に関する下記の項目の中から、校正用ガスだけでは行うことができないもの一つ選べ。

- 1 ゼロ調整
- 2 指示誤差(器差)試験
- 3 干渉成分の影響試験
- 4 繰返し性試験
- 5 スパン調整

問21 濃度計と排ガス中の分析対象成分との次の組合せの中から、通常使用されないものを一つ選べ。

- | | |
|--------------|-------|
| 1 ガスクロマトグラフ | 一酸化炭素 |
| 2 イオンクロマトグラフ | アンモニア |
| 3 吸光度計 | 硫化水素 |
| 4 化学発光方式濃度計 | 一酸化窒素 |
| 5 ICP発光分光分析計 | 塩化水素 |

問22 排ガス中の酸素自動計測器(JIS B 7983)に関する以下の記述において、ア、イ、ウに入れる語の組合せの中で、正しいもの一つ選べ。

ジルコニア方式は の一種であり、ジルコニア素子は通常 の温度で使用される。ジルコニア方式は磁気式に比べて可燃性ガスによる影響が 。

- | | | |
|---------|-------|-----|
| ア | イ | ウ |
| 1 電気化学式 | 数百℃以上 | 大きい |
| 2 光学式 | 室温付近 | 小さい |
| 3 電気化学式 | 0℃以下 | 小さい |
| 4 光学式 | 数百℃以上 | 大きい |
| 5 電気化学式 | 室温付近 | 小さい |

問23 以下の器具又は装置の中で、高速液体クロマトグラフ法で使われないものを選択べ。

- 1 送液ポンプ
- 2 フォトダイオードアレイ検出器
- 3 マイクロシリンジ
- 4 パーエーションチューブ
- 5 シリカゲルカラム

問24 ガスクロマトグラフィーマス分析に用いられないものを選択べ。

- 1 マスクロマトグラフィーマス(MC)
- 2 全イオンクロマトグラム(TIC)
- 3 選択イオンモニタリング(SIM)
- 4 エレクトロスプレーイオン化(ESI)
- 5 タンデムマススペクトロメトリー(MS/MS)

問25 JIS B 7954 に準拠した大気中の浮遊粒子状物質自動計測器に関する次の記述の中で、誤っているものを選択べ。

- 1 ゼロ校正には粒子状物質を含まない空気を、スパン校正には校正用エアロゾルを用いる。
- 2 質量濃度とは、単位体積に含まれる浮遊粒子状物質の質量であり、単位は $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 mg/m^3 等で表す。
- 3 浮遊粒子状物質とは、大気中の固体の粒子であり、液体粒子は含まない。
- 4 光散乱方式では、粒子による散乱光量から相対濃度としての指示値を得る。
- 5 圧電天びん方式では、粒子の付着による水晶振動子の振動数の変化量から指示値を得る。