

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 ガスクロマトグラフ法に関する次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 キヤピラリー内面に、固定相を化学的に固定したカラムが多用されている。
- 2 内径が同じキヤピラリーカラムでは、固定相が厚いものほど理論段数が小さい。
- 3 水素を流す必要がある検出器として、熱イオン化検出器、電子捕獲検出器などがある。
- 4 保持値として、保持時間、保持比、保持指標などが使われる。
- 5 無機ガスや低級炭化水素類の分離には、固定相として吸着剤が使われることが多い。

問 2 質量分率 14.7% の H_2SO_4 水溶液に水を加えてモル濃度が $0.3 \text{ (mol dm}^{-3}\text{)}$ の H_2SO_4 水溶液を 250 cm^3 調製する際に、分取すべきものとの H_2SO_4 水溶液の体積 (cm^3) として、次の中から最も近いものを選ぶ。ただし、水素、硫黄、酸素の原子量はそれぞれ 1、32、16 とし、質量分率 14.7% の H_2SO_4 水溶液の密度は 1.1 g cm^{-3} とする。

- 1 30
- 2 35
- 3 40
- 4 45
- 5 50

問 3 吸光光度法に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 検量線法や標準添加法などで、成分の定量を行う。
- 2 光源の輝度と検出感度は、正比例関係にある。
- 3 光電子増倍管からの輝線スペクトルは、分光光度計の波長校正に用いられる。
- 4 分光には、フィルタは使えない。
- 5 ほうけい酸ガラス製の吸収セルは、200～1200 nm の波長範囲で使用される。

問 4 $0.05 \text{ mol dm}^{-3} \text{ NaBr}$ 水溶液への AgBr の溶解度 (mol dm^{-3}) として次の中から最も近いものを一つ選べ。ただし、 AgBr の溶解度積 (K_{sp}) は 5.0×10^{-13} とする。

- 1 1.0×10^{-11}
- 2 2.5×10^{-12}
- 3 5.0×10^{-13}
- 4 1.0×10^{-14}
- 5 2.5×10^{-15}

問 5 ICP(誘導結合プラズマ)質量分析に関する次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 質量分析計の差動排気には、サンプリングコーン及びスキマーコーンを使用している。
- 2 コーンは、銅、ニッケル、白金などで作られているので、測定対象元素に応じた、適切な材質のコーンを選択する。
- 3 ICP 質量分析装置には、四重極形質量分析計が多用されている。
- 4 バックグラウンドピークは、質量/電荷数 (m/z) 80 以上に多く現れる。
- 5 高濃度の試料溶液の場合、コーンにプラズマからの試料が付着しやすい。

問 6 鉄(III)イオンの加水分解に関して、 $\text{pH} = 2.0$ 、鉄(III)の全濃度が 0.02 mol dm^{-3} のとき、鉄(III)の全量に対する FeOH^{2+} のモル分率 (%) として、次の中から最も近いものを一つ選べ。ただし、 FeOH^{2+} の生成定数 (K) は 1.0×10^{11} とする。また、加水分解は第一段階のみを考慮するものとする。

- 1 5
- 2 6
- 3 7
- 4 8
- 5 9

問 7 原子吸光法に関する次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 原子化法としては、フレーム方式、電気加熱方式、アーク放電方式などがある。
- 2 中空陰極ランプは単一元素用が多いが、2～4 元素程度の測定に使用できる複合ランプもある。
- 3 連続光源によるバックグラウンド補正法では、測定対象元素自身の吸収は、線幅が非常に小さいので無視できる。
- 4 バックグラウンド補正用連続光源として、重水素ランプやタンガステンランプが用いられている。
- 5 高温フレームとしてアセチレン・一酸化二窒素、また低温フレームとしてプロパン・空気などが用いられている。

問 8 日本工業規格に規定される高圧ガス容器入りの標準ガスの取扱い方法に関する次の記述の中で、誤っているものを一つ選べ。

- 1 ガスの取出しに際しては、容器には自動圧力調整機構をもつ調整器を取り付けて、急激な圧力低下が起こらないようにする。
- 2 圧力調整器及び配管系において、ガスに直接接触する箇所にはガスの吸着又は化学反応を起こさない材料(例えば、ステンレス鋼又は四ふっ化エチレン樹脂)を用いる。
- 3 ガスを使用する前には、圧力調整器及び配管系の内部の水分を十分に除去し、使用する標準ガスを用いて調整器内部のガスを十分に置換する。
- 4 容器を直立させて置く場合には、安全性を確認した壁、その他適当な物に鎖又はロープなどを用いて転倒しないように固定する。
- 5 容器を移動させる場合には、移動の前に弁を完全に閉め、圧力調整器に衝撃を与えないよう十分に注意しながら移動させる。

問 9 化学発光方式窒素酸化物自動計測器に関する次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 本計測器は、一酸化窒素及び二酸化窒素を連続測定するものである。
- 2 吸収液には、ザルツマン試薬を用いる。
- 3 反応槽中の一酸化窒素とオゾンの反応で生じる化学発光強度は、一酸化窒素濃度に比例する。
- 4 コンバータは、二酸化窒素を一酸化窒素に変換する装置である。
- 5 排ガス中に共存する二酸化炭素は、消光作用により負の影響を与えることができる。

問 10 排ガス中のダイオキシン類の測定方法に関する次の記述の中から、日本工業規格(JIS K 0311)の規定と異なるものを一つ選べ。

- 1 特に指定のない限り、試料ガスにおける検出下限は、測定の目的から評価しなければならぬ最小の濃度の $1/10$ 以下に設定する。
- 2 単独で定量できなかつた 2,3,7,8-位塩素置換異性体については、単独で定量できていないことが分かるように、結果表の 2,3,7,8-位塩素置換異性体の欄に、重なっている異性体の名称を明記する。
- 3 毒性当量の算出では、指定がある場合、定量下限以上の値と定量下限未満で検出下限以上の値はそのままの値を用い、検出下限未満のものは試料ガスにおける検出下限の $1/2$ の値を用いる。
- 4 濃度の表示における数値の取扱いは、特に指定がない場合には JIS Z 8401 によって数値を丸め、有効数字を 2 けたとして表し、検出下限未満の場合には、検出下限未満であったことを表示する。
- 5 検出下限については、JIS Z 8401 によって数値を丸め、有効数字を 1 けたとして表示する。

問 11 非分散形赤外線式濃度計に関する次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 排ガス中の塩素ガス濃度の測定には使用できない。
- 2 光源として、ニクロム線発熱体を使用することができる。
- 3 検出器には、適切な濃度の測定対象成分を封入する。
- 4 回転セクタの回転数が変化すると、測定値が大きく変化する。
- 5 セルの窓材として、ふっ化リチウム(LiF)を使用することができる。

問12 排ガス中のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン分析方法に関する次の記述の中から、日本工業規格(JIS K 0306)の規定と異なるものを一つ選べ。

- 1 分析方法は、水素炎イオン化検出器を用いるガスクロマトグラフ法及び電子捕獲検出器を用いるガスクロマトグラフ法の2種類とする。
- 2 この規格において排ガスとは、燃焼排ガスと、工場及び事業所においてトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンを取り扱う各種の製造工程などから排出されるガスとをいう。
- 3 試料ガスの採取に濃縮管を用いる場合、濃縮管に充填した捕集剤の捕集能力は捕集時の温度、捕集物質の種類と濃度、捕集ガスの吸引流量などによって異なるため、あらかじめ濃縮捕集効率を確認しておく。
- 4 濃縮管を用いた試料ガスの捕集では、濃縮管を直接ダクト内に入れ濃縮管に接続した注射筒で試料ガスを吸引する。
- 5 濃縮管による試料ガスの捕集方法を用いて採取した試料は、水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフで定量する。

問13 JIS K 0095 に準拠した排ガス試料採取方法に関する次の組合せの中から、使用できないものを一つ選べ。

排ガス成分	排ガス温度	採取管・導管の材質
1 アンモニア	200℃	チタン
2 ふっ化水素	常温	ステンレス鋼
3 ベンゼン	300℃	四ふっ化エチレン樹脂
4 二酸化硫黄	300℃	ほうけい酸ガラス
5 塩素	200℃	シリカガラス

問14 用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法における試料の採取及び取扱いに關する次の記述の中から、日本工業規格(JIS K 0125)の規定と異なるものを一つ選べ。

- 1 試料容器には、40～250 ml のガラス製ねじぶた付で、ねじぶたには四ふっ化エチレン(四ふっ化エチレン)樹脂フィルム又は同等の品質のもので内ばりしたものをを用いる。
- 2 試料は、均一になるように十分にかき混ぜながら試料容器に移し入れ、気泡が残らないように試料を満たして密栓する。気泡が残る場合にはそのまま密栓する。
- 3 試料に残留塩素などの酸化性物質が共存する場合には、残留塩素1 mg につきL(+)-アスコルビン酸10～20 mg を加え還元する。
- 4 トリハロメタン類の試験に用いる試料で、残留塩素などの酸化性物質が共存する場合には、還元した後、塩酸(1+11)を加えてpHを約2以下になるように調節する。
- 5 試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、4℃以下の暗所で凍結させないで保存し、できるだけ早く試験する。

問15 実験室内での操作に関する次の記述の中から、行ってもよいものを一つ選べ。

- 1 重油中の微量金属成分を測定するために、過塩素酸と硝酸で重油を加熱分解した。
- 2 アセチレンボンベを床に固定し、寝かせて使用した。
- 3 希硫酸を調製するために、濃硫酸中にイオン交換水を加え混合した。
- 4 全量ピペットを105℃で乾燥した。
- 5 pH測定用ガラス電極を飽和塩化カリウム水溶液中に保存した。

問16 工場排水中の臭化物イオンの定量に関する次の記述の中から、日本工業規格 (JIS K 0102) の規定と異なるものを一つ選べ。

- 1 よう素滴定法では、臭化物イオンを pH 6.5 ~ 8.0 で次亜塩素酸を用いて酸化し、臭素酸イオンとする。
- 2 よう素滴定法では、臭化物イオンの酸化に用いた次亜塩素酸の過剰分を pH 2.7 以下で、ぎ酸ナトリウムを用いて分解する。
- 3 よう素滴定法では、次亜塩素酸分解後の試料溶液によう化カリウムを加え、遊離するよう素をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。
- 4 イオンクロマトグラフ法では、臭化物イオンの濃度が 1 mg/l に対して、共存する亜硝酸イオンの濃度が 200 mg/l 以下ならば妨害しない。
- 5 イオンクロマトグラフ法では、電気伝導率検出器のほか、紫外吸光検出器を用いてもよい。

問17 アスベスト(石綿)の同定あるいは定量に使用されない機器を一つ選べ。

- 1 光学顕微鏡
- 2 電子線回折装置
- 3 透過電子顕微鏡
- 4 原子吸光分析装置
- 5 X線検出器付き走査電子顕微鏡

問18 日本工業規格 (JIS K 0102) に準拠したメチレンブルー-吸光光度法による水中の陰イオン界面活性剤の定量に関する次の記述の中で、誤っているものはどれか。下線を付した(ア)~(イ)の中から一つ選べ。

陰イオン界面活性剤とメチレンブルーとの塩は、酸性域で生成する。これらの塩をクロロホルムで抽出し、その溶液を酸性のメチレンブルー溶液で振り混ぜることによって妨害物質を除去する。有機相を分離し、その吸光度を吸収極大波長 650 nmで測定する。

- 1 (ア)
- 2 (イ)
- 3 (ウ)
- 4 (エ)
- 5 (オ)

問19 酸素濃度自動計測装置に関する次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 液体電解質を用いる電極方式酸素計は、長時間の連続運転に適さない。
- 2 磁気力方式(ダンベル形)酸素計は、振動が激しい場所での使用には適さない。
- 3 二室形磁気風式酸素計では、測定セルと参照セルの両方に、測定試料ガスを流通させる。
- 4 磁気圧方式酸素計は、腐食性ガスに対する耐性が優れている。
- 5 ジルコニア方式酸素計は、試料中に共存する水素ガスの影響を受けない。

問20 工場排水中のポリクロロビフェニル(PCB)の定量に関する一連の準備操作のうち、アルカリ分解の手順を示した次の記述の中から、日本工業規格(JIS K 0093)の規定と異なるもの一つ選べ。

- 1 試料をヘキサンで抽出し、硫酸ナトリウムで脱水した後、濃縮した液の全量をフラスコに移し入れ、濃縮液の入っていた容器の内壁を水酸化カリウム-エタノール溶液 25 ml ずつで2回洗い、洗液をフラスコに合わせる。
- 2 このフラスコに還流冷却器を取り付け、沸騰水浴上で約2時間加熱した後、約70℃になるまで放置する。
- 3 この溶液にヘキサン 100 ml を加え、振り混ぜ、室温になるまで放冷した後、溶液を分液漏斗に移し入れ、フラスコの内壁を少量のヘキサン-エタノール混液(1+1)で洗い、洗液もこの分液漏斗に合わせる。
- 4 この分液漏斗に水 25 ml を加え、振り混ぜた後放置し、水層を別の分液漏斗に移す。ヘキサン層は三角フラスコに移す。水層にヘキサン 50 ml を加え、振り混ぜた後、水層を捨て、ヘキサン層を分離し、先のヘキサン層に合わせる。
- 5 ヘキサン層に水 100 ml を加え、激しく振り混ぜ、洗浄し、分離したヘキサン層に対し、この洗浄操作を2回繰り返す。

問21 液体クロマトグラフ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 液体クロマトグラフ法の利用目的は、主に分取と分析である。
- 2 グラジエント溶離法とは、移動相の流量を変化させながら試料成分を展開し、溶出させる方法である。
- 3 測定対象成分をカラムで分離後、溶出液に誘導体化試薬などを加えて誘導体化する操作を、ポストカラム誘導体化と言う。
- 4 よく使われる検出器に、蛍光検出器、吸光度検出器、電気化学検出器、質量分析計などがある。
- 5 溶出液とは、移動相によって展開したときのカラムから流出する液体である。

問22 土壤中の農薬類(有機燐、チウラム、シマジン及びチオベンカルブ)を測定するための前処理に関する次の記述の中で、土壤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として正しいもの一つ選べ。

- 1 採取した土壤は、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収める。試験を直ちに行えない場合には、冷蔵保存し、できるだけ速やかに試験を行う。
- 2 試料の作成は、採取した土壤を風乾し、中小礫、木片等を除き、土塊、団粒を粗砕した後、金属製の5 mm の目のふるいを通過させて得た土壤を十分混合する。
- 3 試料液の調製は、試料(単位 g)と溶媒(単位 ml)とを重量体積比 50% の割合で混合し、かつ、その混合液が 1,000 ml 以上となるようにする。
- 4 溶出は、調製した試料液を常温(おおむね 20℃)・常圧(おおむね 1 気圧)で振とう機(あらかじめ振とう回数を毎分約 200 回に、振とう幅を 4 cm 以上 5 cm 以下に調整したもの)を用いて、6 時間連続して振とうする。
- 5 検液の作成は、溶出操作まで行って得られた試料液を 1 時間程度静置後、毎分約 3,000 回転で 10 分間遠心分離した後、その上澄み液について定量に必要な量を正確に計りとる。

問23 ガスクロマトグラフィーマス分析(GC/MS)で測定できない物質を一つ選べ。

- 1 ミクロシスチン
- 2 ダイオキシシン類
- 3 塩化トリブチルチルチル
- 4 フタル酸ジエチル
- 5 ポリクロロビフェニル

問24 次の記述は、日本工業規格(JIS K 0312)による工業用水・工場排水中のダイオキシシン類の測定方法における液-液抽出法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。

液-液抽出法による抽出操作は、試料をろ過して得たろ液を分液漏斗に入れ、ろ液1Lに対してトルエン又は (ア) を100 mLの割合で添加し、振とう幅約5 cm、毎分100回以上で約 (イ) 分間振り混ぜて抽出する。抽出を (ウ) 回行い、硫酸ナトリウムで脱水し、抽出液を合わせ。なお、抽出は、かき混ぜ抽出法などこの操作方法以外の方法であっても、抽出効率が (エ) %以上であることが確認できればその方法を用いてもよい。

	(ア)	(イ)	(ウ)	(エ)
1 ヘキサン	20	3	90	
2 酢酸エチル	15	5	90	
3 ジクロロメタン	20	3	90	
4 ジクロロメタン	15	5	95	
5 ヘキサン	10	10	95	

問25 大気中の浮遊粒子状物質測定の方法とその構成要素の組合せの中から、使用されぬものを一つ選べ。

測定方法	構成要素
1 ベータ線吸収方式	サイクロン式分粒装置
2 圧電天びん方式	石英セル
3 ベータ線吸収方式	シンチレーション検出器
4 圧電天びん方式	高周波発振器
5 光散乱方式	タンダステンランプ