

平成19年(3月)実施

環 濃

## 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 答案用紙の所定の欄に、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 マークの記入は、答案用紙に記された記入例を参照すること。
- 6 解答の記入にあたっては、次の点に注意すること。
  - (1) 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。
  - (2) 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。
  - (3) 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。
  - (4) 答案用紙は、汚したり、折り曲げたりしないこと。
- 7 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 溶液導電率方式二酸化硫黄濃度計による測定において、測定値を小さくする要因を一つ選べ。

- 1 吸収液の蒸発
- 2 吸収液の温度の上昇
- 3 試料ガス中のアンモニア
- 4 試料ガス中の二酸化炭素
- 5 試料ガス中の塩化水素

問2 試料中のニッケルの重量分析を実施した。試料を1.0g秤量し、硝酸を加えて溶解した後、pHを約6に調整し、ジメチルグリオキシム ( $(\text{CH}_3\text{CNOH})_2$ ) のエタノール溶液を加えて鮮紅色の沈殿を生成させた。温浴中で加熱した後、沈殿をガラスフィルターで吸引る過し、洗浄後、恒量となるまで110℃で乾燥操作を繰り返して沈殿の質量を調べたところ、0.49gであった。質量分率で表した試料中のニッケル濃度として、以下の中から最も近いもの一つ選べ。ただし、水素、炭素、窒素、酸素、ニッケルの原子量はそれぞれ1, 12, 14, 16, 59とする。

- 1 7%
- 2 10%
- 3 12%
- 4 15%
- 5 17%

問3 ガラス電極方式でpH値を正確に測定する場合には、測定試料液とpH標準液とで厳密に同じにしないと正しい測定値が得られない測定条件がある。次の要件(条件)の中から、厳密に同じとしなくとも、試料液のpH値の正確さに影響を与えないものを選択せよ。

- 1 ガラス電極
- 2 測定液の量
- 3 攪拌かきはんの速度
- 4 ガラス電極と参照電極との間隔
- 5 測定時の温度

問4 金属陽イオンを1種 ( $0.1 \text{ mol dm}^{-3}$  程度) 含む硝酸酸性水溶液を試料として、系統的定性分析を行ったところ、以下のa～dに示す結果を得た。

- a 試料にHCl溶液を加えたが、沈殿は生成しなかった。
- b 試料をHClで弱酸性 ( $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$ ) 溶液を加えたところ、黒色沈殿が生じた。セトアミド ( $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$ ) 溶液を加えたとして約  $0.3 \text{ mol dm}^{-3}$  にして、チオアセトアミド ( $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$ ) 溶液を加えたところ、黒色沈殿が生じた。
- c bで生じた沈殿を冷却分離し、 $\text{HNO}_3$ を加えて加熱し、沈殿を溶解した。更に  $\text{H}_2\text{SO}_4$ を加えて加熱し、白煙を生じるまで蒸発させたところ、白色の沈殿が生成した。
- d cで得た沈殿を  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  溶液で溶解した上で  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  溶液を加えたところ、黄色の沈殿が生じた。

試料に含まれる陽イオンとして適切なものを以下より一つ選べ。

- 1  $\text{Fe}^{3+}$
- 2  $\text{Bi}^{3+}$
- 3  $\text{Cd}^{2+}$
- 4  $\text{Pb}^{2+}$
- 5  $\text{Co}^{2+}$

問5 キヤピラリーカラムを使うガスクロマトグラフ法に関する次の記述の中から、誤っているものを選択せよ。

- 1 理論段高さは、固定相膜厚が厚くなるほど低くなる。
- 2 同一試料を同じ体積注入する場合、スプリット注入法よりスプリットレス注入法を使用する方が、ピーク面積は大きくなる。
- 3 無極性カラムを使う場合、一般に沸点の低い成分から順に溶出する。
- 4 通常使用されている質量分析計には、内径  $0.3 \text{ mm}$  のカラムを直結することができる。
- 5 試料負荷容量は、カラムの内径が大きく、固定相膜厚が厚いほど大きくなる。

問6 酸化還元滴定によるしゅう酸イオンの容量分析を行った。試料溶液を  $25 \text{ cm}^3$  採取し、硫酸酸性下で  $0.01 \text{ mol dm}^{-3}$  過マンガン酸カリウム溶液で滴定したところ、終点まで  $15 \text{ cm}^3$  を要した。試料溶液中のしゅう酸イオンの濃度 ( $\text{mol dm}^{-3}$ ) として、以下のの中から最も近いものを選択せよ。

- 1 0.009
- 2 0.012
- 3 0.015
- 4 0.018
- 5 0.021

問7 高周波プラズマ質量分析通則 (JIS K 0133) に規定される ICP 質量分析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 インターフェース部は、サンプリングゴーンとスキマコーンなどから構成される。
- 2 検出部は、質量分離部で分離された電子を検出し、読み取り可能な信号に変換する部分である。
- 3 多量の共存元素が存在すると、測定対象元素のイオンカウント数は、共存しない時に比べて一般に減少する。
- 4 検量線用標準液と測定用試料溶液の酸濃度はできるだけ一致させる。
- 5 純水を試料として導入した場合にも、多原子イオンのスペクトルが現れる。

問8 日本工業規格 (JIS K 0104) に規定される次の排ガス中窒素酸化物分析方法の中から、二酸化窒素のみを測定する化学分析法の一つ選べ。

- 1 亜鉛還元ナフチルエチレンジアミン吸光度法 (Zn-NEDA 法)
- 2 ナフチルエチレンジアミン吸光度法 (NEDA 法)
- 3 イオンクロマトグラフ法
- 4 フェノールジスルホン酸吸光度法 (PDS 法)
- 5 ザルツマン吸光度法

問9 電気加熱原子吸光分析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 炉材として用いられる炭素材には、黒鉛、パイロカーボンなどがある。
- 2 電気加熱炉に試料を入れて加熱すると、分子による光の吸収が生じることがある。
- 3 バックグラウンド補正方式には、連続スペクトル光源方式、ゼーマン方式などがある。
- 4 ひ素、セレン、アンチモンは、溶液中に適当な酸化剤を加えて水素化物を発生させることで、高感度に測定することができる。
- 5 海水中の微量元素の定量において、塩化ナトリウムによるバックグラウンド吸収の影響を小さくするには、高温で反応する物質を炉内で直接添加する方法が有効である。

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一つ選べ。

- 1 本規格のダイオキシン類とはテトラからオクタクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン、テトラからオクタクロロジベンゾフラン及びダイオキシン様 PCB の総称である。
- 2 ここで用いるガスクロマトグラフのカラムにはキャピラリーカラムを用いる。
- 3 ここで用いる質量分析計は分解能が 10000 以上の二重収束形質量分析計とする。
- 4 排ガス中のダイオキシン類の捕集には溶媒吸収のみを用いる。
- 5 試料ガスの採取装置は、採取管部、捕集部、吸引ポンプ及び流量測定部で構成する。

問11 赤外線ガス分析計 (JIS K 0151) 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 指示誤差の校正を行う際のスパンガスとしては、必ず測定成分の純ガスを使用する。
- 2 複光束式は、単光束式と比較して、光源強度の変動による影響が軽減される。
- 3 非選択的検出器を使用する場合は、光学フィルターと組み合わせて使用する。
- 4 光源は、原則として、ニクロム線などの抵抗体に通電して加熱したものを使用する。
- 5 非分散形とは、光束をプリズム、回折格子などの分散素子によって分散しない方式である。

問12 排ガスの分析に関する次の方法の中で、日本工業規格に吸光度法の規定がないものを一つ選べ。

- 1 ベンゼン分析方法 (JIS K 0088)
- 2 トリクロエチレン及びテトラクロエチレン分析方法 (JIS K 0305)
- 3 フェノール類分析方法 (JIS K 0086)
- 4 ピリジン分析方法 (JIS K 0087)
- 5 アクロレイン分析方法 (JIS K 0089)

問13 排ガス試料採取方法 (JIS K 0095) による煙道排ガス試料の採取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 試料ガスを気体の状態で捕集するには、捕集バッグ、真空瓶などを用いる。
- 2 一次ろ過材は、試料ガス中にダストが混入するのを防ぐため、必要に応じて採取管の先端または後段に装着する。
- 3 連続分析のための前処理部は、除湿器、気液分離器などからなる。
- 4 試料ガスの採取位置は、ダクトの屈曲部の中央付近が適している。
- 5 ダクトの排ガス流に対してほぼ直角に採取管を挿入する。

問14 工場排水試験方法における試料の保存方法に関する記述として、日本工業規格 (JIS K 0102) の規定に適合するものはどれか。次の中から一つを選べ。

- 1 よう化物イオンの試験に用いる試料は、硝酸を加えてpHを約1に調節して保存する。
- 2 銅、亜鉛、水銀などの金属元素の試験に用いる試料は、りん酸を加えてpHを約4に調節して保存する。
- 3 フェノール類の試験に用いる試料は、水酸化ナトリウム溶液を加えてpHを約10に調節して保存する。
- 4 シアン化合物の試験に用いる試料は、塩酸を加え、pHを約2～3に調節し、0～10℃の暗所に保存する。
- 5 アンモニウムイオンの試験に用いる試料は、塩酸又は硫酸を加え、pHを2～3に調節し、0～10℃の暗所に保存する。

問15 アセチレン容器（ガスボンベ）を以下のように設置した。次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 容器を室外に設置し、直射日光や風雨にさらされないよう屋根を付けた。
- 2 容器を直立させ、上下二か所で固定した。
- 3 容器から測定装置まで銅パイプで配管した。
- 4 使用時には、容器の開閉用ハンドルを取り付けたままにしておいた。
- 5 測定室内にガス漏れ警報システムを取り付けた。

問16 工場排水中の硝酸イオンの定量に関する次の方法の中で、工場排水試験方法（JIS K 0102）に規定されていないものを一つ選べ。

- 1 還元蒸留－インドフェノール青吸光度法
- 2 還元蒸留－中和滴定法
- 3 銅・カドミウムカラム還元－ナフチルエチレンジアミン吸光度法
- 4 ブルシン吸光度法
- 5 メチレンブルー吸光度法

問17 標準物質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 滴定用エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクターは、ほぼ同じモル濃度の亜鉛標準液を用いて標準化する。
- 2 pH標準液として、しゅう酸塩、フタル酸塩、中性りん酸塩などの水溶液が、JISに規定されている。
- 3 カドミウム標準液（JIS K 0012）において、溶液の濃度は、溶液1 kg中に含まれるカドミウムの質量（mg）で規定されている。
- 4 原子吸光度・炎光光度法用ナトリウム標準液は調製後ポリエチレン瓶に保存する。
- 5 分析化学用語（基礎部門）（JIS K 0211）において標準液とは「分析の際の標準となる溶液で、特性値が必要、かつ、十分な程度で確定されているもの」と定められている。

問18 工場排水中の農薬の試験方法に関する次の記述のうち、日本工業規格（JIS K 0102）の規定と異なるものはどれか。下線を付した(ア)～(オ)の中から一つ選べ。

農薬は、有機りん農薬（パラチオン、メチルパラチオン、EPN）、ペンタクロロフェノール及びエジフェノスに区分する。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合は弱酸性として保存し、できるだけ早く試験する。有機りん農薬の試験には、試料を塩酸性とし、ヘキサンを加えて抽出した後、カラムクロマトグラフ又は薄層クロマトグラフによって分離を行い、妨害物を除いた試料について、カスクロマトグラフ法、イオンクロマトグラフ法、ナフチルエチレンジアミン吸光度法、又はp-ニトロフェノール吸光度法を適用する。

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

問19 排ガス中の酸素自動計測器 (JIS B 7983) に規定されたジルコニア方式酸素自動計測器に関する次の記述の (ア)、(イ)、(ウ) に入れる語句の組合せの中から、正しいものを一つ選べ。

ジルコニア方式は、 したジルコニア素子の両端に電極を設け、その一方に試料ガス、他方に  を流したときの  を測定する。

- |         |     |         |
|---------|-----|---------|
| (ア)     | (イ) | (ウ)     |
| 1 低温に冷却 | 空気  | 静電容量    |
| 2 低温に冷却 | 水素  | インピーダンス |
| 3 高温に加熱 | 酸素  | 静電容量    |
| 4 低温に冷却 | 酸素  | 起電力     |
| 5 高温に加熱 | 空気  | 起電力     |

問20 次の記述は、日本工業規格 (JIS K 0102) の大腸菌群数試験方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。

大腸菌群の試験は、 寒天培地を用いて、 $36 \pm 1^\circ\text{C}$  で18～20時間培養し、培地上に形成された  の集落数を求め、試料1 ml 中の個数で表す。ここでいう大腸菌群とは、グラム染色 、無芽胞のかん菌で、 を分解して酸と気体を発生する好気性又は通性嫌気性の菌をいう。

- |                 |     |     |       |
|-----------------|-----|-----|-------|
| (ア)             | (イ) | (ウ) | (エ)   |
| 1 デオキシコロール酸塩    | 赤い色 | 陰性  | ラクトース |
| 2 MF-エンドウ       | 乳白色 | 陽性  | グルコース |
| 3 改良ISA         | 赤い色 | 陰性  | ラクトース |
| 4 BCYE $\alpha$ | 青白色 | 陽性  | グルコース |
| 5 クレンスキー        | 赤い色 | 陽性  | ラクトース |

問21 液体クロマトグラフ法に関する次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 サイズ排除クロマトグラフィーは、試料成分分子の大きさに従った分離をする。
- 2 固定相の極性が移動相の極性より小さい系を、逆相系と呼ぶ。
- 3 示差屈折率検出器は、汎用検出器の一つである。
- 4 フोटダイオードアレイ検出器を使うと、溶出成分のスペクトル情報が得られる。

- 5 一般に、充てん剤の粒度が小さくなるほど、カラム単位長さ当たりの理論段数は小さくなる。

問22 工業用水及び工場排水中の次の物質の試験方法の中で、日本工業規格において誘導体化後に測定することが規定されているものを一つ選べ。

- 1 ポリクロロビフェニル (PCB) (JIS K 0093)
- 2 フタル酸エステル類 (JIS K 0450-30-10)
- 3 ベンゾフェノン (JIS K 0450-50-10)
- 4 シマジン (JIS K 0128)
- 5 ビスフェノール A (JIS K 0450-10-10)

問23 ガスクロマトグラフ質量分析計で得られる情報から、知ることのできないものを次の中から一つ選べ。

- 1 分子量
- 2 官能基
- 3 同位体比
- 4 質量吸収係数
- 5 分子式

問24 日本工業規格の工業用水及び工場排水の試験方法において、測定物質と、試料にあらかじめ添加する内標準物質の次の組合せの中で、誤っているものを一つ選べ。

測定物質	内標準物質
1 フタル酸ジブチル	フタル酸ジブチル- $d_4$
2 ビスフェノールA	ビスフェノールA- $d_{16}$
3 チウラム	チウラム- $d_{12}$
4 ポリクロロビフェニル (PCB)	$^{13}\text{C}$ 標識化 PCB
5 ノニルフェノール	4- $n$ -ノニルフェノール- $d_4$

問25 JIS B 7954 による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から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 圧電天びん方式は、粒子の付着による水晶振動子の振動数の変化量から質量濃度を得る。
- 2 ベータ線吸収方式では、ろ紙上に捕集した粒子にベータ線を照射してイオン化し、イオン電流の変化量から質量濃度を得る。
- 3 光散乱方式では、吸引ファンによって試料大気を暗室に導き、散乱光量を測定する。
- 4 ベータ線吸収方式の線源には、 $3.7 \times 10^5 \text{ Bq}$  ( $100 \mu\text{Ci}$ ) 以下の $^{14}\text{C}$ や $^{147}\text{Pm}$ を用いているが、放射線障害防止法による放射性同位元素には該当しない。
- 5 ベータ線吸収方式と圧電天びん方式では、分粒装置が設けられている。