

平成20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 解答の記入に当たっては、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 溶液導電率方式濃度計による排ガス中の二酸化硫黄測定(JIS B 7981)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 比較電極は、試料ガス通気前の吸収液の導電率を測定するために用いる。
- 2 吸収液として、硫酸酸性の過酸化水素水を用いる。
- 3 ゼロ調整、スパン調整を行った後、空気で10 volppmに希釈した二酸化窒素を導入し、干渉影響を調べる。
- 4 本測定法は、共存する二酸化炭素、アンモニア、塩化水素、二酸化窒素の影響を無視または除去できる場合に適用する。
- 5 試料採取部は、二酸化硫黄の損失を防ぐため、空冷や電子冷却により30℃以下にする。

問2 キレート滴定によるクロム(Ⅲ)の定量分析を行った。試料溶液を25 cm<sup>3</sup>採取し、希硝酸下で0.01 mol dm<sup>-3</sup>エチレンジアミン四酢酸(EDTA)標準液を25 cm<sup>3</sup>加えて90℃で5～10分加熱した。室温まで冷却の後、指示薬溶液を加えて、硝酸でpHを1～3に調整した後に0.025 mol dm<sup>-3</sup>ビスマス(Ⅲ)標準液で滴定したところ、終点まで8.0 cm<sup>3</sup>を要した。試料中のクロム(Ⅲ)の濃度(mol dm<sup>-3</sup>)として、次の中から最も近い数値を一つ選べ。

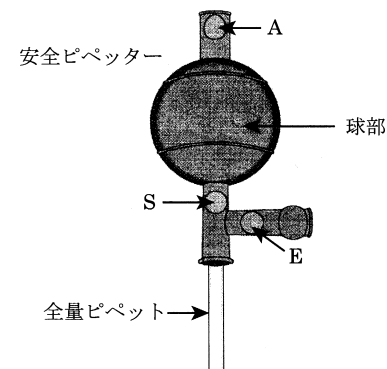
- 1  $2.50 \times 10^{-3}$
- 2  $2.25 \times 10^{-3}$
- 3  $2.00 \times 10^{-3}$
- 4  $1.50 \times 10^{-3}$
- 5  $1.25 \times 10^{-3}$

問3 イオン電極を用いる濃度測定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 イオン電極の電位勾配は、測定対象イオンの価数にほぼ正比例する。
- 2 通常のガラス電極を pH 値が 11 以上の測定に使用した場合、測定値が低く出るおそれがある。
- 3 新しい固体膜電極（単結晶形を除く）を初めて使用する前には、感応膜を研磨紙で研磨する。
- 4 pH 計のスパン校正を行う際は、試料の pH 値に応じて適切な pH 標準液を選択する必要がある。
- 5 隔膜形電極（ガス透過膜電極）は、使用后、水でよく洗ってから薄い標準液に浸しておく。

問4 安全ピペッターを用いた操作手順を示した次の記述のうち、(ア)～(オ)に入る記号の組合せとして正しいものを一つ選べ。

安全ピペッターは、全量ピペット上部に装着後、まず (ア) の部分を押さえながら球部を押して中の空気を排出する。次にピペットの先端を採取すべき溶液に浸し、(イ) を押して溶液を吸い上げる。標線より少し上まで吸い上げたら (イ) の部分を押すのを止め、(ウ) を押して溶液を排出し、溶液の水位が丁度ピペットの標線まで達したら (ウ) を押すのを止める。溶液排出時は (エ) を押す。ピペットの先端に残った液の排出操作の一つとして、ピペットの先端を容器内壁に接触させておいて、球部を押しながら (オ) を押さえる方法がある。



	(ア)	(イ)	(ウ)	(エ)	(オ)
1	S	S	A	E	E
2	S	E	S	E	S
3	A	S	E	S	E
4	A	S	E	E	S
5	A	E	S	S	S

問 5 ガスクロマトグラフ用検出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 熱イオン化検出器 (TID) は、含りん及び含窒素有機化合物に選択的な検出器である。
- 2 炎光光度検出器 (FPD) は、硫黄を含有する化合物の濃度と発光量の間に、広い直線関係をもつ。
- 3 電子捕獲検出器 (ECD) は、電気陰性度の高い化合物に対して高い感度を示す。
- 4 熱伝導度検出器 (TCD) で水素を測定する場合、キャリアーガスには窒素を使うと良い。
- 5 水素炎イオン化検出器 (FID) の特徴の一つは、検量線の直線範囲が広いことである。

問 6  $0.01 \text{ mol dm}^{-3}$  塩化アンモニウム水溶液の水素イオン濃度  $[\text{H}^+]$  について、次の中から最も近い数値を一つ選べ。ただしアンモニアの塩基解離定数は  $2 \times 10^{-5}$  とする。

- 1  $2 \times 10^{-5} \text{ mol dm}^{-3}$
- 2  $4 \times 10^{-5} \text{ mol dm}^{-3}$
- 3  $2 \times 10^{-6} \text{ mol dm}^{-3}$
- 4  $4 \times 10^{-6} \text{ mol dm}^{-3}$
- 5  $2 \times 10^{-7} \text{ mol dm}^{-3}$

問 7 ICP 発光分光分析法と ICP 質量分析法の共通の特徴を述べた文として、誤っているものを次の中から一つ選べ。

- 1 多元素の一斉分析が可能である。
- 2 検量線の直線範囲が 3 ~ 6 桁と広い。
- 3 定性分析、定量分析のどちらも可能である。
- 4 高温のプラズマを用いているので、スペクトル干渉はほとんど無い。
- 5 液体、気体、固体の直接分析が可能である。

問 8 日本工業規格に規定されている排ガス中の大気汚染物質の化学分析方法において、次の汚染物質と吸収液の組合せの中から誤っているものを一つ選べ。( ) 内は日本工業規格の番号である。

汚染物質	吸収液
1 臭素化合物 (K 0085)	過酸化水素水
2 ピリジン (K 0087)	硫酸溶液
3 ホスゲン (K 0090)	アニリン溶液
4 アンモニア (K 0099)	ほう酸溶液
5 ふっ素化合物 (K 0105)	水酸化ナトリウム溶液

問9 ICP 発光分光分析法と原子吸光分析法の一方にしか関係しない語句を、次の中から一つ選べ。

- 1 イオン化干渉
- 2 水素化物発生装置
- 3 半導体検出器
- 4 標準添加法
- 5 ゼーマン方式バックグラウンド補正

問10 排ガスの分析方法として、高速液体クロマトグラフ法を用いてもよいと日本工業規格に規定されている成分を次の中から一つ選べ。( )内は日本工業規格の番号である。

- 1 フェノール類 (K 0086)
- 2 ピリジン (K 0087)
- 3 ベンゼン (K 0088)
- 4 アクロレイン (K 0089)
- 5 ホルムアルデヒド (K 0303)

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 通常、光源には、重水素放電管が使用される。
- 3 回転セクタは、試料光束と比較光束を一定周期で断続し、光学的に変調を行うものである。
- 4 試料セルの窓材には、ほうけい酸ガラスは使用できない。
- 5 非選択的検出器には、焦電形熱検出素子などが使用される。

問12 排ガス中のホルムアルデヒド分析方法に関する次の記述の中から、日本工業規格 (JIS K 0303) の規定と異なるものを一つ選べ。

- 1 排ガス中のホルムアルデヒド濃度の簡易測定法として、検知管法がある。
- 2 ガスクロマトグラフ法 (吸収瓶捕集) で用いる吸収液については空試験を行う必要がない。
- 3 試料ガスの採取は、同一採取位置において近接した時間内で2回以上行い、それぞれ分析に用いる。
- 4 ガスクロマトグラフ法で用いる検出器は水素炎イオン化検出器である。
- 5 カートリッジ捕集で用いるカートリッジは使い捨てとし、再生を行わない。

問13 JIS K 0095による排ガス試料採取及びその装置に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 安全トラップは、試料ガスが外部に漏れ出すことを防ぐために用いられる。
- 2 水分や沸点の高いガス成分を含有する試料ガスを採取する場合は、採取管及び導管を冷却する必要がある。
- 3 煙道の断面形状が急激に変化している部分は、成分濃度が均一であるため、採取位置として適している。
- 4 塩素を含む300℃以上の排ガスの採取には、四ふつ化エチレン樹脂製の採取管が適している。
- 5 配管部の共通球面すり合せ接手管の接続には、グリースを用いてはならない。

問14 工場排水試験方法における臭気の試験に関する次の記述の中から、日本工業規格（JIS K 0102）の規定に適合するものを一つ選べ。

- 1 臭気の試験は、臭気指数と臭気強度とに区別する。
- 2 水の臭気は細菌、藻類、微生物などの繁殖及び死滅、都市下水、畜舎排水、工場排水の混入などの影響によるものであって、塩素処理による残留塩素は含まれない。
- 3 臭気の試験は、きゅう覚によるので、個人差が大きく、さらに温度、湿度、測定者の食事及び喫煙などにも影響される。
- 4 臭気強度は臭気の強さを表すもので、常温に保った水に試料を加え、明らかに臭気を感じるときの希釈の倍数値で表す。
- 5 不快臭とは魚臭、豚小屋臭、腐敗臭などがわずかににおう場合のにおいである。

問15 「毒物及び劇物取締法」で毒物、劇物に指定されている試薬類の保管・取扱い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 専用の試薬保管庫に施錠して保管した。
- 2 在庫量、使用量、在庫量をすべて記録した。
- 3 試薬の保管容器として、飲料水のペットボトルを念入りに洗浄したものを使用した。
- 4 試薬の容器及び保管場所にはそれぞれ毒物、劇物の表示をした。
- 5 試薬が盗難にあったので、警察に届け出た。

問16 ICP発光分光分析法を用いた工場排水中の亜鉛の定量操作に関する次の記述の(ア)～(オ)のうち、日本工業規格（JIS K 0102）の規定と異なるものを一つ選べ。

内標準法を用いるときは、前処理した試料の適量を取り、<sup>(ア)</sup>イットリウム溶液を加え、<sup>(イ)</sup>酸の濃度を調整した後、水を標線まで加える。この溶液を噴霧し、213.856 nmと371.029 nmの発光強度を測定する。また、塩類の濃度が高い試料で検量線法が適用できない場合には、<sup>(ウ)</sup>標準添加法を用いるとよい。

前処理を行った試料のマグネシウムやカルシウムなどの濃度が高く、亜鉛の濃度が低い場合には、試料に適量の塩酸を加えて5分間煮沸し、<sup>(エ)</sup>放冷後pH 5.2に調節する。1-ピロリジンカルボジチオ酸アンモニウム溶液及びヘキサメチレンアンモニウム-ヘキサメチレンカルバモジチオ酸のメタノール溶液を加えて混合した後、キシレンを加えて振り混ぜて静置し、<sup>(オ)</sup>分離した下層を測定に用いる。

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

問17 次の分析対象成分と分析機器との組合せの中から、誤っているものを一つ選べ。

分析対象成分	分析機器
1 排ガス中塩化水素	赤外線分析計
2 排水中ダイオキシソ類	ガスクロマトグラフ質量分析計
3 排水中水銀	原子吸光光度計
4 排ガス中窒素酸化物	吸光光度計
5 排ガス中カドミウム	ICP 発光分光分析計

問18 水素化合物発生原子吸光法を用いた工場排水中のセレンの定量操作に関する次の記述の(ア)～(オ)のうち、日本工業規格(JIS K 0102)の規定と異なるものを一つ選べ。

試料の適量に硫酸(1+1)及び硝酸を加え、乾固直前まで加熱して放冷した後、塩酸(1+1)20 mlを加えて90～100℃で約10分間加熱する。放冷後、水を加えて25 mlとし、セレン(VI)を含む試料溶液とする。試料溶液を入れたセレン化水素発生装置の反応容器にテトラヒドロほう酸ナトリウム溶液を加えてセレン化水素を発生させ、水素-アルゴンフレーム中に導き、原子吸光を波長196.0 nmで測定して、セレンを定量する。

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

問19 JIS B 7983 に定める酸素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 体積磁化率が大きい一酸化窒素は、磁気式の装置では誤差の原因となる。
- 2 磁気式は、磁気風方式と透磁率方式に分けられる。
- 3 装置の校正を行う場合は、ゼロ調整及びスパン調整をする必要がある。
- 4 ジルコニア方式の装置では、可燃性成分が負の誤差の原因となる。
- 5 電極方式は、酸化還元反応を起こす成分により妨害を受ける。

問20 次の記述は、排水中のポリクロロビフェニル(PCB)を日本工業規格(JIS K 0093)に規定するガスクロマトグラフ質量分析法で測定する操作について示したものである。(ア)～(エ)に入る語句の組合せの中から正しいものを一つ選べ。

試料に塩化ナトリウム及び内標準物質を添加した後、PCBを(ア)で抽出し、脱水・濃縮する。濃縮液について(イ)を用いたシリカゲルカラムクロマトグラフ分離を行い、溶出液を再び濃縮し、これに(ウ)を添加し、一定量とする。その一定量をガスクロマトグラフ質量分析計に導入する。この方法は、塩素数が(エ)で同一塩素数ごとのPCBの定量に適している。

	(ア)	(イ)	(ウ)	(エ)
1	ヘキサン	ヘキサン	ペリレン- $d_{12}$	1～10
2	ジクロロメタン	アセトン-ヘキサン(1+19)	$^{13}\text{C}$ 標識化 PCB	1～10
3	トルエン	ヘキサン	フェナントレン- $d_{10}$	2～6
4	ヘキサン	アセトン-ヘキサン(1+4)	$^{13}\text{C}$ 標識化 PCB	1～10
5	ヘキサン	ヘキサン	フェナントレン- $d_{10}$	2～8

問21 高速液体クロマトグラフィーに関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 カラム充てん剤の粒子径は、カラムの理論段数に影響しない。
- 2 グラジエント溶離とは、時間の経過とともにカラム温度を変化させる方法のことである。
- 3 デッドボリュームとは、送液ポンプから試料導入装置までの配管容積のことである。
- 4 サイズ排除クロマトグラフィーでは、通常、分子サイズの大きい物質ほど早く溶出する。
- 5 蛍光検出器は、示差屈折率検出器と比較して選択性が低い。

問22 次の記述は、排水中の農薬を日本工業規格（JIS K 0128）に規定する高速液体クロマトグラフ法で測定する操作を示したものである。(ア)～(エ)に入る語句の組合せの中から正しいものを一つ選べ。

試料に塩酸を加えて、pHを(ア)に調節し、スチレンジビニルベンゼン共重合体を充てんした固相カラムに流し入れ、(イ)で展開し、溶出液に(ウ)を加えて、濃縮後アセトニトリル-水混液(7+13)を加えて一定量とする。その一定量を高速液体クロマトグラフ（HPLC）に注入し(エ)検出器を用いて定量する。

	(ア)	(イ)	(ウ)	(エ)
1	3.0	アセトニトリル	2,2'-オキシビスエタノール (ジエチレングリコール)-アセトン	蛍光光度
2	3.5	メタノール	ノナン	吸光光度
3	3.0	ジクロロメタン	2,2'-オキシビスエタノール (ジエチレングリコール)-アセトン	蛍光光度
4	3.5	アセトニトリル	2,2'-オキシビスエタノール (ジエチレングリコール)-アセトン	吸光光度
5	2.0	メタノール	ノナン	蛍光光度

問23 四重極形 ICP 質量分析計を用いて、次に示す元素を含む希硝酸溶液試料をそれぞれネブライザーで導入し測定したときに、平均的に得られる検出下限が最も低い（良好な）元素を一つ選べ。ただし測定には（ ）内に示した質量 / 電荷数 ( $m/z$ ) を用いるものとする。

- 1 砒素 (75)
- 2 カルシウム (44)
- 3 リン (31)
- 4 セレン (82)
- 5 硫黄 (32)

問24 工場排水中のダイオキシン類の試験方法における試料前処理操作に関する次の記述の (ア) ~ (オ) のうち、日本工業規格 (JIS K 0312) の規定と異なるものを一つ選べ。

採取した試料は、クリーンアップスパイク用内標準物質を添加した後、固相抽出又は液-液抽出<sup>(ア)</sup>を行う。抽出後、必要に応じて分取し、硫酸処理-シリカゲルカラムクロマトグラフ操作又は多層シリカゲルカラムクロマトグラフ操作<sup>(イ)</sup>を行い、その後、アルミナカラムクロマトグラフ操作、高速液体クロマトグラフ操作、活性けい酸マグネシウムカラムクロマトグラフ操作のいずれか又はこれらを組み合わせ<sup>(ウ)</sup>た精製操作を行う。試料中に鉱物油などの油分が多いときなどは、必要に応じてジメチルスルホキシド分配処理操作<sup>(エ)</sup>を加えてもよい。

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

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、正しいものを一つ選べ。

- 1 圧電天びん方式では、検出器として半導体素子を用い、質量濃度を測定する。
- 2 ベータ線吸収方式では、吸引する空気の総量が一定であれば、流量は必ずしも一定である必要はない。
- 3 ベータ線吸収方式では、粒子にベータ線を照射し、イオン電流の変化量から質量濃度を求める。
- 4 ベータ線吸収方式では、浮遊状態のまま、粒子濃度を求めることができる。
- 5 ベータ線吸収方式と圧電天びん方式では、分粒装置を設置して、粒径 10  $\mu\text{m}$  以下の粒子を測定している。