

化学分析概論及び濃度の計量

注意事項

- 1 解答時間は、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楷書体で正確に記入し、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、五肢択一方式である（各問に対して 5 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方法）。
- 5 マークの記入については、答案用紙に記された記入例を参照すること。
- 6 採点は機械による読み取りで行う。解答の記入にあたっては、次の点に十分注意すること。
 - (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) 筆記用具は HB の黒鉛筆または黒シャープペンシルを用い、マーク欄の枠内を塗りつぶすこと。
※万年筆、黒以外の色の鉛筆、色の薄い鉛筆、ボールペン、サインペン等によるマークは、機械による読み取りができないので使用しないこと。
 - (3) 解答を修正する場合は、消しゴムできれいに消して、消し屑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 携帯電話はアラームモードを解除のうえ、電源を切り、鞆にしまうこと。
- 8 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。

| 受 験 番 号 | 氏 名 |
|---------|-----|
| | |

問1 JIS B 7981 に準拠した溶液導電率方式による、排ガス中二酸化硫黄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 試料ガス中のアンモニアは、導電率に対して負の誤差を与える。
- 2 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の電極である。
- 3 試料ガス中の塩化水素は、導電率に対して正の誤差を与える。
- 4 排ガスを一次フィルタから試料導入口に導入する導管は、試料ガスの酸露点以下に冷却する。
- 5 試料ガス吸引方式の試料採取部は、採取管、一次フィルタ、校正用ガス導入口、除湿器などから構成される。

問2 十分なイオン交換容量を持つ適量の H⁺ 型陽イオン交換樹脂を、0.02 mol/dm³ MgCl₂ 水溶液 500 cm³ に加えてかくはんした後、溶液と樹脂を分離した。分離後のろ液 50 cm³ を採取して 0.10 mol/dm³ NaOH 標準液で中和滴定したところ、終点までに 8.0 cm³ を要した。以上より、溶液中の Mg²⁺ イオンと樹脂に吸着した Mg²⁺ の物質質量比 (Mg²⁺ (溶液) / Mg²⁺ (樹脂)) として、次の中から正しいものを一つ選べ。

- 1 1.0
- 2 1.5
- 3 2.0
- 4 2.5
- 5 3.0

問3 イオン電極を用いて、イオン濃度を測定するバッチ形測定装置の構成要素として、次の中から誤っているものを一つ選べ。

- 1 試料容器
- 2 イオン交換カラム
- 3 比較電極
- 4 温度計
- 5 電位差計

問4 JIS K 0211で規定されている測定の信頼性に関わる分析化学用語について、次の中から誤っているものを一つ選べ。

- 1 精確さとは、真度と精度とを含めた総合的な良さを表す。
- 2 系統誤差とは、再現可能で何らかの手段によって補正できるような誤差を表す。
- 3 かたよりは、測定値の中央値から真の値を引いた値を表す。
- 4 偶然誤差とは、再現不能で原因がわからず補正できないような誤差を表す。
- 5 ばらつきとは、測定値の大きさがそろっていないことを表す。

問5 ガスクロマトグラフ法で使用される検出器に関する次の記述について、空欄〔ア〕～〔ウ〕に入る語の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

電子捕獲検出器（ECD）は、〔ア〕に対して高感度を示す検出器であり、環境分析においては、〔イ〕や〔ウ〕などの分析によく用いられている。

| | 〔ア〕 | 〔イ〕 | 〔ウ〕 |
|---|-----------|----------|------------|
| 1 | フェノール類 | 有機りん系農薬 | フタル酸エステル類 |
| 2 | 炭化水素 | 揮発性有機化合物 | カーバメート系農薬 |
| 3 | 有機ハロゲン化合物 | 塩化メチル水銀 | カドミウム |
| 4 | 炭化水素 | 脂肪酸 | ビスフェノールA |
| 5 | 有機ハロゲン化合物 | 有機塩素系農薬 | ポリクロロビフェニル |

問6 酸化亜鉛（Ⅱ）1.2 gを全て溶解して、0.5 mol/dm³硝酸酸性水溶液を100 cm³作りたい。加えるべき6.8 mol/dm³硝酸の体積（cm³）として、最も近い数値を次の中から一つ選べ。ただし水素、窒素、酸素、亜鉛の原子量はそれぞれ1、14、16、65とする。

- 1 10
- 2 11
- 3 12
- 4 13
- 5 14

問7 ICP発光分光分析装置の構成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 溶液試料の導入部には、ネブライザー、スプレーチャンバー、及びドレントラップが用いられる。
- 2 発光部は、トーチ及び誘導コイルなどからなる。
- 3 分光測光部は、集光系、分光部、検出器からなる。
- 4 分光測光部の集光系には、イオンレンズが用いられる。
- 5 真空紫外領域のスペクトル線を測定する場合には、集光系及び分光部を真空にする構造、あるいはアルゴン、窒素などで空気を置換する構造が必要である。

問8 排ガス中のアンモニア分析方法（JIS K 0099）に規定されるインドフェノール青吸光度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 定量範囲は1.6 volppm～15.5 volppmである。
- 2 試料ガス中のアンモニアは0.01 mol/L硫酸溶液に吸収させる。
- 3 試薬溶液の一つとしてフェノール・ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム溶液を用いる。
- 4 640 nm付近の吸光度を測定する。
- 5 共存する硫黄酸化物が妨害する場合は、試料ガス中のアンモニアを過酸化水素水（1+9）に吸収させる。

問9 JIS K 0121に準拠したフレーム原子吸光分析法における操作上の注意について、次の中から誤っているものを一つ選べ。

- 1 アセチレンガスは、0.1 MPa以上の圧力（ゲージ圧）で使用する。
- 2 アセチレンガス使用中は、アセチレン容器の開閉用ハンドルを取り付けたままにしておく。
- 3 バーナーに手で点火するときは、初め助燃ガスを流し、次に燃料ガスを流して点火する。
- 4 アセチレン炎を使用する場合は、銅、銀、水銀などを多量に含む溶液の噴霧を避ける。
- 5 過塩素酸及びその塩類を多量に含む溶液を噴霧したときは、分析終了後にチャンバー、バーナーヘッドなどを洗浄する。

問10 日本工業規格に規定された吸光度法による排ガス中の汚染物質の分析方法に関する次の記述の中から、二酸化窒素の分析方法を述べたものを一つ選べ。

- 1 試料ガス中の分析対象成分を水酸化ナトリウム溶液に吸収させた後、4-ピリジナルボン酸ピラゾロン溶液を加えて発色させ、吸光度（638 nm）を測定する。
- 2 試料ガス中の分析対象成分を二塩化3,3'-ジメチルベンジジニウム（*o*-トリジン二塩酸塩）溶液に吸収させ、得られた発色液の吸光度（435 nm）を測定する。
- 3 試料ガス中の分析対象成分を希硫酸に吸収させた後、4,4'-ジアミノスチルベン-2,2'-ジスルホン酸溶液と臭化シアン溶液を加えて発色させ、吸光度（490 nm）を測定する。
- 4 試料ガス中の分析対象成分をスルファニル酸-ナフチルエチレンジアミン酢酸溶液に吸収させ、得られた発色液の吸光度（545 nm）を測定する。
- 5 試料ガス中の分析対象成分をジエチルアミン銅溶液に通じて、吸収液中に生成したジエチルジチオカルバミン酸銅の吸光度（435 nm）を測定する。

問11 JIS K 0151に準拠した、赤外線ガス分析計の構成要素に関する次の記述について、空欄〔ア〕、〔イ〕に入る語の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

波長非分散方式の赤外線ガス分析計においては、〔ア〕として〔イ〕が使用できる。

- | | |
|----------|-----------|
| 〔ア〕 | 〔イ〕 |
| 1 光源 | 重水素放電管 |
| 2 窓材 | ふっ化リチウム |
| 3 分散素子 | 回折格子 |
| 4 検出器 | ジルコニア素子 |
| 5 光学フィルタ | 純水を満たしたセル |

問12 JIS K 0303による排ガス中のホルムアルデヒド分析方法に規定されていない方法を次の中から一つ選べ。

- 1 ガスクロマトグラフ法
- 2 高速液体クロマトグラフ法
- 3 イオンクロマトグラフ法
- 4 検知管法
- 5 吸光光度法

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記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 試料中にダストなどが混入するのを防ぐため、ろ過材を用いる。
- 2 試料採取に先立ち、配管内を試料ガスで十分置換する。
- 3 気液分離器は、冷却除湿などで凝縮した水を試料ガスから分離するために用いられ、気液分離管と凝縮水トラップからなる。
- 4 凝縮水トラップの排出管に接続した安全トラップは、試料ガスが外部に漏れ出すことを防止するために用いられる。
- 5 常温の排ガス中の揮発性有機化合物の測定に用いる採取管の材質として、四ふっ化エチレン樹脂が適している。

問14 JIS K 0305による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で用いない器具又は装置はどれか。次の中から一つ選べ。

- 1 吸収瓶
- 2 捕集瓶
- 3 濃縮管
- 4 水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ
- 5 電子捕獲検出器付ガスクロマトグラフ

問15 高圧ガスボンベの保管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 転倒の危険性を考慮して、アセチレンガスボンベを床に寝かせて水平に保管した。
- 2 水素ガスボンベをボンベスタンドに立て、鎖を用いてボンベの上下二か所で固定して保管した。
- 3 窒素ガスボンベを直射日光の当たる場所を避けて保管した。
- 4 アセチレンガスボンベは、帯電防止のため、ゴム、合成樹脂板などの絶縁物の上を避けて保管した。
- 5 水素ガスボンベは、40℃以下に保つよう保管した。

問16 イオンクロマトグラフ法を用いた工場排水中のイオンの定量に関する次の記述の中から、JIS K 0102の規定に適合するものを一つ選べ。

- 1 亜硝酸イオンは紫外部に吸収があるので、紫外吸収検出器を用いてもよい。
- 2 臭化物イオンは分離カラムへの保持が強いため、イオンクロマトグラフ法は採用されていない。
- 3 イオンクロマトグラフの性能として、分離度 (R) は2以上なければならない。
- 4 サプレッサー方式の陽イオンの定量では、強酸性の陽イオン交換膜を用いる。
- 5 マグネシウムイオンとカルシウムイオンは同時測定できないため、イオンクロマトグラフ法は採用されていない。

問17 次の分析機器と検出器の組合せの中から、使用されていないものを一つ選べ。

| 分析機器 | 検出器 |
|----------------|----------------|
| 1 高速液体クロマトグラフ | 蛍光検出器 |
| 2 紫外・可視分光光度計 | フォトダイオードアレイ検出器 |
| 3 質量分析計 | イオン選択性電極 |
| 4 近赤外分光光度計 | 半導体検出器 |
| 5 フレーム原子吸光分析装置 | 光電子増倍管 |

問18 ICP質量分析法を用いた工場排水中のひ素の定量法に関する次の記述の中から、JIS K 0102の規定と異なるものを一つ選べ。

- 1 スペクトル干渉を低減する手法として、水素化ひ素を発生させイオン化部に導入して、ひ素を定量してもよい。
- 2 スペクトル干渉を低減する手法として、磁場形二重収束質量分析計又はコリジョン・リアクションセルを用いることができる。
- 3 塩素を多量に含む試料では、多原子イオンのスペクトル干渉が大きくなるため、これを補正又は低減化する手法を用いる。
- 4 非スペクトル干渉の程度は、ひ素標準液の適量を試料に添加して回収率を求めることよって推定することができる。
- 5 マトリックスによる非スペクトル干渉の大きさは質量数に依存するため、ひ素と質量数が離れており影響の少ないビスマスを内標準元素にするとよい。

問19 排ガス中の酸素自動計測器（JIS B 7983）に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 ジルコニア素子は、室温で固体電解質として使用できる。
- 2 磁気式の計測器は、振動の激しい環境でも安定して使用できる。
- 3 ジルコニア方式の計測器は、未燃炭化水素を含む燃焼排ガスの測定に適する。
- 4 磁気式の計測器は、酸素分子が磁界内で磁化された際に生じる吸引力を利用して酸素濃度を求めるものである。
- 5 磁気風方式の計測器は、磁気力方式のものに比べて試料ガスの熱伝導率の影響を受けにくい。

問20 工場排水中の元素の定量方法として、次の元素と分析方法の組合せの中から、JIS K 0102に規定されていないものを一つ選べ。

| 元素 | 分析方法 |
|----------|------------------|
| 1 セレン | ICP質量分析法 |
| 2 ほう素 | ICP質量分析法 |
| 3 アンチモン | 水素化物発生ICP発光分光分析法 |
| 4 水銀 | ICP発光分光分析法 |
| 5 タングステン | ICP発光分光分析法 |

問21 イオンクロマトグラフ分析に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 電気伝導度検出器を使う場合、サプレッサーが必要不可欠となる。
- 2 分光光度検出器や蛍光検出器は使えない。
- 3 溶離液中の溶存ガスは測定の際とはならない。
- 4 グラジエント溶離法は使えない。
- 5 りんご酸、酒石酸などの有機酸を分析対象成分とすることができる。

問22 JIS K 0128に規定する用水・排水中の農薬試験方法に関して、炎光光度検出器（FPD）を用いたガスクロマトグラフ法の測定対象物質に該当しないものを、次の中から一つ選べ。

- 1 EPN
- 2 シマジン
- 3 ダイアジノン
- 4 トリクロルホン
- 5 フェニトロチオン

問23 ガスクロマトグラフ質量分析計に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 テトラクロロメタン（四塩化炭素）の測定に用いることはできない。
- 2 質量電荷比(m/z)目盛の校正に用いる校正用標準物質として、ペルフルオロトリブチルアミンやペルフルオロケロセンなどがある。
- 3 内径0.25 mmのカラムを使用する場合、インターフェースとしてセパレーターを必ず使用する。
- 4 $m/z = 210.012$ と $m/z = 210.052$ は、質量分解能500の質量分析計を使って分離することができる。
- 5 磁場形質量分析計のアナライザー（質量分離部）には、反応ガスが満たされている。

問24 工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法に関する次の記述について、JIS K 0312の規定と異なるものを、下線を付した(ア)～(オ)の中から一つ選べ。

ダイオキシン類の同定及び定量は、キャピラリーカラムを用いるガスクロマトグラフ（GC）と二重収束形質量分析計（MS）を組み合わせたGC/MSによって行う。分解能は10000以上が要求される。高分解能での測定を維持するため、質量校正用標準物質を測定用試料と同時にイオン源に導いて、測定イオンに近い質量のイオンをモニターして質量目盛りの微小な変動を補正する内標準法による選択イオン検出法（SIM法）で検出する。保持時間及びイオン強度比からダイオキシン類であることを確認した後、定量を行う。

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

問25 JIS B 7954に準拠したベータ線吸収方式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 ベータ線の強さを測定するため、シンチレーション検出器、半導体検出器などが用いられる。
- 2 粒径10 μm を超える粒子を除くために分粒装置が用いられている。
- 3 吸引した大気試料にベータ線を照射して、浮遊状態のまま粒子の濃度を求める。
- 4 ベータ線源として ^{14}C や ^{147}Pm などが用いられている。
- 5 粒子捕集前に、ろ紙のベータ線吸収量を測定しておく必要がある。