

平成24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、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方法)。
- 5 マークの記入については、答案用紙の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カ所のみマークすること。
 - (2) 筆記用具は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 携帯電話はアラームモードを解除のうえ、電源を切り、かばんにしまうこと。
- 8 電卓は使用しないこと。

以上の注意事項及び試験監督員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 Z 8802 pH測定方法」に規定されているpH測定方法に関する以下の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 pH標準液は、大気中に開放して放置し、測定環境と温度平衡に至った後に使用する。
- 2 pHは、ガラス電極pH計によって測定されるイオン強度から求められる。
- 3 pHはピーエッチ又はペーハーと読む。
- 4 しゅう酸塩pH標準液は、試料溶液のpH値が7を超える場合のスパン校正に用いられる。
- 5 pH標準液は、上質の硬質ガラス又はポリエチレン製の瓶中に密閉して保存する。

問2 含水性しゅう酸カルシウムの熱重量測定(TG)を行ったところ、測定前の質量に対して、450℃までで13%の、600℃までで32%の、900℃までで62%の減量が観測された。このしゅう酸カルシウムは何水塩か、以下の中から一つ選べ。ただし、水素、炭素、酸素、カルシウムの原子量はそれぞれ1, 12, 16, 40とする。

- 1 一水塩
- 2 二水塩
- 3 三水塩
- 4 四水塩
- 5 五水塩

問3 ガスクロマトグラフ法の検出器に関する以下の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 熱伝導度検出器は、乾燥空気を助燃ガスとして使用する。
- 2 水素炎イオン化検出器は、炭化水素類を高感度に検出できる。
- 3 炎光光度検出器は、燃料ガスとして水素を使用する。
- 4 電子捕獲検出器は、充填カラムを接続したガスクロマトグラフで使用できる。
- 5 熱イオン化検出器は、燃料ガスとして水素を使用する。

問4 安定同位体を用いた銀の同位体希釈分析を行った。銀には質量数107と同109の同位体があるが、試料0.10 gを溶解して100 gとした試料溶液中の同位体比($^{107}\text{Ag}/^{109}\text{Ag}$)を測定したところ、1.0だった。次に、この溶液の50 gに、質量数109だけからなる銀を0.2 mg加えて測定したところ、同位体比は0.40であった。

試料中の銀の濃度として以下の中から、最も近いものを選べ。

- 1 0.11 %
- 2 0.32 %
- 3 0.53 %
- 4 0.74 %
- 5 0.95 %

問5 吸光光度法に関する以下の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 石英ガラス製の吸収セルは、可視波長範囲の測定に使用できる。
- 2 定量は、検量線法、標準添加法などによって行われる。
- 3 分光には回折格子、プリズム、フィルターが使用できる。
- 4 吸光度は、入射光強度に反比例する。
- 5 測定波長の校正には、低圧水銀ランプや重水素放電管からの輝線が使用できる。

問6 硫酸水溶液中の硫酸の質量分率が15 %のとき、硫酸の物質質量(モル)濃度(mol dm^{-3})として、以下の中から最も近いものを選べ。ただし、この水溶液の密度は 1.1 g cm^{-3} 、水素、酸素、硫黄の原子量はそれぞれ1, 16, 32とする。

- 1 1.3
- 2 1.4
- 3 1.5
- 4 1.6
- 5 1.7

問7 高周波プラズマ質量分析装置の構成に関する以下の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 イオン化源には誘導結合プラズマやマイクロ波誘導プラズマがある。
- 2 インターフェース部とは、真空状態のプラズマと大気圧下の質量分離部とを結ぶ境界部分である。
- 3 試料導入部のスプレーチャンバーは、ネブライザーで液体試料から発生させた霧のうち、粒径の大きいもののみを選択してプラズマに導く役割を持つ。
- 4 イオンレンズ部は、プラズマからイオンや紫外光及び中性粒子を効率よく質量分離部へ導くための部分である。
- 5 質量分離部に一般的に用いられる四重極形質量分析計では、固定磁場を利用してイオンをその質量によって分離する。

問8 「JIS K 0302 排ガス中のダスト粒径分布の測定方法」に規定されている測定方法を、以下の中から一つ選べ。

- 1 レーザー回折・散乱法
- 2 ふるい分け法
- 3 カスケードインパクト法
- 4 動的光散乱法
- 5 重力沈降法

問9 原子吸光分析に関する以下の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 分析対象元素を原子状態にするために、フレイム（炎）、電気加熱、化学反応などが用いられる。
- 2 一般にフレイム原子吸光法は、電気加熱原子吸光法に比較して迅速であるが、感度では劣る。
- 3 光源には、プロパン・空気フレイムやアセチレン・一酸化二窒素フレイムなどが用いられる。
- 4 ナトリウム、カリウムなどはイオン化ポテンシャルが低いので、それらの測定の際には、プロパン・空気などの低温フレイムの適用が有効である。
- 5 アルミニウム、チタンなどは酸化物が解離しにくいので、それらの測定の際には、アセチレン・一酸化二窒素などの高温フレイムの適用が有効である。

問10 日本工業規格（JIS）に規定されている排ガスの分析方法において、測定対象物質と試料採取法の以下の組合せの中から、誤っているものを一つ選べ。

測定対象物質	試料採取法
1 塩素（JIS K 0106）	吸収瓶法
2 ベンゼン（JIS K 0088）	捕集バッグ法
3 窒素酸化物（JIS K 0104）	真空フラスコ法
4 硫黄酸化物（JIS K 0103）	吸収瓶法
5 ピリジン（JIS K 0087）	捕集バッグ法

問11 「JIS K 0151 赤外線ガス分析計」に規定されている赤外線ガス分析計の構成要素として、以下の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 回転セクタ
- 2 シンチレーション検出器
- 3 増幅器
- 4 光学フィルタ
- 5 半導体形検出素子

問12 日本工業規格 (JIS) に規定されている排ガスの分析方法において、測定対象物質と吸収液の以下の組合せの中から、誤っているものを一つ選べ。

測定対象物質	吸収液
1 アンモニア (JIS K 0099)	ほう酸溶液
2 メルカプタン (JIS K 0092)	酢酸水銀(II)溶液
3 窒素酸化物 (JIS K 0104)	塩酸溶液
4 ふっ素化合物 (JIS K 0105)	水酸化ナトリウム溶液
5 臭素 (JIS K 0085)	水酸化ナトリウム溶液

問13 ガス濃度自動計測器に関する次の記述について、(ア) ~ (ウ) に入る語の組合せの中から、正しいものを一つ選べ。

化学発光を使用するものには (ア) 計測器とオゾン計測器がある。どちらもオゾンにより生成した (イ) 状態の物質が光を発生する、という原理を利用している。発光強度の測定には (ウ) などが使用される。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	二酸化炭素	励起	ピエゾ素子
2	一酸化窒素	励起	光電子増倍管
3	一酸化窒素	基底	半導体検出器
4	一酸化炭素	励起	サーミスタ
5	酸素	基底	光電子増倍管

問14 「JIS K 0109 排ガス中のシアン化水素分析方法」に関する以下の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 ガスクロマトグラフ法では、アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフを用いる。
- 2 ガスクロマトグラフ法における定量範囲は、イオン電極法のそれよりも狭い。
- 3 イオン電極法では、試料ガス中のシアン化水素を水酸化ナトリウム溶液に吸収させる。
- 4 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光度法では、試料ガス中のシアン化水素を水酸化ナトリウム溶液に吸収させる。
- 5 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光度法は、ハロゲンなどの酸化性ガスの影響を無視できる場合に適用する。

問15 「JIS K 0095 排ガス試料採取方法」に関する以下の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 採取管の外径は、採取口の内径と等しくしなければならない。
- 2 採取管は、ダクト内の排ガス流に平行になるように設置する。
- 3 シリカガラス製の採取管は、ふっ化水素ガスを含む排ガス試料の採取に使用できる。
- 4 ろ過材は、必要に応じて採取管の先端又は後段に装着する。
- 5 採取管の保温又は加熱は、試料ガス中の水分及び露点の低いガス成分が凝結することを避けるために行う。

問16 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている工場排水中の金属元素の試験における試料の前処理操作及び保存について、以下の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 有機物及び懸濁物が極めて少ない試料は、塩酸又は硝酸を加えて煮沸する。
- 2 有機物が少なく、懸濁物として、水酸化物、酸化物、硫化物、りん酸塩などを含む試料は、塩酸又は硝酸による加熱分解を行う。
- 3 酸化されにくい有機物を含む試料は、過塩素酸を加え、次いで硝酸を加えて分解を行う。
- 4 分解後の試料溶液をそのまま噴霧するフレイム原子吸光法を適用する場合には、硝酸と硫酸とによる分解法は好ましくない。
- 5 溶存状態の金属元素の試験に用いる試料は、ろ過した後、硝酸を加えてpHを約1として保存する。

問17 実験室で用いる高圧ガスの容器に高圧ガス保安法及び関係法令に基づき塗られた色と、ガスの種類との組合せとして、以下の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 緑色 — 液化炭酸ガス
- 2 赤色 — 水素ガス
- 3 黒色 — 酸素ガス
- 4 黄色 — ヘリウムガス
- 5 褐色 — アセチレンガス

問18 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている工場排水中の金属元素の分析法として、ICP質量分析法が採用されていない元素を以下の中から一つ選べ。

- 1 アンチモン
- 2 クロム
- 3 鉛
- 4 マグネシウム
- 5 ほう素

問19 標準物質に関する以下の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 分析方法の妥当性を確認するためには、分析する試料と類似したマトリックスを持つ標準物質を分析し、その分析値を標準物質の特性値と比較することが有効である。
- 2 分析値の真度又は精度の変動だけを、時間、分析者、装置などのパラメータで評価する場合、トレーサビリティの確保された標準物質を用いなければならない。
- 3 認証標準物質は、分析結果にトレーサビリティの立証が必要な場合に利用できる。
- 4 JCSSに基づく標準物質は、国家標準又は国際標準へのトレーサビリティが確保されている。
- 5 「JIS K 8005 容量分析用標準物質」に規定されている試薬には、亜鉛、アミド硫酸、塩化ナトリウムなどがあり、滴定液の調製や標定に利用できる。

問20 次の記述は、「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている工場排水中のりん酸イオン (PO_4^{3-}) の分析方法について示したものである。〔ア〕～〔ウ〕に入る語句の組合せの中から、正しいものを一つ選べ。

りん酸イオンは、モリブデン酸アンモニウム及びタルトラトアンチモン(Ⅲ)酸カリウムと反応して生成するヘテロポリ化合物を〔ア〕し、生成した溶液の〔イ〕を測定することにより定量する。試料溶液中に多量の〔ウ〕が共存すると、濁りが生じて妨害となる。

- | | (ア) | (イ) | (ウ) |
|---|-----|------|-----------|
| 1 | 還元 | 吸光度 | カリウムイオン |
| 2 | 還元 | 吸光度 | 硫酸イオン |
| 3 | 酸化 | 発光強度 | カリウムイオン |
| 4 | 酸化 | 吸光度 | アンモニウムイオン |
| 5 | 酸化 | 発光強度 | アンモニウムイオン |

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

- 1 吸着クロマトグラフィーでは、移動相中の溶存ガス除去を必要としない。
- 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分析種を分離、溶出させる方法である。
- 3 サイズ排除クロマトグラフィーでは、カラムの排除限界分子量以上の分析種を相互に分離できる。
- 4 よく使われる検出器には、吸光光度検出器、蛍光検出器、質量分析計などがある。
- 5 カラムで分離後、誘導体化試薬などを加えて分析種を誘導体化する操作を、プレカラム誘導体化と呼ぶ。

問22 「JIS K 0093 工業用水・工場排水中のポリクロロビフェニル (PCB) 試験方法」に規定されているガスクロマトグラフ法に関する次の記述について、 (ア) ~ (ウ) に入る語句の組合せの中から、正しいものを一つ選べ。

試料中のPCBを (ア) で抽出し、脱水・濃縮後、アルカリ分解を行い、分解した溶液について再び (ア) で抽出し、脱水・濃縮する。濃縮液についてシリカゲルを用いたカラムクロマトグラフ分離を行い、得られた溶出液を一定量とし、検出器に (イ) を用いたガスクロマトグラフに導入する。得られたクロマトグラムのピークごとにピーク (ウ) を読み取り、その (ウ) とあらかじめ求めておいた補正係数からPCBを定量する。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	ヘキサン	電子捕獲検出器	高さ
2	ジクロロメタン	水素炎イオン化検出器	高さ
3	ヘキサン	水素炎イオン化検出器	面積
4	ジクロロメタン	電子捕獲検出器	面積
5	ヘキサン	電子捕獲検出器	面積

問23 ガスクロマトグラフ質量分析計の操作に関する以下の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 真空系を立ち上げたときは、空気及び水のリークがないことを確認する。
- 2 質量電荷比 (m/z) 目盛の校正は、分析目的に適した校正用標準物質を用いて行う。
- 3 イオン源周辺での放電が確認された場合、検出器の研磨洗浄を行う。
- 4 分析種の揮発性や熱安定性を高める目的で、誘導体化を行うことがある。
- 5 キャピラリーカラムの内径によって、セパレーターを用いることがある。

問24 工場排水中の界面活性剤の定量方法として、「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されていないものを、以下の中から一つ選べ。

- 1 メチレンブルー吸光光度法
- 2 エチルバイオレット吸光光度法
- 3 溶媒抽出-フレイム原子吸光法
- 4 テトラチオシアナトコバルト(II)酸吸光光度法
- 5 インドフェノール青吸光光度法

問25 「JIS B 7954 大気中の浮遊粒子状物質自動計測器」に関する以下の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 計測の対象となる浮遊粒子状物質は、大気中に浮遊する粒径 $10\ \mu\text{m}$ 以下の固体粒子状物質である。
- 2 ベータ線吸収方式、圧電天びん方式、光散乱方式、フィルタ振動方式のいずれの測定方式においても、粒径 $10\ \mu\text{m}$ 以上の粒子を除く分粒装置を用いなければならない。
- 3 浮遊粒子状物質の粒径は幾何学的性質に基づいて決定しなくてはならない。
- 4 計測器の校正に用いる空気は、粒子を構成する物質が均一で、「粒径範囲 $0.1\sim 10\ \mu\text{m}$ の粒子を含むもの」と定められている。
- 5 校正用空気の調製に用いられる「粒子状物質を含まない空気」とは、「粒子状物質の質量濃度が無視し得る程度にしか含まない空気」である。