第 72 回 実施

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間で、全問必須である。
- 4 出題の形式は、五肢択一方式である(各間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 黒板に記載の注意事項を必ず確認すること。

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。

- **問1** 「JIS Z 8802 pH 測定方法」に規定されている pH 計の校正方法に従ったとき、 試料溶液の pH 値が 7 以下の場合にスパン校正で用いる pH 標準液として、 正しいものを次の中から一つ選べ。
 - 1 フタル酸塩 pH 標準液
 - 2 中性りん酸塩 pH 標準液
 - 3 りん酸塩 pH 標準液
 - 4 ほう酸塩 pH 標準液
 - 5 炭酸塩 pH 標準液

- **問2** ある溶質の質量分率が 20.0 mg/kg の溶液がある。ここからある体積をはかりとり、この溶液と同じ溶媒で希釈して質量濃度が 10.0 mg/L の溶液を 200 mL 調製したい。はかりとる体積として、最も近い体積を次の中から一つ選べ。ただし、希釈前の溶液の密度は 1.25 g/mL とする。
 - 60 mL
 - 80 mL
 - 100 mL
 - 125 mL
 - 150 mL

- **問3** ガスクロマトグラフィーにおける試料の誘導体化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** 誘導体化することで、揮発性や安定性を向上させ、分離を容易にすることができる。
 - **2** 分析種を検出しやすい化学形にすることで、選択性を向上させ、高感度 検出を可能とすることができる。
 - 3 オンカラム誘導体化とは、誘導体化試薬と試料を混合した溶液を冷却した注入口に注入して反応させる方法である。
 - **4** 光学異性体を、キラル試薬を用いてジアステレオマー化することで、光 学活性カラムを使わずに分離可能にできる。
 - 5 誘導体化試薬は反応性の高い試薬が多いため、湿気を避け密栓し冷暗所 に保管する。

- **間4** 「JIS K 0050 化学分析方法通則」の規定に基づく、数値の表し方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** 「10.0±0.2」と表したとき、9.76 はこの表記の表す範囲に含まれる。
 - **2** 温度範囲を指定する場合を除いて「10~15」と表したとき、9.9 はこの表記の表す範囲に含まれる。
 - **3** 「約 10」と表したとき、9.1 はこの表記の許容範囲に含まれる。
 - **4** 液体の体積について「正確に 10 mL」と指定されたとき、呼び容量 10 mL の全量ピペットを用いてはかることは許容される。
 - **5** 質量について「正確に 10.0 g」と指定されたとき、10.01 g は許容されない。

- **問5** 「JISK 0115 吸光光度分析通則」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 吸光度とは、光が物質を透過する割合を、透過後の光の量と透過前の光の量との比で表したものである。
 - 2 モル吸光係数とは、特定試料の吸光度を、分析種の濃度 1 mol/L、光路長 1 cm のセルを用いた場合に換算した係数である。
 - **3** 複光東方式とは、光源からの光を試料側と対照側とに分岐させる光学系の一方式である。
 - 4 ハロゲンランプは、320 nm 以上の長波長域で分光光度計の光源用放射体として用いられる。
 - 5 フォトダイオード又は電荷結合素子 (CCD) を波長分散方向にアレイ状 に配置したアレイ形検出器は、複数の波長における光を同時に検出するこ とができる。

問6 「JIS K 0312 工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法」に基づくダイオキシン類の同定及び定量に関する次の記述について、下線部 (a) ~ (c) に記述した語句の正誤の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

キャピラリーカラムを用いるガスクロマトグラフと (a) 四重極形質量分析計を用いるガスクロマトグラフィー質量分析法によって行う。分解能 (b) 1000 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き、質量の変動を補正するロックマス方式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、クロマトグラム上のピーク面積から (c) 内標準法によって定量を行う。

	(a)	(b)	(c)
1	誤	正	正
2	正	正	誤
3	正	誤	连
4	誤	誤	正
5	正	誤	誤

- **問7** ICP 発光分光分析において、共存元素による分光干渉の影響を軽減する 方法として、誤っているものを一つ選べ。
 - 1 干渉を受けない分析線を選択する。
 - 2 共存元素の影響を数値的に差し引く元素間干渉補正を行う。
 - 3 共存元素のスペクトルを試料溶液のスペクトルから差し引く補正を行う。
 - 4 バックグラウンド補正を行う。
 - 5 標準添加法による定量を行う。

- 間8 「JISK 0098 排ガス中の一酸化炭素分析方法」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 この規格では、検知管法も使用することができる。
 - 2 ガスクロマトグラフ法における試料採取には、捕集バッグを用いることができる。
 - 3 赤外線吸収方式は、連続測定に使用することができる。
 - **4** 試料ガス採取装置において、配管中に水分が凝縮するおそれがある場合は、 試料ガス採取管を120 ℃以上に加熱しなくてはならない。
 - 5 ガヌクロマトグラフ法では、メタン化反応装置付き熱伝導度検出器を使用する必要がある。

- 問9 「JIS K 0121 原子吸光分析通則」に規定されている分析装置のバックグラウンド補正法に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。
 - 1 連続スペクトル光源補正方式は、波長 350 nm 以下の分析線だけに使用できる。
 - 2 連続スペクトル光源補正方式では、バックグラウンド補正用光源から放射される光を、ミラーなどを用い原子化部を迂回(うかい)させて検出器に導く。
 - **3** ゼーマン分裂補正方式は、磁場によってスペクトル線にゼーマン分裂を 生じる現象を利用した補正法である。
 - **4** ゼーマン分裂補正方式は、シングルビーム方式で使用できるが、ダブルビーム方式では使用できない。
 - 5 自己反転方式は、ランプに常に高電流を流す方式である。

- **問 10** 「JIS K 0109 排ガス中のシアン化水素分析方法」に規定されている吸光 光度法及びガスクロマトグラフ法に関する次の記述の中から、正しいものを 一つ選べ。
 - 1 吸光光度法では、吸収液として硫酸-過酸化水素水を用いる。
 - 2 吸光光度法では、4-アミノアンチピリン溶液で発色させる。
 - 3 ガスクロマトグラフ法では、熱イオン化検出器を使用する。
 - 4 ガスクロマトグラフ法と吸光光度法では、同じ試料採取方法を用いる。
 - **5** ガスクロマトグラフ法における定量範囲は、吸光光度法のそれと比較して狭い。

- 問11 「JIS B 7983 排ガス中の酸素自動計測器」に規定されている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** ジルコニア方式の計測器の校正に用いるゼロガスとしては、高純度の窒素ガスを使用する。
 - **2** ダンベル形の計測器で使用されるダンベルは、酸素に比べて磁化率の非常に大きい材料を棒の両端に付けたものである。
 - 3 磁気風方式の計測器について、干渉影響試験を行う際は、規格に定める 試験用ガスに対する指示値と、使用測定段階(レンジ)の最大目盛値との 差を算出する。
 - 4 電気化学式の一方式に、ジルコニア方式がある。
 - 5 計測器の性能試験について、干渉成分の影響に関する項目は含まれない。

- **問 12** 10 mmol/L の塩酸 100 mL に 10 mmol/L の水酸化ナトリウム水溶液を 50 mL 加えたとき、溶液中の水素イオン濃度として最も近い濃度を次の中から一つ選べ。なお、この操作は室温で行い、操作に伴う温度上昇は無視する。
 - 1.3 mmol/L
 - 2.3 mmol/L
 - 3.3 mmol/L
 - 4.3 mmol/L
 - 5.0 mmol/L

- **問 13** 「JIS K 0095 排ガス試料採取方法」に規定されている煙道排ガスの連続 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 採取管の内径は、試料ガスの流量、採取管の機械的強度などを考慮して 決める。
 - 2 ろ過材は、試料ガス中のダストなどが混入するのを防ぐために装着する。
 - 3 除湿器は、試料ガス中の水分を一定値以下に除湿するために設ける。
 - **4** 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る。
 - **5** 安全トラップは、高温の排出ガスによる計測器の破損を防止するために 用いる。

- **問 14** 「JIS B 7985 排出ガス中のメタン自動計測器」に関する次の記述の中から、 正しいものを一つ選べ。
 - 1 赤外線吸収方式の計測器は、共存する二酸化炭素の影響を受けない。
 - 2 試料採取部の導管は、メタンを濃縮するために冷却を行わなければならない。
 - 3 選択燃焼管は、メタンを選択的に燃焼除去するために使用する。
 - **4** 選択燃焼式水素炎イオン化検出方式では、分析計に導入する助燃ガスとして合成空気を使用することができる。
 - 5 計測器のゼロ調整は、電源投入直後にゼロガスを導入して素早く行う。

- **問15** 「JIS K 0055 ガス分析装置校正方法通則」に規定されているガス分析装置の設置、配管、接続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 分析装置は、振動、電源電圧変動、温度変動などの影響のない環境に設置する。
 - **2** 校正用ガスを分析装置に導入するための配管接続は、できる限り短く、 定められた導入口に接続する。
 - 3 配管の材質には、吸着性、反応性及び透過性が大きいものを用いる。
 - **4** 高圧ガス容器に充てんされた校正用ガスを使用する際には、圧力調整機構をもつ調整器を使用する。
 - **5** 圧力調整器のダイアフラムの材質は、吸着性、反応性の小さいものを使用する。

- **問 16** 「JIS K 0088 排ガス中のベンゼン分析方法」に規定されている分析法において、使用されない器具又は装置を次の中から一つ選べ。
 - 1 ガスクロマトグラフ
 - 2 吸収セル
 - 3 ガスメータ
 - 4 捕集バッグ
 - 5 フーリエ変換形赤外線分析計

- **問 17** 「JIS K 0101 工業用水試験方法」又は「JIS K 0102 工場排水試験方法」 に規定されている水質項目の測定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** 透視度は、試料の透明の程度を示すもので、透視度計に試料を入れて上部から透視して測定される。
 - 2 散乱光濁度は、水の濁りの程度を表すもので、試料中の粒子によって散乱した光の強度を波長 660 nm 付近で測定して求められる。
 - **3** 電気伝導率は、溶液がもつ電気抵抗率の逆数に相当し、電気伝導度計を 用いて測定される。
 - **4** 臭気強度(TON)は、臭気の強さを、ヘッドスペース-ガスクロマトグラフィー質量分析法で測定して求められる。
 - 5 生物化学的酸素消費量 (BOD) は、水中の好気性微生物によって消費される溶存酸素の量を測定して求められる。

- **問 18** 0.10 gの硫酸銅(II)五水和物を水に溶解し、全量を 1.0 Lにした。その水溶液に塩化バリウム水溶液を少しずつ加えていった。硫酸バリウムが析出し始めるときの溶液中のバリウムイオンの濃度として、最も近い濃度を次の中から一つ選べ。ただし、この操作において硫酸バリウムの溶解度積(K_{sp})は一定であり、 K_{sp} は 1.1×10^{-10} (mol/L) 2 とする。また、水素、酸素、硫黄、銅の原子量はそれぞれ 1.0、16.0、32.1、63.5 とする。なお、添加する塩化バリウム水溶液の体積は十分に小さく、溶液の全体積は 1.0 L から変化しないとみなせるものとする。
 - $8.8 \times 10^{-8} \text{ mol/L}$
 - $1.4 \times 10^{-7} \text{ mol/L}$
 - $1.8 \times 10^{-7} \text{ mol/L}$
 - $2.7 \times 10^{-7} \text{ mol/L}$
 - $3.5 \times 10^{-7} \text{ mol/L}$

問 19 「JIS K 0126 流れ分析通則」に規定されている連続流れ分析に関する次の記述の(r) ~ (\dot{p}) に入る語句の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

一定流量で細管内を流れている試薬などを (ア) で分節し、分節で生じたセグメントに試料を導入する。セグメント内での (イ) によって分析対象成分と試薬との反応を促進し、下流に設けた検出器で (ウ) を検出して定量する方法である。

(1) (ウ) (ア) 気体 混合 反応生成物 1 2 有機溶媒 混合 抽出成分 抽出分離 3 気体 抽出成分 4 有機溶媒 抽出分離 反応生成物 5 気体 抽出分離 反応生成物

- **間 20** 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に基づく工場排水中のふっ素化合物の 定量法として、規定されていないものを次の中から一つ選べ。
 - 1 ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法
 - 2 イオン電極法
 - 3 イオンクロマトグラフ法
 - 4 ランタン-アリザリンコンプレキソン発色流れ分析法
 - 5 ICP 質量分析法

- **問 21** 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されているイオンクロマトグラフ法による塩化物イオンの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 分離カラムの性能が低下した場合、溶離液の約10倍の濃度のものを調製し、 分離カラムに注入して洗浄することで、分離度が改善する場合がある。
 - 2 懸濁物を含む試料は、十分に振り混ぜて均一にした後、ろ過することなく分析する必要がある。
 - **3** サプレッサーは溶離液中の陽イオンを水素イオンに交換するためのもので、 陽イオン交換膜又は陽イオン交換体を使用している。
 - **4** モノカルボン酸、ジカルボン酸などの有機酸による妨害を受けることがある。
 - 5 紫外吸収検出器は、塩化物イオンの個別測定には使用できない。

問 22 次の記述は、「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている残留塩素の定義について記したものである。(ア)~(ウ)に入る語句の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

残留塩素とは、塩素剤が水に溶けて生成する (ア) 及びこれがアンモニアと結合して生じるクロロアミンをいい、前者を (イ) 、後者を (ウ) 、両者を合わせて残留塩素という。

(ア) (1)(ウ) 1 次亜塩素酸 遊離残留塩素 結合残留塩素 2 塩化物イオン 結合残留塩素 遊離残留塩素 3 塩化物イオン 遊離残留塩素 結合残留塩素 4 過塩素酸 結合残留塩素 遊離残留塩素 5 過塩素酸 遊離残留塩素 結合残留塩素

- **問 23** 質量分析計のイオン化法とその説明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** 電子イオン化(EI) 法は、大気圧下でフィラメントから放出された電子を分析種に照射しイオン化させる方法である。
 - 2 化学イオン化(CI)法は、イオン化室に試薬ガスを導入し、試薬ガス由来の 反応イオンを生成させ、イオン-分子反応によって分析種をイオン化させる方 法である。
 - **3** 誘導結合プラズマ (ICP) イオン化法は、高周波誘導コイルで囲われたトーチ内で発生した高温の誘導結合プラズマにより、目的元素をイオン化させる方法である。
 - 4 エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法は、試料溶液を高電圧が印加された キャピラリーチューブを通して噴霧し、溶媒を気化させることによりイオン化 させる方法である。
 - **5** 大気圧化学イオン化 (APCI) 法は、試料溶液がイオン化部でコロナ放電によって生じる溶媒イオンと試料分子がイオン-分子反応を起こしイオン化させる方法である。

- **問 24** 「JIS K 0125 用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法」に規定されている、電子捕獲検出器(ECD)を用いたヘッドスペース-ガスクロマトグラフ法の測定対象物質として、誤っているものを一つ選べ。
 - 1 四塩化炭素
 - 2 ベンゼン
 - 3 クロロホルム
 - 4 トリクロロエチレン
 - 5 ジクロロメタン

- 問 25 「JIS B 7954 大気中の浮遊粒子状物質自動計測器」に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。
 - 1 ベータ線吸収方式では、粒子をテープ状ろ紙上に捕集し、捕集前後のろ 紙の吸収量及び反射量の変化から相対濃度を求める。
 - 2 圧電天びん方式では、粒子を静電的に水晶振動子上に捕集し、質量の増加に伴う水晶振動子の振動数の変化量から質量濃度を求める。
 - **3** フィルタ振動方式では、ろ紙上に捕集した粒子によるベータ線の吸収量の増加から質量濃度を求める。
 - 4 光散乱方式では、ろ紙上に捕集した粒子による円すい状振動子の振動数 の低下から質量濃度を求める。
 - 5 吸光方式では、粒子による散乱光量から相対濃度を求める。