## 第 73 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 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** イオン電極を用いたイオン濃度の測定装置の構成要素と成り得るものとして、「JIS K 0122 イオン電極測定方法通則」に規定されていないものを一つ選べ。
  - 1 電位差計
  - 2 高周波電源
  - 3 比較電極
  - 4 温度計
  - 5 ポンプ

- **問2** 成分 A を含む試薬を溶媒 1.00 kg に溶解して、成分 A の濃度が 1.00 mg/L の標準液を調製するとき、量り取るべき試薬の質量 (mg) としてもっとも近い値を次の中から一つ選べ。ただし、その試薬に含まれる成分 A の質量分率は95.0%であり、調製した標準液の密度は 0.950 g/mLとする。なお、溶媒には成分 A が含まれていないものとする。
  - 1 0.95
  - **2** 1.00
  - **3** 1.05
  - **4** 1.10
  - **5** 1.15

- 問3 「JIS K 0114、ガスクロマトグラフィー通則」に規定されている検出器に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。
  - 1 熱伝導度検出器は、測定対象化合物の熱伝導度がキャリヤーガスのそれ に近いほど高感度に検出する。
  - 2 水素炎イオン化検出器は有機化合物のほとんどを対象とするが、検量線 の直線領域は2桁前後の狭い範囲に限られる。
  - 3 電子捕獲検出器は電子親和性の高い化合物を選択的に検出し、検量線の 直線領域は7桁前後の非常に広い範囲に及ぶ。
  - **4** 炎光光度検出器は硫黄、りん、及びすずを含有する化合物を対象とするが、 硫黄の検量線は近似二次曲線となる。
  - 5 熱イオン化検出器はりん又は塩素を含む化合物を選択的に検出し、一般 にりんよりも塩素の方が感度は高い。

- **問4** 「JIS R 3505 ガラス製体積計」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 目盛は、25℃の水を測定した時の体積を表すものとして付されている。
  - 2 全量フラスコに付されている標識として、"TC"は受入体積を測定する ものを表し、"TD"は排出体積を測定するものを表している。
  - 3 メスピペットは、呼び容量に応じて排水時間が決められている。
  - 4 目盛は、水際の最深部と目盛線の上縁とを水平に視定して測定するものとして付されている。
  - 5 乳脂計以外のガラス製体積計の等級は、体積の許容誤差により 2 等級に 区分されている。

- 問5 「JIS K 0115 吸光光度分析通則」に規定されている吸光光度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 分光光度計の吸光度目盛は、重水素放電管の輝線の波長と比較して校正する。
  - **2** 検量線法による定量において、分析種濃度はできるだけ検量線の中央に 来るように設定する。
  - **3** ほうけい酸ガラス製セルは、石英ガラス製セルに比較してより短波長側 の範囲で使用することができる。
  - 4 吸光度が小さい試料を測定する場合には、光路長の短いセルが有効である。
  - 5 発光ダイオードは、分光光度計の光源に用いることはできない。

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」に規定されている試料容器及び採取操作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。

試料容器は、特に指定がない限り (a) ガラス製のものを用い、使用前に有機溶媒でよく洗浄したものを使用する。採取時には試料水による容器の (b) 洗浄を行う。採取した試料は、試料容器に (c) 空間が残らないように入れ、密栓する。

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

**問7** 「JIS K 0133 高周波プラズマ質量分析通則」に規定されている ICP 質量分析法で用いるコリジョン・リアクションセルに関する次の記述について、下線部  $(a)\sim(c)$ 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。

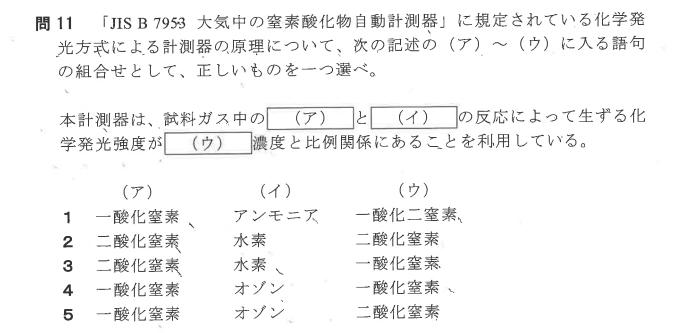
コリジョン・リアクションセルは、測定対象元素以外のイオンが引き起こす (a) 非スペクトル干渉を除去又は低減するための装置であり、(b) 質量分離部の後ろに設ける。外部から気体分子 (水素、ヘリウム、アンモニアなど)を導入したセルと呼ばれる箱の中をプラズマからのイオンが通過するときに、気体分子とイオンとの間で相互作用が生じる。この相互作用の結果として、測定対象元素イオンと干渉イオンの選別が行われるとともに、(c) イオンの運動エネルギーの収束も生じる。

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

- **問8** 「JISK 0103 排ガス中の硫黄酸化物分析方法」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 イオンクロマトグラフ法では、試料ガスに硫化物などの還元性ガスが高 濃度に共存すると影響を受ける。
  - 2 イオンクロマトグラフ法では、過酸化水素水を吸収液として用いる。
  - 3 イオンクロマトグラフ法では、硫黄酸化物を硫酸に変換して測定する。
  - 4 沈殿滴定法では、アルセナゾⅢを指示薬として酢酸バリウム溶液で滴定する。
  - 5 自動計測法の対象成分は、一酸化硫黄のみである。

- **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** 中空陰極ランプは、分析用光源及びバックグラウンド補正用光源に使用 することができる。
  - 2 予混合バーナーでは、霧化された試料溶液の全量をフレームに送り込む。
  - **3** ダブルビーム方式の装置は、光束を分割することで光源の光強度変化を 補正するものである。
  - 4 検出器には、光電子増倍管、光電管又は半導体検出器が用いられる。
  - 5 分光器の形式には、ツェルニ・ターナー形、エシェル形などがある。

- **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、吸収液として硫酸ー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では、試料ガスを吸収瓶で捕集する。
  - 5 ガスクロマトグラフ法における定量範囲は、吸光光度法のそれよりも狭い。



問 12 銅標準原液 (銅濃度 1000 mg/L、硝酸濃度 1.00 mol/L)、濃硝酸及び濃硫酸を混合し、純水で 100.0 mLに希釈して標準液 (銅濃度 100.0 mg/L、硝酸濃度 1.00 mol/L、硫酸濃度 2.00 mol/L)を調製した。この標準液を調製する際に要した濃硝酸 (硝酸の質量分率 60.0 %、密度 1.38 g/mL、硝酸のモル質量 63.0 g/mol)と濃硫酸 (硫酸の質量分率 98.0 %、密度 1.83 g/mL、硫酸のモル質量 98.0 g/mol)の量の組合せとして、最も近いものを次の中から一つ選べ。ただし、混合による発熱の影響は無視できるものとする。

	濃硝酸	濃硫酸
1	6.9 m <u>L</u>	10.9 mL
2	6.9 mL	20.0 mL
3	7.6 mL	10.9 mL
4	7.6 mL	20.0 mL
5	9.5 mL	10.9 mL

- 問13 「JIS K 0095 排ガス試料採取方法」に関する次の記述の中から、正しい ものを一つ選べ。
  - **1** 採取口を開けられる管の材質は、炭素鋼、ステンレス鋼又はコンクリート製とする。
  - 2 採取管と捕集部又は前処理部とを接続する導管の長さは、なるべく長くする。
  - 3 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。
  - **4** 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。
  - 5 吸引ポンプを保護するための乾燥管には、乾燥剤として鉄粉を用いる。

- **問 14** 排ガスの分析方法に関する日本産業規格(JIS)において、ガスクロマトグラフの検出器に電子捕獲検出器が規定されているものを、次の中から一つ選べ。
  - 1 JIS K 0086 排ガス中のフェノール類分析方法
  - 2 JIS K 0087 排ガス中のピリジン分析方法
  - 3 JIS K 0091 排ガス中の二硫化炭素分析方法
  - 4 JIS K 0092 排ガス中のメルカプタン分析方法
  - 5 JIS K 0110 排ガス中の一酸化二窒素分析方法

- **問 15** 消防法で規定されている危険物の貯蔵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 黄りんを硫黄粉末の中に完全に埋めた上、屋内貯蔵所に貯蔵した。
  - 2 トルエンを、屋根上に蒸気を排出する設備のある屋内貯蔵所に貯蔵した。
  - 3 アセトンと二硫化炭素を、同じ屋内貯蔵所に隣り合った状態で貯蔵した。
  - 4 ニトロセルロースと過塩素酸カリウムを、1 m以上の距離をとって同じ 屋内貯蔵所に貯蔵した。
  - 5 金属ナトリウムを灯油の中に完全に沈めた上、屋内貯蔵所に貯蔵した。

- **問16** 「JIS K 0089 排ガス中のアクロレイン分析方法」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 試料ガスの採取位置は、ガスの流速の変化が著しくない位置を選ぶ。
  - 2 試料ガスは、同一採取位置において近接した時間内で原則として 2 回以上採取し、それぞれ分析に用いる。
  - 3 ヘキシルレゾルシノール吸光光度法は、試料ガス中にオゾン又はジエン類が 1000 volppm 以上共存している場合に適用する。
  - 4 ヘキシルレゾルシノール吸光光度法では、試料採取方法として吸収瓶法 を用いる。
  - 5 ガスクロマトグラフ法では、検出器として水素炎イオン化検出器を用いる。

- 問 17 ある溶質の質量分率が 1.0 ppm である溶液を確実に調製できる手順として、正しいものを一つ選べ。ただし、各選択肢における「原液」はある溶質を含む希釈前の溶液を指し、「溶媒」はある溶質を含まない液体を指すものとする。また、原液、溶媒及び希釈後の溶液の密度はそれぞれ未知とする。
  - 1 1.0 kg/m³の原液を 1.0 mL 採取し、溶媒を用いて全量 1.0 kg に希釈した。
  - 2 10 g/m³の原液を 10 cm³採取し、溶媒を用いて全量 0.10 L に希釈した。
  - 3 1.0 g/L の原液を 1.0 g 採取し、溶媒を用いて全量 0.10 kg に希釈した。
  - **4** 質量分率 1.0 %の原液を 1.0 g 採取し、溶媒を用いて全量 1.0 kg に希釈した。
  - **5** 質量分率 100 ppm の原液を 1.0 L採取し、溶媒を用いて全量 0.10 m³ に 希釈した。

- **問 18** H 形の陽イオン交換樹脂 0.50 g(乾燥質量)をカラムに詰めた。そこに NaCl 水溶液を十分に流して  $H^+$ をすべて溶出させた。この溶出液の全量を 0.20 mol/Lの NaOH 水溶液で滴定したところ、中和するのに 10 mLを要した。このとき、単位質量あたりの樹脂が保持していた  $H^+$ の物質量として最も近いものを次の中から一つ選べ。
  - 1 0.25 mmol/g
  - **2** 0.50 mmol/g
  - **3** 1.0 mmol/g
  - 4 2.0 mmol/g
  - **5** 4.0 mmol/g

- **問19** 「JIS K 0126 流れ分析通則」に規定されているフローインジェクション 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 試料導入部を構成する導入器には、一定の容積をもつループを備えた六方バルブなどが用いられる。
  - 2 試料導入部は、必ず検出部の上流に配置される。
  - 3 試料は、必ずキャリヤーの流れの中に導入される。
  - 4 試料の導入に、自動試料導入装置(オートサンプラー)を用いる場合がある。
  - 5 導入した試料に含まれる分析対象成分は、細管内での分散・混合によって 試薬と反応する。

- **問 20** 「JIS K 0094 工業用水・工場排水の試料採取方法」に規定されている試料の保存処理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 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  $2\sim3$  に調節し、0  $^{\circ}$   $^{\circ}$   $^{\circ}$   $^{\circ}$  の暗所に保存する。
  - **2** よう化物イオンの試験に用いる試料は、水酸化ナトリウム溶液 (200 g/L) を加えて pH を約 10 にして保存する。
  - **3** シアン化合物の試験に用いる試料は、水酸化ナトリウム溶液(200 g/L) を加えて pH を約 12 にして保存する。
  - 4 全りんの試験に用いる試料は、硫酸又は硝酸を加えて pH を約 2 にして 保存する。
  - 5 溶存状態の金属元素の試験に用いる試料は、硝酸を加えて pH を約 1 にした後、ろ紙 5 種 C でろ過し、ろ液を 0  $\mathbb{C}$   $\sim$  10  $\mathbb{C}$  の暗所に保存する。

**問 21** 「JIS K 0127 イオンクロマトグラフィー通則」に規定されている、サプレッサー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。

サプレッサーは (ア) 交換部位 (膜又は樹脂)を介した (ア) 交換によって (イ) の電気伝導度を低下し、測定イオンの対イオンをより電気伝導度の (ウ) イオンに交換することで SN (シグナルノイズ) 比を改善し、測定感度を高める。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	イオン	固定相	低い
2	イオン、	溶離液、	高い
3	溶媒	カラム	低い
4	イオン	溶離液	低い
5	溶媒	カラム、	高い

**問 22** 環境基本法に基づく「水質汚濁に係る環境基準」において、「人の健康の保護に関する環境基準」に定められた項目とその基準値の組合せとして、誤っているものを一つ選べ。

	項目	基準値
1	カドミウム	0.003 mg/L 以下.
2	全シアン	検出されないこと
3	鉛	0.01 mg/L 以下
4	砒素 、	0.001 mg/L 以下
5	総水銀	0.0005 mg/L 以下

**問 23** 「JIS K 0123 ガスクロマトグラフィー質量分析通則」に規定されている ガスクロマトグラフィー質量分析法(GC/MS)に関する次の記述の(ア)~ (ウ)に入る語句の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

気体又は液体の混合物試料をガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)に導入すると、分析種はガスクロマトグラフで分離され、連続的に質量分析計のイオン源に導かれて (ア) される。生じた正又は負のイオンは、 (イ) に入り、 (ウ) に応じて分離される。分離されたイオンは、順次、検出部でその量に対応する電気信号に変換され、各種クロマトグラム及び質量スペクトルとして記録される。

	(ア)	(1)	(ウ)
1	イオン化、	質量分離部、	分子量、
2	誘導体化、	試料導入部、	質量電荷数比、
3	イオン化	電気伝導度測定部	分子量、
4	誘導体化、	試料導入部、	イオン半径、
5	イオン化	質量分離部。	質量電荷数比、
	<b>\</b>		

- 問 24 「JIS K 0450-30-10 工業用水・工場排水中のフタル酸エステル類試験方法」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 この試験では、試薬、器具類や操作時の汚染に特に注意が必要である。
  - 2 試料容器は、容量 1000 mL の共栓ガラス瓶を用いることができる。
  - 3 試料の前処理には、塩酸又は硝酸による分解を用いることができる。
  - 4 定量には、ガスクロマトグラフ質量分析法を用いることができる。
  - 5 ガスクロマトグラフへの試料導入方法は、スプリットレス注入法(非分割導入方式)による。

- 間 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、誤っているものを一つ選べ。、
  - 1 圧電天びん方式では、浮遊粒子状物質を静電捕集するため、コロナ放電で浮遊粒子状物質の電荷を中和させる。
  - 2 光散乱方式は、粒子による散乱光量から相対濃度として指示値を得るも のである。
  - **3** フィルタ振動方式では、検出器となる素子の先端に設けたろ紙に浮遊粒子状物質を捕集する。
  - **4** ベータ線吸収方式で用いるベータ線源は、密封線源で、<sup>14</sup>C、<sup>147</sup>Pm など の低いエネルギーのものを使用している。
  - 5 圧電天びん方式では、捕集された浮遊粒子状物質を一定時間又は定堆積量ごとに洗い流す。。