## 第75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20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** 「JIS Z 8802 pH 測定方法」に規定されている、試料溶液の pH 値が 7 を超える場合に pH 計のスパン校正に使用することができる pH 標準液の組合せとして、正しいものを一つ選べ。
  - 1 しゅう酸塩 pH 標準液、ほう酸塩 pH 標準液
  - 2 しゅう酸塩 pH 標準液、りん酸塩 pH 標準液
  - 3 フタル酸塩 pH 標準液、ほう酸塩 pH 標準液
  - 4 フタル酸塩 pH 標準液、炭酸塩 pH 標準液
  - 5 りん酸塩 pH 標準液、炭酸塩 pH 標準液

- **間2** 硝酸イオン  $(NO_3^-)$  と亜硝酸イオン  $(NO_2^-)$  が含まれる溶液の窒素濃度を測定し、得られた濃度を硝酸イオン濃度に換算したところ  $184 \,\mathrm{mg/L}$  であった。一方、この溶液に含まれる亜硝酸イオン濃度を測定したところ  $92.0 \,\mathrm{mg/L}$  であった。このとき、この溶液に含まれる硝酸イオン濃度として最も近いものを、次の中から一つ選べ。ただし、硝酸イオンおよび亜硝酸イオン以外に窒素濃度に影響する成分は含まないものとする。また、窒素および酸素の原子量はそれぞれ  $14.0 \,\mathrm{および}\,16.0 \,\mathrm{とする}$ 。
  - 45 mg/L
  - 60 mg/L
  - 92 mg/L
  - 124 mg/L
  - 156 mg/L

- **問3** ガスクロマトグラフ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 ライナー(インサート)は、目的とする測定に十分な不活性さを有している。
  - **2** 窒素をキャリヤーガスに使用する場合、線速度の変化によるカラム効率の変動がヘリウムに比べて小さい。
  - **3** キャリヤーガスの線速度の最適化により、カラムによる分離を改善できる。
  - 4 試料注入部の温度は、試料を気化させるのに十分な温度に設定する。
  - 5 カラムオーブンの温度は、測定成分およびカラムの種類に応じて設定する。

- **問4** 「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 カドミウムなどの金属元素の試験に用いる試料は、硝酸を加えて pH 約 1 として保存する。
  - 2 シアン化合物および硫化物イオンの試験に用いる試料は、水酸化ナトリウムを加えて pH 約 12 として保存する。
  - 3 農薬(パラチオン、メチルパラチオン、EPN、ペンタクロロフェノールおよびエジフェンホス(EDDP))の試験に用いる試料は、塩酸を加えて弱酸性として保存する。
  - 4 よう化物イオンおよび臭化物イオンの試験に用いる試料は、ほう酸を加えて pH 約9 として保存する。
  - 5 フェノール類の試験に用いる試料は、りん酸を加えて pH 約 4 とし、試料 1 L につき硫酸銅(Ⅱ) 五水和物 1 g を加えて振り混ぜ、0  $^{\circ}$ C $^{\circ}$ 10  $^{\circ}$ Cの暗所 に保存する。

- **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。ただし、吸光光度分析においてはランバート・ベールの法則が成立するものとする。
  - **1** 試料を透過した光の強度が透過前の光の強度と同じであったとき、吸光度は1となる。
  - **2** 透過率が 0.8 となる測定系の光路長を 2 倍の長さにした場合、透過率は 0.4 となる。
  - 3 透過パーセントが10%であったとき、吸光度は約2.3となる。
  - **4** 標準液を分析種の濃度が 0.5 倍になるよう希釈して得られた希釈液の吸光 度は、同じ測定系を用いた場合に得られる標準液の吸光度の 0.5 倍となる。
  - 5 分析種 A の 0.5 倍のモル吸光係数を有する分析種 B について、同じ測定系を用いて同じ吸光度を得るためには、分析種 B の濃度は分析種 A の濃度の 0.5 倍にする必要がある。

- 問6 「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」 に規定されてい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、有機溶媒及び器具類からの汚染に注意が必要である。
  - 2 試料容器は、共栓ガラス瓶 1000 mL を用いることができる。
  - 3 試験は試料採取後、常温で1週間程度静置してから行う。
  - 4 試料の前処理には、溶媒抽出法または固相抽出法を用いることができる。
  - 5 定量には、選択イオン検出法または全イオン検出法を用いることができる。

- **問7** 「JIS K 0133:2022 誘導結合プラズマ質量分析通則」に規定されているスペクトル干渉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** 分析対象元素の同位体と原子量が近接した元素が共存するときに、同重体イオンによる干渉が発生する場合がある。
  - **2** アルゴンプラズマをイオン化源とする場合は、 $ArO^+$ 、 $ArOH^+$ 、 $Ar_2^+$ などのアルゴンに起因する多原子イオンが現れる。
  - **3** 塩酸を含む溶液では、 $ClO^+$ 、 $Cl_2^+$ 、 $ArCl^+$ などの塩素原子を含む多原子イオンが現れる。
  - **4** 硝酸を含む溶液では、純水の場合と比較して多原子イオンが著しく増加することはない。
  - 5 二価イオンは、当該の一価イオンの 2 倍の質量電荷数比 (m/z) の位置に スペクトルが現れる。

ンク	「JIS K 0105 排ガス中の。 ロマトグラフ法に関すると 合せとして、正しいものを	欠の記述の (ア)							
排ガス中のふっ素化合物を (ア) に吸収させた後、吸収液の一定に (イ) を加え (ウ) を通気して前処理を行う。									
2	(ア) 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム溶液 りん酸溶液 りん酸溶液 りん酸溶液	(イ) 陽イオン交換樹脂 キレート樹脂 陰イオン交換樹脂 キレート樹脂 陰イオン交換樹脂	<ul><li>(ウ)</li><li>空気</li><li>オゾン</li><li>空気</li><li>オゾン</li></ul>						

- **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** 電気加熱方式の原子化部に使用する発熱体は、黒鉛製または耐熱金属製のものとする。
  - 2 水銀専用原子吸光分析装置で、試料中の水銀を原子蒸気化する方式として、還元気化方式および加熱気化方式がある。
  - 3 水素化物発生装置は、試料溶液中の分析対象成分を還元して気体状の水 素化合物とし、フレームまたは加熱吸収セルに導入する装置である。
  - **4** フレーム方式の装置で予混合方式バーナーに用いるフレームの種類として、「アセチレン・空気」、「アセチレン・一酸化二窒素」などがある。
  - 5 電気加熱方式の原子化部は、加熱炉内に高濃度の酸化性を有するガスを 流して試料の酸化を促進する必要がある。

- **問 10** 「JIS K 0098 排ガス中の一酸化炭素分析方法」に規定されている試料ガス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 ガスクロマトグラフ法で、コックが一つ付いた真空採取用捕集瓶を使う場合、容量は 100 mL~1000 mL のものを用いる。
  - **2** 試料ガス採取管は、排ガス中の共存成分によって腐食されないような管を用いる。
  - **3** 試料ガス中にダストが混入することを防ぐため、試料ガス採取管の先端 にろ過材を入れる。
  - **4** 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** 加熱部分における配管の接続には、すり合わせ接手管またはイソプレンゴム管を用いる。

- 問 11 「JIS K 0151 赤外線ガス分析計」に規定されている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** 焦電形検出器は選択的検出器であるため、光学フィルタと組み合わせて 使用する必要がない。
  - 2 単光束分析計は、比較セルを通過した光が試料セルに入射する構造になっている。
  - **3** 試料ガス流量の変化に対する安定性は、当該規格に定める試験を行ったとき、「その指示変化は最大目盛値の±10%以内でなければならない」と規定されている。
  - **4** 光源は、原則としてニクロム線、炭化けい素などの抵抗体に電流を流して加熱したものを用いる。
  - **5** 定置形と移動形の分析計で、スパンドリフトおよびゼロドリフトの性能 試験について、連続測定時間の条件は同一である。

- **問 12** 200 mL の水に溶けているある溶質 1.0 mmol を有機溶媒で抽出する。有機溶媒 40 mL で 1 回抽出した場合の抽出量として最も近いものを、次の中から一つ選べ。ただし、この溶質の分配比は 20 とする。また、有機溶媒と水は互いに溶解しないものとする。
  - 0.90 mmol
  - 0.80 mmol
  - 0.70 mmol
  - 0.60 mmol
  - 0.50 mmol

- **問 13** 「JIS K 0095 排ガス試料採取方法」に規定されている採取管に関する次の 記述の中から、誤っているものを一つ選べ。
  - 1 一次ろ過材は、採取管の先端または後段に装着する。
  - 2 採取管の内径は、試料ガスの流量、採取管の機械的強度および清掃のしや すさなどを考慮して決める。
  - 3 採取管の先端形状は、試料ガス中にダストが混入しにくい構造が望ましい。
  - 4 ふっ化水素を測定する場合は、採取管の材質はセラミックスでもよい。
  - 5 採取管は、ダクト内の排ガス流に対してほぼ直角に挿入する。

- 問14 悪臭防止法における特定悪臭物質の測定方法(昭和47年環境庁告示第9号、 最終改正:令和2年環境省告示第8号)の別表に規定されているメチルメルカプ タンの測定に用いられる分析装置を、次の中から一つ選べ。
  - 1 炎光光度検出器を有するガスクロマトグラフ
  - 2 赤外分光検出器を有するガスクロマトグラフ
  - 3 アルカリ熱イオン化検出器を有するガスクロマトグラフ
  - 4 吸光光度検出器を有するガスクロマトグラフ
  - 5 ガスクロマトグラフ質量分析装置

- 問15 濃度計の校正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 「JIS B 7953 大気中の窒素酸化物自動計測器」における吸光光度方式の 動的校正は、スパン調整用等価液を用いて行う。
  - 2 「JIS B 7954 大気中の浮遊粒子状物質自動計測器」における光散乱方式 の等価入力は、散乱板を検出部に装着して用いる。
  - 3 「JIS B 7983 排ガス中の酸素自動計測器」におけるジルコニア方式のゼロガスは、最大目盛値の10%程度の酸素を含む窒素バランスの混合ガスを用いる。
  - **4** 「JIS K 0801 濁度自動計測器」におけるスパン校正液は、調製ホルマジン標準液を水で希釈して調製する。
  - 5 「JIS K 0803 溶存酸素自動計測器」におけるゼロ校正液は、亜硫酸ナトリウムを水に溶かして調製する。

- **問 16** 「JIS K 0305 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」に規定されている分析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** 排ガスを吸収液に吸収させたのち、発色試薬を加えて発色させ、吸光度から定量する。
  - **2** 排ガスを直接捕集瓶に採取し、電子捕獲検出器を備えたガスクロマトグラフで定量する。
  - **3** 排ガスを吸収液に吸収させたのち、生成した化合物を溶媒抽出し、抽出液の吸光度を測定する。
  - **4** 定電位電解方式による自動分析計を用いて、排ガス中のトリクロロエチレンおよびテトラクロロエチレンの濃度を連続測定する。
  - **5** 捕集剤を詰めたカートリッジに捕集したのち、アセトニトリルで溶離し、 高速液体クロマトグラフで定量する。

- **間 17** 「河川・湖沼マイクロプラスチック調査ガイドライン」(令和 5 年環境 省水・大気環境局水環境課)に記載されている河川水中のマイクロプラスチック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 5 mm 未満のプラスチック片・繊維を調査対象とする。
  - **2** 0.3 mm 程度の目開きの大きさのプランクトンネットを用いて、河川水中のマイクロプラスチックを採取する。
  - 3 採取試料中に植物片等の有機物が多い場合には、有機溶媒による抽出処理を行う。
  - **4** 採取試料中に土粒子等の無機物が多い場合には、無機物とプラスチック との比重の違いを利用した分離処理を行う。
  - 5 プラスチックの同定には、フーリエ変換赤外分光光度計の全反射測定法 が使用できる。

- **問 18** 0.20 mol/L 酢酸水溶液 10 mL と 0.10 mol/L 酢酸ナトリウム水溶液 20 mL を混合して、30 mL の混合溶液とした。このとき、この溶液の pH として最も近いものを、次の中から一つ選べ。ただし、 $pK_a = -\log_{10} K_a$ ( $K_a$ ;酸解離定数)とし、酢酸の  $pK_a$  は 4.76 とする。また、溶液を混合した時の体積変化および温度変化は無視できるものとする。必要があれば、 $\log_{10} 2 = 0.30$ 、 $\log_{10} 3 = 0.48$ を使用せよ。
  - 4.3
  - 4.5
  - 4.8
  - 5.1
  - 5.3

問	19	「JIS K	X 0170-5	流れ分析	斤法によ	る水	質試験ス	方法一角	第 5 部	: フェ	ノール	類」
	に規	定され	ているこ	フェノーバ	レ類の測	定の	原理に	関する	次の記:	述の	(ア)	$]\sim$
		(ウ)	に入る記	吾句の組1	合せとし	て、	正しい	ものを	一つ選	べ。		
									L. S.	. —		<b>¬</b> .

フローインジェクション分析では、細管中を連続して流れている (ア) 中に試料を注入し、これと連続的に細管中を流れている 4-アミノアンチピリン溶液および (イ) 溶液とを混合する。フェノール類は、 (イ) によって酸化され、キノン化合物となる。これと 4-アミノアンチピリンとが反応して (ウ) 色素が生成する。この色素の 510 nm 付近の吸光度を測定する。

 $(7) \qquad (4)$ 

1 キャリヤー液 ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム 赤のアミノアンチピリン

2 キャリヤー液 サリチル酸ナトリウム 赤のアミノアンチピリン

3 キャリヤー液 サリチル酸ナトリウム 青色の化合物

4 蒸留試薬溶液 サリチル酸ナトリウム 青色の化合物

5 蒸留試薬溶液 ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム 青色の化合物

- **間20** 「JIS K 0102 工場排水試験方法」および「JIS K 0102-2 工業用水・工場 排水試験方法-第2部:陰イオン類,アンモニウムイオン,有機体窒素,全窒 素及び全りん」に規定されているふっ素化合物の試験方法を、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 (ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度分析法)
  - 2 ピリジン-ピラゾロン吸光光度法(ピリジン-ピラゾロン吸光光度分析法)
  - 3 メチレンブルー吸光光度法 (メチレンブルー吸光光度分析法)
  - 4 クロム酸バリウム吸光光度法 (クロム酸バリウム吸光光度分析法)
  - 5 インドフェノール青吸光光度法 (インドフェノール青吸光光度分析法)

- **問 21** 「JIS K 0127 イオンクロマトグラフィー通則」に規定されている定量分析 に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。
  - 1 水試料中の不溶物を除去する際に、ろ過を用いることはできない。
  - **2** 環境試料の分析値は、採取条件および採取方法によって影響を受けるため、 事前に十分に考慮した上で試料を採取する。
  - 3 絶対検量線法を用いる場合は、必ず5段階以上の濃度の標準液を測定する。
  - 4 検出器として、電気伝導度検出器を使用することはできない。
  - 5 定量には必ずピーク面積を使用し、ピーク高さを使用することはできない。

- 問 22 鉛の定量法について、「JIS K 0102 工場排水試験方法」または「JIS K 0102-3 工業用水・工場排水試験方法-第3部:金属」に規定されていない試験方法を、次の中から一つ選べ。
  - 1 フレーム原子吸光法 (フレーム原子吸光分析法)
  - 2 電気加熱原子吸光法(電気加熱原子吸光分析法)
  - 3 水素化物発生原子吸光法(水素化物発生原子吸光分析法)
  - 4 ICP 発光分光分析法
  - 5 ICP 質量分析法

- **問 23** ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) のイオン化法として誤っているものを、次の中から一つ選べ。
  - 1 電子イオン化法
  - 2 正イオン化学イオン化法
  - 3 負イオン化学イオン化法
  - 4 誘導結合プラズマイオン化法
  - 5 エレクトロスプレーイオン化法

- **問 24** 「JIS K 0128 用水・排水中の農薬試験方法」に規定されていない試験方法を、次の中から一つ選べ。
  - 1 ガスクロマトグラフ質量分析法
  - 2 熱イオン化検出器 (FTD) を用いたガスクロマトグラフ法
  - 3 炎光光度検出器 (FPD) を用いたガスクロマトグラフ法
  - 4 水素炎イオン化検出器 (FID) を用いたガスクロマトグラフ法
  - 5 電子捕獲検出器 (ECD) を用いたガスクロマトグラフ法

- **問 25** 「JIS B 7954 大気中の浮遊粒子状物質自動計測器」に規定されているベータ 線吸収方式の計測器を構成する要素として、誤っているものを一つ選べ。
  - 1 浮遊粒子状物質捕集機構
  - 2 ろ紙供給機構
  - 3 シンチレーション検出器
  - 4 水晶振動子
  - 5 流量計