第 74 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、各間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 pH 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 計量法は、ペーハーを法定計量単位として規定している。
 - 2 計量法は、ガラス電極式水素イオン濃度指示計を特定計量器として規定 している。
 - **3** 計量法トレーサビリティ制度 (JCSS) で供給される pH 標準液は、国家標準にトレーサブルである。
 - **4** 「JIS Z 8802 pH 測定方法」は、ガラス電極を用いた pH 計で 0 ℃~95 ℃ の水溶液の pH 値を測定する方法について規定している。
 - 5 環境基本法に基づく「水質汚濁に係る環境基準」の「生活環境の保全に関する環境基準」には、河川等における水素イオン濃度 (pH) の基準値が定められている。

- **問2** 亜硝酸体窒素濃度が $10.0 \, \text{mg/L}$ であったとき、亜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、水素、窒素、酸素の原子量はそれぞれ 1.0、14.0、16.0 とする。
 - 1 2.98 mg/L
 - **2** 3.04 mg/L
 - **3** 32.9 mg/L
 - **4** 33.6 mg/L
 - **5** 44.3 mg/L

- **問3** 括弧内の JIS に規定されている分析対象化合物とそれを検出するガスクロマトグラフの検出器の組合せとして、誤っているものを一つ選べ。
 - 1 (JIS K 0088 排ガス中のベンゼン分析方法) ベンゼン - 水素炎イオン化検出器
 - 2 (JIS K 0089 排ガス中のアクロレイン分析方法) アクロレイン - 水素炎イオン化検出器
 - 3 (JIS K 0098 排ガス中の一酸化炭素分析方法)一酸化炭素 熱伝導度検出器
 - **4** (JIS K 0092 排ガス中のメルカプタン分析方法) メチルメルカプタン - 炎光光度検出器
 - 5 (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)

トリクロロエチレン - アルカリ熱イオン化検出器

- **問4** 「JIS K 0050 化学分析方法通則」に従った器具の洗浄方法として、誤っているものを次の記述の中から一つ選べ。
 - 1 金属元素の分析に用いるガラス器具を、硝酸(1+10)に 24 時間以上浸し、 超純水で洗浄した。
 - 2 金属元素以外の試験に用いる磁器器具を、ふっ化水素酸に 24 時間以上浸し、超純水で洗浄した。
 - **3** プラスチック器具を、弱アルカリ性洗浄剤の水溶液に1昼夜浸し、超純水で十分に洗い流した。
 - 4 金属元素以外の試験に用いる石英ガラス器具を、超純水で洗浄した。
 - **5** 表面が曇った白金器具を、水で湿らせた炭酸水素ナトリウムで磨き、超純水で十分に洗い流した。

問 5	「JIS K 011	5 吸光光度分析通則	」に規定されて	いる吸収セルに関する次
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。

吸収セルは、気体、液体などの測定試料の光路長を (ア) ためのもので、測定波長範囲内で高い (イ) をもち、測定試料に侵されない材質からなるものである。通常、光路長 10 mm の角形セルが用いられるが、吸光度が (ウ) 試料では、光路長が大きい長光路セルが有効である。

	(ア)	(1)	(ウ)
1	最大化する	透過性	小さい
2	最大化する	遮光性	大きい
3	一定に保つ	透過性	大きい
4	一定に保つ	遮光性	小さい
5	一定に保つ	透過性	小さい

問6 「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。

ガスクロマトグラフ法では、試料中の PCB をヘキサンで抽出し、脱水・濃縮後、 (ア) 分解を行う。分解した溶液について再びヘキサンで抽出し、脱水・濃縮する。濃縮液について (イ) を用いたカラムクロマトグラフ分離を行い、溶出液を再び濃縮し、一定量とする。この溶液の一定量をガスクロマトグラフに導入し、検出器に (ウ) を用いた方法で定量する。

	(ア)	(イ)	(ウ)	
1	アルカリ	シリカゲル	熱伝導度検出器	(TCD)
2	アルカリ	けいそう土	熱伝導度検出器	(TCD)
3	アルカリ	シリカゲル	電子捕獲検出器	(ECD)
4	電気	けいそう土	電子捕獲検出器	(ECD)
5	電気	シリカゲル	電子捕獲検出器	(ECD)

問 7	「JIS K 0116	発光分光分析通則」	における ICP	発光分光分析に関する次
の	記述の (ア) ~	(エ) に入る語句の組	目合せとして、	正しいものを一つ選べ。

イオン化干渉とは試料溶液中に高濃度の共存元素が存在する場合、これらの元素のイオン化のときに発生する (ア) によって、プラズマ内の電子密度が増加し、イオン化率が変化する現象をいう。特に、アルカリ金属、アルカリ土類金属などのイオン化エネルギーの (イ) 元素が多量に存在すると、測定対象元素のイオン化率が大きく変化する。この変化を受ける割合は、 (ウ) 観測方式の方が大きいために、 (エ) 観測方式を用いることが望ましい。

	(ア)	(1)	(ウ)	(エ)
1	光	高い	軸方向	横方向
2	光	低い	横方向	軸方向
3	電子	高い	横方向	軸方向
4	電子	低い	横方向	軸方向
5	電子	低い	軸方向	横方向

問8 「JIS K 0085 排ガス中の臭素化合物分析方法」に規定されている、滴定を用いる定量法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。

排ガス中の臭素化合物を (ア) 溶液に吸収して (イ) 溶液で (ウ) に酸化する。

(1) (ウ) (ア) 過塩素酸ナトリウム 亜臭素酸イオン 1 ほう酸 2 水酸化ナトリウム 過塩素酸ナトリウム 亜臭素酸イオン 次亜塩素酸ナトリウム 臭素酸イオン 3 水酸化ナトリウム 4 過酸化水素 次亜塩素酸ナトリウム 臭素酸イオン 5 過酸化水素 塩素酸ナトリウム 過臭素酸イオン

- 問9 「JIS K 0121 原子吸光分析通則」に規定されている原子吸光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 ゼーマン分裂補正方式のバックグラウンド補正で用いる磁石として、永 久磁石は用いることができず、交流磁石を用いる必要がある。
 - 2 水銀専用原子吸光分析装置には、水素化物発生装置が必要である。
 - **3** フレーム中で分析対象元素が共存成分と作用することによって、解離しにくい化合物が生成することで吸光度が低下することがあるが、電気加熱炉中ではこの現象は生じない。
 - **4** 連続スペクトル光源補正方式における補正用光源としては、180 nm~350 nm の範囲に分析線をもつ元素に対しては重水素ランプが最もよく用いられる。
 - 5 溶液試料に対する定量値は、体積に対する質量比(mg/Lなど)で濃度を表示しなくてはならない。

- 問10 「JIS K 0104 排ガス中の窒素酸化物分析方法」に規定されている次の分析方法の中から、二酸化窒素のみを対象成分ガスとするものを一つ選べ。
 - 1 亜鉛還元ナフチルエチレンジアミン吸光光度法
 - 2 イオンクロマトグラフ法
 - 3 ザルツマン吸光光度法
 - 4 ナフチルエチレンジアミン吸光光度法
 - 5 フェノールジスルホン酸吸光光度法

- **問 11** 「JIS B 7982 排ガス中の窒素酸化物自動計測システム及び自動計測器」に規定されている計測器に関する次の記述の中から、誤っているものを一つ選べ。
 - 1 化学発光方式の計測器は、共存する二酸化炭素の影響を考慮する必要はない。
 - 2 紫外線吸収方式の計測器は、一酸化窒素及び二酸化窒素の濃度を別々に 測定することができるので、窒素酸化物濃度はそれらの測定値の合量から 得る。
 - **3** 試料ガス吸引採取方式の試料採取部には、必要に応じ水分を除去または 一定量に保つ機能を有するものを使用する。
 - **4** 複光束形の赤外線吸収方式分析計における比較セルには、試料セルと同じ形状で、窒素などを封入したものを用いる。
 - 5 一酸化窒素濃度だけを測定できる計測器で窒素酸化物濃度を測定する場合は、あらかじめ二酸化窒素を一酸化窒素に変換して測定する。

- **問 12** 濃度 1.0 g/L の亜鉛標準液を 10 mL 採取し、EDTA 溶液で滴定したところ、滴定終点までに 15 mL を要した。次に濃度が未知のカルシウム標準液を 8.0 mL 採取し、同じ EDTA 溶液で滴定したところ、滴定終点までに 20 mL を要した。このとき、カルシウム標準液の濃度(g/L)としてもっとも近いものを次の中から一つ選べ。ただし、亜鉛及びカルシウムの原子量は、それぞれ 65 及び 40 とする。
 - 1 0.050 g/L
 - **2** 0.10 g/L
 - **3** 0.50 g/L
 - **4** 1.0 g/L
 - **5** 5.0 g/L

問13 「JIS K 0095 排ガス試料採取方法」に規定されている測定成分と使用可能な導管の材質の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

測定成分 導管の材質

1 アンモニア 硬質塩化ビニル樹脂

2 ふっ化水素 シリカガラス

3 塩素 四ふっ化エチレン樹脂

4 メルカプタン ステンレス鋼

5 硫化水素 ほうけい酸ガラス

- **問 14** 「JIS K 0303 排ガス中のホルムアルデヒド分析方法」に規定されている 分析方法として、誤っているものを一つ選べ。
 - 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 吸光光度法
 - 5 沈殿滴定法

問 15 次の高圧ガスの分類に関する組合せの中から、正しいものを一つ選べ。 ただし、毒性ガス、可燃性ガス及び不活性ガスの分類は、「一般高圧ガス保安 規則」の記載による。また、支燃性ガスは、厚生労働省による「職場のあん ぜんサイト」に記載された安全データシートのうち、支燃性・酸化性ガス類 の項目に区分1が設定されているガスを指すものとする。

1アセチレン毒性ガス・可燃性ガス2アルシン (水素化ひ素)毒性ガス・可燃性ガス3アンモニア毒性ガス・不活性ガス4一酸化炭素毒性ガス・支燃性ガス5二酸化炭素毒性ガス・不活性ガス

- 問16 「JISB7985 排出ガス中のメタン自動計測器」に規定されていない器具、 装置又は分析計を、次の中から一つ選べ。
 - 1 赤外線ガス分析計
 - 2 メタン化反応装置
 - 3 吸引ポンプ
 - 4 除湿器
 - 5 導管

- 問17 濃度の法定計量単位ではないものを次の中から一つ選べ。
 - **1** グラム毎リットル (g/L)
 - 2 質量百分率 (%)
 - 3 質量百万分率 (ppm)
 - **4** モル毎キログラム (mol/kg)
 - **5** モル毎リットル (mol/L)

- **問 18** 分光光度計を用いて、ある成分の濃度が 1.0 mmol/L である水溶液を光路 長 1.0 cm のセルで測定したとき、その成分によって入射光の 20 %が吸収された。その成分の濃度が 0.50 mmol/L である水溶液を光路長 2.0 cm のセルで 測定したとき、得られる吸光度としてもっとも近い値を次の中から一つ選べ。 ただし、測定される吸光度はランバート・ベールの法則 (Lambert-Beer's law) に従うものとする。また、log10 2=0.30 とする。
 - 0.1
 - 0.2
 - 0.3
 - 0.4
 - 0.5

間 19 「JIS K 0170-9 流れ分析法による水質試験方法-第9部:シアン化合物」に規定されているシアン化物の測定に関する次の記述の(ア)及び(イ)に入る語句の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

(ア) では、空気によって分節されたりん酸塩緩衝液の連続的な流れの中に、前処理した試料を混合して、クロラミンT及び (イ) を反応させることによって生成する青色の化合物の吸光度を測定してシアン化物イオンを定量する。

 $(\mathcal{T}) \tag{1}$

1 シーケンシャルインジェクション分析 ブロモチモールブルー溶液

2 フローインジェクション分析 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液

3 フローインジェクション分析 ブロモチモールブルー溶液

4 連続流れ分析 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液

5 連続流れ分析 ブロモチモールブルー溶液

- **問 20** 「JIS K 0102 工場排水試験方法」及び「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」に規定されている分析対象成分のうち、イオンクロマトグラフィー(イ オンクロマトグラフ法)が適用されていないものを、次の中から一つ選べ。
 - 1 ふっ素化合物
 - 2 塩化物イオン
 - 3 よう化物イオン
 - 4 臭化物イオン
 - 5 アンモニウムイオン

- **問 21** 「JIS K 0124 高速液体クロマトグラフィー通則」に規定されている分析 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** 半値幅とピーク高さの積をピーク面積とする方法は、リーディングやテーリングが著しい場合には適用しない。
 - 2 送液ポンプは流量設定可能範囲が広く、かつ流量設定精度が高いものが 望ましい。
 - **3** カラムの仕様を表示する場合、カラム管の材質、長さ、内径及び充填剤 名を記載する。
 - **4** クロマトグラフィー管の材質としては、分析種に対して十分な活性を有するものを用いる。
 - 5 測定法の感度に比較して試料の濃度が低い場合は試料の濃縮を行う。

- **問 22** 「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、正しいものを一つ選べ。ただし、イオンクロマトグラフ法を適用する場合は除く。
 - 1 全窒素の試験に用いる試料は、硝酸又は硫酸を加え、pH を $2\sim3$ に調節し、0 $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ の暗所に保存する。
 - **2** 亜硝酸イオンの試験に用いる試料は、試料 1 L 当たりクロロホルム 1 mL の割合で加えて、0 $\mathbb{C}\sim 10$ \mathbb{C} の暗所に保存する。
 - **3** よう化物イオンの試験に用いる試料は、試料 1L 当たりクロロホルム 1 mL の割合で加えて、0 $^{\circ}$ $^{\circ}$
 - 4 シアン化合物の試験に用いる試料は、硝酸又は硫酸を加え、pH を $2\sim3$ に 調節し、0 $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ の暗所に保存する。残留塩素など酸化性物質が共存する 場合は、L(+)-アスコルビン酸を加えて還元した後、pH を $2\sim3$ に調節する。
 - 5 溶存鉄の試験に用いる試料は、硝酸を加えて pH を約1にして保存する。

間 23 「JIS K 0136 高速液体クロマトグラフィー質量分析通則」に規定されている MS/MS 法で用いられる選択反応モニタリング(SRM: selected reaction monitoring)について、次の記述の(r) ~ (ウ)に入る語句の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

選択反応モニタリングとは、プリカーサーイオンから生じる特定の (ア) の質量を連続的に検出する方法である。測定対象化合物と同一保持時間で、かつ、 (イ) と同一質量をもつ妨害物質が存在しても、妨害物質が測定対象化合物と同一質量の (ウ) を生じない限り、その影響を排除できる。

 $(7) \qquad \qquad (4) \qquad \qquad (b)$

1 プロダクトイオン プリカーサーイオン フラグメントイオン

2 フラグメントイオン プロダクトイオン 分子イオン

3 プロダクトイオン フラグメントイオン プリカーサーイオン

4 フラグメントイオン 分子イオン プロダクトイオン

5 分子イオン プリカーサーイオン フラグメントイオン

間 24 「JIS K 0450-70-10 工業用水・工場排水中のペルフルオロオクタンスルホン酸及びペルフルオロオクタン酸試験方法」に規定されているペルフルオロオクタンスルホン酸及びペルフルオロオクタン酸の定量に関する次の記述について、下線部(a)~(c)の正誤の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

測定用溶液の一定量を (a) <u>高速液体クロマトグラフタンデム質量分析計</u>に導入し、(b) <u>エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法</u>を用いてペルフルオロオクタンスルホン酸及びペルフルオロオクタン酸をイオン化し、(c) <u>全イオン検出法</u>を用いて測定し、検量線法によって定量する。

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

問 25 「JIS B 7954 大気中の浮遊粒子状物質自動計測器」に規定されている圧電天びん方式の自動計測器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。

圧電天びん方式は、粒子を (ア) 的に水晶振動子上に捕集し、質量の (イ) に 伴う水晶振動子の (ウ) の変化量から質量濃度を求めるものである。

(ア) (イ) (ウ)

1 圧電 減少 電流値

2 静電 增加 振動数

3 圧電 減少 振動数

4 静電 増加 電流値

5 圧電 増加 振動数