第 71 回 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 以下の表はイオン電極の種類の例を示している。表中の(ア)~(ウ)に入る 内容の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

電極の種類	電極の形式	応答こう配*	測定 pH 範囲
(ア)	固体膜電極(単結晶)	$-50 \sim -60$	$5 \sim 8$
Ca ²⁺	液体膜電極	(イ)	$5 \sim 8$
CN-	固体膜電極	-50 \sim -60	(ウ)
* 応答こう配	は、(mV/10 倍濃度変化	(25 ℃))で表した	こ値である。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	F-	$25 \sim 30$	$11 \sim 13$
2	$\mathrm{NH_4}^+$	-100 \sim -120	$11 \sim 13$
3	C1-	-100 \sim -120	$2 \sim 13$
4	$\mathrm{NH_{4}^{+}}$	$25 \sim 30$	$2 \sim 5$
5	F-	-100 \sim -120	$2 \sim 5$

間2 成分 A の質量濃度が 10 mg/L の水溶液 100 mL に、成分 B を質量分率 90 %で含む試薬を加えて均一な溶液とし、成分 A と成分 B の質量濃度が等しい混合溶液を調製するとき、成分 B を含む試薬の加えるべき質量(mg)として、もっとも近い値を次の中から一つ選べ。ただし、混合前の成分 A の水溶液に成分 B は含まれておらず、また、成分 B を含む試薬に成分 A は含まれていないものとする。さらに、混合により成分 A と成分 B は反応しないものとし、混合前後の体積変化は無視できるものとする。

- 1 0.80
- **2** 0.90
- **3** 1.0
- **4** 1.1
- **5** 1.3

- **問3** 「JIS K 0114 ガスクロマトグラフィー通則」に記載されているガスクロマトグラフの使用上の注意点について、誤っているものを一つ選べ。
 - 広い沸点範囲をもつ試料をガスクロマトグラフに注入しても、注入する試料の組成とカラムに入る試料の組成は常に同じである。
 - 2 試料成分濃度が高い場合、カラムによる分離に影響が出ることがある。

ŝ

- **3** 検量線作成では、標準物質及び調製に用いる器具のトレーサビリティが確保されていることが望ましい。
- **4** 試料気化室やカラムの汚れ、注入ロゴム栓からの溶出成分などに起因するゴー ストピークにより、精確なデータが得られない場合がある。
- 5 試料注入量が多すぎると、ライナー内で気化した溶媒及び試料成分の一部が セプタムパージから流出することがある。

- **間4** 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている試料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 「100 ℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量」の試験に用いる試料は、0 ℃~10 ℃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、1 L につき 5 mL のクロロホルムを加 えて0 ℃~10 ℃の暗所に保存する。
 - **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 約 12 として保存する。
 - 4 「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 1Lにつき1gの硫酸銅(Ⅱ) 五水和物を加えて混合し、0℃~10℃の暗所に 保存する。
 - 5 「クロム(VI)」の試験に用いる試料は、硝酸を加えて pH 約1として0 ℃~ 10 ℃の暗所に保存する。

- **問5** 吸光光度分析における定量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 検量線法では、吸光度と分析種の濃度との関係式によって表された検量線を作 成する。
 - 2 標準添加法で測定される吸光度は、試料溶液による吸光度に、標準液の添加による吸光度を加えたものとなる。
 - **3** 検量線が曲線となる場合には、検量線法よりも標準添加法による定量が望ましい。
 - 4 分析種の解離や会合は、検量線が直線にならない原因となり得る。
 - 5 試料の懸濁は、測定される吸光度に影響を与える。

問6 「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。

測定用溶液の一定量を(a)高速液体クロマトグラフタンデム質量分析計に導入し、 (b)電子イオン化(EI)法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)選択反応検出法(SRM)を用いて測定し、検量線を用 いて定量する。

- 12

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

- 問7 ICP質量分析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。
 - ネブライザーとスプレーチャンバーは、それぞれ液体試料を霧状にし、粒径の 小さい霧を選別する働きがある。
 - インターフェース部は、プラズマで生成したイオンを、細い孔(オリフィス)
 を通して真空中に取り込み、質量分離部へ導く働きがある。

ï

- 3 イオンレンズ部は、イオンを効率よく引き出し、質量分離部へ導くとともに、 妨害となる紫外光などを遮断する働きがある。
- 4 四重極形質量分析計は、目的元素のイオンを通過させ、目的元素と等しい質量 電荷比(*m/z*)の妨害分子イオンを遮断する働きがある。
- 5 二次電子増倍管検出器によるパルス検出方式は、検出器に到達したイオンを 一つずつ計数してイオンカウント数とする方法である。

問8 「JIS K 0104 排ガス中の窒素酸化物分析方法」に規定されているザルツマン 吸光光度法に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 対象成分ガスは一酸化窒素のみである。
- 2 試料は真空フラスコ法で採取する。
- 3 吸収液として硫酸を用いる。
- 4 発色操作にはスルファニル酸-ナフチルエチレンジアミン酢酸溶液を用いる。
- 5 対象成分ガスはオゾン又は酸素で硝酸イオンまで酸化する。

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 フレーム方式の原子化部の一つとして、予混合バーナーがある。

ŕ

- 2 電気加熱方式で使用する電気加熱炉の発熱体には、黒鉛製又は耐熱金属製がある。
- **3** 分光器は、光源から放射されたスペクトルの中から必要な分析線だけを選び出 すためのものである。
- **4** フレーム方式の分析装置において、フレーム中を通過する光束の位置は、分析 するすべての元素種で常に同一にする。
- 5 水銀専用原子吸光分析装置において、試料中の水銀を原子蒸気化する方式として、 加熱気化方式と還元気化方式がある。

- **問10** 次の記述は、いずれも日本産業規格(JIS)に規定されている吸光光度法による 排ガス中の汚染物質の分析方法に関するものである。このうち、「JIS K 0099 排ガ ス中のアンモニア分析方法」に規定されているアンモニアの分析方法を表すものを 一つ選べ。
 - 1 試料ガス中の目的成分を、水酸化ナトリウム溶液に吸収させて発色させる。
 - 2 試料ガス中の目的成分を、ジエチルアミン銅溶液に吸収させて発色させる。
 - **3** 試料ガス中の目的成分をほう酸溶液に吸収させた後、インドフェノール青を 生成させて発色させる。
 - 4 試料ガス中の目的成分を、2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸)溶液に吸収させて発色させる。
 - 5 試料ガス中の目的成分を希硫酸に吸収させた後、4,4'-ジアミノスチルベン-2,2'-ジスルホン酸溶液と臭化シアン溶液を加えて発色させる。

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」に規定されている化学発光方式の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 測光部には、光電子増倍管又は半導体光電変換素子などが用いられる。
- 2 試料吸引ポンプの接ガス系には、耐食材料を用いる。
- 3 試料採取部の導管は、十分に冷却する。

ł.

- 4 本装置で計測する窒素酸化物とは、一酸化窒素と二酸化窒素の合量である。
- 5 本装置の原理は、一酸化窒素とオゾンを反応させたときに生ずる化学発光を 検出するものである。

問12 100 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 20 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。 なお、この溶質の分配比(溶質の有機溶媒中の濃度と水中の濃度の比)は 20 とす る。また、有機溶媒と水とは互いに溶解しないものとする。

- **1** 0.10 mmol
- **2** 0.30 mmol
- **3** 0.60 mmol
- **4** 0.80 mmol
- **5** 0.90 mmol

問13 「JIS K 0095 排ガス試料採取方法」に示されている測定成分と使用可能な 採取管・分岐管の材質との組合せとして、誤っているものを一つ選べ。

	測定成分	採取管・分岐管の材質
1	アンモニア	ほうけい酸ガラス
2	塩素	ステンレス鋼
3	塩化水素	チタン
4	ふっ化水素	四ふっ化エチレン樹脂
5	窒素酸化物	セラミックス

間14 「JIS K 0306 空気中の揮発性有機化合物の検知管による測定方法」に規定されている測定方法の概要に関する次の記述について、 (ア) ~ (ウ) に入る語句の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

測定方法は、測定対象物質用の検知管を通して試料空気を電動ポンプにて((ア)に 吸引する方式とし、測定対象物質と検知剤との(イ)により生じた(ウ)の 濃度目盛から、測定対象物質濃度を求める。

	(\mathcal{T})	(イ)	(ウ)
1	連続的	反応	変色先端
2	連続的	交換	変色先端
3	連続的	反応	変色層全体の中心
4	間欠的	交換	変色層全体の中心
5	間欠的	反応	変色先端

- **問15** アセチレンの性質及びアセチレンガスボンベ(高圧ガス容器)の使用法に関す る次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。
 - 1 アセチレンは、支燃性ガスである。
 - 2 アセチレンガスボンベを、床に横置きのまま使用した。
 - 3 アセチレンガスボンベを、ゴム製のシートの上に置いて固定した。
 - **4** アセチレンガスボンベと装置の間を、銅管で配管した。
 - 5 アセチレンガスの使用中、ガスボンベの開閉用ハンドルを取り付けたままにした。

- **問16** 環境省の「排ガス中の POPs(ポリ塩素化ビフェニル、ヘキサクロロベンゼン、 ペンタクロロベンゼン)測定方法マニュアル」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 排ガス中のポリ塩素化ビフェニル、ヘキサクロロベンゼン、ペンタクロロベン ゼンは、フィルタによるろ過捕集、吸収瓶による液体捕集(吸収捕集)及び吸着 剤カラムによる吸着捕集で捕集する。
 - 2 ポリ塩素化ビフェニルの全209 異性体が定量対象である。
 - 3 試料採取に必要な器具類、材料及び試薬については、あらかじめ測定に妨害を 及ぼす物質が認められないことを確認するとともに、測定対象物質のブランク について可能なかぎり排除する必要がある。
 - 4 試料ガスの採取が終了した後、試料ガス採取装置の分解は必要最低限とし、 外気が混入しないようにして遮光し、試験室へ運搬する。
 - 5 同定と定量は、キャピラリーカラムを用いるガスクロマトグラフと分解能が 1000 程度の四重極形質量分析計を用いるガスクロマトグラフ質量分析法によっ て行う。

問17 環境試料の採取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。

- ハイボリウムエアサンプラは、大気中に浮遊する粒子状物質の捕集装置の一つである。
- 2 キャニスターは、空気中の揮発性有機化合物などを測定するための採取器の一 つである。
- 3 ハイロート採水器は、降水試料の採取器の一つである。
- 4 エクマンバージ採泥器は、水底の表層堆積物の採取器の一つである。
- 5 サーバーネットは、浅い河川の底などに生息する生物の採取器の一つである。

間18 ある量のアンモニアを 0.10 mol L⁻¹の硫酸 200 mL に完全に吸収させた後、 メチルレッドを指示薬にして 0.10 mol L⁻¹の水酸化ナトリウム水溶液で滴定した ところ、滴定終点までの滴定量は 300 mL であった。吸収させたアンモニアの体積 は標準状態で何 L か。次の中から最も近いものを一つ選べ。なお、滴定終点は中和 反応の当量点と一致しているものとする。また、アンモニアは理想気体であるもの とし、標準状態における理想気体 1 mol の体積は 22.4 L とする。

- **1** 0.11
- **2** 0.22
- **3** 0.45
- **4** 0.67
- **5** 0.90

一環濃18---

- **間19** 「JIS K 0126 流れ分析通則」に規定されている流れ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 溶媒抽出、固相抽出などの抽出を、流れの中で行うことができる。
 - 2 気泡分離、気体透過膜分離などの気液分離を、流れの中で行うことができる。
 - 3 流路を構成する細管の材質として、ふっ素樹脂やステンレス鋼などを用いることができる。
 - 4 検出器として、吸光光度検出器、誘導結合プラズマ質量分析計などを用いることができる。
 - 5 分析対象成分の濃度の基準となる標準液などを用いずに、定量を行うことがで きる。

- **問20** 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている懸濁物質及び蒸発残留物の試験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 懸濁物質とは、試料をろ過したとき、ろ過材上に残留する物質のことである。
 - 2 全蒸発残留物とは、試料を蒸発乾固したときに残留する物質のことである。
 - 3 溶解性蒸発残留物とは、試料を蒸発乾固させた後、残留物に塩酸を加えてろ過したとき、ろ過材上に残留する物質のことである。
 - 4 強熱残留物とは、懸濁物質、全蒸発残留物及び溶解性蒸発残留物のそれぞれを 600 ℃±25 ℃で 30 分間強熱したときの残留物のことで、それぞれの強熱残留 物として示す。
 - 5 強熱減量とは、強熱残留物の測定時における減少量のことで、懸濁物質、全蒸 発残留物及び溶解性蒸発残留物のそれぞれの強熱減量として示す。

問21 「JIS K 0124 高速液体クロマトグラフィー通則」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 分離度とは、目的成分のピークと隣接するピークとの強度の比をいう。
- 2 溶離液とは、カラムに保持されている分析種を展開、溶出させる移動相として 用いる液体のことである。
- 3 基本的な装置の構成要素として、移動相送液部、試料導入部、分離部、検出部、 データ処理部などがある。
- 4 手動で試料を導入する際に、一定容量を計量して導入するため、試料ループを 使用することができる。
- **5** 移動相に溶解している空気を除去し、気泡の発生による流量やバックグラウンドの不安定化を防ぐために、脱気装置が用いられる。

間22 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている分析法において、ICP 発 光分光分析法が適用されていないものを、次の中から一つ選べ。

- 1 ほう素
- 2 全りん
- 3 ナトリウム
- 4 鉄
- 5 すず

- **問23** 質量分析計による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。
 - 設定した質量範囲を設定した走査速度で繰り返し走査し、走査ごとに質量スペクトルを採取・記録する方法を全イオン検出法という。
 - 2 分析種に応じて、あらかじめ決めた特定の質量電荷比(*m/z*)のイオンを検出す る方法を選択イオン検出法という。
 - 3 特定のプリカーサイオンを第一アナライザーで選択し、そのイオンから生じる 特定のプロダクトイオンを選んで分離・検出する方法を選択反応検出法という。
 - 4 特定のプロダクトイオンを第二アナライザーで選択し、そのイオンを生じるプリカーサイオンを検出する方法をプロダクトイオンスキャン法という。
 - 5 高分解能質量分析計による精密質量の測定結果から分子の組成式を推定できる。

- **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 試料の採取及び取扱い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 試料容器は、40 mL~500 mL のガラス製ねじ蓋付容器とし、ねじ蓋には四ふっ 化エチレン樹脂フィルム(又は同等の品質のもの)で内ばりしたものを用いる。
 - 2 試料容器は、あらかじめメタノール(又はアセトン)及びトルエン(又はジクロロメタン)で洗浄した後、105 ℃±2 ℃で約3時間加熱し、試験環境からの汚染の影響を受けないようにデシケーター中で放冷する。
 - 3 試料を、試料容器に泡立てないように移し入れ、気泡が残らないように満たして密栓する。
 - 4 ホルムアルデヒドの試験に用いる試料は、精製水及びアセトンで洗浄したガラ ス容器に泡立てないように静かに採取し、満水にして直ちに密栓する。
 - 5 試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、4 ℃以下の暗所で凍 結させないで保存し、できるだけ早く試験する。

- 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 環境基本法に基づく大気の汚染に係る環境基準に関する浮遊粒子状物質とは、 大気中に浮遊する粒子状物質で、その粒径が1µm以下のものをいう。
 - 2 ベータ線吸収方式は、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としての指示値を得るものである。
 - 3 ベータ線吸収方式で用いるベータ線源の放射能は、3.7×10⁶ Bq 以下であり、 放射線障害防止法^注に規定された「放射性同位元素」には該当しないが、その取 扱いには注意しなければならない。
 - 4 圧電天びん方式は、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ものである。
 - 5 フィルタ振動方式は、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 低下から質量濃度としての指示を得るものである。
- 注:現在、放射性同位元素等による放射線障害の防止に関する法律(放射線障害防止 法)は、放射性同位元素等の規制に関する法律に改称されています。 この法律の名称に関する内容は問題の対象外とする。