

## 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（各問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。

受験番号	氏名

問1 「JIS Z 8802 pH測定方法」に規定されている、ガラス電極を用いたpH計に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 長く乾燥状態にあったガラス電極は、あらかじめ一夜（例えば、12時間）水中に浸した後使用する。
- 2 pH計の検出部の洗浄は純水を用いて行い、洗剤や酸を使用してはならない。
- 3 校正に用いる標準液の量と測定に用いる試料溶液の量とは、一致させる必要がある。
- 4 pH計では、ガラス電極と比較電極との間のインピーダンスを測定している。
- 5 pH値が11以上の測定に対しては、通常のガラス電極ではアルカリ誤差を生じ、その測定値が高く出るおそれがある。

問2 鉛標準液（濃度1000 mg/L）を1 mLの全量ピペットではかりとり、100 mLの全量フラスコに希釈して用いるとする。希釈操作により得られた鉛標準液濃度の合成標準不確かさ（mg/L）として、最も近いものを次の中から一つ選べ。ただし全量ピペット及び全量フラスコの公差（許容誤差）はそれぞれ $\pm 0.01$  mL、 $\pm 0.01$  mLとし、標準不確かさは矩形分布（一様分布）を仮定して計算する。また、合成する標準不確かさは、前出の公差のみを考えることとする。

- 1 0.10
- 2 0.088
- 3 0.071
- 4 0.058
- 5 0.041

問3 次の中から、ガスクロマトグラフィーで用いないものを一つ選べ。

- 1 ポリエチレングリコール
- 2 パージ・トラップ装置
- 3 温度プログラム気化法
- 4 光電子増倍管
- 5 サプレッサ

問4 ICP質量分析法により、塩酸酸性の試料溶液中のひ素の定量を行った。この試料溶液にカルシウムおよびセレンは含まれていない。試料溶液における質量／電荷数 ( $m/z$ ) の毎秒のイオンカウント数は、 $m/z$  75が24000 cps,  $m/z$  77が1200 cpsであり、スペクトル干渉が確認された。一方、ひ素標準液（濃度1.0 ng/mL）における質量／電荷数の毎秒のイオンカウント数は、 $m/z$  75が20000 cps,  $m/z$  77が0 cpsであり、ブランク溶液においては、 $m/z$  75,  $m/z$  77ともに0 cpsであった。この時、試料溶液中のひ素の濃度 (ng/mL) としてもっとも近いものを次の中から一つ選べ。ただし  $^{35}\text{Cl}$ ,  $^{37}\text{Cl}$  の同位体存在度はそれぞれ0.757, 0.242とし、試料の液性の違いによるマトリックス効果や質量差別効果は考えないこととする。

- 1 1.2
- 2 1.1
- 3 1.0
- 4 0.9
- 5 0.8

問5 分光光度計に関する次の記述について、 (ア) ~  (ウ) に入る用語の組合せの中から、正しいものを一つ選べ。

各種の分光光度計に共通している構成要素は、光源、 (ア) , 試料容器, 検出器及び増幅・指示装置である。 (ア) には、フィルター、プリズムまたは (イ) を用いて、なるべく単色光に近い光束を取り出す。取り出された光束を二分して、対照セルと試料セルの両方に通す (ウ) 型では、光源輝度の変動が相殺されるので測定精度がよい。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	減圧装置	スリット	シングルビーム
2	脱気装置	回折格子	ダブルビーム
3	分光装置	光電管	マルチビーム
4	分光装置	回折格子	ダブルビーム
5	換気装置	スリット	シングルビーム

問6 排ガスの分析方法に関する日本工業規格（JIS）において、ガスクロマトグラフ法の検出器に炎光光度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 0087 排ガス中のピリジン分析方法
- 2 JIS K 0088 排ガス中のベンゼン分析方法
- 3 JIS K 0092 排ガス中のメルカプタン分析方法
- 4 JIS K 0089 排ガス中のアクロレイン分析方法
- 5 JIS K 0086 排ガス中のフェノール類分析方法

問7 ICP発光分光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 試料中の分析対象元素は、発光部で励起され発光する。
- 2 発光部は、トーチ、バーナー、誘導コイルからなる。
- 3 試料は、三重管からなるトーチの中心の管からプラズマに導入される。
- 4 プラズマを形成するガスとして、アルゴンが用いられる。
- 5 発光部からの光の観測方式には、横方向観測方式及び軸方向観測方式がある。



問8 吸光光度法による排ガスの分析方法に関する日本工業規格（JIS）において、測定対象物質と吸収液との次の組合せの中から、誤っているものを一つ選べ。

測定対象物質	吸収液
1 ふっ素化合物（JIS K 0105）	水酸化ナトリウム溶液
2 ベンゼン（JIS K 0088）	ニトロ化酸液
3 メルカプタン（JIS K 0092）	酢酸水銀（II）溶液
4 フェノール類（JIS K 0086）	水酸化ナトリウム溶液
5 ピリジン（JIS K 0087）	ほう酸溶液

問9 フレーム原子吸光分析において、「溶液の粘性などの差により、検量線作成用溶液と試料溶液とで、ネブライザーの噴霧効率が異なることによる定量値の偏り」が見られた。その対策として正しいものを、次の記述の中から一つ選べ。

- 1 ゼーマン分裂補正方式のバックグラウンド補正を適用する。
- 2 国家標準にトレーサブルな標準液を使用する。
- 3 測定の繰り返し数を増やす。
- 4 ダブルビーム方式の光学系を使用する。
- 5 標準添加法を適用する。

問10 「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 試料の採取には、ほうけい酸ガラス製採取器を用いる。
- 2 固相カラムに測定対象物質を吸着させた後、洗浄液で洗浄する前処理操作を行う。
- 3 測定は、高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法で行う。
- 4 内標準物質として、 $^{13}\text{C}$ で標識化した化合物を用いる。
- 5 イオン化は、エレクトロスプレーイオン化法によって行う。

問11 「JIS K 0151 赤外線ガス分析計」に規定されている濃度計に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 焦電形検出素子は選択的検出器の一種である。
- 2 回転セクタの回転数がわずかに変動すると、信号強度が大きく変動する。
- 3 複光束式とは、一度参照セルを通過した光束を試料セルに入射する方式である。
- 4 煙道排ガス中の酸素濃度の測定に使用することができる。
- 5 増幅器は、検出器からの信号を増幅し、指示計を動作させ、または伝送に必要なレベルにするものである。

問12 「JIS K 0104 排ガス中の窒素酸化物分析方法」のうち、イオンクロマトグラフ法に関する次の記述について、 (ア)  ~  (イ)  ~  (ウ)  に入る語の組合せの中から、正しいものを一つ選べ。

排ガス中の窒素酸化物を  (ア)  で酸化し  (イ)  に吸収させて  (ウ)  として定量する。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	オゾン	0.005 mol/L硫酸-過酸化水素水 (1+99)	硝酸イオン
2	オゾン	アルカリ性過酸化水素水+ ぎ酸ナトリウム溶液	亜硝酸イオン
3	過酸化水素	0.005 mol/L硫酸-過酸化水素水 (1+99)	硝酸イオン
4	過酸化水素	アルカリ性過酸化水素水+ ぎ酸ナトリウム溶液	亜硝酸イオン
5	酸素	アルカリ性過酸化水素水+ ぎ酸ナトリウム溶液	硝酸イオン

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 ふっ化水素を測定する場合、採取管の材質は四ふっ化エチレン樹脂でもよい。
- 2 採取管の内径は、試料ガスの流量、採取管の機械的強度及び清掃のしやすさなどを考慮して決める。
- 3 採取管の先端の形状は、試料ガス中にダストが混入しにくい構造にする。
- 4 一次ろ過材は、採取管の先端に装着しなければならない。
- 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 「JIS K 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 ガスクロマトグラフ法における試料採取には、注射筒を用いることができる。
- 2 捕集バッグによる試料採取においては、塩化ビニル製の捕集バッグを用いる。
- 3 赤外線吸収法には、連続的に測定する場合と捕集バッグにより一時的に測定する場合がある。
- 4 水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフを用いる場合、メタン化反応装置が必要である。
- 5 試料ガス採取装置において、配管中に水分の凝縮する恐れがある場合は、試料ガス採取管を120℃以上に加熱する。

問15 アセチレン容器の設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 容器を直立した状態で使用した。
- 2 容器の上下二か所を固定した。
- 3 20℃～30℃の場所に容器を設置した。
- 4 絶縁性合成樹脂板の上に容器を設置した。
- 5 戸外で、通風がよく直射日光及び風雨氷雪にさらされない場所に容器を設置した。



問16 「JIS K 0102 工場排水試験方法」におけるふっ素化合物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 ふっ素化合物は、ふっ化物イオン、金属ふっ化物などの総称である。
- 2 溶存のふっ化物イオンを試験する場合には、蒸留操作による分離を行う。
- 3 ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法では、ふっ化物イオンと反応して生じる青色の複合錯体の吸光度を測定する。
- 4 イオン電極法では、緩衝液を加えてpHを $5.2 \pm 0.2$ に調節して測定を行う。
- 5 イオンクロマトグラフ法によって溶存のふっ化物イオンを定量する場合には、試料採取後に直ちに試験する必要がある。

問17 分析においては周波数の異なる様々な種類の電磁波が使用される。電磁波の種類とそれを電気信号に変換する検出器の組合せとして誤っているものを、次の中から一つ選べ。

電磁波の種類	検出器
1 マイクロ波	光電子増倍管 (PMT)
2 赤外線	MCT (HgCdTe) 検出器
3 可視光	シリコンフォトダイオード (SPD)
4 X線	シンチレーション計数器
5 ガンマ線	ゲルマニウム検出器

問18 「水質汚濁に係る環境基準（昭和46年環境庁告示第59号）」で規定された項目と測定方法の次の組合せの中から、誤っているものを一つ選べ。

	項目	測定方法
1	カドミウム	フレイム原子吸光法
2	六価クロム	電気加熱原子吸光法
3	ほう素	ICP発光分光分析法
4	砒 <sup>ひ</sup> 素	ICP質量分析法
5	総水銀	還元気化原子吸光法

問19 「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、誤っているものを一つ選べ。

- 1 ジルコニア方式の計測器は、高温に加熱した固体素子を使用して、比較ガスと試料ガスとの酸素濃度の差を検出する。
- 2 磁気式の計測器は、酸素の電気化学的酸化還元反応を利用している。
- 3 電極方式の計測器は、電気化学式の種類である。
- 4 磁気力方式の計測器には、ダンベル形と圧力検出形とがある。
- 5 ジルコニア方式の計測器の干渉影響試験には、一酸化炭素と酸素とを含む試験用ガスを用いる。

問20 「JIS K 0102 工場排水試験方法」におけ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 ひ素, アンチモン及びセレン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 亜硝酸イオンの試験に使用する試料は、クロロホルムを加えて0℃～10℃の暗所に保存する。
- 3 臭化物イオンの試験に使用する試料は、水酸化ナトリウムを加えてpH約10として保存する。
- 4 全窒素の試験に使用する試料は、塩酸または硫酸を加えてpH2～pH3とし、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、0℃～10℃の暗所に保存する。

問21 液体クロマトグラフィー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 分離カラムの性能は、理論段数, 分離度, カラム寿命などによって評価する。
- 2 リーディングとは、ピーク前半部がガウス分布曲線から外れて、緩やかに立ち上がっている様子を示す。
- 3 電気伝導度検出器では、溶離液（移動相）と分析種との電気伝導度の差を検出できる。
- 4 逆相分配クロマトグラフィーでは、溶離液（移動相）の極性が高くなると低極性溶質の保持時間が短くなる。
- 5 データ処理装置では、クロマトグラムを表示し、保持時間, ピーク面積などを算定できる。

問22 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている有機体炭素（TOC）の定量法に関する次の記述について、 (ア) ~  (ウ) に入る語の組合せの中から、正しいものを一つ選べ。

計測器に供給した試料に  (ア) を加えてpHを調節し、通気して  (イ) を除去した後、その一定量をキャリアガスとともに高温の全炭素測定管に送り込み、有機物中の炭素を  (ウ) とし、ガス分析計で測定して有機体炭素（TOC）の濃度を求める。

- |   | (ア)  | (イ)   | (ウ)   |
|---|------|-------|-------|
| 1 | 酸    | 無機体炭素 | メタン   |
| 2 | 酸    | 溶存酸素  | メタン   |
| 3 | 酸    | 無機体炭素 | 二酸化炭素 |
| 4 | アルカリ | 溶存酸素  | メタン   |
| 5 | アルカリ | 無機体炭素 | 二酸化炭素 |

問23 ガスクロマトグラフ質量分析計のイオン化法に関する次の記述について、ア

～ウに入る語の組合せの中から、正しいものを一つ選べ。

電子イオン化法では、アから放出された電子によって分析種がイオン化され、最初にイが生じるが、一般には過剰な内部エネルギーを持つため、分子構造に依存したウが起こる。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	$\beta$ 線源	分子イオン	コンタミネーション
2	$\beta$ 線源	プロダクトイオン	フラグメンテーション
3	フィラメント	分子イオン	フラグメンテーション
4	コロナ放電針電極	フラグメントイオン	ディスクリミネーション
5	フィラメント	プロダクトイオン	ディスクリミネーション



問24 「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」において、試料の前処理として行う精製操作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 硫酸処理－シリカゲルカラムクロマトグラフ操作は、多環芳香族炭化水素の除去に用いる。
- 2 多層シリカゲルカラムクロマトグラフ操作は、多環芳香族炭化水素の除去に用いる。
- 3 アルミナカラムクロマトグラフ操作は、有機塩素系化合物の除去に用いる。
- 4 活性炭カラムクロマトグラフ操作は、ダイオキシン類の分離精製に用いる。
- 5 ジメチルスルホキシド分配処理操作は、ダイオキシン類の分離精製に用いる。

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測定装置を構成する要素として次の中から、誤っているものを一つ選べ。

- 1 分粒装置
- 2 ろ紙供給機構
- 3 光源
- 4 シンチレーション検出器
- 5 流量計