

## 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測定に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 pH計のゼロ校正は、二酸化炭素を除いた純水を用いて行う。
- 2 ガラス電極が特に汚れている場合には、ガラス膜を1200番程度の研磨紙で研磨し、よく水洗いする。
- 3 pHは、測定する溶液の温度に依存しない。
- 4 pH測定におけるアルカリ誤差は、アルカリ金属イオン濃度が高いほど大きくなる。
- 5 認証pH標準液は、その有効期間内においては一度使用したものの再使用が認められている。

問2 四塩化炭素標準液（質量濃度100 mg/L）1.0 mLを全量ピペットではかりとり、全量フラスコを用いて100 mLに希釈する。希釈操作により得られた四塩化炭素標準液の質量濃度の合成標準不確かさとして、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及び $\pm 0.01$  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、前出の公差以外の不確かさ要因は考慮しない。なお、 $\sqrt{3}=1.73$ とする。

- 1  $2.0 \times 10^{-2}$  mg/L
- 2  $1.7 \times 10^{-2}$  mg/L
- 3  $1.0 \times 10^{-2}$  mg/L
- 4  $8.3 \times 10^{-3}$  mg/L
- 5  $5.8 \times 10^{-3}$  mg/L

**問3** ガスクロマトグラフィーにおける理論段数及び理論段相当高さ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 キャピラリーカラムの固定相膜厚を薄くすると、理論段相当高さは小さくなる。
- 2 キャピラリーカラムのカラム内径を小さくすると、理論段数は大きくなる。
- 3 理論段数1段あたりのカラムの長さが、理論段相当高さである。
- 4 カラムの長さが同じ場合、理論段相当高さが大きいほど分離性能が高くなる。
- 5 キャリヤーガスの線速度は、理論段相当高さに影響する。

問4 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている、キレート樹脂による金属元素の分離濃縮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 カドミウムの分離濃縮には、キレート樹脂を充てんしたカラム又はキレート樹脂を固定化したディスクを使用できる。
- 2 酢酸アンモニウム溶液は、キレート樹脂の洗浄及び試料溶液のpH調整のために用いる。
- 3 キレート樹脂に吸着した測定対象元素は、硝酸を用いて溶出させる。
- 4 ナトリウム及びカリウムの分離濃縮に適している。
- 5 空試験を行い、試料の測定について得た指示値を補正する。

問5 「JIS B 7952 大気中の二酸化硫黄自動計測器」に規定されている、溶液導電率方式の測定原理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。

試料ガスを硫酸酸性の  溶液に通じると、試料ガスに含まれる二酸化硫黄が酸化されて  を生成する。生成した  による溶液の導電率増加量から試料大気中の二酸化硫黄の濃度を求める。この方式は、 などの影響を無視できる場合又は除去できる場合に適用できる。

- |   | (ア)     | (イ)  | (ウ)     |
|---|---------|------|---------|
| 1 | 過酸化水素   | 硫化水素 | 芳香族炭化水素 |
| 2 | 過酸化水素   | 硫酸   | アンモニア   |
| 3 | アスコルビン酸 | 硫酸   | 芳香族炭化水素 |
| 4 | アスコルビン酸 | 硫化水素 | アンモニア   |
| 5 | アスコルビン酸 | 硫化水素 | 芳香族炭化水素 |

問6 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている、よう素滴定法による溶存酸素の定量法に関して、下線部 (a) ~ (d) 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。

試料に、硫酸マンガン(II) 溶液とアルカリ性 (a) よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液を加えて生成した (b) 水酸化マンガン(III) の白色沈殿が、溶存酸素によって (c) 水酸化マンガン(II) の褐色沈殿となる。次に、(d) 硫酸を加えてこの沈殿を溶かし、遊離したよう素をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定して溶存酸素を定量する。

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

問7 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されているICP発光分光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。

- 1 鉛，カドミウム，亜鉛，銅の同時定量ができる。
- 2 内標準元素としてイットリウムが挙げられているが、対象元素によってはインジウム，イッテルビウムも使用できる。
- 3 ひ素，アンチモンの定量には、水素化物発生ICP発光分光分析法が使用できる。
- 4 カルシウム，マグネシウム，ほう素の定量に使用できる。
- 5 鉛，カドミウムなどのキレート錯体を抽出した有機溶媒を直接ICPに導入して、それらの元素を定量することはできない。



問8 「JIS K 0104 排ガス中の窒素酸化物分析方法」において、二酸化窒素のみが対象成分ガスとして規定されている方法を、次の中から一つ選べ。

- 1 亜鉛還元ナフチルエチレンジアミン吸光光度法 (Zn-NEDA法)
- 2 イオンクロマトグラフ法
- 3 フェノールジスルホン酸吸光光度法 (PDS法)
- 4 ナフチルエチレンジアミン吸光光度法 (NEDA法)
- 5 ザルツマン吸光光度法

問9 電気加熱原子吸光分析を用いた検量線法による亜鉛の定量において、「分析に使用するスペクトル線が、試料のミスト及び固体粒子によって散乱されることにより、見かけの吸光度が大きくなる干渉」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 標準添加法で定量する。
- 2 還元気化方式の原子化部を用いる。
- 3 ダブルビーム方式の光学系を用いる。
- 4 ゼーマン分裂補正方式のバックグラウンド補正を用いる。
- 5 国家標準にトレーサブルな標準液を用いる。

問10 「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、ガス透過性の大きい捕集バッグを用いることができる。
- 3 赤外線吸収法では、連続的な測定をすることができる。
- 4 ガスクロマトグラフ法では、メタン化反応装置及び水素炎イオン化検出器を用いることができる。
- 5 ガスクロマトグラフ法では、カラムの充填剤として合成ゼオライトを用いることができる。

問11 「JIS B 7959 大気中及び排ガス中のガス濃度計－取引又は証明用」に規定されている濃度計として、誤っているものを一つ選べ。

- 1 磁気式酸素濃度計
- 2 紫外線式二酸化硫黄濃度計
- 3 紫外線式窒素酸化物濃度計
- 4 非分散型赤外線式水素濃度計
- 5 非分散型赤外線式一酸化炭素濃度計

問12 純度（質量分率）95 %のある物質を200 mgはかりとり、1.0 kgの溶媒に希釈して、標準液を調製した。この標準液の濃度を質量濃度（mg/L）で表したときの値として、最も近いものを次の中から一つ選べ。なお、調製した標準液の密度は0.90 g/mLであった。

- 1 170
- 2 180
- 3 190
- 4 210
- 5 220

問13 「JIS K 0095 排ガス試料採取方法」に規定されている試料ガス吸引採取方式のうち、連続分析かつ多成分同時測定の場合の構成を示した次の模式図について、(ア)～(ウ)に入る語句の組合せとして、正しいものを一つ選べ。



- |   | (ア) | (イ) | (ウ) |
|---|-----|-----|-----|
| 1 | 採取管 | 除湿器 | 分岐管 |
| 2 | 除湿器 | 洗浄瓶 | 分岐管 |
| 3 | 除湿器 | 分岐管 | 洗浄瓶 |
| 4 | 除湿器 | 採取管 | 分岐管 |
| 5 | 採取管 | 除湿器 | 洗浄瓶 |

問14 次に挙げる分析方法の種類とその試料採取法との組合せの中から、「JIS K 0086 排ガス中のフェノール類分析方法」に規定されていないものを一つ選べ。

| 分析方法の種類            | 試料採取法  |
|--------------------|--------|
| 1 イオンクロマトグラフ法      | 吸収瓶法   |
| 2 ガスクロマトグラフ法       | 真空捕集瓶法 |
| 3 ガスクロマトグラフ法       | 捕集バッグ法 |
| 4 4-アミノアンチピリン吸光光度法 | 吸収瓶法   |
| 5 紫外吸光光度法          | 吸収瓶法   |

問15 「JIS K 0121 原子吸光分析通則」に規定されている高圧ガス容器や配管に関して、次の記述の中から誤っているものを一つ選べ。

- 1 高圧ガス容器は、二か所以上で固定するなど、地震対策を考慮する。
- 2 高圧ガス容器は、直射日光及び風雨氷雪などにさらされないようにする。
- 3 高圧ガス容器は、戸外に設置してはならない。
- 4 配管のガス漏れ点検は、石けん液塗布などの方法により行う。
- 5 アセチレン用配管には、銅含有率が62 %以上の合金を使用してはならない。



問16 「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 排ガスの採取位置には、排ガスの流れ方向に対してほぼ直角にガス採取管を挿入できる採取口を設ける。
- 2 試料ガス中にダストなどが混入することを防ぐため、試料ガス採取管の先端又は後段に、適切なる過材を装着する。
- 3 DNPH (2,4-ジニトロフェニルヒドラジン) は乾燥すると爆発性のある危険な物質であるので、開封後は乾燥しないように注意して保管する。
- 4 ほう酸吸収瓶捕集によるAHMT (4-アミノ-3-ヒドラジノ-5-メルカプト-1,2,4-トリアゾール) 吸光光度法は、試料ガス中に二酸化硫黄が共存しても影響しない。
- 5 DNPH 試料採取用カートリッジ捕集によるガスクロマトグラフ法は、排ガス中の二酸化窒素の体積分率が0.1 %以上の場合に適用される。

問17 「JIS R 3505 ガラス製体積計」に規定されている誤差の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 試験を行う室内の温度については、特に管理する必要はない。
- 2 受用の体積計の試験に先立って、内面を乾燥させなければならない。
- 3 衡量法により実体積を求める場合には、体積計に受け入れられた水又は体積計から排出された水の質量などに基づいて計算する。
- 4 体積標準器と比較する方法で試験を行う場合、使用する水は水道水で差し支えない。
- 5 体積計の表す体積 ( $I$ ) と、標準器で求めた実体積 ( $Q$ ) とを比較し、 $(I-Q)$  を誤差とする。

問18 室温において0.10 mol/Lの塩酸30 mLと質量分率0.40 %の水酸化ナトリウム水溶液20 mLを混合した溶液のpH値として、最も近いものを次の中から一つ選べ。ただし、塩酸、水酸化ナトリウム水溶液及び混合後の溶液の密度は、いずれも1.0 g/mLとする。必要であれば、水酸化ナトリウムのモル質量として40 g/mol、 $\log_{10}2$ として0.30を利用せよ。

- 1 0.1
- 2 0.6
- 3 1.7
- 4 2.3
- 5 3.0

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法」の定義を示した次の記述について、(ア)～(ウ)に入る語句の組合せとして正しいものを一つ選べ。

(ア) 内の試薬又は試料の流れの中にそれぞれ  (イ) を導入し、反応操作などを行った後、 (ウ) に設けた検出部で分析成分を検出して定量する分析方法。

|   | (ア)  | (イ)      | (ウ) |
|---|------|----------|-----|
| 1 | 反応容器 | 試薬又は標準物質 | 中間  |
| 2 | 細管   | 試料又は試薬   | 上流  |
| 3 | 細管   | 試料又は試薬   | 下流  |
| 4 | 反応容器 | 試料又は触媒   | 中間  |
| 5 | 細管   | 試薬又は標準物質 | 下流  |

問20 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されているクロム(VI)の定量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 ジフェニルカルバジド吸光光度法では、試料に1,5-ジフェニルカルボノヒドライドを加えて錯体を生成させ、吸光度を測定することによって定量する。
- 2 還元性物質を含む場合、強酸性とした試料にアスコルビン酸を加えることによって、クロムの原子価の変化を避けることができる。
- 3 ジフェニルカルバジド吸光光度法では、共存する水銀塩類も発色するが、吸収強度はクロム(VI)に比べて著しく低い。
- 4 ジフェニルカルバジド吸光光度法では、共存するバナジウムも発色するが、やがて退色する。
- 5 ジフェニルカルバジド吸光光度法のほかに、ICP発光分光分析法などによる定量方法も規定されている。

問21 高速液体クロマトグラフを用いた公定法に基づく分析法における分析対象化合物と検出器との組合せとして、誤っているものを次の中から一つ選べ。

| 分析対象化合物（公定法）                 | 検出器      |
|------------------------------|----------|
| 1 オキシシン銅（JIS K 0128）         | 吸光光度検出器  |
| 2 ベンゾ[a]ピレン（有害大気汚染物質測定マニュアル） | 蛍光検出器    |
| 3 ノニルフェノール類（昭46環告59）         | 電気伝導度検出器 |
| 4 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸（昭46環告59）   | 質量分析計    |
| 5 エトフェンプロックス（JIS K 0128）     | 吸光光度検出器  |

問22 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている金属元素の分析法において、ICP発光分光分析法が適用されていない元素を次の中から一つ選べ。

- 1 アルミニウム
- 2 カリウム
- 3 マンガン
- 4 鉄
- 5 すず

問23 ガスクロマトグラフィー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。

- 1 質量軸は、校正用標準物質を用いて校正する。
- 2 定量結果の精度を高めるために、内標準法が用いられる。
- 3 鏡像異性体の絶対配置は、質量スペクトルだけで決定することができる。
- 4 選択イオン検出法とは、分析種に応じて、あらかじめ決めた特定の質量電荷比のイオンを検出する手法である。
- 5 化学イオン化法では、メタンを反応ガスとして用いることができる。



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」に規定されている試験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 試料容器には、プラスチック製容器を用いる。
- 2 試験は試料採取後、常温で1週間程度静置してから行う。
- 3 試料の前処理には、塩酸又は硝酸による分解を適用する。
- 4 定量には、生物検定法を用いる。
- 5 試料導入方法には、スプリットレス注入法（非分割導入方式）を用いる。

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 大気導入部に、必要に応じて分粒装置を付加する。
- 2 浮遊状態の粒子にベータ線を照射し、ベータ線の吸収量から浮遊粒子状物質濃度を得る。
- 3 ベータ線源として、 $^{14}\text{C}$ や $^{147}\text{Pm}$ の密封線源が用いられる。
- 4 ベータ線の強さの測定に、シンチレーション検出器を用いることができる。
- 5 大気の採取流量の変化は、測定誤差の原因となる。