

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 K 0102 工場排水試験方法」に規定されているイオン電極法を用いた塩化物イオン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 参照電極には、外筒液に硝酸カリウム溶液を用いた二重液絡形の銀-塩化銀電極を用いる。
- 2 測定容器には、ガラス製のものが使用できる。
- 3 酢酸塩緩衝液の添加によって、pH約5に調節し、イオン強度を一定にする。
- 4 この方法では、硫化物イオンなどが妨害する。
- 5 同じJISに規定されているイオンクロマトグラフ法よりも、低濃度域の定量に適用できる。

問2 濃度 1.0×10^{-7} mol/L の塩酸の pH 値として最も近いものを次の中から一つ選べ。ただし、塩酸は完全解離しているものとし、塩酸中のイオンは H^+ , Cl^- , OH^- の3種類しか存在しないものとする。また、水のイオン積は 1.0×10^{-14} mol²/L², $\sqrt{5} = 2.2$, $\log_{10} 2 = 0.3$ とする。

- 1 6.0
- 2 6.4
- 3 6.8
- 4 7.0
- 5 7.4

問3 ガスクロマトグラフの検出器と測定時に用いるガス（キャリアーガス，付加ガス，燃料ガス又は助燃ガス）との組合せとして、誤っているものを一つ選べ。

検出器	測定時に用いるガス
1 電子捕獲検出器（ECD）	塩素
2 水素炎イオン化検出器（FID）	空気
3 炎光光度検出器（FPD）	水素
4 熱イオン化検出器（TID）	空気
5 熱伝導度検出器（TCD）	ヘリウム

問4 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されているイオンクロマトグラフ法を用いるイオン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 ふっ化物イオンを分析する場合には、試料採取後直ちに試験を行う。直に行えない場合には0℃～10℃の暗所に保存し、できるだけ早く試験する。
- 2 亜硝酸イオンの分析には、紫外吸収検出器を用いることができる。
- 3 電気伝導度検出器を用いる場合には、陽イオンを分析することができない。
- 4 サプレッサー方式による陰イオンの分析では、サプレッサーに陽イオン交換膜を用いることができる。
- 5 硫酸イオンの定量において、硫化物イオンは定量誤差の原因になる。

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法に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 低圧水銀ランプからの輝線は、分光光度計の波長目盛の校正に用いられる。
- 2 タングステンランプは、主として紫外波長範囲の測定で光源として用いられる。
- 3 ほうけい酸ガラス製の吸収セルは、石英ガラス製のものに比較して紫外波長範囲での測定に適している。
- 4 標準添加法は、吸光光度法では用いることができない。
- 5 モル吸光係数は、試料を透過した光の強度と、透過前の光の強度との比を常用対数で表した数値である。

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」に規定されているガスクロマトグラフ法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。

試料中のPCBをヘキサンで抽出し、脱水・濃縮後、 (ア) 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	加水分解	フロリジル	水素炎イオン化検出器 (FID)
2	加水分解	シリカゲル	水素炎イオン化検出器 (FID)
3	加水分解	シリカゲル	電子捕獲検出器 (ECD)
4	アルカリ分解	シリカゲル	電子捕獲検出器 (ECD)
5	アルカリ分解	フロリジル	電子捕獲検出器 (ECD)

問7 ICP発光分光分析法における干渉とその原因の組合せとして、誤っているものを一つ選べ。

干渉	原因
1 物理干渉	標準液と試料溶液との粘度の違い
2 分光干渉	測定対象元素の波長に近接する分子バンドスペクトル
3 物理干渉	プラズマ内の電子密度の増加
4 イオン化干渉	共存する高濃度のアルカリ金属
5 分光干渉	高濃度で含まれる元素の発光によって増加するバックグラウンド

問8 「JIS K 0105 排ガス中のふっ素化合物分析方法」に規定されているイオンクロマトグラフ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。

排ガス中のふっ素化合物を (ア) に吸収させた後、吸収液の一定量に (イ) を加え、(ウ) を通気して前処理を行う。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	水酸化ナトリウム溶液	キレート樹脂	二酸化炭素
2	過酸化水素水	陰イオン交換樹脂	二酸化炭素を除いた空気
3	ほう酸溶液	陽イオン交換樹脂	オゾン
4	水酸化ナトリウム溶液	陽イオン交換樹脂	二酸化炭素を除いた空気
5	ほう酸溶液	陰イオン交換樹脂	オゾン

問9 以下に示した五つの語句のうち、原子吸光分析装置とICP発光分光分析装置の両方で構成要素となり得るものが幾つあるか、次の1～5の中から一つ選べ。

ネブライザー

ゼーマン分裂補正方式バックグラウンド補正部

半導体検出器

分光器

水素化物発生装置

1 一つ

2 二つ

3 三つ

4 四つ

5 五つ

問10 次の記述はいずれも日本工業規格（JIS）に規定されてい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の分析方法」に規定されているアンモニアの分析方法を述べたものを一つ選べ。

- 1 試料ガス中の目的成分をスルファニル酸-ナフチルエチレンジアミン酢酸溶液に吸収させて発色させ、吸光度を測定する。
- 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、吸光度を測定する。
- 3 試料ガス中の目的成分をほう酸溶液に吸収させた後、フェノールペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム溶液及び次亜塩素酸ナトリウム溶液を加えて発色させ、吸光度を測定する。
- 4 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た後、4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液を加えて発色させ、吸光度を測定する。
- 5 試料ガス中の目的成分を過酸化水素水に吸収させた後、2-プロパノールと酢酸を加え、アルセナゾⅢを指示薬として酢酸バリウム溶液で滴定する。

問11 「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 磁気式の計測器は、常磁性体である酸素分子を、高温に加熱することで磁化された際に生じる吸引力を利用して、酸素濃度を測定する装置である。
- 2 ジルコニア方式は、高温に加熱されたジルコニア素子の両端に電極を設け、その一方に試料ガス、他方に空気を流して酸素濃度差を与えて両極間に生じる起電力を検出する方式である。
- 3 除湿器は、試料ガス又は反应用ガス中の水分を凝縮などの方法によって除去する装置である。
- 4 試料採取部において、試料ガス中のダストを除去するためにフィルタが用いられる。
- 5 可搬形の計測器では、ゼロドリフト試験における4時間当たりの最大偏差が、各測定段階（レンジ）ごとに規定の範囲内であることが求められている。

問12 物質Aを90%（質量分率）含む試薬を1.0 kgの溶媒に溶かし、物質Aの質量濃度が1.0 mg/Lの標準液を調製する。このとき、量り取るべき試薬の質量として、最も近いものを次の中から一つ選べ。ただし、標準液の密度は0.80 g/mLとする。

- 1 0.80 mg
- 2 1.0 mg
- 3 1.2 mg
- 4 1.4 mg
- 5 1.6 mg

問13 「JIS K 0095 排ガス試料採取方法」に記載されている試料ガス吸引採取方式における、測定成分と使用可能な採取管の材質の組合せとして、誤っているものを一つ選べ。

	測定成分	採取管の材質
1	シアン化水素	ステンレス鋼
2	アンモニア	ステンレス鋼
3	硫黄酸化物	ステンレス鋼
4	ふっ化水素	シリカガラス
5	塩化水素	シリカガラス

問14 「JIS B 7985 排出ガス中のメタン自動計測器」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 赤外線吸収方式の計測器は、共存する二酸化炭素の影響を無視できる場合、又は影響を除去できる場合に適用する。
- 2 選択燃焼式水素炎イオン化検出方式の計測器は、共存する非メタン炭化水素の影響を無視できる場合、又は影響を除去できる場合に適用する。
- 3 赤外線ガス分析計は日本工業規格（JIS）に適合するものを用いる。
- 4 フーリエ変換形赤外線分析計（FTIR）を用いることができる。
- 5 選択燃焼式水素炎イオン化検出方式による分析計の燃料ガスとして、水素を使用することはできない。

問15 「JIS K 0055 ガス分析装置校正方法通則」に規定されている校正用ガス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 校正用ガスとは、ゼロガス、スパンガス、中間点ガスの総称である。
- 2 校正用ガス調製装置は、未知濃度の目的成分ガスから校正用ガスを調製することができる。
- 3 ゼロガスは、分析装置の最小目盛値を校正するために用いる。
- 4 希釈ガスは、校正用ガスを調製する際に、目的成分ガスがある濃度に希釈するために用いる。
- 5 校正用ガスの調製、充てんには、ガラス製容器を使用することができる。

問16 日本工業規格（JIS）に規定されている排ガスの分析方法において、測定対象と使用可能な試料採取法の組合せとして、誤っているものを一つ選べ。

測定対象（適用JIS）	試料採取法
1 ベンゼン（JIS K 0088）	捕集バッグ法
2 アクロレイン（JIS K 0089）	真空捕集瓶法
3 ホスゲン（JIS K 0090）	吸収瓶法
4 メルカプタン（JIS K 0092）	真空捕集瓶法
5 ホルムアルデヒド（JIS K 0303）	捕集バッグ法

問17 「JIS K 0050 化学分析方法通則」に従って器具を洗浄した。次の操作の中から誤っているものを一つ選べ。

- 1 金属元素の分析に用いるガラス器具を、硝酸を用いて洗浄した。
- 2 金属元素の分析に用いる磁器器具を、塩酸を用いて洗浄した。
- 3 白金るつぼの洗浄に、クレンザー入り洗剤を用いた。
- 4 プラスチック器具の洗浄に、中性洗浄剤を用いた。
- 5 酸や洗浄剤で洗浄した後に、「JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水」に規定されている種別A4の水を用いて洗浄した。

問18 次に示す三つの方法で硫酸の質量分率が96%である濃硫酸を希釈し、得られた溶液の硫酸濃度をそれぞれA~Cとすると、それらの大小関係を表した式として正しいものを、次の1~5の中から一つ選べ。ただし、希釈には純水を使用し、希釈前の濃硫酸の密度は 1.83 g/cm^3 、希釈後の溶液の密度はいずれも 1.01 g/cm^3 とする。

希釈方法	希釈後の硫酸濃度
濃硫酸 1.00 cm^3 を全量 100 cm^3 に希釈した。	A
濃硫酸 1.00 g を全量 100 g に希釈した。	B
濃硫酸 1.00 cm^3 を全量 100 g に希釈した。	C

- 1 $A=B < C$
- 2 $B < A < C$
- 3 $B < C < A$
- 4 $C < A=B$
- 5 $A=B=C$

問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 流れ分析では、流れの中で試料と試薬とを反応させた成分を連続的に検出、定量する。
- 2 連続流れ分析装置における送気部は、試料を乾燥させるための気体を送気する。
- 3 反応部では、希釈、試薬との反応、抽出などを行うことができる。
- 4 検出器として、分光光度検出器、蛍光検出器、原子吸光分析計などが用いられる。
- 5 「JIS K 0102 工場排水試験方法」において、フェノール類やアンモニウムイオンの分析法として採用されている。

問20 「JIS K 0102 工場排水試験方法」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 アンモニウムイオン、有機体窒素及び全窒素の試験に用いる試料は、塩酸又は硫酸を加え、pH2~3とし、0℃~10℃の暗所に保存する。
- 2 亜硝酸イオン及び硝酸イオンの試験に用いる試料は、クロロホルムを加えて0℃~10℃の暗所に保存する。
- 3 亜硫酸イオン及び臭化物イオンの試験に用いる試料は、水酸化ナトリウム溶液を加えてpH約10として保存する。
- 4 銅、亜鉛、鉛、カドミウム、マンガン、鉄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。
- 5 シアン化合物及び硫化物イオンの試験に用いる試料は、塩酸を加えてpH約1として保存する。

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 試料の前処理操作を行う目的の一つとして、カラム及び分析機器の保護並びに劣化の防止がある。
- 2 溶離液は分析種、充填剤、検出器などの種類に応じて適切なものを選択する。
- 3 検出感度や選択性を高める目的で、プレカラム誘導体化法又はポストカラム誘導体化法が使用されることがある。
- 4 測定中は、溶離液の組成を変化させてはならない。
- 5 対象とする分析種や固定相に用いる物質の種類などによって、必要に応じて溶離液を使用前に脱水する。

問22 「JIS K 0102 工場排水試験方法」に規定されている水素化物発生ICP発光分光分析法によるひ素の定量に関する次の一連の操作において、下線を付した(ア)～(エ)の正誤の組合せとして、正しいものを一つ選べ。

- a) 試料をビーカーにとり、硫酸及び^(ア)硝酸を加え、更に^(イ)過マンガン酸カリウム溶液を溶液が着色するまで滴加する。
- b) 加熱板上で加熱して硫酸の白煙を発生させる。
- c) 室温まで放冷した後、水、塩酸、^(ウ)よう化カリウム溶液及びアスコルビン酸溶液を加えて約60分間静置し、全量フラスコに移し入れ、水を標線まで加える。
- d) 連続式水素化物発生装置にアルゴンを流しながら、c)の溶液、^(エ)テトラヒドロほう酸ナトリウム溶液及び塩酸を、定量ポンプで連続的に装置内に導入し、水素化ひ素を発生させる。
- e) 発生した水素化ひ素と廃液とを分離した後、水素化ひ素を含む気体を発光部に導入し、波長193.696 nmの発光強度を測定する。

	(ア)	(イ)	(ウ)	(エ)
1	正	正	正	正
2	誤	正	正	正
3	正	誤	正	正
4	正	正	誤	正
5	正	正	正	誤

問23 ICP質量分析装置の構成に関する次の記述の中から、正しいものを一つ選べ。

- 1 スプレーチャンバーは、ネブライザーから発生させた霧のうち、粒径の大きい霧だけを選択して、プラズマに導く役割を持つ。
- 2 インターフェース部には、サンプリングコーン及びスキマーコーンを使用している。
- 3 イオンレンズ部は、プラズマから中性粒子を効率よく質量分離部に導くための部分である。
- 4 四重極形質量分析計では、固定磁場を利用してイオンをその質量によって分離する。
- 5 検出部は、質量分離部で分離された電子を検出し、読み取り可能な信号に変換する部分である。

問24 「JIS K 0450-20-10工業用水・工場排水中のアルキルフェノール類試験方法」
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 試料容器には、共栓ガラス瓶を用いることができる。
- 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、溶媒抽出法又は固相抽出法を適用する。
- 4 試料の濃縮には、ロータリーエバポレーターを用いることができる。
- 5 測定には、ガスクロマトグラフ質量分析法を用いることができる。

問25 「JIS B 7954 大気中の浮遊粒子状物質自動計測器」に規定されている光散乱方式の自動計測器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。

光散乱方式は、粒子による (ア) 光量から (イ) 濃度としての指示値を得るものである。レーザーダイオードやタンゲステンランプなどが (ウ) として使用される。

- | | (ア) | (イ) | (ウ) |
|---|-----|-----|-------|
| 1 | 吸収 | 相対 | ベータ線源 |
| 2 | 吸収 | 質量 | 光源 |
| 3 | 散乱 | 相対 | ベータ線源 |
| 4 | 散乱 | 質量 | ベータ線源 |
| 5 | 散乱 | 相対 | 光源 |