

化学分析概論及び濃度の計量

注意事項

- 1 解答時間は、午前 10 時 50 分から午前 12 時までの 1 時間 10 分である。
- 2 解答用紙の所定の欄に、氏名、生年月日及び受験番号を正確に記入し、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、問に対して五つの解答が用意されており、その中から一つを選ぶ五枝択一方式である。
- 5 解答は、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。
- 6 マークの記入は、解答用紙に記された記入例を参照のこと。
- 7 解答の記入にあたっては、次の点に注意すること。
 - (1) 筆記具は H B の黒鉛筆又は黒シャープペンシルを用い、マーク欄の枠内をぬりつぶすこと。
 - (2) 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。
 - (3) 解答用紙は、汚したり、折り曲げたりしないこと。
- 8 電卓は使用しないこと。

以上の注意事項及び係官からの指示事項は、必ず守ること。

指示があるまで開かないこと

問1 10% (m/m) HNO_3 水溶液の質量モル濃度(mol kg^{-1})として、以下の中から最も近いものを一つ選べ。ただし水素、窒素、酸素の原子量は、それぞれ 1, 14, 16 とする。

- 1 1.2
- 2 1.4
- 3 1.6
- 4 1.8
- 5 2.0

問2 0.1mol dm^{-3} CH_3COONa 水溶液の水酸化物イオン濃度 (mol dm^{-3}) として、以下の中から最も近いものを一つ選べ。ただし CH_3COOH の酸解離定数は 2×10^{-5} とする。

- 1 6×10^{-5}
- 2 7×10^{-5}
- 3 5×10^{-6}
- 4 6×10^{-6}
- 5 7×10^{-6}

問3 モル質量 250 g mol^{-1} のイオン性化合物 M_2X_3 の溶解度が 0.25 mg dm^{-3} のとき、 M_2X_3 の溶解度積として以下の中から最も近いものを一つ選べ。

- 1 1×10^{-30}
- 2 1×10^{-29}
- 3 1×10^{-28}
- 4 1×10^{-27}
- 5 1×10^{-26}

問4 次の記述は日本工業規格に規定された分析方法に従って、排ガス中のある成分を定量するための手順を示したものである。(ア)(イ)(ウ)に入れる語の組合せのうち正しいものを一つ選べ。

排ガス中の(ア)の定量においては、三角フラスコ 200mL に分析用試料溶液 10mL を分取した後、2-プロパノール 40mL、酢酸 1mL 及び(イ)溶液 4~6 滴を加え、マイクロビュレット 5mL を用いて 5mmol/L 酢酸バリウム溶液で滴定し、液の(ウ)が 1 分間継続した点を終点とする。

	(ア)	(イ)	(ウ)
1	硫黄酸化物	アルセナゾ	青い色
2	アンモニア	ペンタシアノニトロシル 鉄()酸ナトリウム	青い色
3	塩化水素	硝酸銀	微赤色
4	ふっ素化合物	アリザリンコンプレキソン	赤い色
5	シアン化水素	4-ピリジンカルボン酸	赤い色

問 5 日本工業規格(JIS K 3850-1)に規定される空気中の繊維状粒子の測定に関する次の記述のうち、誤っているものを一つ選べ。

- 1 繊維状粒子とは、空気中に浮遊しているアスペクト比(長さ/幅)3以上の粒子をいう。
- 2 位相差顕微鏡を用いる方法では、ガラス繊維フィルタに捕集し、アセトン蒸気によりフィルタを透明化して計数する。
- 3 アイピースグレーティクルは、位相差顕微鏡の接眼レンズ付近に設置する円形の透明ガラス板で、顕微鏡観察及び計数を容易にする情報を視野内に写し出すものである。
- 4 走査電子顕微鏡を用いる方法では、金又はカーボンを蒸着したポリカーボネートフィルタを用いてもよい。
- 5 アスベスト及び他の繊維を同定しながら計数するには、走査電子顕微鏡を用いる。

問 6 排ガス中のダイオキシン類及びコプラナーPCB の測定における試料採取方法に関する次の記述のうち、日本工業規格(JIS K 0311)の記述に適合しないものを一つ選べ。

- 1 採取管は、排ガス温度に応じてほうけい酸ガラス又は透明石英ガラス製のものを用いる。
- 2 ダストが多い試料採取時にろ紙を用いる場合には、円形または円筒形のろ過材のうち、ふっ素樹脂製を用いる。
- 3 液体捕集部は、排ガス採取中に各吸収瓶を 5 ~ 6 以下に保てるよう氷またはドライアイスなどで冷却する。
- 4 排ガス温度が高い場合は、水冷管を用いた冷却プローブを用いて捕集部の温度を 120 以下に保つ。
- 5 試料ガスの採取前に、吸着捕集部又は液体捕集部にサンプリングスパイク用の内標準物質を添加する。

問 7 大気中の揮発性有機化合物類測定のための試料採取・前処理に関する次の記述のうち、有害大気汚染物質測定方法マニュアル(環境庁、平成 9 年 2 月)の記述に適合しないものを一つ選べ。

- 1 容器採取法では試料流量を一定とし、大気圧以下で採取を終了する減圧採取法、又は加圧ポンプにより大気圧以上で採取を終了する加圧採取法のいずれかを用いる。
- 2 アセトアルデヒドとホルムアルデヒドは固相捕集法により採取する。
- 3 容器採取法はアクリロニトリル、塩化ビニルモノマー、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、1,3-ブタジエン、ベンゼンの採取に用いる。
- 4 固体吸着 - 加熱脱着法はアクリロニトリルの採取に適する。
- 5 固体吸着 - 溶媒抽出法はベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ジクロロメタンの採取に適する。

問 8 工場排水中の全水銀の還元気化原子吸光法による定量に関する次の記述のうち、日本工業規格(JIS K 0102)の記述に適合しないものを一つ選べ。

- 1 ベンゼン、アセトンなどの揮発性有機物は正の誤差を生じるため、試料をあらかじめ通気処理した後、還元気化操作を行う。

- 2 有機物その他の妨害物質が含まれていない試料については、前処理しないで還元気化操作を行ってもよい。
- 3 試料中の水銀(II)を塩化すず(II)で還元し、空気を通気して水銀蒸気を発生させる。
- 4 塩化物イオンを多量に含む試料では、過マンガン酸カリウム処理において発生する塩素により正の誤差を生じるため、あらかじめ塩素を十分に還元しておく。
- 5 測定後のガスは、硫酸酸性過マンガン酸カリウム溶液を通して大気中に排出する。

問 9 工場排水の 100 における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量(COD_{Mn})の測定方法に関する次の記述のうち、日本工業規格(JIS K 0102)の記述に適合しないものを一つ選べ。

- 1 試料を硫酸酸性とし、酸化剤として過マンガン酸カリウム溶液を加え、沸騰水中で 30 分間反応させる。
- 2 酸素消費量は、試料との反応で消費した過マンガン酸の量に相当する酸素の量(mgO/L)で表す。
- 3 過マンガン酸カリウム溶液は、しゅう酸ナトリウムを用いて標定する。
- 4 塩化物イオンの妨害を防ぐため、硝酸銀溶液を加える。また、硝酸銀を粉末のまま加えてもよい。
- 5 過マンガン酸カリウムによる酸化反応後に残留する過マンガン酸を、しゅう酸ナトリウム溶液で滴定する。

問 10 用水・排水中のポリクロロビフェニル(PCB)のガスクロマトグラフ質量分析法による測定に関する次の記述のうち、日本工業規格 (JIS K 0093)の記述に適合しないものを一つ選べ。

- 1 準備操作で試料に添加するサロゲート物質には、1～10 個の塩素原子を含む ¹³C をラベル化した標準 PCB を用いる。
- 2 試料からの PCB の抽出は、ヘキサンを用いた溶媒抽出法による。
- 3 カラムクロマトグラフ分離はヘキサンを溶離液として、シリカゲルを 2 g 充てんしたカラムクロマトグラフ管又は市販の大容量シリカゲルカートリッジを用いて行う。
- 4 カラムクロマトグラフ分離には、活性けい酸マグネシウムも使用できる。この際 20g を充てんしたカラムクロマトグラフ管を使用し、ヘキサンで溶出する。
- 5 測定は、キャピラリーカラムを装備したガスクロマトグラフ質量分析計の選択イオン検出法 (SIM 法)又はガスクロマトグラフ法(MC 法)による。

問 11 用水・排水中の農薬試験方法に関する日本工業規格(JIS K 0128)の高速液体クロマトグラフ法による多成分同時分析法では、5 物質を測定対象としている。オキシシン銅、チウラム以外の 3 物質について、次の組合せのうち、正しいものを一つ選べ。

- 1 アシュラム、トリクロピル、メコプロップ
- 2 アシュラム、イミダクロプリド、トリクロピル
- 3 アシュラム、チオベンカルブ、メコプロップ
- 4 イミダクロプリド、トリクロピル、メコプロップ
- 5 イプロジオン、エトフェンプロックス、トリクロピル

問 12 用水・排水中のフタル酸エステル類の測定に関する次の記述のうち、日本工業規格(JIS K 0450-30-10)の記述に適合しないものを一つ選べ。

- 1 フタル酸エステル類の試験においては、試薬、有機溶媒及び器具類からの汚染、操作及び空気中からの汚染が結果に大きく影響する。
- 2 測定対象物質は、内分泌かく乱作用が疑われるフタル酸エステル類 8 物質である。
- 3 試験に用いるガラス器具類は、水で洗浄した後、さらにアセトン、ヘキサンで洗浄後、105 ~ 110 で 2 時間以上加熱し、汚染のないところで放冷する。
- 4 溶媒抽出法による前処理では、試料にサロゲート物質及び塩化ナトリウムを加え、ヘキサンを加えてかき混ぜ抽出した後、濃縮し、一定量として脱水する。
- 5 固相抽出法による前処理では、試料にサロゲート物質を加え、固相カラム又は固相ディスクを通して、酢酸エチルで溶出し一定量とする。

問 13 溶液導電率方式二酸化硫黄濃度計による測定に関する次の記述のうち、誤っているものを一つ選べ。

- 1 試料ガス中に塩素や塩化水素が存在すると、吸収液の導電率は大きくなる。
- 2 吸収液の温度が上昇すると、導電率は大きくなる。
- 3 試料ガス中にアンモニアが存在すると、吸収液の導電率は小さくなる。
- 4 吸収液中に二酸化硫黄が吸収されると、導電率は小さくなる。
- 5 試料ガス中に二酸化窒素が存在すると、吸収液の導電率は大きくなる。

問 14 以下の排ガスあるいは排水中の成分のうち、その定量法としてガスクロマトグラフ法が JIS に採用されていない成分を一つ選べ

- 1 ホルムアルデヒド
- 2 ポリ塩素化ビフェニル
- 3 フェノール
- 4 硫酸化物
- 5 アルキル水銀 () 化合物

問 15 吸光光度法に関する次の記述のうち、正しいものを一つ選べ。

- 1 光源の強度と検出感度は、正比例関係にある。
- 2 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。
- 3 吸収セルの光路長を 2 倍にすると、透過率は 2 分の 1 になる。
- 4 モル吸光係数は、対象成分濃度と吸光度の 2 つから算出できる。
- 5 ほうけい酸ガラス製の吸収セルは、波長範囲 200 ~ 1200nm での測定に適している。

問 16 ICP(誘導結合プラズマ)質量分析法において、次の記述のうち誤っているものを一つ選べ。

- 1 分析試料は、通常、エアロゾル(aerosol)として導入する。
- 2 同位体の測定ができる。
- 3 ICP 発光分析法に比較し、10 ~ 100 倍以上高感度である。

- 4 測定に用いる分析装置には、四重極形質量分析計などがある。
- 5 四重極形質量分析計は、高分解能のため質量スペクトル干渉がほとんどない。

問 17 フレーム原子吸光法における次の記述のうち、誤っているものを一つ選べ。

- 1 難解離性化合物では熱解離が十分起こらず、化学干渉を生じる場合がある。
- 2 カルシウムに対するりん、硫黄及びアルミニウムの干渉除去には、高温フレームの方がよい。
- 3 アルカリ金属及びアルカリ土類金属は、高温フレームを適用すると感度が低下する。
- 4 イオン化を抑制し感度を上昇させるには、よりイオン化し易い元素を共存させるとよい。
- 5 アセチレン・一酸化二窒素フレームは、アセチレン・空気フレームに比較し、目的元素のイオン化の割合が小さい。

問 18 非分散形赤外線吸収方式濃度計に関する以下の文章の A、B に入る最も適切なものを一つ選べ。

非分散形赤外線吸収方式濃度計は として を用いる。

A	B
1 光源	タングステンランプ
2 光学フィルター	石英ガラス板
3 検出器	コンデンサーマイクロホン
4 セルの窓材	ほうけい酸ガラス
5 増幅器	光電子増倍管

問 19 JIS K 0095 に基づいて、真空フラスコ法(真空捕集瓶法)により煙道から排ガス試料採取を行う場合、必要でないものを一つ選べ。

- 1 積算流量計
- 2 乾燥管
- 3 真空ポンプ
- 4 真空マンメーター
- 5 洗淨瓶

問 20 濃度計の校正、検量線作成などに関する以下の記述のうち、誤っているものを一つ選べ。

- 1 標準ガスを用いて行う校正を、動的校正と言うことがある。
- 2 校正用ガスの代わりに等価液を用いる場合がある。
- 3 pH 計のゼロ校正は、フタル酸塩 pH 標準液を用いて行う。
- 4 ジルコニア方式酸素濃度計のゼロ校正は、一定の低濃度の酸素を含むガスを用いて行う。
- 5 ガスクロマトグラフ法における検量線の作成には、クロマトグラムピーク面積又はピーク高さを用いる。

問 21 吸収液を用いずに排ガス中のアンモニアを測定する濃度計として、最も不適切なものを一つ選べ。

- 1 ICP 質量分析計
- 2 ガスクロマトグラフ
- 3 紫外線吸収方式濃度計
- 4 非分散形赤外線吸収方式濃度計
- 5 化学発光方式濃度計

問 22 排ガス中の酸素自動計測器(JIS B 7983)に規定された磁気方式酸素濃度計に関する次の記述のうち、正しいものを一つ選べ。

- 1 酸素の磁化率が、共存するガスに比べて特に小さいことを利用している。
- 2 干渉試験用混合ガスの一成分として、一酸化窒素が使用される。
- 3 シルコニア方式に比べて、可燃性ガスを多量に含む排ガスには適さない。
- 4 加える磁界と地磁気の方が一致するように設置しなければならない。
- 5 ダンベル形検出方式のダンベルは、常磁性体である鉄を利用した検出素子である。

問 23 高速液体クロマトグラフ法に関する以下の記述のうち、誤っているものを一つ選べ

- 1 検出器として吸光光度検出器がよく使われる。
- 2 質量分析計と結合した装置の利用が増加している。
- 3 試料は移動相に溶解してから導入するとよい。
- 4 固定相の極性より移動相の極性が大きい場合、順相系と呼ばれる。
- 5 目的成分の分離や検出を容易にするために、誘導体化法を利用する場合もある。

問 24 ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)の装置構成に関する次の記述のうち、誤っているものを一つ選べ。

- 1 GC 部は、試料成分を分離する部分で、キャリアーガス流量調節部、試料導入部、カラム、カラム槽などからなる。
- 2 GC と MS の接続は、充てんカラムを用いる場合には直結し、口径の小さいキャピラリーカラムの場合にはセパレーターを用いる。
- 3 MS 部では、GC 部で分離された成分をイオン化し、質量分離部で m/z に応じて分離した後、これを検出する。
- 4 質量分離部には磁場形、四重極形、イオントラップ形などがある。
- 5 MS 部にある直接試料導入部は、試料をイオン化室へ直接導入するための部分である。

問 25 大気中の浮遊粒子状物質自動計測器(JIS B 7954)に規定されたベータ線吸収方式による浮遊粒子状物質(SPM)の濃度測定方法に関する次の記述のうち、正しいものを一つ選べ。

- 1 測定用線源には、 ^{14}C や ^{147}Pm などを用い、取り扱いを容易にするためその放射能を 100mCi 以下としている。
- 2 浮遊状態のまま質量濃度を測定することができる。
- 3 吸引する空気の総量が一定であれば、流量は必ずしも一定である必要はない。
- 4 粒子捕集前のろ紙のベータ線吸収量を測定しておく必要がある。
- 5 10 μm 以上の粒子を除く分粒装置は必要ない。