

環境測定分析士 1 級試験 模範問題

選択（記述）問題 第 1 分野（一般項目）

平成 23 年 2 月 25 日 掲載

- 問 1-1 自動計測器を用いて排水中の窒素・りんを測定する場合、試料採取装置の設置場所としてふさわしい条件（場所）を挙げ、その理由について詳しく記述しなさい。
- 問 1-2 試験所が良好な試験品質を確保・維持していくために要求される管理事項は非常に多い。このうち、試験の実行プロセスにおいて、信頼性の高い試験結果を得るために必要な管理項目を挙げ、詳しく記述しなさい。
但し、人に関する項目（組織、教育等）は含まないものとする。
- 問 1-3 水質環境基準告示（昭和 46 年環境庁告示第 59 号）により、環境水中のほう素を測定する 3 種の方法を挙げ、各測定方法（測定手順、妨害物質の除去方法、操作上の注意点など）について、それぞれ詳しく記述しなさい。
- 問 1-4 大気中のガス状成分を捕集する方法として、固相吸着法、液体吸収法、フィルター捕集法などが挙げられる。そのうち、液体吸収法であるインピンジャー法について、原理、大気の通気速度、注意点及び捕集率（回収率）を求める方法をそれぞれ詳しく記述しなさい。
- 問 1-5 排水基準告示（昭和 49 年環境庁告示第 64 号）により、排水中の窒素含有量（全窒素）を測定する 2 種の方法を挙げ、各測定方法（測定手順、適用範囲、操作上の注意点、窒素の算出方法など）について、それぞれ詳しく記述しなさい。

問 1-6 土壤汚染対策法の第二種特定有害物質であるシアン化合物について、土壤汚染対策法に基づき土壤含有量及び土壤溶出量を求めるための土壤採取から試料の調製、検液の作成までの手順について、それぞれ詳しく記述しなさい。

問 1-7 大気中微小粒子状物質（PM 2.5）の測定法であるフィルタ振動（TEOM）法及びβ線吸収法の原理、特長、問題点について、それぞれ詳しく記述しなさい。

問 1-8 以下に示す試料の BOD 測定について、それぞれ詳しく記述しなさい。

- ① 好気性微生物及び細菌が存在しない、又はその数が不足している試料
- ② アンモニアなどの窒素化合物を酸化する硝化細菌が多く存在する試料
- ③ 残留塩素などの酸化性物質を含む試料

選択（記述）問題 第2分野（金属類）

- 問 2-1 排水基準告示（昭和 49 年環境庁告示第 64 号）により、排水中のセレンを測定する 3 種以上の方法を挙げ、各測定方法（測定手順、操作上の注意点など）について、それぞれ詳しく記述しなさい。
- 問 2-2 フレーム原子吸光法における一般的な光学的バックグラウンド補正方式を 3 種以上挙げ、それぞれ詳しく説明しなさい。
- 問 2-3 ICP 発光分光分析法及び ICP 質量分析法において、耐ふっ化水素酸試料導入装置はどのような目的で使用されるか、また、その導入装置のネブライザー、スプレーチャンバーはどのような材質であるかについて、それぞれ詳しく記述しなさい。
- 問 2-4 試料を前処理した後のナトリウム濃度が高い検液について、ICP 発光分光分析法により多元素同時定量（測定対象：Cu, Zn, Pb, Cd, Mn, Fe, Ni, Co）を行なう場合、その操作方法及び注意しなければならない事項について詳しく記述しなさい。
- 問 2-5 土壌試料中の鉛濃度を測定するにあたり、それぞれ土壌環境基準告示（平成 3 年環境庁告示第 46 号）、土壌汚染対策法含有量試験（平成 15 年環境省告示第 19 号）、底質調査方法（昭和 63 年環水管第 127 号）及びふっ化水素酸を用いた混酸分解法の 4 種の方法で検液の作成（又は前処理）を行った。それぞれの方法で得られた鉛の測定値を土壌試料中濃度（mg/kg）で表したとき、予測される濃度の大小を不等号（又は等号）を使用して比較しなさい。また、何故そのように考えたかについて各方法を示し、詳しく記述しなさい。
- なお、上記 4 法のうち、溶出液中の濃度（mg/L）で表される場合は、土壌中濃度（mg/kg）に換算するものとする。

問 2-6 2008 年に JIS K 0102 (工場排水試験方法) が改正され、ひ素の分析法としてあらたに ICP 質量分析法が採用された。この分析法では塩素に起因するスペクトル干渉を以下の式によって補正することとしている。

$$I_{As} = I_{75} - (A_{35} / A_{37}) \times f_{75/77} \times I_{77}$$

I_{As} : ひ素の指示値

I_{75} : m/z 75 における指示値

I_{77} : m/z 77 における指示値

A_{35} : ^{35}Cl の同位体存在度

A_{37} : ^{37}Cl の同位体存在度

$f_{75/77}$: m/z 75 と 77 に対する質量差別効果の係数

この補正式に用いる $f_{75/77}$ の質量差別効果及び $f_{75/77}$ を求める方法について、それぞれ詳しく記述しなさい。

問 2-7 キレート樹脂やキレートディスクを使用して海水中のカドミウム、鉛、ウランとその他の共存物質を分離する工程について記述しなさい。また、海水をこの方法で前処理する際、共存するカルシウムに対する注意点について詳しく記述しなさい。

問 2-8 環境水試料のカドミウム分析を ICP 質量分析法で行った。試料を希釈せずにそのまま測定に供したところ $3.5 \mu\text{g/L}$ の結果となり、精製水で 10 倍に希釈したのち測定に供したところ $0.42 \mu\text{g/L}$ の結果を得た。10 倍希釈後の測定値 (カドミウム濃度) が高くなった要因として考えられる事象を 3 つ挙げ、それぞれの要因を検証するための実験手順と実験結果の解釈法について詳しく記述しなさい。

選択（記述）問題 第3分野（有機物類）

問 3-1 JIS 等の公定法に定めのない被検成分 A について、水質試料 1 L から固相抽出-GC/MS で分析する際の分析法の検出下限値（いわゆる MDL : Method Detection Limit）を決定する手順と留意点について詳しく記述しなさい。

但し、被検成分 A は、水質試料 1 L を分析する場合、市販の固相カートリッジでほぼ完全に捕集・溶出が可能であり、誘導体化及びクリーンアップ操作なしで GC/MS 分析が可能な物質である。また、試料は 1 L 全てを分析に供し、最終液量は 1 mL とする。

問 3-2 高速液体クロマトグラフィー（HPLC）では、その種類を分類するときに様々な基準に基づいて分類される。分離機構に基づいて分類した場合の HPLC の種類を 5 つ以上挙げ、各分離機構について、それぞれ詳しく記述しなさい。

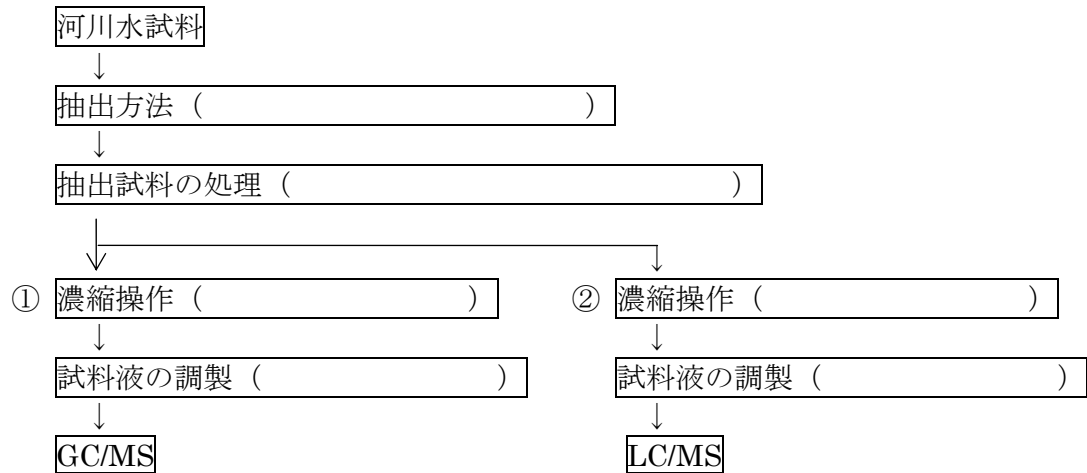
問 3-3 ガスクロマトグラフィー（GC）で化合物を同定する場合、保持指標（Retention Index）がしばしば利用される。保持指標の意味と計算の方法について、それぞれ詳しく記述しなさい。

問 3-4 実試料を液体クロマトグラフ質量分析計（LC/MS）により測定した場合、測定対象化合物のイオン化抑制が起こることがある。イオン化抑制が起こったか否かの確認方法とイオン化抑制が起きている場合の対処法について詳しく記述しなさい。

問 3-5 容器採取法による揮発性有機化合物（VOCs）の試料採取にあたっては、その信頼性を確保するために、あらかじめ容器の回収率と保存性の確認が必要である。その確認方法（容器の材質・性能、洗浄方法、保管方法）について、詳しく記述しなさい。

問 3-6 河川水中のアセフェート (分子式: $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_3\text{S})\text{P}=\text{ONHC}=\text{OCH}_3$ 、 $\log K_{ow}$: -0.89、水溶解度: 818 g/L (25°C)、蒸気圧: 0.226 mPa(24°C)) の分析方法に関して、以下のフローチャートを作り、() 内に入る事象を具体的に記述しなさい。また、抽出方法、抽出試料の処理について、その方法の選定理由を述べるとともに、GC/MS、LC/MS の留意点についても詳しく記述しなさい。

【フローチャート】



問 3-7 水中の脂肪族飽和アルデヒド類を分析する場合、アルデヒドを誘導体化し、クロマトグラフで分離して定量する方法がしばしば使われる。いくつかある誘導体化法の一つを取り上げて、誘導体化の化学反応式を示し、誘導体化の一般的操作法や使用するクロマトグラフの種類と検出器、その誘導体化法の特徴などについて詳しく記述しなさい。

問 3-8 土壤汚染対策法の第一種特定有害物質について、土壤ガス調査を行う場合の採取から分析までの方法、土壤ガスが採取できない場合に行う地下水調査の採取から分析までの方法、更に、調査対象物質が検出された場合に行う溶出試験方法の試料採取、採取試料の取扱い、分析方法について詳しく記述しなさい。

選択（記述）問題 第4分野（超微量有機物類）

- 問 4-1 ダイオキシン類による土壤汚染を対象とした範囲確定調査及び対策効果確認調査の進め方について詳しく記述しなさい。
- 問 4-2 水生生物を対象としたダイオキシン類モニタリング調査における調査方法、調査対象生物、調査時期、捕獲方法、分析検体及び検体測定・運搬について詳しく記述しなさい。
- 問 4-3 ダイオキシン類及び PCB の前処理に使用するカラムクロマトグラフィーの充填剤を列挙し、各充填剤で除去できる夾雑物について、どのような媒体由来のどのような物質(名称等)であるかなどを具体的に挙げて詳しく記述しなさい。
- 問 4-4 ダイオキシン類の分析において、PCDDs/Fs と DL-PCB を1つの画分として GC/MS 測定を行った場合、どのような利点と欠点があるか。具体的な媒体名、使用カラム等を挙げて詳しく記述しなさい。
- 問 4-5 底質中のダイオキシン類の測定操作における、同定及び定量に関する留意事項について詳しく記述しなさい。
- 問 4-6 JIS K 0311（排ガス中のダイオキシン類の測定方法）、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）に検出下限及び定量下限について記載されている。それらの測定方法と求め方について具体的な媒体を挙げ、詳しく記述しなさい。

問 4-7 土壌・底質試料を対象としたダイオキシン類の調査において、精度管理に関する記録保管すべき（各種記録表などに記載するもの）内容にはどのようなものがあるか、詳しく記述しなさい。

問 4-8 「環境大気ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル」のトラベルブランク試験について、その定義と測定操作、測定値の補正について詳しく記述しなさい。