

三酸化二ヒ素

Arsenic Trioxide

As₂O₃ : 197.84

本品を乾燥したものは定量するとき、三酸化二ヒ素 (As₂O₃) 99.5%以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験 本品0.2 gに水40 mLを加え、水浴上で加熱して溶かした液は亜ヒ酸塩の定性反応 (1.09) を呈する。

純度試験 溶状 本品1.0 gをアンモニア試液10 mLに弱く加熱して溶かすとき、液は澄明である。

乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1 g, 105°C, 3時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.15 gを精密に量り、水酸化ナトリウム溶液(1→25) 20 mLを加え、必要ならば加温して溶かす。水40 mL及びメチルオレンジ試液2滴を加え、液が淡赤色になるまで希塩酸を加えた後、炭酸水素ナトリウム2 g、水50 mLを加え、0.05 mol/Lヨウ素液で滴定 (2.50) する(指示薬：デンプン試液3 mL)。

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL = 4.946 mg As₂O₃

貯法 容器 気密容器。

酸素

Oxygen

O₂ : 32.00

本品は空気液化分離法により製造された酸素である。

本品は定量するとき、酸素(O₂) 99.5 vol%以上を含む。

性状 本品は大気圧下において無色のガスで、においはない。

本品1 mLは温度20°C、気圧101.3 kPaで水32 mL又はエタノール(95) 7 mLに溶ける。

本品1000 mLは温度0°C、気圧101.3 kPaで1.429 gである。

確認試験

本品及び酸素1 mLずつを、減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。これらのガスにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき、本品から得た主ピーク及び酸素から得たピークの保持時間は等しい。

試験条件

純度試験の試験条件を準用する。

純度試験 窒素 本品1.0 mLを、減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い、窒素のピーク面積A_Nを求める。別に混合ガス調製器に窒素0.50 mLを採取し、キャリアーガスを加

えて全量を正確に100 mLとし、よく混合して標準混合ガスとする。その1.0 mLにつき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積A_Nを求めるとき、A_NはA_Sより大きくない。

試験条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径3 mm、長さ3 mの管に250 ~ 355 μmのガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5 nm)を充填する。

カラム温度：50°C付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約5分になるように調整する。

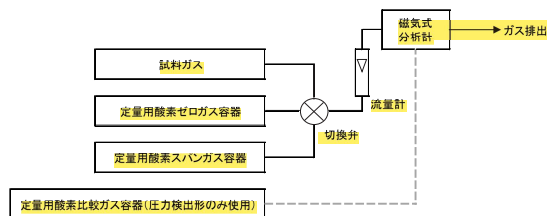
システム適合性

システムの性能：混合ガス調製器に窒素0.5 mLを採取し、本品を加えて100 mLとし、よく混合する。その1.0 mLにつき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素の順に流出し、その分離度は1.5以上である。

システムの再現性：標準混合ガス1.0 mLにつき、上記の条件で試験を5回繰り返すとき、窒素のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

定量法 磁気式分析法によるものとする。

(i) 装置 定量用酸素ゼロガス、定量用酸素スパンガスが、試料ガス導入系統と切換え弁を介して個別に装置に導入される。磁気力方式圧力検出形の装置は上記ガスに加えて定量用酸素比較ガスの導入系統も付随している。各ガスは、装置への導入に当たって流量計、圧力計により装置で規定された流量に制御して導入される。



(ii) 操作法 装置に定量用酸素ゼロガスを設定流量で導入し、指示安定後、ゼロ調整を行う。次に定量用酸素スパンガスを設定流量で導入し、指示安定後、スパン調整を行う。調整後の両指示値が当該装置の仕様の範囲内にあることを確認し、装置の適切性を確認する。各校正ガスの導入を止め、試料ガスを設定流量で導入し、指示V(vol%)を読み取る。

酸素の量(vol%) = V(vol%)

なお、装置を定期的な校正により管理する場合は、当該装置の製造業者の推奨、過去の管理記録、又は統計的手法によりその校正頻度を適切に定め、かつ当該装置の製造業者の推奨する範囲に使用環境及び試料ガスの導入条件を維持する。

貯法

保存条件 40°C以下で保存する。

容器 耐圧密封容器。