

3. 物理化学的性質及び成分規格に関する資料

(1) 名称

一般名：亜酸化窒素

別の名称：一酸化二窒素、酸化二窒素、笑気

英語：Nitrous oxide、Dinitrogen monoxide、Hyponitrous acid anhydride、Laughing gas

INS 番号：942

化学名：Dinitrogen monoxide

CAS 番号：010024-97-2

(2) 構造式又は示性式

示性式：N₂O

(3) 分子式及び分子量

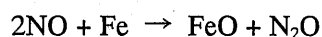
分子式：N₂O

分子量：44.01

(4) 含量規格：本品は定量するとき、亜酸化窒素 (N₂O) を 97.0 % (v/v) 以上含む。

(5) 製造方法：

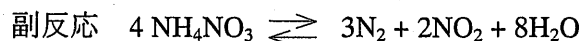
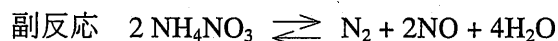
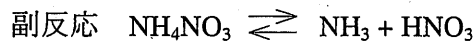
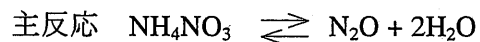
実験室では硝酸に鉄を作用させると少量の亜酸化窒素が得られる。最初は酸化窒素ができるが、さらに還元されて亜酸化窒素となる。



工業的には硝酸アンモニア分解法、アンモニア酸化法及びスルファミン酸法の3つの方法がある。

1) 硝酸アンモニア分解法

硝酸カリと硝酸ソーダ 1:1 の共融混合物を 246~267 °C に保持し、この熔融塩を攪拌しながら 80 % の硝酸アンモニウム水溶液を一定の流量で滴下しながら分解させる。

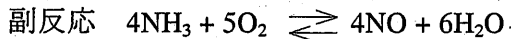
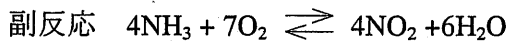
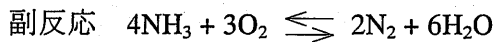
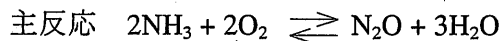


反応によって生成されたガスは、N₂O 97~98 % であり、不純物として N₂、NH₃、NO、NO₂ を含んでいる。この反応によって得られた粗製 N₂O 中の水蒸気を冷却器で凝縮除去後、カセイソーダ水溶液、コクスフィルター、過マンガン酸カリのアルカリ水溶液、硫酸で洗浄することにより、不純物を除去し精製 N₂O を得る。次に圧縮液化後、深冷分離により、N₂ 等の不凝縮ガスを分離して、精製された液体 N₂O は容器に充填して製品となる。

2) アンモニア酸化法

アンモニアを触媒により酸化して亜酸化窒素を得る方法であるが、触媒の寿命が短いことと反応生成物中の亜酸化窒素濃度が低いことにより工業化が困難であった。酸化マンガン・酸化ビスマスの混合物を触媒として用い、触媒製造法を改良することにより、触媒の寿命は大幅に向上した。

また、反応生成物中の N_2O 濃度を上昇させるために、反応生成物中の微量不純物である NO 、 NO_2 を除去後、反応生成物の一部を反応系へ循環させつつ、 NH_3 を O_2 で酸化して N_2O を産生する。

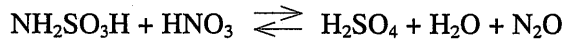


反応温度 300~350 °C

反応によって得られた粗製 N_2O ガスを加圧下で水に吸収させ、減圧下で水より放散させることにより O_2 、 N_2 を分離して高純度の亜酸化窒素を得る。さらに圧縮液化後、容器に充填して製品とする。

3) スルファミン酸法

スルファミン酸と硝酸を 80 °C~110 °C で反応させて得られる。



(参考)

ホイップクリーム缶の製法²³⁾

ホイップクリームミックス液は乳製品専用充填機で耐圧缶に充填されてすぐバルブがクランプされる。そして密閉された缶はガッサー（ガス充填装置）に送られる。ホイッピング用ガスは大型の液化ガスタンクから減圧装置を経て、密閉缶に取り付けられたクリーム用バルブを通じてガス充填される。ガス充填されたクリームミックス液は 10~30 秒間激しく振盪される。これはクリーム液相のガス圧力と缶のヘッドスペースのガス圧力とを、速く平衡させるためである。70 °F (21.1°C) において製品の平衡圧力はおおよそ 80~100 psig (5.4~6.8 kg/cm²) になる。12 オンス（満注量 580 ml）の缶に 7 オンス (198.5 g) ホイップクリームを充填する場合に必要なガスの量は 6~8 g 程度になる。

(6) 性状

本品は室温、大気圧下において無色のガスで、においはない。

溶解性:本品 1 ml は温度 20 °C、気圧 101.3 kPa で、水 1.5 ml 又はエタノール(95) 0.4 ml に溶け、ジエチルエーテル又は脂肪油にやや溶けやすい。

重量:本品 1000 ml は温度 0 °C、気圧 101.3 kPa で約 1.96 g である。

(7) 確認試験

- 1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。
- 2) 本品及び亜酸化窒素 1 ml ずつにつき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、本品から得た主ピークの保持時間は、亜酸化窒素の保持時間に一致する。

(8) 示性値 ⁽²⁴⁾

- 1) 融点: -90.7 °C
- 2) 沸点(気圧 760 mmHg): -88.7 °C

(9) 純度試験

本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上、18~22°C に保った後、20°C で、気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする。

1) 一酸化炭素 ^{*1}

本品 5.0 ml を、ガスクロマトグラフ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法により試験を行うとき、一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。

操作条件

検出器: 熱伝導度型検出器

カラム: 内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300~500 μm のガスクロマトグラフ用ゼオライト(孔径 0.5 nm) を充てんする。

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: 一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定: 混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 ml 及び空気 0.1 ml を採取し、キ

^{*1} ゼオライトをカラム充てん剤として用いた場合、N₂O はゼオライトに吸着され、そのピークは現れないが、O₂、N₂ および CO はその順序に明瞭に分離されるので、CO が混在した場合にはその CO を定量することもできる。

キャリアガスを加えて 100 ml とし、よく混合する。その 5.0 ml につき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素、一酸化炭素の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 ml から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する。

2) 塩化物

Cl として $5 \mu\text{l/l}$ 以下¹

0.1 mol/l 硝酸銀溶液 2.5 ml に水を加えて 50 ml とする。この液に本品 10 L を通じるとき、5 分後に生成する乳光色は、0.1 mol/l 硝酸銀溶液 2.5 ml、塩化物イオン標準原液 1 ml、及び希硝酸 0.15 ml を水で 50 ml にした混液を 5 分間放置して得られる色調より濃くない。

3) 一酸化窒素及び二酸化窒素

容器の気相部分 $550 \pm 50 \text{ ml}$ を検知管で決められた規格速度で通す時、指示計の変化は $5 \mu\text{l/l}$ 以下である。

4) 硫化水素、ヒ化水素及びリン化水素

硝酸銀アンモニア試液 25 ml 及びアンモニア試液 3 ml をネスラー管に入れる。内径約 1 mm のガス導入管をネスラー管に挿入し、その先端を管底から 2 mm 以内の所に保持し、15 分間で本品 1,000 ml を光を避けて通すとき、液は褐色を呈さない。

(10) 定量法²

本品の採取は純度試験を準用する。

本品 1.0 ml を、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取し、このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、空気のピーク面積 A_T を求める。別に混合ガス調製器に窒素 3.0 ml を採取し、キャリア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_S を求める。

$$\text{亜酸化窒素の量 (N}_2\text{O) (vol \%)} = 100 - 3 \times A_T / A_S$$

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300~500 μm のガスクロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50℃付近の一定温度

¹ 塩化水素などの混在を検する。

² N_2O は反応性に乏しく化学的特性を利用した定量は困難である。主な不純物は製造工程から見て N_2 及び O_2 とみなして良く、 N_2 及び O_2 の含有量を精度の良いガスクロマトグラフ法で定量し、試料中の空気の混在量 (%) を測定し、これを 100 (%) から差し引くことによって N_2O を定量することができる。

キャリアガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約2分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 3.0 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、窒素、本品の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき試験を 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。

(11) 亜酸化窒素の安定性

1) 化学的性質⁽²⁵⁾

- ① 亜酸化窒素は通常温度では安定であり、またオゾン、水素、ハロゲン類、アルカリ金属類とは反応しない。
- ② 昇温させると、亜酸化窒素は分解して窒素と酸素を生成する。約 600℃が最適な分解温度である。
- ③ 昇温させると、亜酸化窒素は燃焼を促進し、特定の有機化合物、アルカリ金属類等を酸化させる。
- ④ 亜酸化窒素はアルカリ溶液に溶けるが、次亜硝酸塩を生成しない。
- ⑤ 低温では結晶性の六水和物を生成する。

2) 安定性⁽²⁶⁾

- ① 加熱下では、亜酸化窒素の元素状の不可逆性及び発熱性により、亜酸化窒素は酸素の含有量が空気より高い混合物を生成する。空気中の酸素濃度が 21 %に対して、酸素 1 に対して窒素 2 となる。
- ② この分解は約 650℃で起き、銀、プラチナ、コバルト酸化物、銅酸化物、ニッケル酸化物の触媒の存在下では約 350℃で開始される。
- ③ これらの条件下では亜酸化窒素は支燃性ガスとなり、他の可燃性ガスと混ざると可燃性及び爆発性混合物を生成する。