

(9) 一酸化窒素		本品 550±50 mL を、容器中の気相から検知管で定められた流速で一酸化窒素-二酸化窒素検知管に通じるとき、指示計の変化は、1 ppm 以下に相当する。	一酸化窒素および二酸化窒素： 一酸化窒素-二酸化窒素検知管により測定を行うとき (2.1.6)、2 ppmV/V 以下である。
(10) 二酸化窒素		容器のバルブを開けるとき、容器中の液相が、通過する間に気化し、霜が検知管の入口につくのを防ぐのに十分な長さの管を通して流出されるように容器を調節する。気化した試料 550 mL を得るのに十分な量と、装置から十分に空気が置換されるのに必要な過剰量を液相から流す。このガス 550±50 mL を、一酸化窒素-二酸化窒素検知管に定められた流速で一酸化窒素-二酸化窒素検知管に通じるとき、指示計の変化は 1 ppm 以下に相当する。	
(11) 空気		1.0 % 以下。 定量法に従って測定する。	
定量法	<p>本品の採取は純度試験を準用する。本品 1.0 mL を減圧弁を取り付けた耐圧金属製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_S を求める。亜酸化窒素の量 (N_2O) (vol%) = $100 - 3 \times A_T / A_S$。</p> <p>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 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 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。</p>	<p>本品を二酸化窒素の測定方法に従って、液相から採取し、ガスサンプリングバルブを用いてガスクロマトグラフに注入する。次の操作から得られるピーク反応が、フルスケールの 70 % 以上に相当するように GC 法の操作条件を選ぶ。</p> <p>長さ 6 m、内径 4 mm の管に多孔性ビーズを充てんし、N_2O から窒素と酸素を完全に分離できる (但し、窒素と酸素は分離出来ない) カラムをつけた通常の装置を用いるのが望ましい。キャリアーガスには産業用ヘリウム (99.99 %) を、検出器には熱伝導度型を用い、カラム温度は調節する。</p> <p>試料のピーク反応の保持時間は、空気-ヘリウム標準ガスから得た保持時間に相当し、空気-ヘリウム標準ガスのピーク反応と比較したとき、試料中の空気は 1.0 % 以下に相当し、亜酸化窒素は 99.0 % 以上を示す。</p>	<p>ガスクロマトグラフ法により測定する。気体を試料とする。</p> <p>操作条件 カラム：長さ 2 m、内径 2 mm の管にクロマトグラフ用シリカゲル (250~355 μm) を充てんしたステンレスチールカラム キャリアーガス：ヘリウム 流量：50 ml/min 検出器：熱伝導度型検出器 カラム温度および注入口の温度：60℃ 検出器温度：130℃ 試料および標準ガスを注入する。標準ガスから得られるピークの高さが、記録装置のフルスケールの少なくとも 35 % になるように注入量、操作条件を調節する。試料ガスから得られる亜酸化窒素のピーク面積は、標準ガスから得られる亜酸化窒素の面積の少なくとも 98 % である。</p>
貯法	40℃ 以下、 耐圧金属製密封容器	容器 (Cylinders)	栓および弁に油が存在しない、圧力下で液化される適当な容器 (Cylinders)

3) 成分規格案による実測値

亜酸化窒素を規格案および試験方法に基づき5ロット、3回の試験を実施した(31)。
使用した亜酸化窒素のロット番号は、以下の表の通りである。

試料明細

試料	Lot. No.
1	010706-11
2	010706-12
3	010710-12
4	010711-11
5	010711-12

① 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。

結果：

試料	1回目	2回目	3回目	平均	判定
1	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	適	適
2	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	適	適
3	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	適	適
4	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	適	適
5	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	木片は直ちに燃えた。	適	適

いずれのロットにおいても、本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃え、規格に適合した。

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。

結果：ピークの保持時間

(単位：分)

試料	1回目	2回目	3回目	平均値	標準偏差	判定
1	9.01	8.98	8.89	8.96	0.06	適
2	9.02	9.01	8.92	8.98	0.06	適
3	9.03	8.87	8.92	8.94	0.08	適
4	9.09	8.92	8.88	8.96	0.11	適
5	9.05	8.84	8.89	8.93	0.11	適
	最大値 9.09 最小値 8.84			ロット間 平均値 8.95	ロット間 標準偏差 0.08	

いずれのロットにおいても、主ピークの保持時間は亜酸化窒素のピークの保持時間(8.99分)と同じであり、規格に適合した。

② 純度試験

1) 一酸化炭素

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 光イオン化検出器

カラム Molecularsieves 5A 60~80 Mesh (内径 3 mm、長さ約 3 m)

カラム温度 70℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 20 ml/min

結果：

試料	1回目	2回目	3回目	平均	判定
1	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	適	適
2	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	適	適
3	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	適	適
4	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	適	適
5	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。	適	適

いずれのロットにおいても、一酸化炭素の流出位置にピークを認めず、規格に適合した。

2) 塩化物

Clとして $5\mu\text{l/l}$ 以下

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。

結果：

試料	1回目	2回目	3回目	判定
1	適	適	適	適
2	適	適	適	適
3	適	適	適	適
4	適	適	適	適
5	適	適	適	適

いずれのロットにおいても、5分後の液の色は無色透明であり、比較液よりも濃くなく、規格に適合した。

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。

結果：

試料	1回目	2回目	3回目	判定
1	適	適	適	適
2	適	適	適	適
3	適	適	適	適
4	適	適	適	適
5	適	適	適	適

いずれのロットも一酸化窒素及び二酸化窒素は検出せず（検知限度： 0.01 ppm ）、規格に適合した。

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。

結果：

試料	1回目	2回目	3回目	平均値	判定
1	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	適	適
2	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	適	適
3	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	適	適
4	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	適	適
5	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	液は褐色を呈さない	適	適

いずれのロットにおいても、液は褐色を示さず、規格に適合した。

③ 含 量 本品は定量するとき、亜酸化窒素 (N₂O) 97.0 vol%以上を含む。

結果：

(単位：vol%)

試料	1回目	2回目	3回目	平均値	標準偏差	判定
1	99.9998	99.9999	99.9999	99.9999	0.0001	適
2	99.9999	99.9999	99.9998	99.9999	0.0001	適
3	99.9999	99.9999	99.9999	99.9999	0.0000	適
4	99.9998	99.9999	99.9999	99.9999	0.0001	適
5	99.9999	99.9999	99.9999	99.9999	0.0000	適
	最大値 99.9999 最小値 99.9998			ロット間 平均値 99.9999	ロット間 標準偏差 0.0000	

いずれのロットにおいても、亜酸化窒素 (N₂O) 99.9998 vol%以上であり、規格に適合した。

4) 総括

本規格案で、5ロットについて3回試験した結果、いずれのロットも本規格案の全ての規格値に適合した。

規格項目	規格案及び試験方法	試験結果	総合判定
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。	本品は室温、大気圧下において無色のガスで、においはなかった。	適合
確認試験	燃焼試験 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。	本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃えた。	適合
	GC法によるピークの保持時間 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。	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した。	適合
純度試験	一酸化炭素 本品 5.0 ml を GC 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。	本品 5.0 ml を GC 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かった。	適合
	塩化物 Cl として 5 μl/l 以下 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。	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 分後の液の色は無色透明であり、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かった。	適合
	一酸化窒素及び二酸化窒素 容器の気相部分 550 ± 50 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 μl/l 以下である。	容器の気相部分 550 ± 50 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 μl/l 以下であった。	適合
	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。	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、液は褐色を呈さなかった。	適合
含量	97.0 vol% 以上	99.9998 ~ 99.9999 vol%	適合