

温度を 135 ~ 145 °C に保つように A を加熱する。蒸留速度は 1 分間約 10 mL とする。留液が約 170 mL になったとき、蒸留を止め、C の少量を水で洗い、洗液を留液に合わせ、水を加えて正確に 200 mL とし、これを試験液とする。以下酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。ただし、補正液は調製しない。

$$\begin{aligned} & \text{試験液中のフッ素 (F : 19.00) の量 (mg)} \\ & = \text{標準液 5 mL 中のフッ素の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{200}{V} \end{aligned}$$

フッ素 (F) の量は 0.08 % 以下である。

強熱減量 10 % 以下 (0.25 g, 900 °C, 恒量)。

定量法 本品を 900 °C で恒量になるまで強熱し、その約 0.2 g を精密に量り、水 10 mL 及び希塩酸 4.0 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

この 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験 (5) で得た酸化カルシウム (CaO) に対応する 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く。

$$\begin{aligned} & 0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸} \\ & \text{二水素二ナトリウム液 1 mL} \\ & = 2.0152 \text{ mg MgO} \\ & \text{酸化カルシウム (CaO) 1 mg} \\ & = 0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸} \\ & \text{二水素二ナトリウム液 0.36 mL} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

## 三酸化ヒ素

Arsenic Trioxide

三酸化二ヒ素  
亜ヒ酸

As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 197.84

本品を乾燥したものは定量するとき、三酸化ヒ素 (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 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 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 ヨウ素液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3 mL)。

$$0.05 \text{ mol/L ヨウ素液 1 mL} = 4.946 \text{ mg As}_2\text{O}_3$$

貯法 容器 気密容器。

## 酸素

Oxygen

O<sub>2</sub> : 32.00

本品は定量するとき、酸素 (O<sub>2</sub>) 99.5 vol% 以上を含む。

性状 本品は無色のガスで、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 で約 1.429 g である。

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) 本品及び酸素 1 mL ずつを、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、それぞれ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。これらのガスにつき、純度試験 (5) 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、酸素の保持時間に一致する。

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である。

(1) 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水 400 mL にメチルレッド試液 0.3 mL 及びプロモチモールブルー試液 0.3 mL を加え、5 分間煮沸する。その 50 mL ずつを 3 本のネスラー管 A、B 及び C に入れる。更に A 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を、B 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加え、密栓をして冷却する。次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し、15 分間で本品 1000 mL を A 管中に通じるとき、液の色は B 管中の液のだいたい赤色又は C 管中の液の黄緑色より濃くない。

(2) 二酸化炭素 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ、本品 1000 mL を (1) と同様の方法で通じるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液: 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ、炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える。

(3) 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液 15 mL ずつを 2 本のネスラー管 A 及び B にとり、これに酢酸 (100) 1 滴ずつを加えて混和し、A 液及び B 液とする。A 液に本品 2000 mL を (1) と同様の方法で 30 分間で通じるとき、A 液の色は密栓して放置した B 液の色と同じである。

(4) 塩化物 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり、これに硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混