

○経済産業省告示第七十八号

揮発油等の品質の確保等に関する法律施行規則（昭和五十二年通商産業省令第二十四号）第二十二條第五項、第二十三條第五項及び別表第五の軽油生産業者、軽油輸入業者及び軽油加工業者の委託に係る分析の項の試験方法の欄第四号の規定に基づき、軽油中の脂肪酸メチルエステル又はトリグリセリドの濃度の測定方法として経済産業大臣が定める方法を次のように定め、平成十九年三月三十一日から適用する。

平成十九年三月二十二日

経済産業大臣 甘利 明

軽油中の脂肪酸メチルエステル又はトリグリセリドの濃度の測定方法として経済産業大臣が定める方法

1. 適用範囲

この測定方法の定量範囲は、脂肪酸メチルエステルについて0.1～10質量%、トリグリセリドについて0.01～0.1質量%である。なお、適用範囲を超える脂肪酸メチルエステル又はトリグリセリドの濃度を測定する場合には、試料を希釈して、この測定方法に準じて測定を行ってもよい。

2. 引用規格

次に掲げる規格は、この測定方法に引用されることによって、この測定方法の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

- (1) 工業標準化法（昭和24年法律第185号）に基づく日本工業規格（以下「日本工業規格」という。）
K0124号（高速液体クロマトグラフー通則）
- (2) 日本工業規格K2204号（軽油）
- (3) 日本工業規格K2249号（原油及び石油製品ー密度試験方法及び密度・質量・容量換算表）
- (4) 日本工業規格K2251号（原油及び石油製品ー試料採取方法）
- (5) 日本工業規格Z8401号（数値の丸め方）
- (6) 日本工業規格Z8402-6号（測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）ー第6部：精確さに関する値の実用的な使い方）

3. 定義

この測定方法で用いる主な用語及び定義は次のとおりとする。

- (1) 脂肪酸メチルエステル（FAME）

動物油、植物油などをメチルエステル化し、精製して製造されたディーゼル燃料用の脂肪酸メチルエステル。

(2) トリグリセリド

主に炭素数16～18の脂肪酸からなるトリグリセリドを主成分とする油脂。

4. 測定の原理

試料を試料導入装置から測定条件を設定した高速液体クロマトグラフに導入する。試料は、0.4%の2-プロパノール/*n*-ヘキサン溶解液と共にシリカゲルカラムを通り、固定相と移動相の間の分配係数の違いに基づいて軽油、脂肪酸メチルエステル (FAME)、トリグリセリドの順に溶出し、それぞれを示差屈折率検出器で検出する。脂肪酸メチルエステル (FAME) 濃度 (質量%) はステアリン酸メチルエステルを標準に、トリグリセリド濃度 (質量%) はトリリノレインを標準に用いてあらかじめ作成した検量線から求める。

5. 測定器及び器具

測定器及び器具は次のとおりとする。

(1) 構成

測定器の高速液体クロマトグラフの構成の例を以下の図に示す。高速液体クロマトグラフに共通する一般事項は、日本工業規格K0124号（高速液体クロマトグラフ一般通則）による。

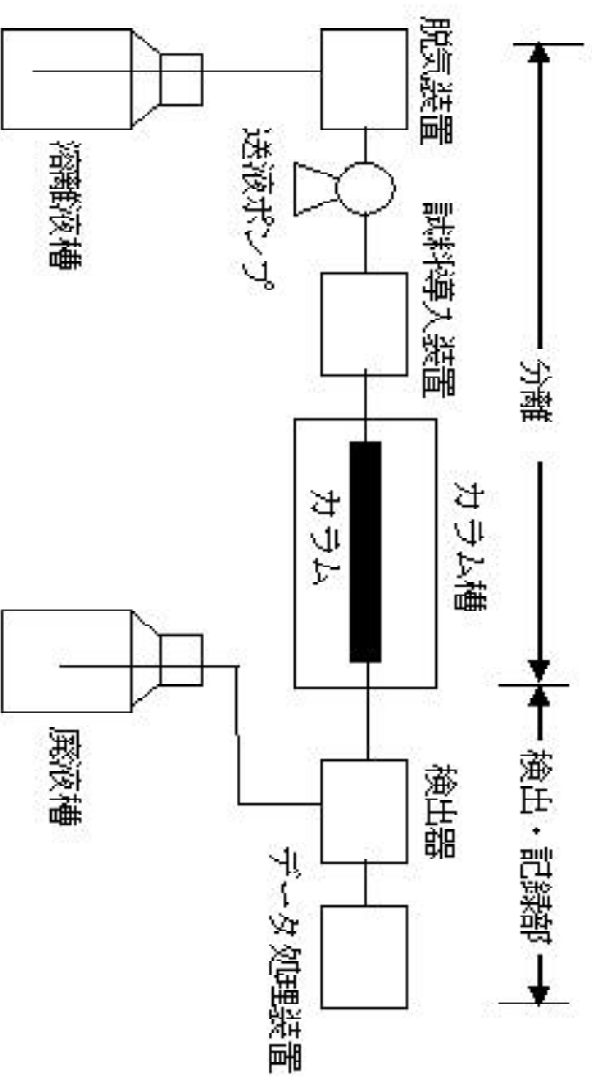


図 高速クロマトグラフの構成 (例)

(2) 分離部

イ 溶離液槽

溶離液を汚染しない材質のもの。

ロ 脱気装置

溶離液中の溶存ガスを除去できるもの。脱気装置は、溶離液を送液ポンプで送液するときの脈流を防止するため、送液ポンプの前に設置する。ただし、超音波装置で脱気することにより脈流せずを送液できる場合には設置しなくてもよい。

ハ 送液ポンプ

高速液体クロマトグラフ用ポンプで、流量が $1.0\text{mL}/\text{min} \pm 0.01\text{mL}/\text{min}$ に調整できるもの。

ニ 試料導入装置

試料の $5 \sim 10\mu\text{L}$ を再現性よく系内に導入できるもの。

ホ カラム槽

カラム温度を $40^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ に制御できるもの。

ヘ カラム

内径4.6mm、長さ250mm、粒子径5 μ mのシリカゲルカラムで、7. (2) 表4に示す確認項目の条件を満たすもの。

ト 廃液槽

検出器から排出する溶液を貯留できるもの。

(3) 検出部

試料溶液と参照溶液との屈折率の差を検出できる示差屈折率検出器。測定時には検出器のセルを一定温度に保つようにする。

(4) 記録部

クロマトグラム、保持時間、ピーク面積積分値などを表示でき、データ処理ができるもの。

6. 試薬等

試薬等は次のとおりとする。

(1) 2-プロパノール

高速液体クロマトグラフィー用のものであって、かつ、純度99%以上のもの。

(2) n-ヘキサン

高速液体クロマトグラフィー用のものであって、かつ、純度96%以上のもの。

(3) ステアリン酸メチル

純度99%以上のもの。

(4) トリリノレイン

純度95%以上のもの。

(5) 希釈用軽油

日本工業規格K2204号（軽油）に規定するものであって、かつ、脂肪酸メチルエステル（FAME）

及びトリグリセリドを含まないもの。

(6) 溶離液

2-プロパノール4mLを1000mLの全量フラスコに採取し、n-ヘキサンの1000mL定容としたもの。

(7) 検量線作成用試料

次のイ～ニの手順に従い調製されたもの。調製された検量線作成用試料のステアリン酸メチル又は

トリリノレインのおよその濃度は表 1 のとおりである。

イ ステアリン酸メチル5.0g (0.1mgの桁まで秤量) 及びトリリノレイン0.05g (0.1mgの桁まで秤量) を50mLの全量フラスコに採取し、希釈用軽油で50mL定容とする。(標準原液)

ロ 標準原液から1mL、2mL及び5mLをそれぞれ10mLの全量フラスコに採取し、希釈用軽油で10mL定容とする。(検量線作成用試料 2、3 及び 4)

ハ 検量線作成用試料 2 から1mLを10mLの全量フラスコに採取し、希釈用軽油で10mL定容とする。(検量線作成用試料 1)

ニ 各検量線作成用試料中のステアリン酸メチル及びトリリノレインの濃度 ($\mu\text{g}/10\mu\text{L}$) を小数点以下 2 桁まで算出する。

表 1 検量線用溶液の濃度

単位 $\mu\text{g}/10\mu\text{L}$

検量線作成用試料	ステアリン酸メチル	トリリノレイン
1	10	—

2	100	1
3	200	2
4	500	5
5 (標準原液)	1000	10

7. 測定の準備

測定の準備は次のとおりとする。

(1) 高速液体クロマトグラフの調整

イ 高速液体クロマトグラフは、取扱説明書に従って設置する。データ処理装置も使用が可能な状態にする。測定条件の例を表2に示す。

表2 測定条件 (例)

項目	条件
カラム	シリカゲル
固定相液体	
内径	4.6mm

	長さ	250mm
	粒子径	5 μ m
	カラム槽温度	40°C \pm 0.5°C
その他	流量	1.0mL/min \pm 0.01mL/min
	試料導入量	10 μ L

備考 標準原液のステアリン酸メチルの信号がチャートから振り切れる場合には、導入量を5 μ Lに変更してもよい。

ロ 溶離液を送液し、空測定で基線が安定していることを確認する。

(2) 保持時間及び分離度の確認

標準原液を用いて表3の確認測定条件にて、ステアリン酸メチルの保持時間及びステアリン酸メチルとトリリノレインの分離度を求める。ステアリン酸メチルの保持時間及びステアリン酸メチルとトリリノレインの分離度は表4の範囲でなければならない。ステアリン酸メチルとトリリノレインの分離度は、次式から算出する。

$$R = 1.18 \times (T_2 - T_1) / (W_1 + W_2)$$

R : ステアリン酸メチルとトリリノレインの分離度

T₁ : ステアリン酸メチルの保持時間 (min)

T₂ : トリリノレインの保持時間 (min)

W₁ : ステアリン酸メチルの半値幅 (min)

W₂ : トリリノレインの半値幅 (min)

表 3 確認測定条件

項目	条件
カラム	カラム槽温度 40°C ± 0.5°C
その他	流量 1.0mL/min ± 0.01 mL/min
	試料導入量 5 μL

表 4 カラムの性能

確認項目	条件

ステアリン酸メチルの保持時間	3.5min以上
ステアリン酸メチルとトリリノレインの分離度	3以上

(3) 検量線の作成

検量線の作成は次のとおりとする。

イ 検量線作成用試料を試料導入装置に導入する。直ちに、データ処理装置を始動させ、クロマトグラム及びピーク面積積分値を記録させる。順次、各検量線作成用試料をそれぞれ2回測定する。2回の面積積分値の差が平均値の15%以内であれば、その平均値を記録する。

ロ イで求めた値を用いて、検量線の横軸にステアリン酸メチル又はトリリノレインの濃度、縦軸にそれぞれの面積積分値の平均値をとり、各成分ごとに濃度と面積積分値の平均値の関係の検量線を作成する。

備考 検量線は、一連の測定操作前に作成する。また、カラムや部品を交換したときなど、測定条件を変更したときに作成する。

8. 試料採取方法及び調製方法

試料は、日本工業規格K2251号（原油及び石油製品—試料採取方法）に規定する一次試料の採取方法及び二次試料の調製方法によるか、又はそれに準じた方法によって採取及び調製する。

9. 測定の手順

測定の手順は次のとおりとする。

- (1) 試料導入装置に7. (3) イと同じ測定条件で試料を導入し、測定を開始する。
- (2) クロマトグラムを記録する。
- (3) 脂肪酸メチルエステル (FAME) の面積積分値は、7. (2) で用いたステアリン酸メチルの保持時間を含むピーク群から求める。同様に、トリグリセリドの面積積分値は、7. (2) で用いたトリリノレインの保持時間を含むピーク群から求める。
脂肪酸メチルエステル (FAME) 及びトリグリセリドのピークが重複した場合には、接線法によって分割する。

- (4) 試料中の脂肪酸メチルエステル (FAME) 又はトリグリセリドの質量を、それぞれ検量線から求める。

(5) 試料の密度を、日本工業規格K2249号（原油及び石油製品—密度試験方法及び密度・質量・容量換算表）によって求める。

10. 計算方法

試料中の脂肪酸メチルエステル（FAME）又はトリグリセリドの濃度は、それぞれ次式から算出する。

$$S = B / (D \times 10 \times 1000) \times 100$$

S : 脂肪酸メチルエステル（FAME）濃度又はトリグリセリド濃度（質量%）

B : 9. (4) で求めた脂肪酸メチルエステル（FAME）又はトリグリセリドの質量
(μg)

D : 9. (5) で求めた試料の密度（15°C）（ g/cm^3 ）

備考 導入量を5 μL に変更した場合は、次式から算出する。

$$S = B / (D \times 5 \times 1000) \times 100$$

11. 結果の表し方

測定結果の表し方は次のとおりとする。

(1) 脂肪酸メチルエステル (FAME) は、日本工業規格Z8401号 (数値の丸め方) の規定によって丸めの幅0.01に丸める。0.10以下の場合は、0.1以下とする。

(2) トリグリセリドは、日本工業規格Z8401号 (数値の丸め方) の規定によって丸めの幅0.001に丸める。0.010以下の場合は、0.01以下とする。

12. 精度

この測定方法によって得られた測定結果の許容差 (確率0.95) は次のとおりとする。

備考 測定結果が許容差を外れた場合には、日本工業規格Z8402-6号 (測定方法及び測定結果の精確さ (真度及び精度) —第6部：精確さに関する値の実用的な使い方) の規定によって処理する。

(1) 室内併行許容差

同一測定室において、同一人が同一測定器で、引き続き短時間内に同一試料を2回測定して求めた2個の測定結果 n の差の許容差を表5に示す。

(2) 室間再現許容差

異なる測定室において、別人が別の測定器で、同一試料をそれぞれ1回ずつ測定して求めた2個の

測定結果の差の許容差を表5に示す。

表5 精度

単位 質量%

成分	室内併行許容差	室間再現許容差
脂肪酸メチルエステル (FAME)	0.02 X +0.03	0.08 X +0.04
トリグリセリド	0.219 X	0.587 X

備考 X：測定結果の平均値

13. 測定結果の報告

測定結果には、次の事項を記載する。

- (1) 試料名、採取場所及び採取年月日
- (2) 測定方法名
- (3) 11. によって得られた結果
- (4) 特記事項

14. その他

この測定方法では、危険な試薬、操作及び測定器を用いることがあるが、安全な使用方法をすべてにわたって規定しているわけではないので、この測定方法の使用者は、測定に先立って、適切な安全上及び健康上の禁止事項を決めておかなければならない。