

○経済産業省告示第七十九号

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）第二十二條第六項、第二十三條第六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五号の規定に基づき、軽油中のメタノール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

軽油中のメタノールの濃度の測定方法として経済産業大臣が定める方法

1. 測定方法の種類

測定方法の種類は、次のとおりとする。

- (1) 酸素検出式ガスクロマトグラフ法
- (2) ヘッドスペースー水素炎イオン化検出式ガスクロマトグラフ法
- (3) 水抽出ー水素炎イオン化検出式ガスクロマトグラフ法

2. 適用範囲

この測定方法のメタノールの定量範囲は0.01～0.5質量%である。なお、適用範囲を超えるメタノール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。

3. 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。）
K0114号（ガスクロマトグラフ通則）
- (2) 日本工業規格K0512号（水素）
- (3) 日本工業規格K0557号（用水・排水の試験に用いる水）
- (4) 日本工業規格K1107号（窒素）
- (5) 日本工業規格K2204号（軽油）
- (6) 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）

- (7) 日本工業規格K2251号 (原油及び石油製品—試料採取方法)
- (8) 日本工業規格K8101号 (エタノール (99.5) (試薬))
- (9) 日本工業規格K8839号 (2-プロパノール (試薬))
- (10) 日本工業規格K8891号 (メタノール (試薬))
- (11) 日本工業規格Z8401号 (数値の丸め方)
- (12) 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)

4. 試薬等

試薬等は、次のとおりとする。

- (1) メタノール
日本工業規格K8891号 (メタノール (試薬)) に規定するもの。
- (2) カプリン酸メチル
純度99質量%以上のもの。

(3) 2-プロピノール

日本工業規格K8839号 (2-プロピノール (試薬)) に規定するもの。

(4) エタノール

日本工業規格K8101号 (エタノール (99.5) (試薬)) に規定するもの。

(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、メタノールを含まないもの。

(6) 脂肪酸メチルエステル (FAME)

純度96.5質量%以上であつて、かつ、メタノールを含まないもの。

(7) 5体積%脂肪酸メチルエステル (FAME) 混合軽油

脂肪酸メチルエステル (FAME) 50mlを1000mlの全量フラスコに採取し、希釈用軽油で1000ml

定容としたもの。

(8) 水

日本工業規格K0557号 (用水・排水の試験に用いる水) に規定するもの。

(9) 水素

日本工業規格K0512号（水素）に規定するもの。

(10) ヘリウム

純度99.99体積%以上のもの。

(11) 窒素

日本工業規格K1107号（窒素）に規定するもの。

(12) 空気

乾燥空気を用いる。

(13) 10%メタン／窒素

ガスクロマトグラフの取扱説明書に規定するもの。

5. 試料の採取及び調製方法

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。

6. 酸素検出式ガスクロマトグラフ法

(1) 測定の原理

試料を酸素検出器を備えたガスクロマトグラフに導入して各成分を分離及び溶出させ、酸素化合物（軽油に含まれるアルコール類、エステル類などの酸素を含有する有機化合物の総称をいう。）別に酸素濃度に対応したクロマトグラムを記録する。メタノールの濃度は、ピークを同定し、メタノールと内標準物質を添加した試料を用いてあらかじめ作成した検量線から求める。

備考 内標準物質としては、通常、カプリン酸メチル又はラウリン酸メチルを使用するが、試料中に含まれず、かつ溶媒中で安定な他の脂肪酸メチルエステル（FAME）を用いてもよい。

(2) 測定器及び器具

測定器及び器具は次のとおりとする。

イ ガスクロマトグラフ

酸素検出器を備えたガスクロマトグラフを用いる。ガスクロマトグラフに共通する一般事項は、日

本工業規格K0114号（ガスクロマトグラフ通則）の規定による。

ロ 自動試料導入装置

マイクロシリンジを用いて測定に必要な容量 (0.1~1.0 μ L) を採取及び導入できるもの。

(3) 測定の準備

測定の準備は次のとおりとする。

イ ガスクロマトグラフの調整

(i) ガスクロマトグラフは、取扱説明書に従って設置する。自動試料導入装置にマイクロシリンジを取り付け、データ処理装置も使用が可能な状態にする。測定条件の設定の例を表 1 に示す。

表 1 測定条件 (例)

| 項目 | 条件 | |
|-----|-------|--------------|
| カラム | 固定相液体 | ポリエチレンゲリコール |
| | 内径 | 0.25mm |
| | 長さ | 30m |
| | 液相の膜厚 | 0.25 μ m |

| | | |
|--------|-----------|--------------|
| カラム槽温度 | 初期温度 | 50℃ |
| | 初期温度保持時間 | 2min |
| | 昇温速度 | 4℃/min |
| | 到達温度 | 270℃ |
| | 到達温度保持時間 | 3min |
| 検出器 | 種類 | 原子発光検出器 |
| | モニター波長 | 171nm |
| | 燃料ガス | 10%メタン／窒素、水素 |
| | キヤピテー温度 | 300℃ |
| | キヤリヤーガス | ヘリウム |
| その他 | キヤリヤーガス流量 | 1.3mL/min |
| | スプリット比 | 30～100：1 |
| | 試料導入部温度 | 270℃ |

| | |
|-------|-----------|
| 試料導入量 | 1 μ L |
|-------|-----------|

(ii) カラム槽の昇温機構及びデータ処理装置を始動させ、空測定で基線が安定していることを確認する。

(iii) メタノールをエタノールで適切な濃度に薄め、さらに希釈用軽油で適切な濃度に薄めた溶液を用いて、各成分の溶出位置を確認する。また、各成分が重複していないことを確認する。

ロ 検量線作成用試料 A の作成

(i) メタノール0.25g (0.1mgの桁まで秤量) を25mLの全量フラスコに採取し、エタノールで25mL定容とする。(標準原液 A)

(ii) 標準原液 A から0.5mLを50mLの全量フラスコに採取し、内標準物質0.5g (0.1mgの桁まで秤量) を添加し、エタノールで50mL定容とする。(検量線作成用試料 A 1)

(iii) 標準原液 A から、0.5mL、1mL及び5mLをそれぞれ10mLの全量フラスコに採取し、内標準物質0.1g (0.1mgの桁まで秤量) を添加し、エタノールで10mL定容とする。(検量線作成用試料 A 2、A 3 及び A 4)

(iv) 各検量線作成用試料 A 中のメタノール及び内標準物質の濃度 (mg/mL) を小数点以下 2 桁まで算出する。なお、調製された検量線作成用試料 A 中のメタノール又は内標準物質のおおよその濃度は表 2 のとおりである。

備考 メタノールは軽油に溶解しにくいため、希釈溶媒としてエタノールを使用する。

表 2 検量線作成用試料 A の濃度

単位 mg/mL

| 検量線作成用試料 A | メタノール | 内標準物質 |
|------------|-------|-------|
| 1 | 0.1 | 10 |
| 2 | 0.5 | 10 |
| 3 | 1.0 | 10 |
| 4 | 5.0 | 10 |

ハ 検量線の作成

(i) 検量線作成用試料 A を試料導入部に自動試料導入装置で導入する。直ちに、カラム槽の昇温

機構及び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 A を測定する。

(ii) (i) 及びロ (iv) で求めた値を用いて、検量線の横軸に内標準物質との濃度比 (C / C_{in})、縦軸にピーク面積積分値比 (A / A_{in}) をとり、濃度比とピーク面積積分値比の関係の検量線を作成する。

C : 検量線作成用試料 A 中のメタノール濃度 (mg/mL)

C_{in} : 検量線作成用試料 A 中の内標準物質濃度 (mg/mL)

A : 検量線作成用試料 A 中のメタノールのピーク面積積分値

A_{in} : 検量線作成用試料 A 中の内標準物質のピーク面積積分値

備考 検量線は、一連の測定操作前に作成する。また、カラムやマイクロシリンジ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。

(4) 試料の準備

あらかじめ空質量を秤量しておいた 10mL の全量フラスコに、内標準物質 0.1g (0.1mg の桁まで秤量)

を採取し、試料で10mL定容とする。定容後、全量フラスコの質量を0.1mgの桁まで秤量する。内標準物質の秤量値から内標準物質入り試料中の内標準物質の濃度 (mg/mL) を小数点以下2桁まで算出しておく。

(5) 測定の手順

測定の手順は次のとおりとする。

イ ガスクロマトグラフの試料導入部に (3) ハ (i) と同じ測定条件で試料を導入し、測定を開始する。

ロ クロマトグラムを記録する。

ハ メタノール及び内標準物質のピークを同定し、ピーク面積積分値を記録する。

(6) 計算方法

同定したメタノールの濃度は、次式から算出する。

$$C_s = (A_s - Y \times A_{in-s}) \times C_{in-s} \times 10 / (A_{in-s} \times K \times 1000 \times (M - m_{in})) \times 100$$

C_s : 試料中のメタノール濃度 (質量%)

C_{in-s} : 内標準物質入り試料中の内標準物質濃度 (mg/mL)

A_s : 内標準物質入り試料中のメタノールのピーク面積積分値

A_{in-s} : 内標準物質入り試料中の内標準物質のピーク面積積分値

K : (3) へ (ii) で求めた検量線の勾配

Y : 検量線の y 軸切片 (面積積分値比)

M : 内標準物質入り試料の質量 (g)

m_{in} : 内標準物質の質量 (g)

7. ヘッドスペース水素炎イオン化検出式ガスクロマトグラフ法

(1) 測定の原理

試料中のメタノールを気相中に揮発させるために、試料を入れて密封したバイアルを 80°C に加熱する。平衡に達したら、気相の一部を水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフに導入して各成分を分離させ、各成分の濃度に対応したクロマトグラムを記録する。メタノールの濃度は、ピークを同定し、メタノールと 2-プロパノールを添加した試料を用いてあらかじめ作成した検量線から求め

る。

(2) 測定器及び器具

測定器及び器具は次のとおりとする。

イ バイアル

ガラス製で20mL容量のもの。

ロ バイアル用ゴム栓

テトラフルオロエチレン製でバイアルを密栓できるもの。

ハ 金属製キャップ

バイアルとバイアル用ゴム栓を固定できるもの。

ニ シリンジ

5 μ Lを正確に計り取れるもの。

ホ ガスシリンジ

500 μ L採取でき、バルブを備えたもの。

へ ガスクロマトグラフ

試料導入器（自動ヘットスペースシステム又はスプリット／スプリットレス試料導入器）及び水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフを用いる。ガスクロマトグラフに共通する一般事項は、日本工業規格K0114号（ガスクロマトグラフ通則）の規定による。

ト キャピラリーカラム

メタノールのピークが左右対称となり、キャピラリーカラム内壁にメチルポリシロキサン又はポリエチレングリコールを $0.5\mu\text{m}$ 以上被覆したものの。

チ 自動ヘットスペースサンプリャー

平衡温度、温度保持時間及びガス試料採取量の条件を精度よく繰り返し返す自動ヘットスペースサンプリャーを用いる。必要な場合は同一試料の繰り返し分析により確認する。

リ ヘットスペースサンプリング用恒温槽

設定温度 $80^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に調節でき、45分以上保持できるもの。

ヌ シリンジ加温用恒温槽

60℃に設定でき、保持できるもの。

(3) 測定の準備

測定の準備は次のとおりとする。

イ ガスクロマトグラフの調整

(i) ガスクロマトグラフは、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。測定条件はメタノールの保持時間に対し2-プロパノールの保持時間の比が1.5倍以上になるように、キャリヤーガス圧力及びキャピラリーカラムを選択する。測定条件の設定の例を表3に示す。

表3 測定条件 (例)

| 項目 | 条件 | |
|--------------------|--------|-------------|
| 自動ヘッドスペース サンプラー | 平衡温度 | 80℃ |
| | 温度保持時間 | 45min |
| | 試料採取量 | 500 μ L |

| | | |
|-----------|--------------|-------------|
| キャピラリーカラム | 内径 | 0.32mm |
| | 長さ | 30mm |
| | 液相の膜厚 | 3 μ m |
| | カラム槽温度 | 50°C |
| 検出器 | 種類 | 水素炎イオン化検出器 |
| | 温度 | 150°C |
| その他 | キャリアガス圧力 | 40kPa |
| | 試料導入部スプリット流量 | 50mL/min |
| | 試料導入部温度 | 150°C |
| | 試料導入手量 | 500 μ L |

(ii) データ処理装置を起動させ、空測定で基線が安定していることを確認する。

(iii) メタノールを5体積%脂肪酸メチルエステル (FAME) 混合軽油で適切な濃度に薄めた溶液を用いて、各成分の溶出位置を確認する。また、各成分が重複していないことを確認する。

ロ 検量線作成用試料 B の作成

- (i) 全量フラスコの空質量を0.1mgの桁まで秤量する。
- (ii) メタノール105±0.1mg (0.1mgの桁まで秤量) をシリンジを用いて25mLの全量フラスコに採取し、5体積%脂肪酸メチルエステル (FAME) 混合軽油で25mL定容とする。定容後、全量フラスコの質量を0.1mgの桁まで秤量する。(検量線作成用試料 B 1)
- (iii) 検量線作成用試料 B 1 から5mLを25mLの全量フラスコに採取し、5体積%脂肪酸メチルエステル (FAME) 混合軽油で25mL定容とする。定容後、全量フラスコの質量を0.1mgの桁まで秤量する。(検量線作成用試料 B 2)
- (iv) 検量線作成用試料 B 2 から1mLを10mLの全量フラスコに採取し、5体積%脂肪酸メチルエステル (FAME) 混合軽油で10mL定容とする。定容後、全量フラスコの質量を0.1mgの桁まで秤量する。(検量線作成用試料 B 3)
- (v) 各検量線作成用試料 B 中のメタノールの濃度 (質量%) を小数点以下2桁まで算出する。なお、調製された検量線作成用試料 B 中のメタノールのおおよその濃度は表4のとおりである。

表 4 検量線作成用試料 B の濃度

単位 質量%

| 検量線作成用試料 B | メタノール |
|------------|-------|
| 1 | 0.5 |
| 2 | 0.1 |
| 3 | 0.01 |

ハ 検量線の作成

- (i) 検量線作成用試料 B $2 \pm 0.01\text{g}$ をバイアルに採取し、2-プロパノール $5\mu\text{L}$ をシリンジを用いて添加する。直ちに、バイアルをバイアル用ゴム栓で密栓し、金属製キャップで固定する。この試料を検量線作成用2-プロパノール入り試料とする。
- (ii) バイアルをヘッドスペースサンプリング用恒温槽に入れ、 80°C で45分間保持する。
- (iii) 60°C のシリンジ用恒温槽で予熱したシリンジを用いて、バイアルの気相 $500\mu\text{L}$ を採取し、試料導入部に導入する。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Bを測定する。

- (iv) (iii) 及びロ (v) で求めた値を用いて、検量線の横軸にメタノールと2-プロパノールの濃度比 (C/C_{in})、縦軸にピーク面積積分値比 (A/A_{in}) をとり、濃度比とピーク面積積分値比の関係の検量線を作成する。検量線は原点を通ること。

C : 検量線作成用試料B中のメタノール濃度 (質量%)

C_{in} : 検量線作成用2-プロパノール入り試料中の2-プロパノール濃度 (質量%)

A : 検量線作成用2-プロパノール入り試料中のメタノールのピーク面積積分値

A_{in} : 検量線作成用2-プロパノール入り試料中の2-プロパノールのピーク面積積分値

備考 検量線は、一連の測定操作前に作成する。また、カラムやマイクロシリンジ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。

(4) 試料の準備

試料 $2 \pm 0.01g$ をバイアルに採取し、2-プロパノール $5\mu L$ をシリンジを用いてバイアルに添加する。

直ちに、バイアルをバイアル用ゴム栓で密栓し、金属製キャップで固定する。この試料を2-プロパノール

ル入り試料とする。

(5) 測定の手順

測定の手順は次のとおりとする。

イ 2-プロパノール入り試料の入ったバイアルをサンプルホルダーにセットし、取扱説明書に従って平衡温度80℃及び保持時間45分に設定した自動ヘツトスペースサンプラーを起動し、測定を開始する。

備考 手動で試料を導入する場合は、(3)ハ(i)、(ii)及び(iii)と同じ測定条件で試料を導入し、測定を開始する。

ロ クロマトグラムを記録する。

ハ メタノール及び2-プロパノールのピークを同定し、各成分のピーク面積積分値を記録する。

(6) 計算方法

同定したメタノールの濃度は、次式から算出する。

$$C_s = A_s \times C_{in-s} / (A_{in-s} \times K)$$

C_s : 試料中のメタノール濃度 (質量%)

C_{in-s} : 2-プロパノール入り試料中の2-プロパノール濃度 (質量%)

A_s : 2-プロパノール入り試料中のメタノールのピーク面積積分値

A_{in-s} : 2-プロパノール入り試料中の2-プロパノールのピーク面積積分値

K : (3) ハ (iv) で求めた検量線の勾配

8. 水抽出ー水素炎イオン化検出式ガスクロマトグラフ法

(1) 測定の原理

水と試料を1:10の体積比で混合し、振とうすることにより、試料中のメタノールを水中に抽出する。分離した水相を水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフに導入して各成分を分離させ、各成分の濃度に対応したクロマトグラムを記録する。メタノールの濃度は、ピークを同定し、メタノールを添加した試料用いてあらかじめ作成した検量線から求める。

(2) 測定器及び器具

測定器及び器具は次のとおりとする。

イ 水抽出用容器

ガラス製のねじロで蓋付きのもので、水抽出時に容器容積の10～20%の空間容積が得られるもの。

ロ 振とう機

水抽出用容器を240回／分以上振とうできるもの。

ハ ガスクロマトグラフ

水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフを用いる。ガスクロマトグラフに共通する一般事項は、日本工業規格K0114号（ガスクロマトグラフ通則）の規定による。

ニ 自動試料導入装置

マイクロシリンジを用いて測定に必要な容量（0.1～1.0 μ L）を採取及び導入できるもの。

(3) 測定の準備

測定の準備は次のとおりとする。

イ ガスクロマトグラフの調整

(i) ガスクロマトグラフは、取扱説明書に従って設置する。自動試料導入装置にマイクロシリンジを取り付け、データ処理装置も使用が可能な状態にする。測定条件の設定の例を表5に示す。

表 5 測定条件 (例)

| 項目 | | 条件 |
|--------|----------|-----------------|
| カラム | 固定相液体 | メチルシリコン |
| | 内径 | 0.25～0.32mm |
| | 長さ | 30m |
| | 液相の膜厚 | 0.1～0.5 μ m |
| カラム槽温度 | 初期温度 | 5～50℃ |
| | 初期温度保持時間 | 3～5min |
| | 昇温速度 | 10～30℃/min |
| | 到達温度 | 280～320℃ |
| | 到達温度保持時間 | 5～10℃ |
| 検出器 | 種類 | 水素炎イオン化検出器 |
| | 温度 | 280～320℃ |

| その他 | キャリヤーガス種類 | ヘリウム |
|-----|-----------|-----------------|
| | キャリヤーガス流量 | 2mL/min |
| | スプリット比 | 100～200 : 1 |
| | 試料導入部温度 | 280～320℃ |
| | 試料導入量 | 0.5～1.0 μ L |

(ii) カラム槽の昇温機構及びデータ処理装置を始動させ、空測定で基線が安定していることを確認する。

(iii) メタノールを適切な濃度に薄めた溶液を用いて、メタノールの溶出位置を確認する。

ロ 検量線作成用試料Cの作成

次の (i) 及び (ii) の手順に従い調製されたもの。

(i) 希釈用軽油40mL及びメタノール250mg (0.1mgの桁まで秤量) を50mLの全量フラスコに採取し、よく混合した後、希釈用溶液で50mL定容とする。(標準原液C)

(ii) 検量線の濃度範囲が50mg/L～5000mg/Lとなるように、標準原液Cを段階的に希釈用軽油で

希釈し、検量線作成用試料Cとする。

(iii) 各検量線作成用試料C中のメタノールの濃度 (mg/L) を小数点以下2桁まで算出する。

ハ 検量線の作成

(i) 体積比で水：検量線作成用試料C＝1：10となるように、水、検量線作成用試料Cの順に水抽出用容器に採取し蓋をする。

(ii) 水抽出容器を十分に振とうし、メタノールを水相に抽出する。

備考1 振とう機を用いて振とうする場合は、 3 ± 2 分間振とうする。

備考2 水抽出用容器の形状によっては水相と油相が接触しにくい場合がある。この場合は水平方向に振とうする。

(iii) 水抽出容器を静置後、水相と油相が分離していることを確認し、水相をバイアルに採取し、密栓する。この試料を検量線作成用水抽出試料とする。

備考 希釈用軽油に脂肪酸メチルエステル (FAME) が含まれている場合、水相と油相の分離が悪くなることがある。分離が悪くなる場合は、水抽出容器を分離が確認できるまで

十分静置するか、又は、遠心分離機に設置し、分離する。

(iv) 検量線作成用水抽出試料を試料導入部に自動試料導入装置又は手動で導入する。直ちに、カラム槽の昇温機構及び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測定する。

(v) (iv) 及びロ (iii) で求めた値を用いて、検量線の横軸にメタノールの濃度 (mg/L)、縦軸にピーク面積積分値をとり、濃度とピーク面積積分値の関係の検量線を作成する。検量線は原点を通り、相関係数 r が0.998以上の直線であること。

備考 検量線は、一連の測定操作前に作成する。また、カラムやマイクロシリンジ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。

(4) 試料の準備

試料の準備は次のとおりとする。

- イ 体積比で水：試料=1：10となるように、水、試料の順に水抽出用容器に採取し蓋をする。
- ロ (3) ハ (ii) 及び (iii) と同じ操作を実施し、得られた試料を水抽出試料とする。

(5) 測定の手順

測定の手順は次のとおりとする。

- イ (3) ハ (iv) と同じ測定条件で水抽出試料を試料導入部に導入し、測定を開始する。
- ロ クロマトグラムを記録する。
- ハ メタノールのピークを同定し、ピーク面積積分値を記録する。
- ニ 水抽出試料中のメタノールの濃度 (mg/L) を検量線から求める。
- ホ 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。

(6) 計算方法

同定したメタノールの濃度は、次式から算出する。

$$C = C_s / (D \times 10000)$$

C : 試料中のメタノール濃度 (質量%)

C_s : 検量線より求めた水抽出試料中のメタノール濃度 (mg/L)

D : 試料の密度 (15°C) (g/cm³)

9. 結果の表し方

それぞれの種類の測定方法で求めた試料中のメタノールの濃度は、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を0.01に丸める。0.01質量%以下の場合は、0.01質量%以下とする。

10. 精度

それぞれの種類の測定方法による測定結果の許容差 (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) 室内併行精度

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個の測定結果の差の許容差を表6に示す。

(2) 室間再現精度

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6に示す。

表6 精度

単位 質量%

| 測定方法 | 室内併行許容差 | 室間再現許容差 |
|----------------------------------|----------------|----------------|
| 酸素検出式ガスクロマトグラフ法 | 0.094X + 0.003 | 0.94X + 0.015 |
| ヘッドスペースー水素炎イオン化検出式 ガスクロマトグラフ法 | 0.049X + 0.003 | 0.330X + 0.004 |
| 水抽出ー水素炎イオン化検出式 ガスクロマトグラフ法 | 0.150X | 0.236X + 0.001 |

備考 X：測定結果の平均値

1 1. 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) 9. によって得られた結果

(4) 特記事項

12. 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。