

○経済産業省告示第八十号

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）第二十二條第八項、第二十三條第八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七号の規定に基づき、軽油中のぎ酸、酢酸又はプロピオン酸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

軽油中のぎ酸、酢酸又はプロピオン酸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、ぎ酸、酢酸又はプロピオン酸について1～20質量ppmである。なお、適用範囲を超えるぎ酸、酢酸又はプロピオン酸の濃度を測定する場合には、水抽出試料を希釈して、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。）
K0127号（イオンクロマトグラフ分析通則）
- (2) 日本工業規格K0557号（用水・排水の試験に用いる水）
- (3) 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）
- (4) 日本工業規格K2251号（原油及び石油製品－試料採取方法）
- (5) 日本工業規格K8267号（ギ酸ナトリウム（試薬））
- (6) 日本工業規格K8372号（酢酸ナトリウム（試薬））
- (7) 日本工業規格Z8401号（数値の丸め方）
- (8) 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）

3. 測定の原理

試料と水を混合し、振とうすることにより、試料中のギ酸、酢酸及びプロピオン酸を水中に抽出する。分離した水相をイオンクロマトグラフに導入してギ酸、酢酸及びプロピオン酸それぞれのイオンを分離及び溶出させ、それぞれの酸のイオンに対応したクロマトグラムを記録する。ギ酸、酢酸又はプロピオン酸の濃度は、ピークを同定し、あらかじめ作成した検量線から求める。

4. 測定器及び器具

測定器及び器具は次のとおりとする。

(1) イオンクロマトグラフ

分離カラムと検出器を備えたイオンクロマトグラフで、ギ酸、酢酸及びプロピオン酸それぞれのイオンを分離定量できるものを用いる。イオンクロマトグラフに共通する一般事項は、日本工業規格

K0127号（イオンクロマトグラフ分析通則）の規定による。

(2) 分液漏斗

使用前に水で洗い、乾燥させたもの。

(3) 振とう機

分液漏斗を保持し、振とうできるもの。

5. 試薬等

試薬等は次のとおりとする。

- (1) 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。
- (2) ぎ酸ナトリウム
日本工業規格K8267号 (ぎ酸ナトリウム (試薬)) に規定するもの。
- (3) 酢酸ナトリウム
日本工業規格K8372号 (酢酸ナトリウム (試薬)) に規定するもの。
- (4) プロピオン酸
純度99質量%以上のもの。
- (5) ぎ酸標準溶液
ぎ酸ナトリウム0.1478g (0.1mgの桁まで秤量) を100mLの全量フラスコに採取し、水で100mL定容

としたもの。ギ酸標準溶液中のギ酸の濃度 (g/L) を小数点以下 2 桁まで算出する。

(6) 酢酸標準溶液

酢酸ナトリウム 0.1367g (0.1mg の桁まで秤量) を 100mL の全量フラスコに採取し、水で 100mL 定容としたもの。酢酸標準溶液中の酢酸の濃度 (g/L) を小数点以下 2 桁まで算出する。

(7) プロピオン酸標準溶液

プロピオン酸 0.1000g (0.1mg の桁まで秤量) を 100mL の全量フラスコに採取し、水で 100mL 定容としたもの。プロピオン酸標準溶液中のプロピオン酸の濃度 (g/L) を小数点以下 2 桁まで算出する。

(8) 検量線作成用試料

次のイ、ロの手順に従い調製されたもの。

イ ギ酸、酢酸及びプロピオン酸それぞれの標準溶液 1mL を 100mL の全量フラスコに採取し、水で 100mL 定容とする。(標準原液)

ロ 検量線の濃度範囲が、ギ酸、酢酸及びプロピオン酸のそれぞれについて 0.5mg/L ~ 10mg/L となるように、標準原液を段階的に水で希釈し、検量線作成用試料とする。

6. 測定の準備

測定の準備は次のとおりとする。

(1) イオンクロマトグラフの調整

イ イオンクロマトグラフは、取扱説明書に従って設置する。自動試料導入装置及びビ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1、表2に示す。

表 1 測定条件 (例) 1

項 目	条 件	
分離カラム	内径	4mm
	長さ	200mm
	種類	陰イオン交換カラム
ガードカラム	内径	4mm
	長さ	50mm
	種類	陰イオン交換カラム

検出器	種類	電気伝導度検出器
その他	溶離液	1m mol/L 水酸化カリウム
	流量	1.2mL/min
	試料導入量	50 μ L
	その他	サンプレッサ使用

表 2 測定条件 (例) 2

項目	条件	
	分離カラム	内径
	長さ	250mm
	種類	イオン排除型カラム
検出器	種類	電気伝導度検出器
その他	溶離液	1m mol/L オクタンスルホン酸
	流量	1.0mL/min

試料導入量	25 μ L
その他	サンプルツサ使用

ロ 空測定で基線が安定していることを確認する。

ハ ギ酸、酢酸及びプロピオン酸をそれぞれ適切な濃度に薄めた溶液を用いて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。

(2) 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部に自動試料導入装置又は手動で導入する。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測定する。

ロ イで求めた値を用いて、検量線の横軸にギ酸、酢酸又はプロピオン酸の濃度、縦軸にそれぞれの酸のピーク面積積分値をとり、酸ごとに濃度とピーク面積積分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。

7. 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。

8. 試料の準備

試料の準備は次のとおりとする。

- (1) 分液漏斗に試料10mLを採取する。
- (2) さらに水10mLを加えて、栓をする。
- (3) 分析漏斗を振とう機に設置し、10分間攪拌する。
- (4) 静置後、水相を25mLの全量フラスコに採取する。
- (5) (2) から(4)までの操作を繰り返し（同一試料に対して、水で2回抽出する。）、水で25mL定容とする。この試料を水抽出試料とする。

9. 測定の手順

測定の手順は次のとおりとする。

- (1) イオンクロマトグラフの試料導入部に6. (2) イと同じ測定条件で水抽出試料を導入し、測定を開始する。
- (2) クロマトグラムを記録する。
- (3) ぎ酸、酢酸及びプロピオン酸それぞれのイオンのピークを同定し、ピーク面積積分値を記録する。
- (4) 水抽出試料中のぎ酸、酢酸及びプロピオン酸それぞれの濃度を検量線から求める。
- (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。

備考 試料中の酸濃度が高い場合、水相の分離が悪くなることがある。

10. 計算方法

ぎ酸、酢酸又はプロピオン酸の濃度は次式から算出する。

$$C = (C_s \times 25) / (10 \times D)$$

C : 試料中のぎ酸、酢酸又はプロピオン酸の濃度 (質量ppm)

C s : 検量線より求めた水抽出試料中のギ酸、酢酸又はプロピオン酸の濃度
(mg/L)

D : 試料の密度 (15°C) (g/mL)

1 1. 結果の表し方

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0.1に丸める。ただし、1質量ppm以下の場合は、1質量ppm以下とする。

1 2. 精度

この測定方法で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3に示す。

(2) 室内再現精度

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3に示す。

表 3 精度

単位 質量ppm

成分	室内併行許容差	室内再現許容差
ギ酸	0.01 X + 0.3	0.3 X
酢酸	0.03 X + 0.2	0.2 X + 1.1
プロピオン酸	0.04 X + 0.3	0.2 X + 0.6

備考 X：測定結果の平均値

1.3. 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。