

○経済産業省告示第八十一号

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）第二十二條第九項、第二十三條第九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八号の規定に基づき、軽油中の酸価の増加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

軽油中の酸価の増加の測定方法として経済産業大臣が定める方法

1. 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。）  
K0557号（用水・排水の試験に用いる水）

- (2) 日本工業規格K1101号 (酸素)
- (3) 日本工業規格K2251号 (原油及び石油製品－試料採取方法)
- (4) 日本工業規格K2276号 (石油製品一般空燃料油試験方法)
- (5) 日本工業規格K2501号 (石油製品及び潤滑油－中和価試験方法)
- (6) 日本工業規格K8034号 (アセトン (試薬) )
- (7) 日本工業規格K8680号 (トルエン (試薬) )
- (8) 日本工業規格K8891号 (メタノール (試薬) )
- (9) 日本工業規格Z8401号 (数値の丸め方)
- (10) 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)
- (11) 国際標準化機構が定めた規格 (以下「国際標準化機構規格」という。) 12205 (1995)

## 2. 定義

この測定方法で用いる主な用語及び定義は次による。

(1) 酸価

軽油1gのうちに含まれる酸の中和に要する水酸化カリウムのmg数。

(2) 酸価の増加

酸化前後の酸価の増加量で、酸化後の酸価から酸化前の酸価を減じた値。

3. 測定の原理

あらかじめ過した試料を115℃、16時間、酸素を吹込みながら酸化させた後に、日本工業規格K2501号（石油製品及び潤滑油—中和価試験方法）の電位差滴定法（酸価）で定める測定方法によって、試料中の酸価を測定する。未酸化試料の酸価と比較し、酸価の増加を求める。

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) 酸化器

試験管、凝縮器及び酸素吹込管から構成され、国際標準化機構規格12205（1995）の図1に示しているほうけい酸ガラス製の酸化器と同一のもの。

(2) 恒温槽

酸化器中の試料を $115^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ に保つことができる浴液を備えるもの。浴液中の温度が均一になるようなかき混ぜ機を備え、深さ約350mmまで酸化器を浸すことができるもので、酸化中に試料を光から遮蔽できるもの。酸化器一台あたりの浴液最小量は、6Lとする。

備考 同一容量で制御装置を備えた金属ブロック浴を用いてもよい。

(3) 流量計

酸素の流量を $3.0\text{L/h} \pm 0.3\text{L/h}$ に調節できるもので、酸化器ごとに設置する。

(4) ガラス器具乾燥用恒温槽

ガラス器具を $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ で乾燥できるもの。

(5) ろ過装置

日本工業規格K2276号（石油製品一般航空燃料油試験方法）の微粒きよう雑物試験方法（試験室ろ過法）で規定するろ過装置と同一のもの。

(6) フィルタ

細孔径 $0.8\mu\text{m}$ 、直径 $47\text{mm}$ のポリテトラフルオロエチレン製メンブレンフィルタ。測定前の予備ろ過には一枚、ろ過分離不溶解分の測定には二枚重ねて使用する。

備考 セルロースエステル製フィルタは、酸、アルコール、エステル等に対する耐薬品性が低いので用いてはならない。

(7) その他の機器

フィルタを取り扱うための先がスピード型のピンセット。ストップウォッチ。

## 5. 試薬等

試薬等は次のとおりとする。

(1) アセトン

日本工業規格K8034号 (アセトン (試薬) ) に規定するもの。

(2) トルエン

日本工業規格K8680号 (トルエン (試薬) ) に規定するもの。

(3) 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。

(4) 三種混合溶剤

アセトン、トルエン及びメタノールを等容量ずつ混合した溶剤。

(5) 酸素

日本工業規格K1101号（酸素）に規定するもの。

(6) 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A3のもの。

6. 測定の準備

測定の準備は次のとおりとする。

(1) 酸化器以外のガラス器具の準備

全てのガラス器具を三種混合溶剤で洗い、さらに水道水ですすぐ。アルカリ性又は中性の洗剤で洗い、水で三回すすぎ、その後アセトンですすぎ、乾燥する。

(2) 酸化器及び付属機器の準備

(1) の操作を終了後、弱アルカリ性又は中性の洗剤を混ぜた水を酸化器の試験管に満たす。試験管に酸素吹込管を取り付け、酸素吹込管の上に凝縮器を取り付け、少なくとも2時間浸しておく。これらを洗い、水道水で五回すすぎ、水で三回すすぐ。さらにアセトンですすいだ後、酸化器及び吹込管を乾燥する。

#### 7. 試料の採取及び調製方法

試料の採取方法及び調製方法は次のとおりとする。

(1) 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。

(2) 試料は、直射日光を避けた場所で、十分な攪拌後に採取する。試料の酸化前の保存、酸化及び酸化後の冷却は、暗所で行う。なお、試料の酸化後の冷却については、9. (5) 試料の冷却に基づいて行う。

(3) (2) で試料を採取する容器は、あらかじめ二回共洗いしたエポキシ樹脂又は同等の材質でライニングした金属製若しくはほうけい酸ガラス製を用いる。ソーダガラス製又はプラスチック製容器

は、可塑性が溶け出る可能性があるので、用いてはならない。

備考 一日以内に測定できない場合には、不活性ガスを封入して試料を10℃以下の温度で保存し、できるだけ速やかに測定する。

## 8. 試料の準備

(1) 7. (2) で採取した試料が、タンク、ドラム又は容量19Lを超える容器に入っているときは、直射日光を避けた場所で、十分な攪拌後に採取する。また、7. (2) で採取した試料が、少量のときは、振とう及び転がしなどで混ぜてから、試料を注ぐか又はピペットその他の手段で採取する。なお、10℃以下で貯蔵してきた試料の場合は、室温にして、不溶性のワックスがないことを確認してから、攪拌して採取する。

(2) (1) で試料に触れる全てのチューブ、試料を採取する容器及びピペットなどの器具は、三種混合溶剤で洗浄し、試料で共洗いする。

## 9. 測定の手順

測定の手順は次のとおりとする。



(1) 試料のろ過

ろ過装置のフイルタ保持台に一枚のフイルタを取り付け、約80kPaの圧力で吸引して、500mLの洗浄した吸引フラスコに試料450mLをフイルタろ過する。試料ごとにろ過を繰り返す。

備考 異なる試料に使用済フイルタを用いてはならない。前の試料でフイルタに付着したたい積物が次の試料の固形物をより多く除去してしまうことがあるためである。

(2) 試料の分取

吸引フラスコを傾斜し、試料50ml±0.5mlを分取する。

(3) 酸価の測定

(2) で分取した試料を、直ちに日本工業規格K2501号（原油及び石油製品—試料採取方法）の電位差滴定法（酸価）で定める測定方法によって測定する。

備考 直ちに測定できない場合には、不活性ガスを封入して試料を暗所に保存し、できるだけ速やかに測定する。

(4) 酸化器の組立て

酸素吹込管を取り付けた試験管に、ろ過した試料350mL±5mLを入れる。60分を超えないうちに恒温槽中の試料が液浴の面より下になるように酸化器を浸す。酸化器を浸している間、酸化器は暗所に置いておく。酸化器と酸素吹込管の上に凝縮器をのせ、凝縮器に冷却水を接続する。酸素吹込管に流量計を介して酸素供給管を接続し、流量を3.0L/h±0.3L/hに調節する。このとき、試料に光が当たらないようにする。最初に酸化器を恒温槽に浸した時刻をゼロとして記録をし、酸化器を15°C±0.2°Cにて16.00h±0.25h保持する。恒温槽中の酸化器の配置を記録しておく。恒温槽に入れる酸化器の数が定数に満たない場合は、軽油を350mL入れ、酸素吹込管及び凝縮器を付けないダミー管を恒温槽に浸して定数とする。

(5) 試料の冷却

試料を恒温槽から取り出し、酸化器の口をアルミニウムホイル又はプラスチックで粉塵が入らないように塞ぐ。すぐに氷水中（約0°C）にて5時間放置する。

(6) 試料の分取

酸化器を傾斜し、上澄みの部分50mL±0.5mLを分取する。

(7) 酸価の測定

(6) で分取した試料を、直ちに日本工業規格K2501号 (石油製品及び潤滑油—中和価試験方法) の電位差滴定法 (酸価) で定める測定方法によって測定する。

備考 直ちに測定できない場合には、不活性ガスを封入して試料を暗所に保存し、できるだけ速やかに測定する。

10. 計算方法

酸価の増加は次式から算出する。

$$\Delta T A N = T A N_t - T A N_o$$

$\Delta T A N$  : 酸価の増加

$T A N_t$  : 9. (7) により得られた酸化後の酸価

$T A N_o$  : 9. (3) により得られた酸化前の酸価

11. 結果の表し方

有効数字3桁に丸める。ただし、酸価が1未満の場合は、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。

## 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以下の表に示す。

### (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以下の表に示す。

表 精度

室内併行許容差	室間再現許容差

0.24X + 0.015

1.10X + 0.024

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) 1 1. によって得られた結果
  - (4) 酸化器を恒温槽に浸せきした時間について、16.00h ± 0.25h以外の場合には、その時間
  - (5) 特記事項
- ### 1 4. 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。