

○経済産業省告示第七十二号

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、軽油加工業者及び軽油特定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、軽油中の酸化安定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、平成二十四年四月一日から適用する。なお、平成十九年経済産業省告示第八十一号（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）は、平成二十四年三月三十一日限り、廃止する。

平成二十四年三月三十日

経済産業大臣 枝野 幸男

軽油中の酸化安定度の測定方法として経済産業大臣が定める方法

1. 定義

(1) 測定

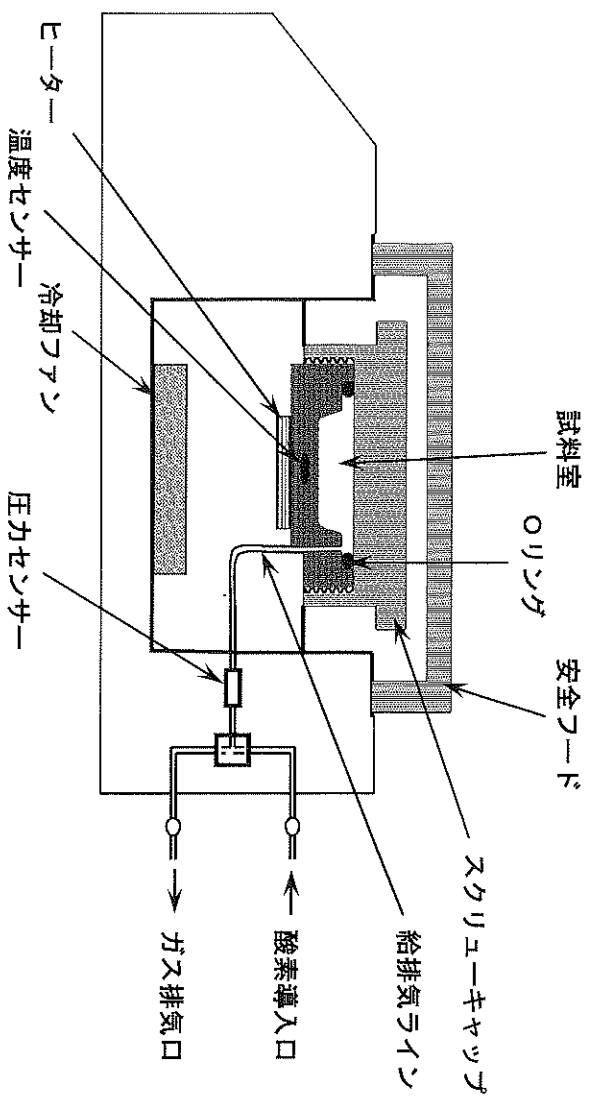
試料 5 mL を試料室に入れて酸素を $700\text{kPa} \pm 5\text{kPa}$ まで圧入した後、 $140.0^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ まで昇温し保持する。時間の経過により試料が酸化劣化することで酸素が消費され、試料室内部の圧力が降下するため、その圧力変化の測定を続けて昇温開始時から圧力降下点（試料室内部の圧力が最大圧力に対して 10% 降下した点をいう。以下同じ。）に達するまでの時間（以下「誘導期間」という。）を(2)に定める測定器及び器具を用いて求めることをいう。

(2) 測定器及び器具

この測定方法で用いる測定器及び器具は次のとおりとする。

イ 測定器

酸化安定度の測定器は、5 分以内に 140°C までの昇温が可能な試料室を備え、試料室の温度及び圧力を 1 秒間隔で検出し、及び記録することができるものである。次の図に掲げる構造その他これに類する構造を有するものをいう。



備考 1 試料室

器状のものであって、かつ、上端部に給排気口があるもの。容器は金を蒸着することその他金属材料による触媒作用を防止するための表面処理がされているもの。

備考 2 スクリューキャップ

ねじ込み式の蓋で、試料室を密閉できるものとし、その内側に金を蒸

着することその他金属材料による触媒作用を防止するための表面処理が
されているもの。

備考 3 ヒーター

試料室の底に取り付けてあり、室温から 140℃までを 5 分以内に昇温で
きるものであって、かつ、140.0℃±0.5℃に制御できるもの。

備考 4 Oリング

フッ素系のゴム製のものであって、かつ、試料室とスクリーキャッ
プとの間に取り付けて試料室の気密を保てるもの。

備考 5 圧力センサー

室温から 150℃までの温度において、2000kPa 以下の圧力範囲におけ
る感度が 1 mV/kPa から 2.5mV/kPa までのもの。

備考 6 温度センサー

0℃から 200℃までの温度範囲を±0.1℃で検出できるもの。

備考 7 給排気ライン

試料室に酸素を圧入できるものであって、かつ、試料室内のガスを排気できる経路となる管状のもの。

備考 8 冷却ファン

外部からの空気を送風できるものであって、かつ、試料室を 140℃ から室温まで冷却する能力を有するもの。

備考 9 安全フード

高温の試料室を直接触れないようにできる構造のものであって、かつ、断熱できるもの。

図 酸化安定度の測定器の構造

ロ 器具

金蒸着表面その他金属材料による触媒作用を防止するための処理をされた表面（以下「金蒸着等表面」という。）を傷つけないやわらかさであって、かつ、

試料室の試料残渣等を拭き取ることが出来る紙製のティッシュペーパー。

2. 試薬

試薬は次のとおりとする。

(1) 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。

(2) 酸素

日本工業規格 K1101 号（酸素）に規定するもの。

(3) 点検試料

石油類に関し学識経験を有する者で構成される機関による認証試験の実施その他適切な方法により誘導期間の値付けがされているもの。

3. 測定の準備

点検試料を用いて 5. 測定の手順により測定器の誘導期間を求める。点検試料の誘導期間は認証標準物質を作成するのに十分な技術的能力を有する機関による認証

試験の実施その他適切な方法により値付けがされた誘導期間の範囲でなければならない。点検試料の誘導期間が当該値付けがされた範囲から外れた場合は、測定器の温度センサー又は圧力センサーの校正を行う。

4. 試料の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その他これに類する方法によって採取し、調製する。

5. 測定の手順

測定の手順は次のとおりとする。

- (1) 試料室のスクリーキャップを開ける。次に測定器の給排気ラインに酸素を流して、給排気ラインの気体を放出する。
- (2) 試料室の概ね 1/3 までエタノールを入れる。また、スクリーキャップ内側の金蒸着等表面に付着した油分を取り除くに足りるエタノールを垂らす。ティッシ

ユペーパーでエタノールを拭き取り、油分が無いことを確認する。

(3) 未使用の O リングを試料室に取り付ける。

(4) 試料 $5.0\text{ml} \pm 0.1\text{ml}$ をピペットを用いて試料室に量り入れる。

(5) スクリューキャップを閉め、安全フードをかぶせる。

(6) 圧力が 800kPa 以上に調圧された酸素を酸素導入口から $700\text{kPa} \pm 5\text{kPa}$ になるまで試料室に圧入する。次に試料の損失がないように圧力を下げる。

(7) 圧力が 800kPa 以上に調圧された酸素を酸素導入口から $700\text{kPa} \pm 5\text{kPa}$ になるまで試料室に圧入し、圧力の変化を 20 秒以上観察し、圧力が安定していることを確認する。

(8) 試料室の温度を 5 分以内に 140°C になるよう昇温を開始する。昇温を開始した時刻を測定開始点として記録する。ただし、試料室の昇温を開始してから 5 分以内に圧力降下点に達した場合は測定を中止し、O リングの破損、試料の残渣のないこと並びに試料室及びスクリューキャップの金蒸着等表面に傷のないことを確認

する。

- (9) 試料室の圧力の経時変化を連続的に記録し、圧力降下点に達するまで測定を続ける。また、圧力降下点に達した時刻を秒単位まで記録する。

備考 酸化安定度の規格値における適合の判定に用いる場合は、規格値の定める時間までに圧力降下点に達しない場合には測定を終了し、適合の判定とする場合がある。

- (10) 空気を送風して試料室を室温まで冷却する。次に圧力を開放して試料室内のガスを放出して大気圧にもどした後、安全フードを外してスクリーキャップを開ける。

- (11) 試料室の試料残渣をティッシュペーパーで拭き取る。

- (12) 昇温開始時から圧力降下点に達するまでの時間を秒単位で算出し、分単位に換算し記録する。

6. 結果の表し方

誘導期間は、日本工業規格 Z8401 号（数値の丸め方）の規程によって整数に丸める。圧力降下点に達する時間が規格値を超える場合は、「65 分以上」と表現することもできる。

7. 精度

この測定方法で得られた結果の許容差は次のとおりとする。

備考 試験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）の規程によって処理する。

(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 回測定したときの差の許容差は以下の表のとおりとする。

(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は以下の表のとおりとする。

表 精度

単位 分		
測定温度	室内併行許容差 (確率 0.95)	室間再現許容差 (確率 0.95)
140℃	0.0249X	0.0815X

備考 X：試験結果の平均値

8. 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) 6. によって得られた結果
- (3) 試験年月日
- (4) 特記事項