

## 101 揮 発 油

### 101-1 試料の採取

JIS K 2251(原油及び石油製品-試料採取方法)に準じ、1ロットについて20採取する。  
試料容器は、密栓のできる10容金属製容器とする。

### 101-2 性 状

検体について常温常圧で気状、液体、固状、半固状等の状態、濁り、沈殿、色の有無を調べる。

### 101-3 比 重

101-4により密度を測定し、0.99997で除して比重(15/4℃)に換算する。

### 101-4 密 度

JIS K 2249(原油及び石油製品 -密度の求め方-) - 1~4による。

### 101-5 蒸 留 性 状

JIS K 2254(石油製品-蒸留試験方法)に準じ、初留点、終点(又は乾点)、減失量、残油量及びためらい点(留出量及び留出温度)並びに5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 95及び97%留出温度(減失加算)を測定する。ただし、ためらい点とは、蒸留中に一時的に蒸気温度が下降した後、再度上昇に転じる点をいう。

### 101-6 引 火 点

JIS K 2265-1(原油及び石油製品 -引火点の求め方- タグ密閉法)による。

### 101-7 蒸 気 圧

JIS K 2258-1(原油及び石油製品-蒸気圧の求め方-第1部:リード法)による。

### 101-8 炭化水素組成

#### 101-8-1 自動車ガソリン

JIS K 2202に定める自動車ガソリンの分析を適用する。

A) JIS K 2536-2(石油製品-成分試験方法 第2部:ガスクロマトグラフによる全成分の求め方)による。

B) ガスクロマトグラフ分析法による。

#### 101-8-1-1 装置及び操作

##### 検出器

水素炎イオン化検出器(FID)とする。

##### カラム槽

5～200℃の範囲を1分当たり0.1℃単位で多段昇温ができるものとする。

キャピラリーカラム

材質：石英ガラス、内径：0.25 mm、長さ：100 m、固定相：メチルシリコン、膜厚：0.5 μmとする。

試料導入部温度

250℃とする。

カラム槽温度

5℃で試料を導入し同温度で7分間保持した後、2℃/分の昇温速度で45℃まで昇温する。同温度で15分間保持した後、3℃/分の昇温速度で200℃まで昇温し、その後同温度で7分間保持する。

検出器温度

250℃とする。

キャリアーガス

ヘリウム、カラム入口圧275 kPaとする。

スプリット比

1:100～1:200とする。

水素及び空気流量

検出器感度がおおむね最高となる一定流量とする。

試料導入

試料採取操作は、試料の組成の変化を防ぐため、試料が十分に冷却された状態で速やかに行う。

試料の導入は、1～10 μl容のマイクロシリンジで約0.5 μlをガスクロマトグラフに注入する。

分離能

設定条件において得られたクロマトグラムにおいて、次に示す成分間の分離を確認する。

メチルアルコールとイソブタン、1-ブテン及びイソブチレン

MTBEと2,3-ジメチルブタン及び2-メチルペンタン

m-キシレンとp-キシレン

1-メチルナフタレンとn-トリデカン

#### 101-8-1-2 定量法

導入した試料の全成分を溶出させ、溶出全成分の相対補正係数を使用し、補正面積百分率法を用いて次式によって成分iの重量%(C<sub>iw</sub>)を算出する。

$$C_{iw} = \frac{A_i \times f_i}{\sum_{i=1}^n A_i \times f_i} \times 100$$

ただし、A<sub>i</sub>は成分iのピーク面積、f<sub>i</sub>はJIS K 2536-2(石油製品-成分試験方法第2部：ガスクロマトグラフによる全成分の求め方)7.3に定める成分iの相対補正

係数、n は成分数である。

定量値は小数点以下 3 けたまで算出し、JIS Z 8401(数値の丸め方)によって、小数点以下 2 けたに丸める。

#### 101-8-2 シンナー

炭化水素油に類しないシンナー等の確認のための分析に適用する。

ガスクロマトグラフ分析法による。

##### 101-8-2-1 装置及び操作

###### 検出器

水素炎イオン化検出器(FID)とする。

###### カラム槽

昇温機構を有するものとする。

###### キャピラリーカラム

材質：石英ガラス、内径：0.2 mm、長さ：50 m、固定相：メチルシリコン、膜厚：0.5  $\mu\text{m}$  とする。

###### 試料導入部温度

200～250°Cの間の一定温度とする。

###### カラム槽温度

32°Cで試料を導入し同温度で 20 分間保持した後、2°C/分の昇温速度で 80°Cまで昇温する。同温度で 3 分間保持した後、4°C/分の昇温速度で 180°Cまで昇温する。

###### 検出器温度

200～250°Cの間の一定温度とする。

###### キャリアーガス

ヘリウム又は窒素、流量 0.5～0.7 ml/分の間の一定流量とする。

###### スプリット比

1:40～1:200 とする。

###### 水素及び空気流量

検出器感度がおおむね最高となる一定流量とする。

###### 試料導入

試料導入操作は、試料の組成の変化を防ぐため、試料が十分に冷却された状態で速やかに行う。

試料の導入は、デッドボリュームのない、1～10  $\mu\text{l}$  容のマイクロシリンジで約 0.2  $\mu\text{l}$  をガスクロマトグラフに注入する。ただし、スプリット比を勘案して、試料中の最大含有成分のカラムへの導入量が、0.0004  $\mu\text{l}$  を超えることとなる場合には、その成分のカラムへの導入量が約 0.0004  $\mu\text{l}$  となる量を試料導入量とする。

###### 分離能

設定条件において得られたクロマトグラムにおいて、次に示す成分間の分離を確認する。

シクロペンタンと 2,3-ジメチルブタン

m-キシレンと p-キシレン  
n-デカンと 1, 2, 3-トリメチルベンゼン

#### 101-8-2-2 定量法

内部標準法により定量する。内部標準法が適用できない場合には、被検成分追加法を用いて試料中の任意成分 x の重量% ( $C_{xw}$ ) を求め、次に成分 x を基準成分として、あらかじめ求めた補正係数を用いて次式によって成分 i の重量% ( $C_{iw}$ ) を算出する。

$$C_{iw} = \frac{C_{xw} \times A_i \times f_i}{A_x}$$

ただし、 $A_i$  は成分 i のピーク面積、 $A_x$  は成分 x のピーク面積、 $f_i$  は次式によって計算した成分 i の補正係数である。

$$f_i = \frac{\text{成分 i の質量}}{\text{成分 i のピーク面積}} \times \frac{\text{基準成分 x のピーク面積}}{\text{基準成分 x の質量}}$$

なお、導入した試料の全成分が溶出し、かつ溶出全成分の補正係数が求められる場合には、補正面積百分率法を用いて次式によって成分 i の重量% ( $C_{iw}$ ) を算出してもよい。

$$C_{iw} = \frac{A_i \times f_i}{\sum_{i=1}^n A_i \times f_i} \times 100$$

ただし、 $A_i$  は成分 i のピーク面積、 $f_i$  は次式によって計算した成分 i の補正係数、 $n$  は成分数である。

$$f_i = \frac{\text{成分 i の質量}}{\text{成分 i のピーク面積}} \times \frac{\text{基準成分 x のピーク面積}}{\text{基準成分 x の質量}}$$

- (注) 1 補正係数は、各成分ともおおむね等量混和された成分量既知の混合試料について、設定条件のもとで得られた各成分のピーク面積に基づいて算出する。  
2 基準成分 x は、比較的含有量が多く、試料中の他の成分と分離している成分とする。

定量値は小数点以下 3 けたまで算出し、JIS Z 8401(数値の丸め方)によって、小数点以下 2 けたに丸める。

#### 101-9 着色度

##### 101-9-1 検体の調製

試料を重力加速度 ( $9.80665 \text{ m/s}^2$ ) の 600 倍以上の加速度で 10 分間遠心処理することにより懸濁物を除き、検体とする。

##### 101-9-2 試験操作

検体について、蒸留水を対照液として、所定の波長における吸光度又は透過率を測定する。

次式によって、検体の着色度を算出する。

$$\text{着色度} = \frac{\text{測定した吸光度}}{\text{吸収セルの光路長(mm)}} \times 10$$

(注) 1 着色された揮発油の着色度の測定に適用する。

2 試料は冷暗所に貯蔵する。

#### 101-10 ゴム又は油脂の混入量

JIS K 2261(石油製品-自動車ガソリン及び航空燃料油-実在ガム試験方法-噴射蒸発法)に準じた方法により測定した未洗実在ガムをゴム混入量又は油脂混入量とする。

#### 101-11 塩 素

##### 101-11-1 試薬

鉄みょうばん指示薬

硫酸第二鉄アンモニウム ( $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) 350g を水に溶かして 1000 ml とする。

次に、30%硝酸を 200 ml とり、それに空気を吹き込んで窒素の酸化物を除去し、前者に加える。

12%硝酸

濃硝酸 142 ml を水で希釈し 1000 ml とし、空気を吹き込んで窒素の酸化物を除去したもの。

ナフサ

沸点範囲 100~130°C の石油系ナフサ。

3-メチル-1-ブタノール又はベンジルアルコール

アルコール性硝酸銀溶液で検定し、析出物の生じないもの。

フェノールフタレインのイソプロピルアルコール溶液

イソプロピルアルコール 60 ml を水 40 ml に溶かし、これにフェノールフタレイン 1g を加え、溶解したもの。

0.1mol/l 硝酸銀溶液

JIS K 8001(試薬試験方法通則)に規定する 0.1 mol/l 硝酸銀溶液。

8%水酸化ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム約 80g を水に溶かして 1 l としたもの。

0.05mol/l チオシアン酸アンモニウム溶液

JIS K 8001(試薬試験方法通則)に規定する 0.1mol/l チオシアン酸アンモニウム溶液を水で 2 倍に希釈したもの。

##### 101-11-2 試験操作

検体をよく振り混ぜて均一にした後、塩素の含量が 0.05~0.1 g になるように検体を 0.1 mg のけたまで丸底フラスコ 300 ml にはかりとり、ナフサ 25 ml を加え、検体が溶解するまでよく振り混ぜる。

この溶液にノルマルブチルアルコール 5 ml と新しく切り取ったナトリウム  $1.5 \pm 0.1$  g を加え、フラスコにすり合わせ冷却管を付け、1 時間砂浴上又は電気式熱板上で加熱して還流させながら激しく煮沸させる。次に冷却管の頂部からノルマルブチルアルコール 20 ml を加え、ナトリウムが残らなくなるまで還流を続ける。

次に冷却管の頂部からフラスコ中へ水 25 mlを加え、室温まで冷却し、混合液を分液漏斗 300 mlに移す。フラスコを 12%硝酸 50 ml、次にナフサ 50 mlで洗い、洗液は分液漏斗に加える。水層がフェノールフタレインのイソプロピルアルコール溶液で着色しなくなるまで12%硝酸又は8%水酸化ナトリウム溶液を用いて酸度を調整し、次に12%硝酸 12~13 mlを加える。

分液漏斗を振り、静置した後、下層を清浄な共栓付三角フラスコ 500 mlに移す。初めの反応に用いた丸底フラスコ 300 mlを水 25 mlで洗い分液漏斗に移して、下層を抜き取った残りの層を洗浄する。この洗液を三角フラスコ 500 mlに移し、再び水 25 mlでナフサ層の洗浄を繰り返す。

酸性の抽出液及び洗液の混合物を硫化水素が出なくなるまで煮沸する。

溶液を室温に放冷した後、3-メチル-1-ブタノール又はベンジルアルコール 10 mlと鉄みょうばん指示薬 3 mlを加え、0.05M チオシアン酸アンモニウム溶液 0.4~0.6 mlをビュレットから加える。次に0.1M 硝酸銀溶液で赤色が消えるまで滴定し、更に2~5 mlを過剰に加える。

フラスコに密栓して約15秒間振ると、内容物は凝固沈澱する。次に0.05M チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定し、終点に近づけた後、フラスコに栓をして激しく振り、更に滴定を続け、最後の1滴で液の色が明らかな赤色を呈し、振っても色が消えなくなるまで滴定を続ける。

上記と同様な方法によって空試験を行う。

#### 101-11-3 計算及び結果

塩素分は次の式によって小数点以下3けたまで算出し、JIS Z 8401(数値の丸め方)によって、小数点以下2けたに丸める。

$$C = [N(V-V_0) - n(v-v_0)] \times 35.453 / (m \times 10)$$

C : 塩素分 %(w/w)

N : 0.1M 硝酸銀溶液のモル濃度(M)

V : 検体の滴定に要した0.1M 硝酸銀溶液の使用量(ml)

V<sub>0</sub> : 空試験の滴定に要した0.1M 硝酸銀溶液の使用量(ml)

n : 0.05M チオシアン酸アンモニウム溶液のモル濃度(M)

v : 検体の滴定に要した0.05M チオシアン酸アンモニウム溶液の使用量(ml)

v<sub>0</sub> : 空試験の滴定に要した0.05M チオシアン酸アンモニウム溶液の使用量(ml)

m : 検体の採取量(g)

#### 101-12 アクリロニトリルブタジエンゴムもしくはふっ素ゴムの体積変化率

JIS K 6258(加硫ゴム及び熱可塑性ゴム-耐液性の求め方)に準じ、体積変化率を測定する。浸漬は40°Cで48時間行う。

#### 101-13 オクタン価

JIS K 2280-1(石油製品-オクタン価、セタン価及びセタン指数の求め方- 第1部: リサーチ法オクタン価により測定する。

101-14 残留炭素分の重量

JIS K 2270(原油及び石油製品-残留炭素分試験方法)による。