

石油製品—塩素分試験方法—微量電量滴定法

(2017年5月1日追補)

この追補は、2002年12月6日に制定された“石油製品—塩素分試験方法—微量電量滴定法”の追補である。したがって、今後、**JPI-5S-64-2002**とは、この追補も含むものとする。

なお、この追補は、該当箇所のみを示す。2017年5月1日の追補は次の1箇所である。

追補

4.k) 塩素標準液 (2500 $\mu\text{g}/\text{mL}$) に

「塩素標準液の調製には1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼンの代わりに2,4,6-トリクロロフェノールを用いてもよい。その調製は、100mL全量フラスコに、2,4,6-トリクロロフェノール約0.464gを精秤し(0.1mgの桁まで秤量する)、**JIS K 8680**に規定するトルエンを加え溶解後、さらにトルエンを標線まで加える。

この塩素濃度は、次式によって求める。

$$\text{塩素濃度}(\mu\text{g}/\text{mL}) = \frac{106.35 \times M(\text{g})}{197.45 \times 100(\text{mL})} \times 10^6$$

$M(\text{g})$: 2,4,6-トリクロロフェノール採取量

この溶液は密封して冷暗所に保存し、使用期限は3ヶ月とする。」を追加する。

追補-2017の解説

2015年に実施したJPIアンケートにおいて、塩素標準物質の1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼンは毒物指定されているため、毒物指定されていない塩素標準物質を使用したいとの要望があった。製品部会試験分析分科会では、毒物指定されていない2,4,6-トリクロロフェノールについて塩素標準物質としての適用可否を1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼンとの比較データ(解説表1及び解説表2)より検討した。その結果、毒物指定されていない2,4,6-トリクロロフェノールは塩素標準物質として問題なく使用できることがわかったため、塩素標準物質として2,4,6-トリクロロフェノールを追加する。

解説表 1 塩素標準物質 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼンと 2,4,6-トリクロロフェノールの測定結果 <縦型装置>

標準試料濃度 (µg/mL)	0.2		1		5		10		50		500	
注入量 (µL)	90		90		90		90		50		20	
理論値 (µg)	0.02		0.09		0.45		0.90		2.50		10	
取扱 (仕様)	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %
	70~110	≤15	75~100	≤10	75~110	≤8	80~105	≤5	90~105	≤3		
1C2,4DNB	111	10	97	4.1	92	2.4	94	3.1	95	1.7	96	0.4
2,4,6TCP	108	8.4	97	1.3	92	2.7	92	0.7	94	0.2	95	0.2
1C2,4DNB	102	1.0	95	2.1	94	1.0	94	0.4	94	0.4	測定なし	
2,4,6TCP	105	9.4	97	1.5	92	0.7	92	1.0	93	0.5	測定なし	
1C2,4DNB	109	11	96	2.2	93	0.3	93	0.3	94	1.8	測定なし	
2,4,6TCP	96	4.8	92	1.8	90	1.0	92	0.2	91	1.3	測定なし	

1C2,4DNB : 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン

2,4,6TCP : 2,4,6-トリクロロフェノール

解説表 2 塩素標準物質 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼンと 2,4,6-トリクロロフェノールの測定結果 <横型装置>

標準試料濃度 (µg/mL)	0.2		1		5		10		50		500	
注入量 (µL)	100		100		40		40		40		20	
理論値 (µg)	0.02		0.10		0.20		0.40		2.00		10	
取扱 (仕様)	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %	回収率 %	RSD %
	70~110	≤20	75~100	≤15	75~105	≤10	75~105	≤5	90~105	≤3		
1C2,4DNB	95	2.6	84	2.0	93	1.2	93	0.8	95	0.4	95	0.1
2,4,6TCP	91	12	86	2.7	91	1.2	92	0.3	95	0.3	95	0.6
1C2,4DNB	80	9.8	86	4.2	92	0.8	93	0.4	95	0.4	94	0.9
2,4,6TCP	83	9.0	86	3.4	91	0.7	89	1.1	93	0.2	95	0.5
1C2,4DNB	96	9.0	93	3.7	93	1.1	91	0.6	95	0.4	測定なし	
2,4,6TCP	100	3.3	91	1.5	93	0.9	90	1.4	94	0.4	測定なし	

1C2,4DNB : 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン

2,4,6TCP : 2,4,6-トリクロロフェノール