

アスファルトのカラムクロマトグラフィー による組成分析法

(2019年2月15日追補)

この追補は、1983年11月25日に制定された“アスファルトのカラムクロマトグラフィーによる組成分析法”の追補である。したがって、今後、**JPI-5S-22-83**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。2019年2月15日の追補は次の15箇所である。

追補

4.1, 4.5, 4.14, 5.2, 5.3, 5.4, 5.5, 6.1, 7.1, 7.2, 7.5, 7.6, 7.7, 7.9, 7.11 の表記を下線部
____の通り追加する。

4. 装置及び器具

4.1 フラスコ

(1) 試料採取用, ろ液受器用

200~300mLのフラスコで抽出器と相互にすり合わせで連結できるもの。溶媒除去をロータリーエバポレーターで行う場合には、これと相互にすり合わせで連結できるナスフラスコが好ましい。1試料に各1個, 計2個を用意する。

(2) カラム溶出成分受器用

500mL程度のフラスコで抽出器と相互にすり合わせで連結できるもの。1試料に3個を用意する。

4.5 **加熱器** 200~300mLのフラスコが入るマントルヒーターが適当で、温度調節のできるもの。

4.14 **デシケーター** 気密性と乾燥状態を保持できるもの。シリカゲルやモレキュラシーブ等の乾燥剤を入れても良い。真空タイプやガス置換タイプなどを用いても良い。

注(1) 削除

5. 試薬

5.2 ***n*-ヘプタン** : 1級以上

5.3 **トルエン** : 1級以上

5.4 **メタノール** : 1級以上

5.5 **乾燥剤** : シリカゲル, モレキュラシーブなど

6. 試験の準備

6.1 **アルミナゲルの準備** クロマトグラフィー操作の前日にアルミナゲルをひらたい容器に2cm以下の厚さに入れ、恒温乾燥器180°Cで3時間活性化(1)する。終了後デシケーター内で放冷し、翌日までデシケーター中に保存(1)する。

注(1) アルミナゲルの活性化条件及び保管方法は結果に大きな影響を与えるため、上記の操作条件を厳密に守る必要がある。

注(3) 削除

7. 操作

7.1 試料の溶解 200~300mL のフラスコに $2.0 \pm 0.2\text{g}$ の試料を 0.001g 単位まではかりとる(2)。これに 60mL の n -ヘプタンを加え、抽出装置にセットした後、マントルヒーター等で加熱し、1時間還流煮沸する。冷却後、フラスコを抽出装置から取りはずし、すり合わせの栓で密封して $1.5 \sim 2.5$ 時間暗所に放置する。

注(2) ストレートアスファルトの場合には軟化点より 90°C 以上 高くしないように、なるべく低温で試料を溶融する。試料はかき混ぜて均一にしてから採取する。ブローンアスファルト等の固いアスファルトの場合には、試料をナイフ等で削り取ってフラスコに採取する。

7.2 アスファルテンの分離 ろ斗上に図4に示すように折ったろ紙を置き、ろ液の受器として $200 \sim 300\text{mL}$ のフラスコをセットする。動揺させないように注意しながら、またアスファルテンがろ紙の上縁まで上らないようにフラスコ内の n -ヘプタン溶液をろ紙上に注ぐ。フラスコ中に残ったアスファルテンは n -ヘプタンで連続的に洗いながら、できるだけ完全にろ紙上に移す。最後にフラスコ内を n -ヘプタンで十分洗浄し、洗液をろ紙上に注ぐ。フラスコ内のアスファルテンを完全にろ紙上に移すことが出来ない場合は、そのままにしておき、7.4の操作の際に回収する。

7.5 マルテン溶液の濃縮 7.3 で得られたマルテン溶液が 100mL を超えた場合、エバポレーター等の適当な方法で濃縮する。ただしマルテン溶液が 100mL 以下の場合、この作業は必要ない。

注(3) 7.1 から 7.5 までの操作は一日で行う。

7.6 クロマトグラフィーの準備 6.1 で準備したアルミナゲル 75g をビーカーに採り、6.2 で用意したカラム内に移し、カラム外側からバイブレーターを約 60 秒間かけてアルミナゲルを均一に詰める。恒温水槽の温水をポンプでカラムジャケット部に循環させてカラム温度を $50 \pm 2^\circ\text{C}$ に保つ。 n -ヘプタン約 70mL をメスシリンダーに採り、ガラス棒等を用いてカラム上部から内壁づたいにカラム内に流し込み、ゲルを湿潤させる(4)。カラム出口に飽和分採取用の受器を用意する。

注(4) 活性アルミナゲルをデシケーターから取り出し、 n -ヘプタンの流し込みまでの操作は、できるかぎりすみやかに行う。

7.7 マルテンのクロマトカラムへの吸着 7.6 で準備したカラム中の n -ヘプタンの最終液面がゲル層上面に達したのを確認してから、7.5 で得られたマルテン溶液をカラム中に注ぐ。マルテンが付着したフラスコは飽和分分離用の n -ヘプタン 300mL のうち約 25mL で洗浄し、マルテン溶液の最終液面がゲル層上面に達したら、直ちにカラム上部から n -ヘプタン洗浄液をカラム内に注ぐ。この洗浄操作をさらにもう一度繰り返し、フラスコ内のマルテンを完全にカラム内に移す。

7.9 芳香族分の分離 次に 7.7 に使用したフラスコを芳香族分分離用のトルエン 300mL のうち約 30mL で洗浄し、 n -ヘプタン不溶解分を完全に溶解しカラム内に流し入れる。この最終液面がゲル層上面に達したら、引き続きカラム上部からトルエンを連続的にカラム内に流し入れる。トルエンの最終液面がゲル層上面に達したら直ちにそれまで採取した留分の受器を次の受器と取り換える。この留分を芳香族分溶液とする。

7.10 レジンの分離

注(5) 7.6 から 7.10 までの操作は 7.1 から 7.5 までの操作の翌日に行う。

7.11 各成分の恒量化

A 法：溶剤除去にロータリーエバポレーターを使用する場合

A 法の場合、カラム出口に置く受器としてはロータリーエバポレーターとすり合わせで連結できる 500mL 程度のナスフラスコを用いることが好ましい。なおこのナスフラスコはあらかじめ 0.001g 単位まで秤量しておく。7.4 及び 7.8～7.10 で得られたアスファルテン、飽和分、芳香族分及びレジンを溶液の入ったフラスコを順次ロータリーエバポレーターに連結し、溶剤を除去する。各溶剤を除去後、各フラスコを 100～110℃に温度調節された真空乾燥器に入れ、1 時間絶対圧 50mmHg (6.67kPa) 以下で恒量化する。終了後、各フラスコを真空乾燥器から取り出し、室内で放冷する。また、真空乾燥器は使用せずに、各フラスコを湯浴等で加温し窒素ガスを吹きつけて溶媒を除去しても良い。冷却後、各フラスコを 0.001g 単位まで秤量し各成分の質量を求める。

追補-2019 の解説

本試験法は 1983 年の制定から 35 年が経過しており、器具や試薬の指定が限定的である点や、試験結果の蓄積などにより、次の箇所を変更した。

4. 装置及び器具

4.1, 4.5, 4.14, 6.1, 7.1, 7.2, 7.11 に関しては、フラスコやデシケーターのサイズ等の限定を解除することによる操作性の向上を図るために変更した。また、4.14 注(1)は同趣旨の文章を本文に追加したため削除した。これらの変更による試験結果への影響はない。

5. 試薬

5.2, 5.3, 5.4, 5.5 に関しては、1 級試薬中に微量に含まれる不純物の量は本試験法の測定レベル（質量%オーダー）よりも十分に低く、かつ試薬は操作により全量除去されるため、等級による影響はないと判断し、試験等級を変更した。

6. 試験の準備

6.1 の注(2)を注(1)に変更した。注(3)は削除した。

7. 操作

7.1 注(4)を注(2)に変更した。試料を溶融させる温度の記載が JIS K 2207（石油アスファルト）と異なっていたため修正した。

7.5 に関しては、アスファルトの分離操作において、マルテン溶液がおおむね 100mL となり、濃縮操作の限定解除の要望をうけての事である。100mL 以下の場合、マルテン溶液の濃縮操作有無による試験結果（飽和分、芳香族分、レジン分）への影響はない（解説表 1）。また、注(5)を注(3)に変更した。

7.6 に関しては、操作手順に従い、一部文章を入れ替え修正した。また、注(6)を注(4)に変更した。

7.7 および 7.9 に関しては、フラスコを洗浄する溶液量が明確に定められていたが、おおよその量で試験結果への影響がないため、操作性の向上を図るために追記した。

7.10 注(7)を注(5)に変更した。

7.11 に関しては、真空乾燥器を用いて恒量化する操作が必須となっているが、湯浴等で加温し窒素ガスを吹きつけて溶媒を除去し恒量化することも可能であることを追記した。

以上の操作変更による、試験結果への影響はない。

解説表 1 マルテン溶液濃縮操作の有無による試験結果の比較

各成分（質量%）	ストレートアスファルト 60/80		ストレートアスファルト 80/100	
	濃縮操作なし	濃縮操作あり	濃縮操作なし	濃縮操作あり
飽和分	16.5	16.1	14.5	14.5
芳香族分	47.7	47.5	48.0	48.2
レジン分	25.3	25.1	24.7	24.7
アスファルテン分（参考）	10.5	11.3	12.8	12.6
回収率（%）	98	99	99	99