

石油製品ークマリンの求め方

(2026年2月13日追補)

この追補は、2021年7月15日に改訂された“石油製品ークマリンの求め方”の追補である。
したがって、今後、JPI-5S-71-2021とは、この追補を含むものとする。
なお、この追補は該当箇所のみを示す。2026年2月13日の追補は、次の3箇所である。

追補 1

「5.2.9 クマリン標準液」、「6.2.8 クマリン標準液」、「6.2.10 分離確認溶液」及び「A.4 試薬」の次の項に規定する標準液の保存・有効期間を3ヶ月から6ヶ月に変更する。また、**5.2.9 c)**と**6.2.8 c)**との注記の“開封後は密栓して冷暗所で保存した場合”も有効期限を3ヶ月から6ヶ月に変更する。

5.2.9 クマリン標準液

- a) クマリン標準原液 (10,000 mg/L) の調製
- b) クマリン標準液 (100 mg/L) の調製
- c) クマリン標準液 (1 mg/L) の調製

6.2.8 クマリン標準液

- a) クマリン標準原液 (10,000 mg/L) の調製
- b) クマリン標準液A (100 mg/L) の調製
- c) クマリン標準液Bの調製

6.2.10 分離確認溶液

- a) クマリン標準液C (2 mg/L) の調製

A.4 試薬

A.4.11 クマリン原液 (10,000 mg/L) の調製

A.4.12 クマリン溶液 (100 mg/L) の調製

A.4.13 クマリン標準液 (1 mg/L) の調製

追補 2

「5.2.10 アルカリ溶液」の**c)**並びに注記及び「A.4.15 アルカリ溶液の調製」の**c)**並びに注記に次の注(下線部)を追加する。

- c) ポリエチレン容器100 mLに移して保存する。アルカリ溶液の保存・有効期間は、密栓して冷暗所で保存した場合、1ヶ月である。

注記 市販品のアルカリ溶液を用いる場合の有効期限は、未開封の場合はメーカーの仕様書による。
また、開封後は密栓して冷暗所で保存した場合、1ヶ月 Ψ である。

注 Ψ 自所で結果に影響がないことを確認して有効期限を延長してもよい。

追補 3

「5.2.11 アルコール溶液」の**b)**並びに注記及び「A.4.16 アルコール溶液の調製」の**e)**並びに注記に、次の注（下線部）を追加する。

5.2.11 アルコール溶液

b) 保存用のガラス容器に移して保存する。このアルコール溶液の保存・有効期間は、密栓して冷暗所で保存した場合、1ヶ月 Ψ である。

注記 市販品のアルコール溶液を用いる場合の有効期限は、未開封の場合はメーカーの仕様書による。また、開封後は密栓して冷暗所で保存した場合、1ヶ月 Ψ である。

注 Ψ 自所で結果に影響がないことを確認して有効期限を延長してもよい。

A.4.16 アルコール溶液の調製

e) アルコール溶液は、保存用のガラス容器に移して保存する。このアルコール溶液の保存・有効期間は、密栓して冷暗所で保存した場合、1ヶ月 Ψ である。

注記 市販品のアルコール溶液を用いる場合の有効期限は、未開封の場合はメーカーの仕様書による。また、開封後は密栓して冷暗所で保存した場合、1ヶ月 Ψ である。

注 Ψ 自所で結果に影響がないことを確認して有効期限を延長してもよい。

追補-2025 の解説

追補 1 について

2022年度に試験分析分科会で実施したJPI規格改訂要望に関するアンケートにおいてJPI-5S-71（石油製品－クマリンの求め方）で用いるクマリン標準液の有効期限延長に関する要望があげられた。これを受けて試験分析分科会では、クマリン標準液の長期貯蔵安定性試験を行った。試験の概要を解説表1に示す。

解説表1－クマリン標準液長期貯蔵安定性試験

実施期間	2023年9月～2024年11月
試験機関	5機関（試験分析分科会参加機関）
試験試料	クマリン標準液（1mg/L）を担当機関で調製し、5mLをバイアルに充填したものを各試験機関に配布。 試料は、経過期間ごとに個別に測定するため、5機関×4水準（経過期間）×2本測定の計40試料を調製。
測定方法	JPI-5S-71-2021 蛍光光度法又はHPLC法による。 各試験機関において、試料を遮光・室温の状態で保管し、次の経過期間（4水準）ごとにクマリン標準液を2本測定。 0日*・120日・240日・400日 *試料到着後7日以内を目安に測定。 参考として保管場所の室温を記録（2回/月、始業時・13時・終業時）。

試験結果を解説表2に示す。

解説表2－クマリン標準液長期貯蔵安定性試験結果

単位：mg/L

保管期間	測定日（目安）	L1		L2		L3		L4		L5	
		1本目	2本目	1本目	2本目	1本目	2本目	1本目	2本目	1本目	2本目
0日	2023年10月2日	1.01	1.01	1.02	1.02	1.00	1.00	0.99	0.97	1.03	0.99
120日	2024年1月30日	1.03	1.00	1.00	1.00	1.01	0.94	1.00	1.00	1.00	0.99
240日	2024年5月29日	1.04	1.04	1.03	1.01	1.00	0.98	1.01	0.90	<u>0.67</u>	<u>0.69</u>
400日	2024年11月5日	<u>0.88</u>	<u>0.87</u>	<u>0.87</u>	0.97	1.00	1.00	0.99	—	<u>0.71</u>	0.97

表中の下線の結果は、いずれも低値を示しているが、原因究明の結果、バイアルの内蓋に問題があることが判明した。バイアルの内蓋に使用しているパッキンは、シリコーンゴムにPTFEコーティングを施しているが、クマリン標準液に触れることによってパッキンに亀裂や膨潤が認められるものがあり、この現象と試験結果（低値）との関係に概ね相関があることから測定目的成分であるクマリンがゴムに吸着して低値を示したものと思われる。したがって、低値の原因は標準液の変質ではないと判断し、少なくとも240日までは概ね安定した結果が得られていることを基にクマリン標準液の有効期限（有効期間）をJPI-5S-71-2021の3ヶ月から6ヶ月に延長した。なお、今回の試験では、クマリン濃度1mg/Lの標準液で確認を行ったが、クマリン標準原液（10,000mg/L）及びクマリン標準液（100mg/L）においても高濃度によっ

て析出や沈降が認められない限りクマリン標準液（1mg/L）より安定性は高いと判断し、有効期限を同様に3ヶ月から6ヶ月に延長した。

追補 2 および追補 3 について

この試験方法では、試料の前処理にアルカリ溶液及びアルコール溶液を用いている。これらの有効期限は、JPI-5S-71-2021 では 1 ヶ月だが、市販品は容量が 0.5L 以上であり、試験の実情（試験頻度、試料数など）からは、その殆どが使用されないまま有効期限を迎え廃棄処分となる。環境対策、当該溶液の安定性などを考慮し、原則として有効期限は 1 ヶ月とするが、使用者が試験結果に影響がないことを確認した上で有効期限を延長できることとした。“試験結果に影響がない”とは JPI-5S-71-2021 に規定する室内併行許容差を目安にするとよい。有効期限の確認は、都度調製又は購入した溶液及び一定期間保管した溶液を用いて試料の前処理を行って試験結果を比較するなどの方法がある。一例として、試験分析分科会で行ったアルカリ溶液及びアルコール溶液の貯蔵安定性試験の概要を**解説表 3**に示す。

解説表3ーアルカリ溶液及びアルコール溶液の貯蔵安定性試験

実施期間	2025年8月～2026年1月
試験機関	1機関（試験分析分科会参加機関）
試験試料	市販の同一ロットのアルカリ溶液、アルコール溶液、及びクマリン標準液(1mg/L)を用いて同一の市販灯油のクマリン濃度を1ヶ月毎に測定した。
測定方法	JPI-5S-71-2021 蛍光光度法による。

試験結果を**解説表 4**に示す。

解説表4ーアルカリ溶液及びアルコール溶液の貯蔵安定性試験結果

単位：mg/L

保管期間	測定日	市販灯油クマリン濃度
0 日	2025 年 8 月 8 日	0.99
30 日	2025 年 9 月 8 日	1.03
60 日	2025 年 10 月 8 日	1.02
90 日	2025 年 11 月 6 日	1.00
120 日	2025 年 12 月 5 日	1.01
150 日	2026 年 1 月 5 日	1.00

解説表 10 について

この追補発行により、**解説表 10 クマリン標準液および燃料由来極性成分溶液の有効期間**を次のように変更する。

解説表 10 クマリン標準液および燃料由来極性成分溶液の有効期間

種類	調製品	市販品	保存	性質
クマリン標準原液	6ヶ月	開封前：仕様書の期限 開封後：6ヶ月	密栓，室温 暗所	溶媒の揮発，析出により 濃度が変化しやすい。
クマリン標準液 A				
クマリン標準液 B				
クマリン標準液 C				
燃料由来極性成分溶液	3ヶ月	開封前：仕様書の期限 開封後：3ヶ月		

以上

石油製品－クマリンの求め方審議会

構成表

製品部会 委員 7 名 (所属、氏名略)
 (部会長) 田中晴也 コスモ石油株式会社

試験分析分科会 委員 6 名
 (委員長) 久保田 雅 美 株式会社エス・ブイ・シー東京
 (幹事) 関 戸 孝 幸 出光興産株式会社
 (幹事) 中 野 幸 弘 ENEOS 株式会社
 (幹事) 佐々木 里 香 コスモ石油株式会社
 鈴 木 敦 一般社団法人潤滑油協会
 稲 田 智 子 一般社団法人全国石油協会
 (事務局) 青 山 竜 公益社団法人石油学会