

蒸留試験におけるJISとASTMの比較

西澤 聰美*, 渡部 聰*, 柴田 正志*, 片岡 憲治*

Comparison of Distillation pattern of Petroleum Products using JIS K2254 and ASTM D86

Satomi NISHIZAWA*, Satoshi WATANABE*, Masashi SHIBATA*, Kenji KATAOKA*

*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance

6-3-5, Kashiwanoha, Kashiwa, Chiba 277-0882 Japan

For 2002 version HS classification of petroleum products, the distillation test in accordance with ASTM D86 is needed. In Japan, however, distillation tests have been practiced according to JIS K2254 for deciding to which National Subdivisions the products should be included. These two testing methods are, in essence, similar to each other except for some minor conditions such as the manner of placing a thermometer and the rate of distillation. In the present study, distillation tests were performed according to the two methods, and their results were carefully compared. As to the temperature at each percent recovered, the mean value of the one was always within the range (between the maximum and the minimum values) of the other, and any difference between the two was considered to be within the repeatability error. Moreover, the difference between the values of percent evaporated at 210°C of both methods was found to be insignificant. Thus, it was concluded that the JIS K2254 method could be used in lieu of the ASTM D86 method for the HS Classification of petroleum products.

1. 緒 言

2002年HS条約（商品の名称及び分類についての統一システムに関する国際条約）が一部改正され、従来の第2710.00号（石油及び歴青油、これらの調製品）が第2710.11号（軽質油及びその調製品）と第2710.19号（その他のもの）に分割されることとなった。この区分けの基準として新たに第27類号注4「『軽質油及びその調製品』とは、ASTM D86の方法による温度210度における減失加算留出容量が全容量の90%以上のものをいう。」が追加された。

従来、我が国では、第2710.00号を更に細分化しており、その区分けのために関税定率法施行令第72条で定めるJIS K2254の蒸留試験を実施してきた。従って、今回のHS改正に伴い、第27.10項の分類は号と国内細分を決定するために、それぞれASTM法とJIS法の2種類の蒸留試験を行なう必要性が生じた。

現在、各税関に配備されている蒸留試験装置はJIS K2254に対応したものであり、ASTM D86を満足するものではない。しかしながら、両者の試験方法に大差はなく、その差異は微小である（Table 1）。例えば、温度計の設定方法や蒸留スピード等の違いが測定上の誤差の範囲内におさまれば、従来どおり、

JIS法による試験結果のみをもとにHS分類が可能と考えられる。

そこで、本研究では、種々の試料について、JIS K2254とASTM D86の両蒸留試験を実施し、両方法の分留性状の試験結果を詳細に比較・検討した。

2. 実 験

2. 1 試料及び試薬

市販のガソリン及び灯油

2. 2 試料の調製

市販のガソリン及び灯油を一般的な蒸留装置で蒸留し、適当な蒸留範囲の画分を分類基準値付近を示すように適当な割合で混合し、Table 2に示す試料No.A～Eの5種類の試料を調製した。No.A～Dは、蒸留試験方法において1,2類に該当するもの、Eは3,4類に該当するものである。

2. 3 蒸留試験

各試料について、JIS K2254とASTM D86の蒸留試験をそれぞれ5回ずつ実施し、その平均値、最小値及び最大値をもとに両試験を比較した。

Table 1 Differences between JIS K2254 and ASTM D86

| Sample* characteristics | Apparatus to mount thermometer | | Flask support diameter of hole(mm) | | Time from IBP ** to 5% recovered (sec.) | |
|----------------------------|-----------------------------------|---------------------|---------------------------------------|------|--|-----------|
| | JIS | ASTM | JIS | ASTM | JIS | ASTM |
| Group 1 and 2 | Cork stopper | Centering device | 37.5 | 38 | 60 to 75 | 60 to 100 |
| Group 3 and 4 | | | 50 | 50 | — | — |

*The end point (EP) of Group 1 and 2 is below 250°C. The EP of Group 3 and 4 exceed 250°C.

** IBP = initial boiling point

Table 2 Characteristics of prepared samples

| Sample | IBP (°C) | Volume evaporated at 210°C (%) | EP (°C) |
|--------|----------|--------------------------------------|---------|
| A | ≤100 | ≥90 | |
| B | | <90 | ≤250 |
| C | >100 | ≥90 | |
| D | | <90 | |
| E | ≤100 | <90 | >250 |

3. 結果及び考察

3. 1 試験方法の差異

Table 1で示したように、両試験方法には大別すると3つの違いがある。石油製品の類別に関係しない共通の違いとして、温度計の設定方法がある。コルク栓を用いるJIS法に対して、ASTM法ではセンタリングデバイスという器具を用い、より正確にフラスコの中心に温度計を設定している。次に、1,2類の違いとして、フラスコの支え板の孔の直径が極わずかではあるが0.5 mmの差がある。また、初留点から5%留出量に達するまでの時間が、JIS法では60~75秒であるのに対して、ASTM法では60~100秒と、それより遅い蒸留スピードでも認められている。ちなみに、3,4類では温度計の設定方法以外に差異がないことから、本研究では、1,2類に分類される石油製品を中心に検討することにした。

3. 2 予備実験

予備実験として、市販のガソリン（1,2類の代表）及び灯油（3,4類の代表）をそれぞれJIS法とASTM法で5回ずつ蒸留試験を行い、各留出容量における留出温度の平均値、最小値及び最大値を比較した。Fig. 1にガソリンの蒸留曲線を示すが、両者は、ほぼ同じ曲線となったことから、以下の実験では測定データをまとめた表のみで示することにする。Table 3,4にガソリン及び灯油の両試験における結果を示す。いずれの試験方法にも、許容差が定められており、そのうち室内併行許容差は同一装置で同一人が試験を実施したときに用いるため許容差の範囲が狭くなっているが、ガソリン及び灯油の蒸留曲線の比較的なだらかな個所でも室内併行許容差を算出すると約1.5 °Cであり、測定データは許容差の範囲内と認められた。

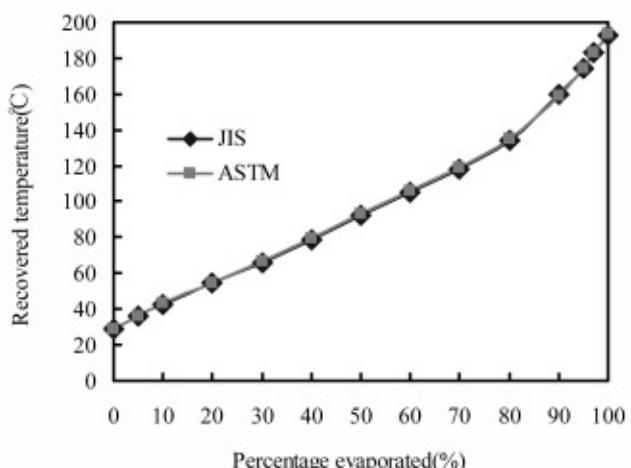


Fig. 1 Distillation curves of gasoline

Table 3 Data on the test of gasoline

| Volume evaporated (%) | JIS | ASTM |
|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------|
| IBP | 28.6 - 28.8* (28.7) ** | 27.9 - 29.4 (28.7) |
| 5 | 35.7 - 36.3 (35.9) | 34.9 - 37.1 (36.2) |
| 10 | 42.5 - 43.4 (42.8) | 42.1 - 43.9 (43.0) |
| 20 | 53.8 - 54.8 (54.2) | 53.6 - 55.6 (54.6) |
| 30 | 65.5 - 67.0 (66.1) | 65.8 - 67.3 (66.5) |
| 40 | 78.3 - 79.5 (78.8) | 78.3 - 80.0 (79.2) |
| 50 | 91.9 - 93.1 (92.4) | 92.2 - 93.5 (92.8) |
| 60 | 105.3 - 105.9 (105.5) | 105.6 - 106.2 (105.9) |
| 70 | 117.6 - 118.8 (118.2) | 118.1 - 119.5 (118.7) |
| 80 | 133.4 - 134.6 (134.0) | 134.2 - 135.2 (134.6) |
| 90 | 158.7 - 159.9 (159.5) | 159.1 - 159.8 (159.3) |
| 95 | 174.0 - 174.9 (174.5) | 173.3 - 175.3 (174.2) |
| 97 | 182.0 - 183.9 (182.9) | 182.4 - 183.8 (183.0) |
| EP | 192.6 - 193.3 (193.0) | 193.0 - 193.7 (193.3) |

*minimum - maximum

** (average)

Table 4 Data on the test of kerosine

| Volume evaporated (%) | JIS | ASTM |
|-----------------------------|---------------------------------|----------------------------|
| IBP | 148.8 - 150.0 * (149.5) ** | 148.5 - 150.6 (149.3) |
| 5 | 161.9 - 163.3 (162.6) | 161.7 - 164.3 (162.9) |
| 10 | 165.9 - 167.6 (166.5) | 167.2 - 167.8 (167.6) |
| 20 | 173.6 - 175.2 (174.6) | 175.2 - 175.7 (175.5) |
| 30 | 182.0 - 183.0 (182.6) | 183.0 - 183.3 (183.1) |
| 40 | 189.6 - 191.0 (190.4) | 190.8 - 191.4 (191.1) |
| 50 | 198.8 - 199.7 (199.3) | 199.7 - 200.4 (200.1) |
| 60 | 208.5 - 209.4 (208.8) | 209.2 - 210.3 (209.6) |
| 70 | 219.8 - 220.6 (220.1) | 220.0 - 221.1 (220.5) |
| 80 | 232.3 - 233.3 (232.8) | 232.6 - 234.1 (233.4) |
| 90 | 247.4 - 248.2 (247.9) | 247.5 - 249.1 (248.3) |
| 95 | 258.1 - 258.5 (258.3) | 258.0 - 259.5 (258.7) |
| 97 | 263.9 - 265.2 (264.7) | 264.2 - 266.2 (265.1) |
| EP | 271.7 - 273.5 (272.7) | 272.4 - 273.6 (273.0) |

*minimum - maximum

** (average)

3.3 調製した試料の蒸留試験

2.2で調製した試料No.A～Eの測定結果をTable5～9に示す。1,2類である試料No.A～Dについては、JIS法とASTM法において5%留出量に達する蒸留スピードに違いがあるため、ASTM1はJISと同じ蒸留スピードの範囲内(60～75秒)におさまったもの、ASTM2はJIS法で認められた範囲内ではないがASTM法では許される範囲内(75～100秒)とした。試料Eは3,4類に該当するため、JIS法とASTM法の違いは温度計の設定方法以外に差異はない。Table 5～9に示したように、一方の平均値は他方のレンジ(最小値と最大値の範囲)内におさまって

おり、平均値の差も極わずかであり、両試験による結果は許容差の範囲内と認められた。

3.4 両試験結果の比較

HS分類上の基準である「温度210度における減失加算留出容量が全容量の90%以上か否か」について、より詳しく比較・検討した。Table 5～9に温度210度における減失加算留出容量%を示しているが、統計的手法を用いて、試験方法によりこの値に有意な差があるか否か検討した。まず、試料No.A～Dについては、3つの試験方法間に有意な差があるか検定する手法(一元配置法による分散分析)を用いて、比較・検討した(Table

Table 5 Data on the test of sample A

| Volume evaporated (%) | JIS | ASTM1* | ASTM2** |
|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| IBP | 60.5 - 61.7 (61.2) | 61.0 - 62.1 (61.7) | 59.9 - 62.2 (61.5) |
| 5 | 90.2 - 92.7 (91.6) | 92.2 - 93.3 (92.7) | 91.8 - 93.8 (92.9) |
| 10 | 104.1 - 106.8 (105.5) | 105.2 - 106.7 (105.9) | 105.5 - 106.7 (106.1) |
| 20 | 123.3 - 125.0 (123.9) | 123.3 - 124.4 (124.0) | 123.4 - 124.3 (123.9) |
| 30 | 138.4 - 140.0 (139.1) | 138.8 - 139.5 (139.2) | 138.8 - 139.5 (139.2) |
| 40 | 151.1 - 153.0 (151.9) | 151.5 - 152.3 (152.0) | 151.0 - 152.3 (151.8) |
| 50 | 162.1 - 164.2 (163.3) | 161.8 - 164.2 (162.9) | 161.7 - 164.0 (162.7) |
| 60 | 171.3 - 172.4 (171.8) | 170.4 - 172.9 (171.3) | 169.8 - 173.2 (171.8) |
| 70 | 179.7 - 181.0 (180.5) | 179.4 - 180.9 (180.2) | 179.8 - 181.1 (180.6) |
| 80 | 190.2 - 190.9 (190.6) | 190.2 - 190.6 (190.4) | 189.9 - 190.8 (190.5) |
| 90 | 205.5 - 206.6 (206.1) | 205.7 - 206.9 (206.1) | 205.4 - 206.0 (205.7) |
| 95 | 217.6 - 219.0 (218.4) | 217.9 - 219.3 (218.6) | 217.9 - 218.5 (218.3) |
| 97 | 225.6 - 226.9 (226.0) | 225.2 - 227.2 (226.3) | 225.2 - 226.1 (225.6) |
| EP | 232.9 - 233.8 (233.5) | 233.4 - 234.8 (233.9) | 232.3 - 234.0 (233.3) |
| 210°C | 91.7 - 92.2 (91.9 %) | 91.8 - 92.1 (92.0 %) | 91.9 - 92.2 (92.1 %) |

*The time from IBP to 5% recovered is 60 to 75 seconds as same as JIS.

**The time from IBP to 5% recovered is 75 to 100 seconds.

Table 6 Data on the test of sample B

| Volume evaporated (%) | JIS | ASTM1* | ASTM2** |
|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| IBP | 62.2 - 64.5 (63.1) | 62.3 - 64.2 (63.1) | 61.9 - 63.7 (62.9) |
| 5 | 95.6 - 97.4 (96.3) | 96.5 - 98.2 (97.3) | 96.3 - 98.4 (97.6) |
| 10 | 111.8 - 113.8 (112.7) | 112.4 - 113.3 (112.8) | 112.5 - 113.9 (113.3) |
| 20 | 132.5 - 133.9 (133.0) | 132.5 - 133.6 (133.1) | 132.7 - 134.1 (133.4) |
| 30 | 147.7 - 148.9 (148.1) | 147.1 - 148.2 (147.7) | 147.2 - 148.6 (147.7) |
| 40 | 157.9 - 160.0 (159.0) | 157.7 - 160.1 (159.1) | 158.6 - 161.3 (159.9) |
| 50 | 168.0 - 168.9 (168.4) | 167.4 - 169.4 (168.5) | 167.3 - 169.6 (168.4) |
| 60 | 175.8 - 176.5 (176.0) | 175.7 - 177.1 (176.3) | 175.1 - 177.3 (175.9) |
| 70 | 184.1 - 184.7 (184.4) | 183.8 - 184.4 (184.2) | 184.3 - 184.9 (184.5) |
| 80 | 193.9 - 195.2 (194.5) | 194.1 - 195.0 (194.6) | 193.7 - 194.6 (194.3) |
| 90 | 210.4 - 210.8 (210.7) | 210.5 - 211.3 (210.8) | 210.2 - 211.3 (210.7) |
| 95 | 222.5 - 223.5 (222.9) | 222.5 - 223.8 (223.1) | 221.8 - 224.1 (222.8) |
| 97 | 230.3 - 231.6 (230.8) | 230.0 - 231.6 (230.7) | 230.1 - 231.8 (230.7) |
| EP | 237.4 - 239.0 (238.2) | 237.6 - 238.8 (238.2) | 238.0 - 239.2 (238.5) |
| 210°C | 89.6 - 89.9 (89.7 %) | 89.4 - 89.8 (89.6 %) | 89.4 - 89.9 (89.7 %) |

*The time from IBP to 5% recovered is 60 to 75 seconds as same as JIS.

**The time from IBP to 5% recovered is 75 to 100 seconds.

Table 7 Data on the test of sample C

| Volume evaporated (%) | JIS | ASTM1* | ASTM2** |
|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| IBP | 138.3 - 140.1 (138.9) | 137.6 - 140.1 (139.0) | 136.3 - 137.3 (137.0) |
| 5 | 147.7 - 148.8 (148.2) | 147.2 - 148.6 (148.3) | 147.0 - 148.3 (147.7) |
| 10 | 150.4 - 151.3 (150.9) | 149.7 - 150.9 (150.3) | 150.7 - 151.2 (150.8) |
| 20 | 154.4 - 155.6 (155.1) | 154.5 - 155.2 (154.8) | 154.3 - 155.0 (154.8) |
| 30 | 158.7 - 159.5 (159.1) | 158.7 - 159.1 (158.9) | 158.7 - 159.1 (158.8) |
| 40 | 162.8 - 163.9 (163.4) | 162.9 - 163.5 (163.3) | 163.1 - 163.3 (163.2) |
| 50 | 167.8 - 168.3 (168.1) | 167.6 - 168.2 (168.0) | 167.5 - 167.9 (167.8) |
| 60 | 173.3 - 173.7 (173.5) | 173.0 - 173.7 (173.3) | 173.0 - 173.5 (173.2) |
| 70 | 180.3 - 181.1 (180.7) | 180.2 - 180.7 (180.5) | 179.9 - 180.6 (180.3) |
| 80 | 189.8 - 190.8 (190.3) | 189.9 - 190.4 (190.2) | 189.8 - 190.3 (190.1) |
| 90 | 205.8 - 207.1 (206.5) | 206.3 - 207.0 (206.6) | 206.1 - 206.8 (206.5) |
| 95 | 219.2 - 220.3 (219.8) | 218.1 - 219.8 (219.4) | 218.4 - 219.8 (219.1) |
| 97 | 227.5 - 228.4 (227.8) | 227.7 - 228.2 (227.9) | 225.7 - 228.5 (227.2) |
| EP | 234.4 - 236.9 (235.9) | 234.1 - 236.6 (235.7) | 234.8 - 235.6 (235.2) |
| 210°C | 91.2 - 92.1 (91.6 %) | 91.4 - 91.7 (91.6 %) | 91.5 - 91.9 (91.6 %) |

*The time from IBP to 5% recovered is 60 to 75 seconds as same as JIS.

**The time from IBP to 5% recovered is 75 to 100 seconds.

Table 8 Data on the test of sample D

| Volume evaporated (%) | JIS | ASTM1* | ASTM2** |
|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| IBP | 141.2 - 143.4 (142.6) | 141.8 - 143.5 (142.8) | 141.6 - 142.7 (142.2) |
| 5 | 151.8 - 153.0 (152.5) | 151.0 - 153.1 (152.2) | 151.2 - 153.2 (152.3) |
| 10 | 154.2 - 156.0 (155.3) | 154.2 - 155.5 (154.8) | 154.3 - 156.2 (155.5) |
| 20 | 159.7 - 160.2 (160.0) | 159.4 - 159.9 (159.6) | 159.8 - 160.0 (159.9) |
| 30 | 164.3 - 164.6 (164.4) | 163.7 - 164.2 (164.0) | 163.9 - 164.7 (164.3) |
| 40 | 168.8 - 169.3 (169.1) | 168.4 - 168.8 (168.7) | 168.4 - 169.2 (168.9) |
| 50 | 173.9 - 174.5 (174.2) | 173.7 - 174.1 (173.9) | 173.9 - 174.3 (174.0) |
| 60 | 180.3 - 180.5 (180.4) | 179.7 - 180.1 (179.9) | 180.0 - 180.3 (180.2) |
| 70 | 187.5 - 187.9 (187.7) | 187.2 - 187.4 (187.4) | 187.4 - 187.9 (187.6) |
| 80 | 197.9 - 198.3 (198.1) | 197.4 - 198.0 (197.7) | 197.5 - 197.9 (197.7) |
| 90 | 213.9 - 214.6 (214.2) | 213.5 - 214.6 (214.0) | 213.5 - 214.4 (213.8) |
| 95 | 225.3 - 226.5 (225.9) | 225.1 - 226.1 (225.5) | 224.9 - 226.1 (225.7) |
| 97 | 233.3 - 234.5 (233.8) | 233.2 - 234.5 (233.6) | 232.9 - 233.7 (233.4) |
| EP | 240.8 - 241.9 (241.2) | 240.6 - 241.0 (240.7) | 239.3 - 240.5 (240.2) |
| 210°C | 87.7 - 88.2 (87.9 %) | 87.9 - 88.3 (88.1 %) | 87.8 - 88.3 (88.1 %) |

*The time from IBP to 5% recovered is 60 to 75 seconds as same as JIS.

**The time from IBP to 5% recovered is 75 to 100 seconds.

Table 9 Data on the test of sample E

| Volume evaporated (%) | JIS | ASTM |
|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| IBP | 66.7 - 67.6 (67.0) | 66.7 - 67.2 (66.9) |
| 5 | 100.7 - 102.8 (101.5) | 101.1 - 103.0 (101.9) |
| 10 | 114.3 - 115.9 (115.0) | 114.8 - 115.7 (115.3) |
| 20 | 131.7 - 132.6 (132.1) | 132.1 - 132.4 (132.2) |
| 30 | 144.5 - 145.3 (145.0) | 144.8 - 145.7 (145.3) |
| 40 | 155.1 - 155.8 (155.4) | 153.7 - 156.3 (155.4) |
| 50 | 165.0 - 166.1 (165.5) | 164.9 - 166.3 (165.5) |
| 60 | 172.9 - 175.2 (174.1) | 172.9 - 175.3 (174.1) |
| 70 | 182.7 - 184.5 (183.6) | 183.5 - 184.8 (184.0) |
| 80 | 195.5 - 197.2 (196.5) | 195.7 - 197.5 (196.6) |
| 90 | 217.2 - 218.3 (217.8) | 217.5 - 218.2 (217.8) |
| 95 | 235.3 - 236.2 (235.7) | 233.7 - 236.1 (235.4) |
| 97 | 245.1 - 247.2 (246.3) | 243.7 - 247.1 (245.9) |
| EP | 253.8 - 255.9 (254.9) | 254.2 - 256.0 (255.0) |
| 210°C | 86.5 - 87.3 (86.9 %) | 86.7 - 87.2 (86.9 %) |

Table 10 Statistical analysis of samples A, B, C and D

| Sample No. | F-test* |
|------------|---------|
| A | 0.902 |
| B | 0.280 |
| C | 0.077 |
| D | 0.692 |

*Analysis of variance (Single factor)

**Degree of freedom :(2, 12), Significant level : $\alpha=0.05$

Table 11 Statistical analysis of sample E

| F-test | t-test |
|----------------|-----------------|
| 2.209 < 6.388* | 0.241 < 2.306** |

*Degree of freedom :(4, 4), Significant level : $\alpha=0.05$ **Degree of freedom :8, Significant level : $\alpha=0.05$

4. 要 約

種々の石油製品、特に、HS分類上の基準である「温度210度における減失加算留出容量が全容量の90 %付近の試料」について、JIS K2254とASTM D86の両蒸留試験を実施し、両試験法の結果を比較・検討した。両試験結果において、一方の平均値は他方のレンジ（最小値と最大値の範囲）内におさまっており、平均値の差も極わずかであり、許容差の範囲内と認められた。また、分類基準となる210 °Cにおける減失加算留出量に、両試験法で統計的に有意な差がないことが判明した。

10)。いずれも3つの試験法の結果が等しいと仮定した場合の棄却値である3.885よりも小さいことから、仮説が正しいこと、すなわち、3つの試験法の結果において統計的に有意な差がないといえる。また、試料No.Eについては、2つの試験法の分散及び平均値に有意な差がないことを統計的に検討した（Table 11）。いずれも棄却値を下まわっており、両試験法は統計的に有意な差がないことが判明した。