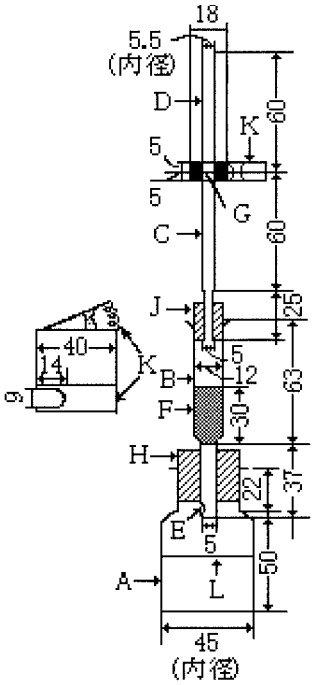
図2



数字はmmを示す

操作法

試料溶液の調製は、別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

①　第１法

各条に規定する量の試料を量り、水５mLを加え、必要ならば、加温して溶かし、試料溶液とする。

②　第２法

各条に規定する量の試料を量り、水５mL及び硫酸１mLを加える。ただし、無機酸の場合には、硫酸を加えない。これに亜硫酸水10mLを加え、小ビーカーに入れ、水浴上で加熱して亜硫酸がなくなり約２mLとなるまで蒸発させ、水を加えて５mLとし、試料溶液とする。

③　第３法

各条に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼにとる。これに硝酸マグネシウムのエタノール溶液（１→50）10mLを加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。この方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。放冷した後、残留物に塩酸３mLを加え、水浴上で加温して溶かし、試料溶液とする。

試料溶液の試験は、別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

①　装置Aを用いる方法

試料溶液を発生瓶Aに入れ、必要ならば、少量の水で洗い込む。これに、ブロムフェノールブルー試液１滴を加え、アンモニア試液､強アンモニア水又は希塩酸を用いて中和した後、塩酸（１→２）５mL及びヨウ化カリウム試液５mLを加え、２～３分間放置し、さらに、酸性塩化第一スズ試液５mLを加え、室温で10分間放置する。次に、水を加えて40mLとし、無ヒ素亜鉛２g（1.5～2.4g）を加え、30秒以内にB及びCを連結したゴム栓Hを発生瓶Aに付ける。Cの細管部の端は、あらかじめヒ化水素吸収液５mLを入れた吸収管Dの底に達するように入れておく。その後、発生瓶Aは、25℃の水中に肩まで浸し、１時間放置する。吸収管を外し、必要ならば、ピリジンを加えて５mLとし、吸収液の色を観察する。この場合において、吸収液の色は、標準色より濃くてはならない。なお、標準色の調製は、同時に行う。

②　装置Bを用いる方法

発生瓶Aに試料溶液を入れ、必要ならば、少量の水で洗い込む。これにメチルオレンジ試液１滴を加え、アンモニア試液、強アンモニア水又は希塩酸を用いて中和した後、塩酸（１→２）５mL及びヨウ化カリウム試液５mLを加え、２～３分間放置する。さらに、酸性塩化第一スズ試液５mLを加え、室温で10分間放置する。次に、水を加えて40mLとし、無ヒ素亜鉛２g（1.5～2.4g）を加え、30秒以内にB、C、D及びGを連結してゴム栓Hを発生瓶Aに付け、25℃の水中に発生瓶Aの肩まで浸し、１時間放置した後、30秒以内に臭化第二水銀紙の色を観察する。この色は、標準色より濃くてはならない。なお、標準色の調製は、同時に行う。

標準色の調製

標準色の調製は、別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

発生瓶Aにヒ素標準液２mLを全量ピペットを用いて加え、さらに、塩酸（１→２）５mL及びヨウ化カリウム試液５mLを加え、２～３分間放置した後、酸性塩化第一スズ試液５mLを加え、室温で10分間放置する。以下試料溶液と同様に操作して得られた吸収液又は臭化第二水銀紙の呈色を標準色とする。この色は、三酸化ヒ素（As_2O_3）0.002mgに相当する。

標準液の調製

標準液の調製は、別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

ヒ素標準原液：三酸化ヒ素を微細の粉末とし、105℃で４時間乾燥し、その100mg(99.5～100.4mg）を量り、水酸化ナトリウム溶液（１→５）５mLを加えて溶かす。この溶液に希硫酸を加えて中性とし、1,000mLの全量フラスコに入れ、更に希硫酸を追加し、新たに煮沸し冷却した水を標線まで加えて1,000mLとする。

ヒ素標準液：ヒ素標準原液10mLを全量ピペットを用いて量り、1,000mLの全量フラスコに入れ、希硫酸10mLを加え、新たに煮沸し冷却した水を標線まで加えて1,000mLとする。この溶液１mLは、三酸化ヒ素（As_2O_3）0.001mgを含む。この溶液は、用時調製し、共栓瓶に保存する。

注意：試験に用いる器具、試薬及び試液は、ヒ素を含まない又はほとんど含まないものを用い、必要ならば、空試験を行う。

⑶2　ビタミンA定量法

ビタミンA定量法は、ビタミンA油製造用原体、ビタミンA粉末製造用原体その他の飼料添加物中のビタミンAを紫外部の吸光度測定により定量する方法である。この場合において、定量を妨害する物質が存在するときは、適当な前処理を行う必要がある。

１ビタミンA単位（１ビタミンA国際単位と同じ。)は、ビタミンA（アルコール型）0.3μgに相当する。

試薬

イソプロパノール　水を対照液として、層長10mmで吸光度を測定するとき、波長300nmにおいて0.05以下、波長320～350nmにおいて0.01以下とする。必要ならば、蒸留して精製する。

エーテル　用時蒸留し、初めと終わりのそれぞれ約10%を除く。