装置

図に示すものを用いる。

A：蒸留フラスコ
B：浸線付温度計
C：浸線
D：コルク栓
E：冷却器
F：アダプター
G：メスシリンダー（25mL，0.1mLの目盛りのあるもの）

操作法

あらかじめ液温を測定した試料25mLを0.1mLの目盛りのあるメスシリンダーGを用いて量り、内容50～60mLの蒸留フラスコAに入れ、このメスシリンダーを洗わずに受器とし、Aに沸騰石を入れ、浸線付温度計Bは、浸線Cがコルク栓Dの下端にくるように、また、水銀球の上端が留出口の中央部にくるように付け、Aに冷却器Eを連結し、Eにはアダプター Fを接続し、Fの先端は受器のメスシリンダーGの口に僅かに空気が流通するようにして差し込む。Aを覆う高さの風よけを付け、適当な熱源を用いてAを加熱する。

別に規定するものを除き、測定温度200℃未満のものは１分間４～５mL、200℃以上のものは１分間３～４mLの留出速度で蒸留し、留液の温度を初めの試料の液温と等しくし、留分の容量を量る。

80℃以下で蒸留し始める溶液では、試料をあらかじめ10～15℃に冷却し、その容量を量り、蒸留中は、メスシリンダーの上部から25mm以下を氷冷する。

気圧に対する温度の補正は、気圧100kPa未満のときは、0.36kPaにつき0.1℃を加え、気圧100kPaを超えるときは、0.36kPaにつき0.1℃を減じる。

第２法　各条に規定する温度範囲が５℃以上のとき用いる。

装置

第１法と同様の装置を用いる。ただし、蒸留フラスコAは、内容200mL、首の内径18～24mmで内径５～６mmの留出管が付いているものを用いる。

操作法

液温をあらかじめ測定した試料100mLを１mLの目盛りのあるメスシリンダーを用いて量り、第１法と同様に操作する。

⑶5　融点測定法

融点とは、次のそれぞれの方法で測定した温度をいう。ある物質の融点が範囲で示されているときには、その物質の融点がその範囲内にあればよいことを示す。

その測定法は、飼料添加物の物理的・化学的性質により次の２方法に分ける。別に規定する場合を除き、第１法を用いる。

操作法

①　第１法

粉末にしやすいものは、この方法によるものとする。

試料を微細の粉末とし、別に規定する場合を除き、デシケーター（シリカゲル）で24時間乾燥する。また、各条に「乾燥した後」と規定されている場合は、乾燥減量の項の条件で乾燥したものを用いる。この試料を乾燥した毛細管Hに入れ、時計皿の上に立てた長さ約700mmのガラス管の内部に落とし、弾ませて固く詰め、層の厚さが2.5～3.5mmとなるようにする。

溶液Bを加熱し、予想した融点の約10℃下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計Dの浸線を溶液のメニスカスに合わせ、試料を入れた毛細管Hをコイルスプリング Gに挿入し、試料を詰めた部分がDの水銀球の中央にくるようにする。次に、１分間に約３℃上昇するように加熱して温度を上げ、予想した融点より約５℃低い温度から１分間に１℃上昇するように加熱を続ける。

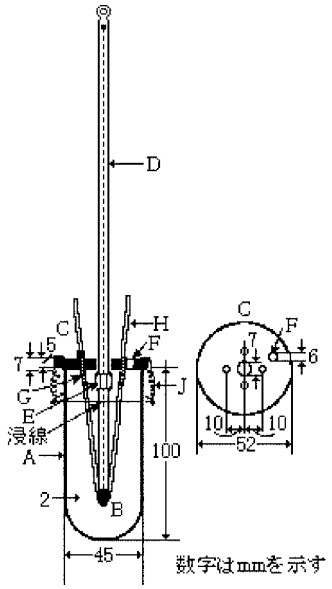
試料がH内で液化して、固体を全く認めなくなったときのDの示度を読み取り、融点とする。なお、装置は、図に示すものを用いることとし、溶液、浸線付温度計及び毛細管は、次のものを用いる。

溶液　常温における粘度50～100センチストークスの澄明なシリコーン油を用いる。

浸線付温度計　融点が50℃未満のときにあっては１号、50℃以上100℃未満のときにあっては２号、100℃以上150℃未満のときにあっては３号、150℃以上200℃未満のときにあっては４号、200℃以上250℃未満のときにあっては５号、250℃以上320℃未満のときにあっては６号を用いる。

毛細管　内径0.8～1.2mm、長さ120mm及び壁の厚さ0.2～0.3mmで一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。

A：加熱容器（硬質ガラス製）
B：溶液
C：テフロン製蓋
D：浸線付温度計
E：温度計固定ばね
F：浴液量加減用小孔
G：コイルスプリング
H：毛細管
J：テフロン製蓋固定ばね



②　第２法

脂肪、脂肪酸、パラフィン又はろうのようなものであって、水に不溶で粉末にしにくいものは、この方法によるものとする。

注意しながら試料をできる限り低温で融解し、これを、泡が入らないようにして毛細管（第１法のもので両端を開いたもの）中に吸い上げ、約10mmの高さとする。毛細管から試料が流出しないように保ち、10℃以下で24時間放置し、又は少なくとも１時間氷上に放置した後、試料の位置が水銀球の中央外側にくるようにゴム輪で温度計に取り付け、水を入れたビーカーに入れ、試料の下端を水面下30mmの位置に保つ。水を絶えずかき混ぜながら加温し、予想した融点より５℃低い温度に達したとき、１分間に１℃上昇するように加熱を続ける。毛細管中で試料が浮上するときの温度を融点とする。

⑶6　硫酸塩試験法

硫酸塩試験法は、試料中に混在する硫酸塩の限度試験である。

各条には、硫酸塩（SO_4として）の限度を%で（　）内に付記する。