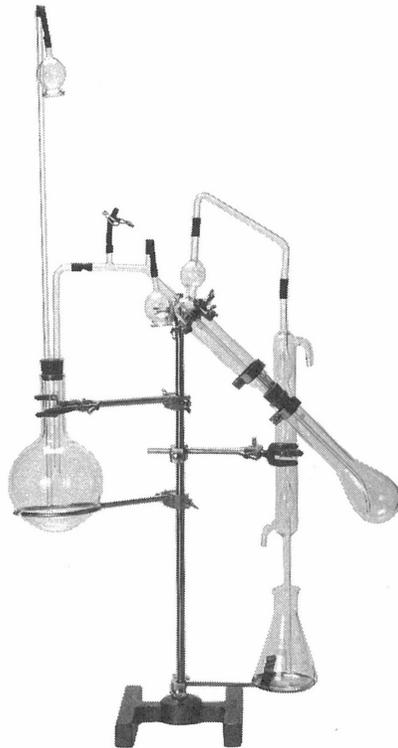


CODE 054720-02  
054720-30

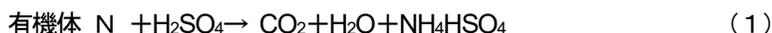
セミ・マイクロケルダール窒素蒸留装置

取扱説明書



 柴田科学株式会社

窒素定量法は、窒素を含む有機化合物を硫酸で分解し、硫酸アンモニウムとし、そのアンモニアを定量する方法です。この方法の原理は次の反応式によって示される三つの段階に分けられます。



すなわち試料に硫酸を混ぜ加熱分離して化合窒素をアンモニアに変化し、硫酸アンモニウムを生成させます。これに水酸化ナトリウムを加えアルカリ性にして蒸留するとアンモニウムが流出するので、これをホウ酸溶液に吸収させたのち硫酸標準溶液で滴定します。

この装置は、改正日本薬局方 一般試験法 窒素定量法を参考に製作しています。

## ■ 部品構成

セミ・マイクロケルダール窒素蒸留装置			【 品目コード 054720-02 】		
ガラスセット			金属スタンダード		
【 品目コード 054720-30 】			【 品目コード 054720-36 】		
品名	品目コード	数	品名	品目コード	数
チューリップポート	A54000-052	2	径違い金具		1
セミケルダール冷却器	054720-34	1	角形クランプ	A45310-546501	5
セミケルダール二重管 (蒸気管)	054720-33	1	切欠きリング 120mm	A65510-547105	1
			三角フラスコ受金具		1
三角フラスコ 300mL (受器)	010530-300A	1	はさみ 両開き 50mm	A45620-546703	3
			支柱 600 mm	045020-600A	1
丸フラスコ 1L リップ付 マイクロケルダール用 (水蒸気発生器)	054120-61	1	台座 H形 220×180mm	045150-220	1
			金網		1
セミケルダールフラスコ 200mL	054720-351	2			
曲管 A・B		各1			
直管		1			
ピンチコック モール		3			
ゴム栓 No.8・No.10		各1			
ゴム管 No.6 50cm		1			
取扱説明書		1			

- 品目コードの末尾にAの付いたものは、別途お買い上げいただく際は複数コ入りの製品で、本製品に付属している数とは異なります。本製品に付属している数は、表の通りです。

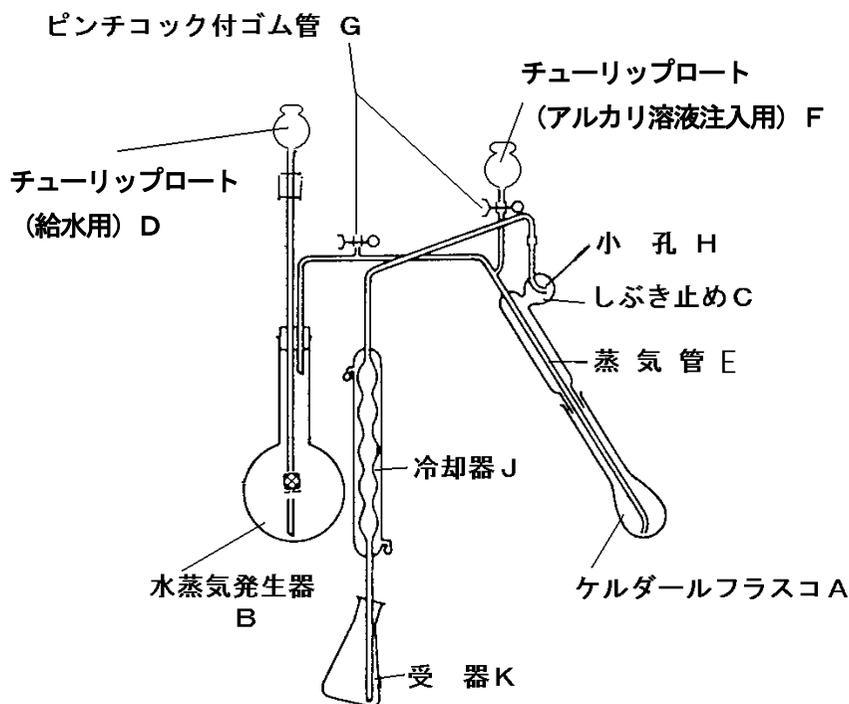


図-1

## ■ 準備

(第17改正日本薬局方を参考にしています)

- 1) 装置に用いるゴムはすべて水酸化ナトリウム試液中で10～30分間煮沸し、次に水中で30～60分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用います。
- 2) 水蒸気発生器 (B) は硫酸2～3滴を加えた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れます。

## ■ 操作

(第17改正日本薬局方を参考にしています)

- 1) 窒素 (N : 14.01) 2～3mg に対応する量の試料を精密に量るか、又はピペットで正確に量り、ケルダールフラスコ (A) に入れ、これに硫酸カリウム10g 及び硫酸銅 (II) 五水和物1gの混合物を粉末とし、その1gを加え、フラスコ (A) の首に付着した試料を少量の水で洗い込みます。
- 2) フラスコ (A) の内壁に沿って硫酸7mL 加えます。
- 3) フラスコ (A) を振り動かしながら、過酸化水素 (30) 1mL を少量ずつ内壁に沿って注意して加えます。

- 4) フラスコ (A) を徐々に加熱し、更にフラスコの首で硫酸が液化する程度に加熱します。液が青色澄明を経て鮮やかな緑色澄明となり、フラスコ (A) の内壁に炭化物を認めなくなったとき、加熱をやめます。  
(必要ならば冷却した後、過酸化水素 (30) 少量を追加し、再び加熱します)
- 5) 冷後、水 20 mL を注意しながら加えて冷却します。
- 6) フラスコ (A) をあらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置 (図-1) に連結します。
- 7) 受器 (K) にはホウ酸溶液 (1→25) 15 mL 及びブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴を入れ、適量の水を加え、冷却器 (J) の下端をこの液に浸します。
- 8) ロート (F) から水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 30 mL を加え、注意して水 10 mL で洗い込み、ピンチコック付きゴム管 (G) のピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液 80~100 mL を得るまで蒸留します。
- 9) 冷却器 (J) の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、0.005 mol/L 硫酸で滴定します。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとします。同様の方法で空試験を行い補正します。

$$0.005 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 0.1401 \text{ mg N}$$

21.02.24K (06)

 **柴田科学株式会社**

カスタマーサポートセンター (製品の技術的サポート専用)



0120-228-766 FAX 048-933-1590

フリーダイヤル

<http://www.sibata.co.jp>