

паров и защиты от потери вещества, воронки (4) с зажимом или краном (5) для прибавления натрия гидроксида, брызгоуловителя (6), прямого холодильника (7) и сменных конических колб-приемников (8). Стеклопосуда должна быть термостойкой. Работу на приборе осуществляют в вытяжном шкафу.

Вместо описанного прибора могут быть использованы установки для автоматического определения азота по Кьельдалю, определение проводят потенциометрически.

1. Метод Кьельдаля

В колбу Кьельдаля (3) вместимостью 200 – 300 мл (другие объемы от 50 до 500 мл должны быть указаны в фармакопейной статье) помещают точную навеску (указывают в фармакопейной статье) или точный объем образца лекарственного средства (0,5 – 10,0 мл) с содержанием азота около 14 – 35 мг (если требуется пробоподготовка, она должна быть описана в фармакопейной статье), три стеклянных шарика для пенящихся веществ и 1 г растертой смеси калия сульфата и меди сульфата, взятых в соотношении 10 : 1 (другой состав смеси катализаторов должен быть указан в фармакопейной статье). Для трудносжигаемых веществ дополнительно в колбу (3) прибавляют 0,05 г металлического селена и/или 1 мл концентрированного раствора водорода пероксида. Прибавляют 7 мл серной кислоты концентрированной и осторожно вращают колбу для стекания кислоты со стенок и ее перемешивания с содержимым колбы. Постепенно нагревают колбу (3), закрытую стеклянной воронкой, на электронагревательном приборе и далее кипятят содержимое в течение нескольких часов до получения раствора светло-зеленого цвета. На стенках колбы не должно оставаться обугленного вещества. Кипячение продолжают еще 30 мин или более до просветления раствора. Если при кипячении происходит сильное пенообразование, то рекомендуется снять колбу Кьельдаля с нагревательного прибора и дать пене осесть, затем снова продолжают нагревание, не допуская попадания пены в горло колбы. После охлаждения