

колбы Кьельдаля в нее осторожно прибавляют 20 мл воды, вращая колбу для перемешивания содержимого, вновь охлаждают и присоединяют колбу к собранному прибору для определения азота (рисунок), заранее промытому путем пропускания через него пара. В парообразователь наливают воду, не менее половины объема, подкисленную 0,5 М или 0,05 М раствором серной кислоты по индикатору метиловому красному (2 – 3 капли) до слабо-розового цвета, для связывания аммиака, который может попасть из воздуха. Для обеспечения равномерного кипения воды в парообразователь помещают стеклянные шарики. В приемник перед началом отгонки наливают 20 мл борной кислоты раствора 4 % и прибавляют 0,25 мл (5 капель) смешанного индикатора. Нижний конец внутренней трубки холодильника должен быть опущен в раствор, находящийся в приемнике. После сборки прибора в холодильник пускают воду и доводят до кипения воду в парообразователе. Затем в колбу (3) из воронки медленно по каплям прибавляют 40 мл натрия гидроксида раствора 30 %, следя за тем, чтобы раствор в колбе (3) энергично перемешивался поступающим паром. Для обеспечения большей герметичности прибора в воронке следует оставлять некоторый избыток натрия гидроксида раствора 30 %. Собирают около 100 мл отгона (или количество, указанное в фармакопейной статье). Во время отгонки колбу Кьельдаля нагревают так, чтобы объем жидкости в ней оставался постоянным. По окончании отгонки приемник опускают таким образом, чтобы трубка холодильника находилась над поверхностью жидкости, находящейся в приемнике. Трубку холодильника промывают снаружи водой, продолжая подачу пара в колбу (3) в течение 1 – 2 мин; промывную воду собирают в тот же приемник. После этого прекращают нагревание парообразователя и немедленно отсоединяют колбу Кьельдаля от прибора. По окончании отгонки дистиллят титруют хлористоводородной кислоты раствором 0,1 М или серной кислоты раствором 0,05 М (должно быть указано в фармакопейной статье) до перехода окраски смешанного индикатора из зеленой в красно-фиолетовую.