
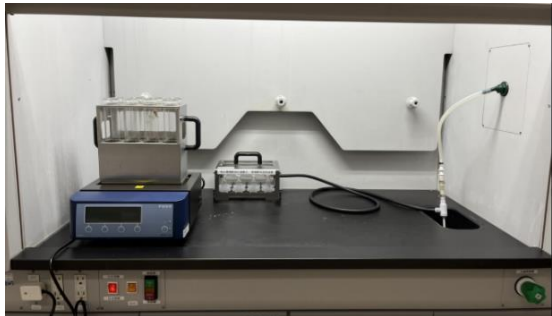
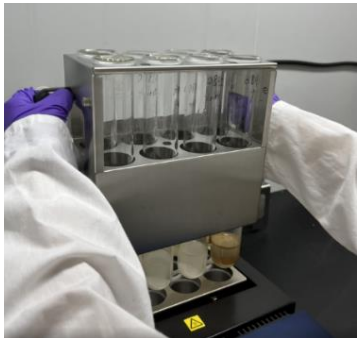





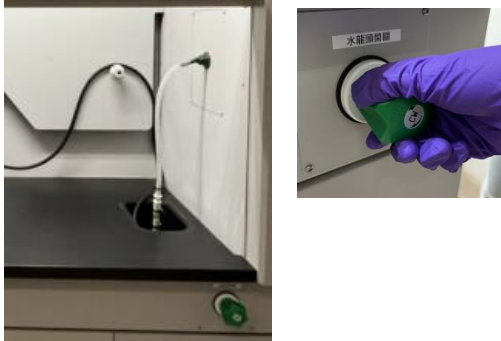
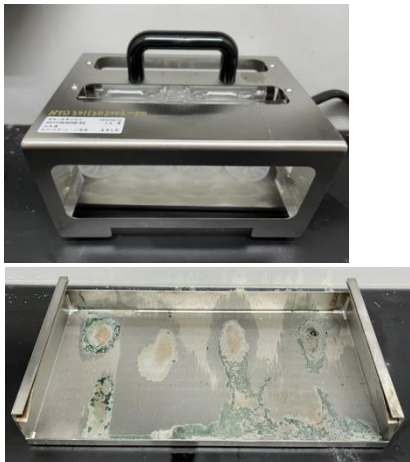
凱氏氮消化及蒸餾操作流程

一、 使用器具與試劑








1. 消化管 250 mL 8支 (蒸餾器只能使用250 mL的管子)
2. 催化劑 (藥品櫃最下層的鐵桶內) (K_2SO_4 5 g+5 mg Se)
3. 濃硫酸溶液 (消化用)
4. 鹼液: 依方法配置氫氧化鈉溶液(400g NaOH加水定量至1公升)
5. 硫酸 (吸收)溶液0.02 M: 稀釋1 mL濃硫酸至1L

二、 消化流程：請在HOOD操作

編號	操作圖片	步驟
(一)		<ol style="list-style-type: none"> 1. 取乾淨的消化管(250 mL) 2. 放入30-50 mL的水樣+ 消化片1片 +10顆沸石。(若水樣太多突沸時會溢散出的話要減少水樣體積，並結束後要清理乾淨加熱爐上的殘液) 3. 沿管壁緩慢加入濃硫酸10ml 4. 小心搖勻後將消化管妥善地放在試管架中 5. 樣品不足的話，請用空管補滿試管架，否則會影響到集氣管的操作效果 <p style="text-align: center; color: red;">**請戴手套及穿著實驗衣操作</p>
(二)		<ol style="list-style-type: none"> 1. 消化裝置請設置在抽風櫃內(盡量靠近外緣) 2. 插上電源，電源燈亮(插座位於抽風櫃左下方220V的插座)，開啟抽風確認正常 3. 請先確認右側水龍頭進水及排水正常 4. 電源鍵旁的綠燈亮起表示待機中
(三)		<ol style="list-style-type: none"> 1. 雙手提握把將試管架輕輕放在消化裝置上 <p style="text-align: center; color: red;">請務必輕輕靠上，玻璃製品容易裂損。</p>

(四)		<ol style="list-style-type: none"> 1. 將玻璃抽氣罩對齊輕輕密合上 請務必輕輕靠上，玻璃製品容易裂損。
(五)		<ol style="list-style-type: none"> 1. 長按下右下角機台電源鍵，持續一秒開啟螢幕，消化爐會顯示前次設定的目標溫度，並開始加熱上升至目標溫度
(六)		<ol style="list-style-type: none"> 1. 按下 Edit 對應的按鈕進入編輯的畫面 (1) 用最左邊的 Next 對應鈕選擇修改的數字(閃爍) (2) 用 - + 對應鍵調整數字大小 (3) 按 Next 跑完所有位數 (時間及溫度)即完成設定 2. 當達到所需溫度時，按下 waiting 功能表中的" Start" 對應鈕(最右邊)即開始倒數計時 **電源鍵上方燈:升溫超過 70°C會亮起
(七)		<ol style="list-style-type: none"> 1. 請妥善連接冷卻水，打開水龍頭，注意排水是否正常無漏水。 2. 實驗中定期雙手提握把拿起消化管，每隔一段時間確認內部水樣多寡，必要時沿管壁滴入 DI 水，以不讓樣品乾涸為原則(若樣品乾了就要重做)
(八)		<ol style="list-style-type: none"> 1. 消化至水樣清澈放置一旁冷卻後，進行後續蒸餾的上機分析 (冷卻後，添加 70ml 的純水後再上蒸餾器) 2. 將抽氣玻璃罩輕輕取出並輕輕放置在盛水盤上，可以承接滴出來的剩餘酸液。 3. 長按電源鍵關閉電源並拔掉插頭。 4. 使用完畢清潔周邊，妥善關畢冷卻水。(水一定要記得關畢) 5. 紅燈亮著表示加熱板溫度高,勿碰


三、 蒸餾流程

編號	操作圖片	步驟
(一)		<p>1. 儀器全貌</p> <p>包含蒸餾裝置，水槽及鹼液桶</p>
(二)		<p>1. 蒸餾裝置右下角有NaOH桶，需自行配置鹼液(40% NaOH)補充至鹼液桶</p> <p>2. 確認桶內液面必須高於指示線(1L)，若低於指示線請先加入溶液再操作</p>
(三)		<p>1. 水龍頭位於裝置右方</p> <p>2. 打開水龍頭 (一定要記得開)</p>
(四)		<p>程式設定</p> <p>1. 按住  鍵打開電源，面板數字歸零進入設定模式</p> <p>2. 按住  時，可按  或  調整加鹼的體積或蒸餾的時間</p> <p>加鹼1單位為10 mL，時間1單位為1分鐘</p>

(四)



A. 暖機及清洗管線

1. 將空的分解管及接收瓶分別放置於儀器上(左為分解管·右為吸收瓶)
2. 安全門拉下至底(沒關好·不會啟動)
3. 設定蒸餾時間5分鐘·按 ·產生蒸氣。



4. 自機器左側視窗漸漸可以看到蒸汽產生器周圍水逐漸沸騰




5. 時間到會自動停止·打開安全門·右手戴隔熱手套·左手壓下左邊壓桿取出消化管·將水倒掉·重新放回
 6. 取下右邊吸收瓶並清空水後放回
 7. 至少清洗2次即完成暖機
- ※消化管會很燙·取出消化管時務必戴**隔熱手套**注意安全

(五)



B. 確認加鹼量正常

1. 設定鹼液體積50 ml
2. 將250 mL空消化管裝上·按 ·啟動添加
3. 倒入量筒檢查是否足夠50ml·若沒有的話·多做幾次直到體積足夠。
(測試的鹼液可倒回鹼桶避免浪費)

<p>(六)</p>	<p>分析樣品</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 經消化分解後含樣品的消化管冷卻後，添加 70ml 的純水後放置儀器蒸餾的位置 (加水請在 Hood 內操作) 2. 接收瓶為放入吸收溶液的三角錐瓶或圓底燒瓶 (請詳閱方法配置適當的吸收液) 3. 設定好添加的鹼液體積及蒸餾時間 4. 按程式鍵  開始加鹼及蒸餾，收集蒸餾液至約 200mL 即停止(收集瓶可以先定量至 200 並畫線作記號) 再按一次程式鍵  止 5. 再依檢測方法進行後續分析 <p>※※※更換分解管時請隔熱手套並小心高溫</p>
<p>(七)</p>	<p>結束實驗整理清洗</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 依暖機及清洗管線方法清洗儀器內部系統通路 3 次(步驟 (四) A) 2. 管路清洗結束後，直接關閉電源 3. 關閉水龍頭水源 4. 請將吸管放置凹槽內 5. 將底部的集液盤抽出以清水沖洗擦乾 <p>若沒有清洗管路容易造成系統內 NaOH 結晶析出，鹼液的 pump 容易損壞 集液盤也容易有結晶 →不清洗管路者，取消使用資格</p> 

注意事項

1. **高溫注意!!!!** 注意蒸餾完玻璃管是高溫狀態，務必戴隔熱手套。
2. **分析完一定要清洗管路 3 次及底盤!!!** 未清洗管路管線容易有結晶產生，容易造成設備損壞。
3. 將水龍頭水源關閉。
4. 避免跟其他排水裝置同時使用，廢水量太大會淹水。

維護及保養:

1. 清洗鹼液管線:

- (1) 清水清洗鹼液桶
- (2) 裝半桶清水餘鹼液桶內
- (3) 裝上分解管
- (4) 按NaOH鍵數次清洗，清洗鹼液分住器及管路
- (5) 清洗完成後，擦拭分解管專用的橡皮塞

2. 蒸汽產生器

- (1) 配置檸檬酸清洗液: 100g 檸檬酸溶於 800 ml 水中
- (2) 將蒸汽產生器內餘水放盡後，將漏斗連接至蒸汽產生器排水管
- (3) 將漏斗提高至筆蒸汽產生器還高的位置上，將檸檬酸清洗液灌入蒸汽產生器內，可選擇下列二方式來清洗
 - A. 浸泡整液
 - B. 放一組分解管及接收瓶，並打開電源及蒸汽閥，使其產生蒸氣約五分鐘，在關掉電源及蒸汽閥
- (4) 再打開排水閥，放盡檸檬酸清洗液後，再關閉排水口，注滿清水清洗 1 ~ 2 次即可。

3. 緩衝區

- (1) 裝一組分解管 (內含25 ml清水及25 ml 檸檬酸洗劑)及接收瓶，蒸餾約5分鐘。
- (2) 置換一組分解管 (內含50 ml清水) 及接收瓶，蒸餾約5分鐘。
- (3) 重複上一步驟三次，確保無檸檬酸的殘留。