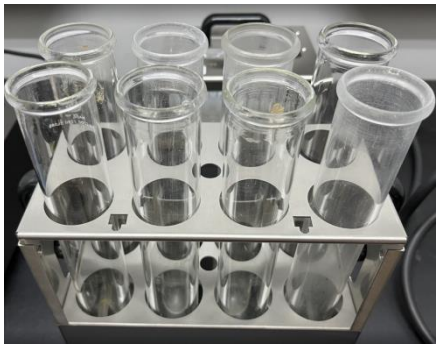
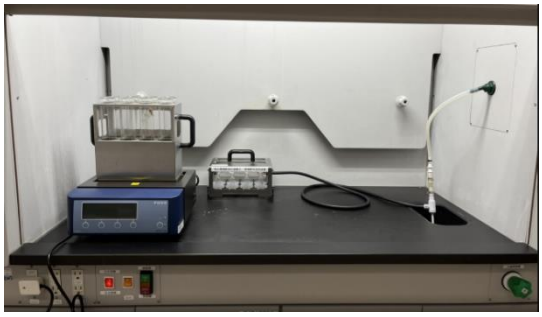
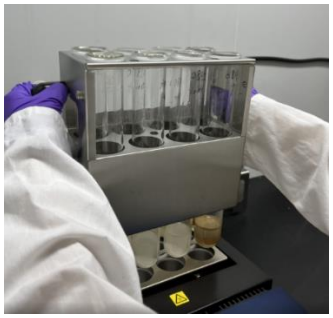
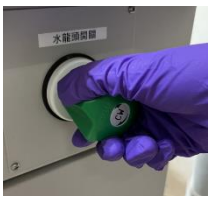
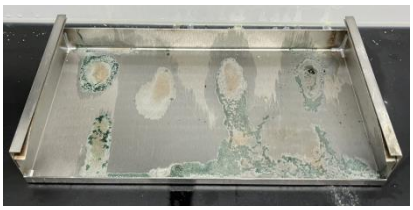
凱氏氮消化及蒸餾操作流程

一、 使用器具與試劑

1. 消化管 250 mL
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 40% NaOH (w/v) (不用額外添加硫代硫酸鈉)
5. 硫酸(吸收)溶液0.02 M: 稀釋1 mL濃硫酸至1L

二、 消化流程

編號	操作圖片	步驟
1	 	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，並使用完後要清理乾淨加熱爐的殘液) 3. 沿管壁緩慢加入濃硫酸10ml 4. 小心地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) *請戴手套及穿著實驗衣操作
2		1. 消化裝置請設置在抽風櫃內(盡量靠近外緣) 2. 插上電源，插座位於抽風櫃左下方220V的插座 3. 電源鍵旁的綠燈亮起表示待機中
3.		1. 雙手提握把將試管架輕輕放在消化裝置上 請務必輕輕靠上，玻璃製品容易裂損。

4		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。
5	 	1. 按下右下角機台電源鍵不放，持續一秒開啟螢幕，消化爐會顯示前次設定的目標溫度開始加熱上升至目標溫度 2. 按下 Edit 進入編輯的畫面，閃爍數字表示可以編輯 (1)最左邊的 Next 可以選擇位置 (2)用+-鍵調整數字大小 (3)設定完成，按 Next 跑完所有位數即完成 3. 依序設定好消化時間(小時及分鐘)及目標溫度 4. 當達到所需溫度時，按下 waiting 功能表中的”Start”開始使倒數計時
6		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**) 3. 添加水請沿管壁慢慢滴入，不然消化管容易裂掉
7		1. 消化至水樣清澈，冷卻後每管添加 70 mL DI 水後，上 TKN 蒸餾器蒸餾 2. 將抽氣玻璃罩輕輕取出並輕輕放置在盛水盤上，避免酸液滴入 3. 取出試管架並放置在抗熱表面上冷卻 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. 關閉電源並拔掉插頭。 6. **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
1	NaOH	1. 蒸餾裝置右下角有鹼液桶，需自行配置鹼液補充至鹼液桶內
2	程式設定： 設定加鹼量：按住 不放，打開電源開關後 仍然按住不放，按 NaOH 鍵一次，即設定10 ml的加鹼量，按 NaOH 鍵二次，即設定20 ml的加鹼量。 設定蒸餾時間：按住 不放，打開電源開關後 仍然按住不放，按1-15分鐘的範圍改變蒸餾時間(1分鐘為一單位)。完成設置釋放 就可完成。 ➢ 一般出來的鹼液量是消化時添加硫酸的4倍體積 ➢ 添加鹼液時請留意管線是否有打鹼液順暢	**程式設定及鹼液量測試** 1. 依面板上的操作方法設定實驗的鹼液量及蒸餾時間 2. 測試鹼液出量是否正常，若偏小可以增加添加的體積 設定NaOH顯示1，即10 ml的加鹼量，確認設定值放空管按NaOH鍵，出來的體積是否超過40 ml，反覆量測值至每次實驗出來的體積超過40 ml為止 (測試的鹼液可以再倒回鹼液桶內不要浪費)
3		**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. 前面透明安全門下拉關好(沒關好按按鍵後不會啟動)
4		3. 打開蒸餾器電源 4. 打開儀器右邊水槽最左邊水龍頭開始進水，水龍頭一定要打開維持冷卻水的流動 5. 按下蒸餾鍵 開始蒸餾，即啟動蒸汽產生器，產生蒸氣

5		6. 儀器旁邊視窗漸漸可以看到冷卻水淹過電極圈及緩慢加熱 (若水沒加熱或水位沒上升時，請確認儀器後方的蒸汽產生器排水口是否關閉，打開的話無法加熱及水位上升) 7. 多清洗幾次即完成暖機 ※消化管會很燙，取出消化管時務必戴隔熱手套注意安全
6	**分析樣品** 1. 接收瓶為放入含有 0.02M 50 mL 硫酸(吸收)溶液的三角錐瓶或圓底燒瓶，蒸出液滴出口請接觸瓶底 2. 經消化分解後冷卻的消化管，小心添加 70 mL DI 水後，放置於蒸餾器上 3. 按下 NaOH 鍵啟動鹼液 pump，自鹼液桶內加入所欲鹼液量(超過 40mL) ，鹼液桶放置 40% (W/V)氫氧化鈉溶液 1. 按蒸氣鍵 開始蒸餾收集蒸餾液至約200mL後停止(收集瓶可以先定量至200並畫線作記號) 再按一次蒸氣鍵 停止 4. 再依檢測方法進行後續分析 ※※※更換分解管時請隔熱手套並小心高溫	
7	**結束實驗整理清洗** 1. 依暖機及清洗管線方法清洗儀器內部系統通路幾次 2. 關閉電源、關閉水龍頭水源 3. 將底部的集液盤抽出以清水沖洗擦乾 4. 放置乾淨的空消化管於消化裝置接收殘留的鹼液(如圖) 5. 放置乾淨的空三角錐瓶於蒸餾出口接收殘餘的冷凝液 6. 關上安全門	

四、 樣品分析(水中氨氮檢測方法 - 靛酚比色法)

取25 mL的蒸出液+1.0 mL酚溶液+1.0 mL 亞硝醯鐵氰化鈉溶液+2.5 mL氧化劑溶液(次氯酸鈉和鹼性檸檬酸鹽混和液) ，混合均勻於室溫呈色(22至27℃)暗處1小時呈色後上機分析。