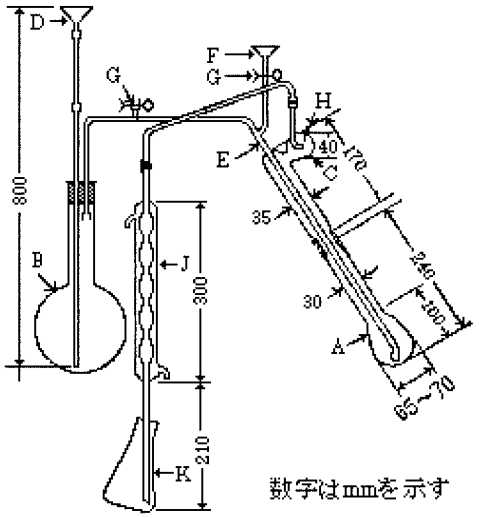
A：ケルダールフラスコ
B：水蒸気発生器で、硫酸２～３滴を加えた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れる。
C：しぶき止め
D：給水用漏斗
E：蒸気管
F：アルカリ溶液注入用漏斗
G：ピンチコック付ゴム管
H：小孔（径は管の内径にほぼ等しい。）
J：冷却器（下端は斜めに切ってある。）
K：受器



操作法

別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

窒素（N：14.01）２～３mgを含む量の試料を有効数字３桁まで量り、その数値を記録し、又はピペットで量り、ケルダールフラスコAに入れる。別に、硫酸カリウム10g（9.5～10.4g）及び硫酸銅１g（0.5～1.4g）を混合して粉末とし、その１g（0.5～1.4g）をフラスコに加え、フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み、さらに、フラスコの内壁に沿って硫酸７mLを加える。

次に、フラスコを振り動かしながら、強過酸化水素水１mLを少量ずつ内壁に沿って注意して加える。フラスコを加熱し、溶液が青色で、澄明となり、フラスコの内壁に炭化物を認めなくなったとき、加熱を止める。必要ならば、冷却した後、強過酸化水素水少量を追加し、再び加熱する。放冷した後、水20mLを注意しながら加え、冷却する。フラスコを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。受器Kには、ホウ酸溶液（１→25）15mL及びブロム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の下端をこの溶液に浸す。漏斗Fから水酸化ナトリウム溶液（２→５）30mLを加え、注意して水10mLで洗い込み、30秒以内にピンチコック付ゴム管Gのピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液80～100mLを得るまで蒸留する。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、0.005mol/L硫酸で滴定する。この場合において、滴定の終点は、溶液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。

同様の方法で空試験を行い補正する。

0.005mol/L硫酸１mL＝0.1401mgN

⑵5　定性反応

定性反応は、試料の確認試験に用い、通例、その溶液２～５mLを量り、試験を行う。

亜鉛塩

①　亜鉛塩の中性～アルカリ性溶液に硫化アンモニウム試液又は硫化ナトリウム試液を加えるとき、帯白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに希酢酸を加えても溶けないが、希塩酸を追加するとき、溶ける。

②　亜鉛塩の溶液にフェロシアン化カリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、この一部に希塩酸を追加しても、沈殿は溶けない。また、残りの沈殿の一部に１mol/L水酸化ナトリウム試液を追加するとき、溶ける。

③　亜鉛塩の溶液にリン酸を加えて酸性とし、硫酸銅溶液（１→1,000）１滴及びチオシアン酸水銀アンモニウム試液２mLを加えるとき、淡紫色の沈殿を生じる。

アルミニウム塩

①　アルミニウム塩の溶液に塩化アンモニウム試液及びアンモニア試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を追加しても、沈殿は溶けない。

②　アルミニウム塩の溶液に１mol/L水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の１mol/L水酸化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

③　アルミニウム塩の溶液に硫化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の硫化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

④　アルミニウム塩の溶液に白色のゲル状の沈殿が生じるまでアンモニア試液を加え、アリザリンレッドS試液５滴を追加するとき、沈殿は、赤色に変わる。

アンモニウム塩

アンモニウム塩に過量の１mol/L水酸化ナトリウム試液を加え、加温するとき、アンモニア臭のガスを発し、このガスは、潤した赤色リトマス紙を青変する。

塩化物

①　塩化物の溶液に硫酸及び過マンガン酸カリウムを加えて加熱するとき、塩素臭のガスを発し、このガスは、潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する。

②　塩化物の溶液に硝酸銀試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。また、残りの沈殿の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき、溶ける。

カリウム塩

①　カリウム塩につき、炎色反応を行うとき、淡紫色を呈する。炎が黄色のときは、コバルトガラスを通して観察すると赤紫色に見える。

②　カリウム塩の中性溶液に酒石酸水素ナトリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿の生成を速くするには、ガラス棒で試験管の内壁をこする。沈殿を分取し、これにアンモニア試液、１mol/L水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液を加えるとき、いずれも溶ける。

③　カリウム塩の酢酸酸性溶液にコバルト亜硝酸ナトリウム試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

④　カリウム塩に過量の１mol/L水酸化ナトリウム試液を加え、加温しても、アンモニアの臭いを発しない（アンモニウム塩との区別）。

カルシウム塩

①　カルシウム塩につき、炎色反応を行うとき、黄赤色を呈する。

②　カルシウム塩の溶液に炭酸アンモニウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

③　カルシウム塩の溶液にシュウ酸アンモニウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに希酢酸を加えても溶けないが、希塩酸を追加するとき、溶ける。

④　カルシウム塩の中性溶液にクロム酸カリウム試液10滴を加えて加熱しても、沈殿を生じない（ストロンチウム塩との区別）。

クエン酸塩

①　クエン酸塩の溶液に過量の硫酸第二水銀試液を加えて沸騰するまで加熱し、過マンガン酸カリウム試液を加えるとき、脱色し、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに塩化ナトリウム試液を加えるとき、溶ける。

②　クエン酸塩の中性溶液に等容量の希硫酸を加え、その２/３容量の過マンガン酸カリウム試液を加え、試液の色が消えるまで加熱した後、全量の１/10容量の臭素試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じる。