

海能仪器：凯氏定氮仪测定珍珠末中的氮含量

1 前言

珍珠末，安神，明目消翳。用于惊悸失眠，目生云翳。珍珠末为一种内科不寐类、眼科圆翳内障类非处方药品。《中华人民共和国卫生部药品标准》中规定了需对其氮含量进行测定，且氮含量应不低于 0.3%。本实验参照《中国药典 2015 年版 通则 0704 氮测定法 第三法 定氮仪法》对珍珠末中的氮含量进行测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，分析天平。

2.2 试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠，混合催化剂：3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄，0.02mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

精密称取样品 1g(精确至 0.1mg) ,加入消化管。加入混合催化剂 3.2g ,加入浓硫酸 10ml。

3.2 消解

设定消解参数

表 1 消解参数设置

阶段	温度/°C	保持/min
1	230	15
3	420	90

3.3 测试

消化完毕后，将消化管取下冷却至室温后将消化管放置于定氮仪上。定氮仪设置程序如下：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度
25mL	30mL	40mL	5min	100%	0.0251mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 珍珠末中氮含量测试结果

样品名称	样品质量/g	氮含量/%	平均值/%	RSD/%
珍珠末	1.0089	0.3431	0.3426	0.426
	1.0044	0.3444		
	1.0150	0.3418		
	1.0056	0.3411		

4.2 结论

测试结果显示本次测试的珍珠末样品中的氮含量为 0.3426%，符合其氮含量需大于 0.3% 的要求。且 RSD 值小于 0.5%，重复性良好。

参考文献

[1] 中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂第六册.

[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 附录 0704 氮测定法 第三法 (定氮仪法)