

凯氏定氮仪测定枸橼酸铋钾粉末中的氮含量

一、前言

枸橼酸铋钾是市面上常见的用于治疗胃及十二指肠溃疡的药物，可以与抗生素等联用根除幽门螺旋杆菌。枸橼酸铋钾的组成根据其目标药效不同可进行改变。本实验参照《GB5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》使用凯氏定氮法对枸橼酸铋钾粉末中的氮含量进行测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平等

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，400g/L 氢氧化钠溶液，混合催化剂（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取样品 0.2g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 3.2g，沿消化管壁加入浓硫酸 14mL。

3.2、消解

将加完样品和试剂的消化管放置于消解仪上，盖好排废罩，设定消解仪参数如表 1 所示：

表 1 消解参数设置

阶段	温度	保温
1	420℃	90min

3.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用。检查定氮仪各试剂是否充足，同时做仪器空白，待仪器空白稳定后，可将消解好的样品上机测试。定氮仪参数设置如表 2 所示：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	40mL	50mL	5min	100%	6.25	0.1112mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的软骨素粉末样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 蛋白质含量测试结果

样品	称样/g	氮含量/%	氮含量均值/%	铵含量均值/%	RSD/%
枸橼酸 铋钾	0.2568	3.057	3.055	3.928	0.09
	0.2540	3.055			
	0.2503	3.059			
	0.2535	3.053			
	0.5199	3.052			

4.2、结论

本次测试的软骨素样品的氮含量为 3.055%，换算为铵含量为 3.928%，RSD 值为 0.09%，结果平行性良好。

参考文献

[1] GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定[S] .