

凯氏定氮仪测定尿囊素铝的尿囊素含量

一、前言

尿囊素铝（Aldioxa），用于胃溃疡、十二指肠溃疡、胃炎的自觉症状及体征。主要成分为尿囊素铝，其化学名为：二羟（5-氧—4-脲基—咪唑啉基）氧铝。分子式为 $C_4H_7AlN_4O_5$ ，分子量为 218.11。本实验使用凯氏定氮法参照《中国药典》对尿囊素铝中的尿囊素含量进行测定。

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（10gK₂SO₄、0.5gCuSO₄），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 0.1g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 10.5g（10gK₂SO₄、0.5gCuSO₄），沿消化管壁加入浓硫酸 20mL。

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℃	60min
2	冷却	20min

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	80mL	5min	100%	—	0.1000mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的尿囊素铝样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 氮含量测试结果

样品名称	样品重量	尿囊素含量	平均值	RSD
尿囊素铝	0.1045g	66.83%	66.79%	0.29%
	0.1002g	66.96%		
	0.1004g	66.58%		

4.2、结论

本次测试的尿囊素铝的尿囊素含量以 $C_4H_6N_4O_3$ 计，1mL 硫酸滴定液相当于 3.953mg $C_4H_6N_4O_3$ 。测试其含量为 66.79%、RSD 值为 0.29%，结果平行性良好。

五、注意事项

若使用 SH220F 和 SH420F 石墨消解炉消解样品，可按照下表升温曲线进行消解。

阶段	温度	保温
1	200℃	20min
2	420℃	80min

参考文献

[1] 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, 2020: 附录 0704

氮测定法 第一法