

# 凯氏定氮法测定葡萄糖酸钙锌口服液中氮含量

## 1 前言

葡萄糖酸钙锌口服溶液为复方制剂，为无色或微黄色澄清液体。主要含葡萄糖酸钙、葡萄糖酸锌、盐酸赖氨酸，辅料为乳酸、蔗糖、氯化钠、苯甲酸钠、香精和纯化水等。赖氨酸是人类和哺乳动物的必需氨基酸之一，机体不能自身合成，必须从食物中补充。原理：样品在浓硫酸和催化剂的共同作用下，经过消解、蒸馏过程转化为铵基态氮，加碱蒸馏，使氨析出，用硼酸吸收后，再以盐酸或硫酸标准滴定液进行滴定。

## 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，电子分析天平。

### 2.2 试剂

硫酸（分析纯），催化剂片（分析纯硫酸钾 3g 和硫酸铜 0.2g），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠。

## 3 实验方法

### 3.1 取样

移取样品 2ml 左右，加入消化管，加入 1 片混合催化剂片（ $3\text{gK}_2\text{SO}_4$ 、 $0.2\text{gCuSO}_4$ ），加入 8mL 浓硫酸。

### 3.2 消解

利用石墨消解炉进行消解，将消化管放在石墨炉上，盖上排气罩，连接废气吸收系统，消化过程采用曲线升温模式，设定消解参数如表 1：

表 1 消解参数设置

阶段	温度/°C	保持/min	备注
1	200	15	不盖排废罩
2	350	15	
3	420	60	

### 3.3 测试

将消化管放置于凯氏定氮仪上，定氮仪参数设置如表 2：

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
25mL	30mL	40mL	5min	100%	0.1123mol/L

## 4 测试结果

### 4.1 实验结果

名称	样品重量 mL	氮含量%	平均值%	RSD%
葡萄糖酸钙锌口服液	2	0.1495	0.1503	0.47
		0.1501		
		0.1512		
		0.1505		

## 4.2 结论

通过实验数据可以看出，测定该葡萄糖酸钙锌口服液中氮含量的平均值为 0.1503%。

## 参考文献

- [1] 2015 版 中国药典 第四部 通则 0704 氮测定法 第三法（定氮仪法）[M].