

凯氏定氮仪测定肝素钠中的氮含量

1 前言

肝素钠是一种抗凝血药，它能干扰血凝过程中的许多环节，在体内、体外都有抗凝血作用。它主要用来防治血栓形成或者栓塞性疾病以及各种原因引起的弥散性血管内凝血。另外，还可以用于血液透析、体外循环、导管术、微血管手术等，而且还可以用于某些血液标本或者器械的抗凝处理。本实验参照《美国药典 USP》中的方法对肝素钠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），40g/L 硼酸溶液，甲基红-亚甲基蓝混合指示剂（0.1%甲基红乙醇溶液与 0.125%亚甲基蓝乙醇溶液 1 :1 混合），40%氢氧化钠，混合催化剂（0.9gK₂SO₄、0.1gCuSO₄），0.01mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

精密称取 0.1g 混匀的样品加入消化管中。加入混合催化剂 1g，加入浓硫酸 7ml，加入 30%过氧化氢 1mL。

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	300	30
2	380	60

备注：第 1 阶段不加排废罩或小漏斗，排除水分

3.3 测试

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
15mL	70mL	30mL	3min	100%	0	0.01189mol/L

表 2 定氮仪参数设置

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 肝素钠中氮含量测试结果

样品名称	取样量 g	氮含量%	平均值%
肝素钠	0.1037	1.9903	1.9900
	0.1081	1.9932	
	0.1076	1.9865	

4.2 结论

结果表明，肝素钠中氮含量为 1.9900%，符合其氮含量 1.8%~2.5%的要求。

参考文献

[1]美国药典 USP 6.4.4.2 氮含量[M] .