

凯氏定氮仪测定门冬酰胺的纯度

1 前言

门冬酰胺 ($C_4H_8N_2O_3$) 属于一种水合物，属于氨基酸类药物，在临床上主要应用门冬酰胺治疗肝脏疾病，比如肝硬化、肝硬化腹水、肝性脑病、血氨升高、胆红素升高、血清蛋白降低、血清丙氨酸氨基转移酶升高等病症，或者是进行保肝治疗。本实验参照《中国药典》使用凯氏定氮法对门冬酰胺中的氮含量进行测定，从而计算其纯度。

2 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。

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，混合催化剂（10g K_2SO_4 、0.5g $CuSO_4$ ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

称取混合均匀的样品 0.15g（精确至 0.1mg）左右，加入消化管。加入混合催化剂 10.5g，沿消化管壁加入浓硫酸 20mL。

3.2 消解

设定消解参数

表 1 消解参数设置

阶段	温度/℃	保持/min
1	420	60

3.3 测试

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	50mL	60mL	5min	100%	-	0.1112mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 门冬酰胺中的氮含量测试结果

样品名称	样品重量 g	氮含量%	水分%	纯度%	平均值%
门冬酰胺 ($C_4H_8N_2O_3$)	0.1532	18.490	11.97	99.03	99.00
	0.1510	18.455		98.84	
	0.1522	18.510		99.14	

4.2 结论

测试结果显示本次测试的门冬酰胺的纯度为 99.00%。符合药典中规定的大于 98%的要求。

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[S].