凯氏定氮仪测定泛酸钙的氮含量

一、前言

泛酸钙易溶于水和甘油，不溶于酒精、氯仿和乙醚。用于医药、食品及饲料添加剂。是辅酶 A 的成分，参与碳水化合物、脂肪和蛋白质的代谢作用，临床用于治疗维生素 B 缺乏症，周围神经炎，手术后肠绞痛。参与蛋白质、脂肪、糖在体内的新陈代谢。《中国药典》规定其干燥品的氮含量应在 5.7%~6.0%。本实验参照《中国药典》使用凯氏定氮法对泛酸钙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（K_2SO_4、$CuSO_4$），0.05mol/L 硫酸滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取样品 0.5g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂（10g 硫酸钾，0.5g 硫酸铜），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℃	120min
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	50mL	80mL	5min	100%	-	0.0500mol/L

备注：硫酸浓度为 H_2SO_4 的浓度

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的泛酸钙样品经消解、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	样品质量/g	滴定体积/mL	氮含量/%	水分%	氮含量（干基）/%	平均值（干基）/%	RSD/%
空白	/	0.1031	/		/	/	/
泛酸钙 TL02012932	0.4903	17.646	5.6443	2.1	5.7654	5.77	0.07
	0.4966	17.888	5.6498		5.7710		
	0.4927	17.757	5.6525		5.7737		

备注：

4.2、结论

本次测试的泛酸钙的氮含量为 5.77%，符合《中国药典》其干燥品的氮含量应在 5.7%~6.0%的规定，RSD 值为 0.07%，结果重复性良好。

五、注意事项

该样品消解难度较大，加入催化剂量要准确，消解时间要充足。

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