

## 凯氏定氮仪测定宁心宝胶囊的氮含量

### 一、前言

宁心宝胶囊为新鲜冬虫夏草中分离得到的麦角菌科真菌虫草头孢 (*Cephalosporium sinensis* Chen. sp. nov) 经液体深层发酵所得菌丝体的干燥粉末制成的胶囊。有提高窦性心律，改善窦房结、房室传导功能，改善心脏功能的作用。《中药成方制剂(第十一册)》规定每粒的氮含量应在 11.3~20.0mg。本实验参照《中国药典》使用凯氏定氮法对宁心宝胶囊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℃	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	50mL	80mL	5min	100%	-	0.0575mol/L

备注：硫酸浓度为 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 的浓度

## 四、结果与讨论

### 4.1、实验结果

实验选取的宁心宝胶囊样品经消解、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	滴定体积	氮含量	平均值/%	氮含量	RSD
宁心宝胶囊	0.4939g	20.168mL	6.536%	6.530%	16.325mg/ 粒	0.22%
	0.5006g	20.372mL	6.514%			
	0.5040g	20.595mL	6.541%			

备注：该样品每粒为 0.25g

### 4.2、结论

本次测试的宁心宝胶囊的氮含量为 16.325mg/粒，符合《中药成方制剂(第十一册)》其每粒的氮含量应在 11.3~20.0mg 的规定，RSD 值为 0.22%，结果重复性良好。

## 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
- [2] 《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂(第十一册)[J].