

凯氏定氮仪测定医用糊精中的蛋白质含量

一、前言

糊精是由淀粉经初步水解制成的产物，分为环糊精、麦芽糊精等。糊精可做助悬剂、片剂粘合剂、稀释剂等，也可用作外科手术的敷料和硬化剂，此外，还可作为特殊营养需求人群的糖源。根据《药典 第四部》中对麦芽糊精中蛋白含量的要求，蛋白质含量不得超过 0.1%。本方案利用凯氏定氮仪对糊精中的蛋白质含量进行测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1100 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（3g K_2SO_4 、0.2g $CuSO_4$ ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

三、实验方法

3.1、样品制备

准确称取粉碎后样品 2.5g 左右（精确至 0.1mg）后加入消化管（可使用称量纸包裹，一并放入消化管），加入混合催化剂（6g 硫酸钾，0.4 硫酸铜），加入硫酸 25ml。

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	150℃	150min
2	250℃	30min
3	360℃	30min
4	420	120min
5	冷却	30min

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	40mL	70mL	5min	100%	6.25	0.01340mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 蛋白质含量测试结果

样品	称样量/g	滴定体积/ml	氮含量/%	蛋白含量/%	均值/%
糊精	2.5115	0.9465	0.007	0.044	0.043
	2.5105	0.8762	0.007	0.040	
	2.5027	0.8426	0.006	0.039	
	2.5123	0.9875	0.007	0.046	

4.2、结论

本次测试的医用糊精样品的蛋白含量为 0.043%，结果平行性良好，且测得蛋白质含量小于 0.1%，表明该样品蛋白质含量符合药典规定。

参考文献

[1] 国家药典委员会 中华人民共和国药典：四部[S]. 北京：中国医药科技出版社：665