

凯氏定氮仪测定泛酸钙的氮含量

代志鹏, 王肇中, 王梦洁

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要: 使用 K1160 全自动凯氏定氮仪测定泛酸钙中的氮含量, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 泛酸钙; 氮

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。

1 材料与amp;方法

1.1 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。

1.2 仪器与试剂

1) 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪, SH520 电热消解仪, 分析天平等

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。

2 实验方法

2.1 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°C	120min
2	冷却	20min

2.2 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 H₂SO₄ 的浓度

3 结果与讨论

3.1 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	0.4903	17.646	5.6443	2.1	5.7654		
TL02	0.4966	17.888	5.6498		5.7710	5.77	0.07
01293 2	0.4927	17.757	5.6525		5.7737		

备注：

3.2 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。

4 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