

# 凯氏定氮法测肝素钙中氮的含量

## 1 前言

肝素钙主要用于血液透析时预防血凝块形成，也可用于治疗深部静脉血栓形成。参照《2015版 中国药典 第四部 通则 0704 氮测定法 第三法（定氮仪法）》测定肝素钙中的氮含量。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，分析天平。

### 2.2 试剂

硫酸（分析纯），催化剂片（分析纯无水硫酸钾 3g 和分析纯无水硫酸铜 0.2g），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠。

## 3 实验方法

### 3.1 取样

将样品外包装打开，混匀样品，精确称取 0.1g 左右（精确值 0.1mg），用称量纸包好放入消化管内，然后分别加入 3g 硫酸钾与 0.2g 硫酸铜，沿消化管壁加硫酸 10mL。

### 3.2 消解

利用石墨消解炉进行消解，将消化管放在石墨炉上，盖上排气罩，连接废气吸收系统，消化过程采用曲线升温模式，设定消解参数如表 1：

表 1 消解参数设置

阶段	温度/°C	保持/min
1	230	20
2	280	20
3	350	20
4	420	90

### 3.3 测试

将消化管放置于凯氏定氮仪上，定氮仪参数设置如表 2：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸
25mL	30mL	40mL	5min	100%	0.0618mol/L

## 4 测试结果

### 4.1 实验结果

名称	质量 (g)	氮含量%	平均值%	RSD%
肝素钙	0.1024	1.8287	1.8412	0.49
	0.1015	1.8450		
	0.1044	1.8502		
	0.1012	1.8409		

## 4.2 结论

通过实验数据可以看出，测定肝素钙氮含量平均值为 1.8412%。

### 参考文献：

- [1] 2015 版 中国药典 第四部 通则 0704 氮测定法 第三法（定氮仪法）[M]