

凯氏定氮仪测定中药中总氮含量

一、前言

中药材即可供制药的原材料，即未经加工或未制成成品的中药原料。其中的有效成分被提取后会留下药材残渣，这些药材残渣往往会被利用起来，制作成具有一定肥力的有机肥，既能废物利用，又能够创造经济价值，根据有机肥的标准，对于其中的氮含量有明确的规定，所以对于有机肥的生产，要有科学的监控和检测，通过检测其中的含氮量，能够直观的了解产品的肥力多少，提供检测数据的同时，也给人们的购买，提供价格参考依据。

本次使用海能 K1100 全自动凯氏定氮仪进行测试，能够快速准确的确定其氮含量。

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

使用一次性注射器吸取解冻并混合均匀的冰激凌试样约 5g,采用差量法，准确称取样品 1.0g 左右，（精确至 0.1mg）后加入消化管中然后加入混合催化（6g 硫酸钾，0.4g 硫酸铜），加入硫酸 15mL。

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	消解温度/°C	保温时间/min
1	180	30
2	280	30
3	420	90
4	降温	20

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

蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	硫酸浓度	硼酸	稀释水
5min	100%	50mL	0.1108mol/L	20mL	50mL

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 测试结果

样品	编号	称样量/g	空白体积 /mL	氮含量/ (%)	均值/(%)
穿心莲	1	0.5012	0.0959	3.2869	3.288
	2	0.4963		3.2890	
丹参	1	0.4748		3.2592	3.2472
	2	0.5047		3.2352	

4.2、结论

本次测试的穿心莲和丹参样品，数据重复性良好，简单高效，能够满足日常检测需求。

参考文献

[1] 2020 版《药典》通则 0704 氮测定法[s].

[2] NYT525-2021 有机肥料 附录 D