

## 凯氏定氮仪测定多种氨基酸钙中氮含量

### 一、前言

氨基酸钙是一种氨基酸螯合钙，属于有机钙，这类产品中钙容易被动物吸收，可以作为补钙用品。作为补钙产品，虽然是氨基酸钙，但是其中却不含任何氮元素，所以在日常生产检验中，通过检测其中氮元素的剩余量，可以一定程度上得知样品的含量和纯度，这里，氮元素作为一个杂质的检查项出现。

本实验采用凯氏定氮法进行检测，能够较好的检测出其中的氮含量。

### 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，催化剂(3K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、CuSO<sub>4</sub>)，0.02mol/L 硫酸标准滴定液。

### 三、实验方法

#### 3.1、氮含量测试

准确称取样品 3.0g 左右（精确至 0.1mg）至消化管中，加入催化剂（3.6g 硫酸钾，0.2g 硫酸铜），加入硫酸 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	消解温度/°C	保温时间/min
1	220	20
2	360	10
3	420	120
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	0.02130mol/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	滴定体积/mL	氮含量/%	均值/%
消旋酮异亮氨酸钙	1	2.9878	0.4476	0.5823	0.0013	0.0013
	2	2.9239		0.5772	0.0013	
酮苯丙氨酸钙	1	3.0637		0.5253	0.0008	0.0006
	2	3.0267		0.4837	0.0004	
消旋羟蛋氨酸钙	1	3.0004		0.8739	0.0042	0.0045
	2	3.2029		0.9633	0.0048	
酮缬氨酸钙	1	3.0176		3.3137	0.0283	0.0285
	2	2.9492		2.9192	0.0288	

### 4.2、结论

本次测试的样品的氮含量都比较低，但都可以较好的检测出来，并且结果平行性良好，能够一定程度上反应样品中杂质的存在情况。

### 参考文献

[1] 2020 版《药典》通则 0704 氮测定法[s].