

# 凯氏定氮法测定己脒啉二羟基磺酸盐中的氮含量

## 一、前言

己脒啉二羟基磺酸盐的结构式是  $C_{24}H_{38}N_4O_{10}S_2$ ，是一种含氮有机化合物，广泛应用于化工、医药和材料领域。其氮含量是评估产品质量和化学纯度的重要指标之一，准确测定其氮含量对于产品的开发、质量控制和应用研究具有重要意义。

首先，氮含量的测定是验证己脒啉二羟基磺酸盐化学组成的重要手段。通过精确测定氮元素的含量，可以确保产品符合分子式和结构式的理论要求，进而验证其化学纯度和合成过程的可靠性。这对高要求的应用场景（如医药领域）尤为重要。

其次，氮含量的变化可能反映产品在生产、储存或使用过程中的稳定性和降解行为。通过定期监测氮含量，可以评估其在不同条件下的稳定性，指导合理的生产工艺优化和储存方案设计。

此外，氮含量的测定还为己脒啉二羟基磺酸盐在应用中的剂量控制和性能优化提供了关键数据支持。例如，在某些化工反应中，其作为催化剂或配位剂的效果可能与氮元素的活性相关。

综上所述，测定己脒啉二羟基磺酸盐中的氮含量对于确保产品质量、优化应用性能以及推动相关领域研究具有重要意义。

本方案采用凯氏定氮法测定己脒啉二羟基磺酸盐中的蛋白质含量。

## 二、仪器与试剂

### 2.1、仪器

K1100 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，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（硫酸铜 0.2g+硫酸钾 3g），0.1mol/L 硫酸标准滴定液（以氢离子浓度计）。

## 三、实验方法

### 3.1、样品制备

准确称取样品 0.2g 左右（精确至 0.1mg）后加入消化管，无氮称量纸可包裹样品，一并转移至消化管中。空白中需加入称量纸作为对照。

### 3.2、消解

向消化管中加入混合催化剂、10mL 浓硫酸，按照下表设置消解程序：

温度梯度/° C	保温时间/min
220	10
300	5
420	60

### 3.3、测试

消解完成，待样品冷却并不再冒酸雾后，上机测试，定氮仪参数设置参见下表：

蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	硫酸浓度	硼酸	稀释水	计算单位	蛋白系数
5min	100%	60mL	0.1041mol/L	20mL	40mL	Nitrogen%	-

仪器自动进行蒸馏、滴定、结果计算。

## 四、结果与讨论

经过消解、蒸馏、滴定，己脒啉二羟基磺酸盐样品的测试结果如下表：

样品	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/%	均值/%	精密度/%
1	0.2046	0.0473	12.8907	9.149	9.137	0.26
	0.2056		12.9198	9.125		
2	0.2038		12.9256	9.209	9.203	0.14
	0.2066		13.0848	9.197		
3	0.2034		12.8907	9.203	9.201	0.04
	0.2032		12.8733	9.199		

结果显示，样品 1、2、3 的氮含量分别为 9.137%、9.203%、9.201%，精密度均较好。己脒啉二羟基磺酸盐的理论氮含量为 9.241%，可知三种样品的纯度分别为 98.875%、99.589%、99.567%

## 六、参考

[1] GB 5009.5-2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定 [s]