

凯氏定氮仪测定羚羊角粉中的氮含量

一、前言

羚羊角作为传统名贵中药材，始载于《神农本草经》，具有平肝息风、清肝明目、散血解毒之功效，用于高热惊痫、神昏痉厥、子痫抽搐、癫痫发狂、头痛眩晕、目赤翳障、温毒发斑、痈肿疮毒等症，其药用价值历史悠久且临床地位显著。现代炮制工艺常将羚羊角镑片或粉碎成细粉（羚羊角粉）入药，以确保药材有效成分的溶出与制剂均匀性，广泛应用于配方颗粒、胶囊剂、丸剂等现代中药制剂中。

氮含量是衡量羚羊角粉内在品质的一项关键质控指标。羚羊角主要由角质蛋白（Keratin）及多种氨基酸构成，其总氮含量直接反映了药材中蛋白质类有效成分及总有机物的相对水平。精确测定氮含量，对于鉴别真伪、评估药材纯度、监控炮制工艺稳定性、防止掺伪（如非法添加非角蛋白含氮物质）及保证批次间质量一致性具有至关重要的指导意义，是保障其临床疗效与用药安全的科学基石。

本方案参照《中国药典 2025 版 0704 氮测定法》，使用凯氏定氮仪测定羚羊角粉中的氮含量，为羚羊角粉的原料鉴定、生产过程质量控制、成品放行及市场监督提供坚实、可靠的技术依据与数据保障，对维护中医药声誉、保障公众用药安全有效具有重要的实践价值。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪、SH420F 石墨消解仪、分析天平等。

2.2、试剂

甲基红、溴甲酚绿、硼酸、氢氧化钠、无水硫酸钾、五水合硫酸铜、浓硫酸。

2.3、样品

羚羊角粉。

三、实验方案

3.1、试剂配制

(1) 甲基红溶液 (1g/L): 称取 100mg 甲基红溶于 95%乙醇, 用 95%乙醇稀释至 100mL。

(2) 溴甲酚绿溶液 (1g/L): 称取 100mg 溴甲酚绿溶于 95%乙醇, 用 95%乙醇稀释至 100mL。

(3) 甲基红-溴甲酚绿溶液: 将甲基红试液与溴甲酚绿试液按照体积比为 1:5 进行混合。

(4) 硼酸溶液 (20g/L): 称取 100g 硼酸, 加水溶解后并稀释至 5L。按照 100:1 的比例向 5L 硼酸溶液中加入 50mL 甲基红-溴甲酚绿试液并搅拌均匀。

(5) 氢氧化钠溶液 (400g/L): 称取 2000g 氢氧化钠加水溶解后, 冷却, 并稀释至 5L。

3.2、样品称量

准确称取 0.2g 左右的羚羊角粉样品并置于干净的消化管中。

3.3、消解

向样品和空白消化管中加入 1 个 3.2g 催化剂片 (五水硫酸铜: 硫酸钾为 1: 15) 和 15mL 浓硫酸, 随后上机消解, 消解程序如表一:

表一 SH420F 石墨消解仪消解程序设置

阶段	温度梯度/°C	保温时间/min
1	420	60

3.4 蒸馏与滴定

待消解程序完成, 消化管冷却并无酸雾后, 使用 K1160 全自动凯氏定氮仪进行检测, 定氮仪参数设置如表二:

表二 K1160 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定液/ (H ⁺) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量/%
0.1058	25	60	40	5	100

四、测试结果

样品经消解和上机测试，羚羊角粉样品中氮含量如表三所示：

表三 羚羊角粉中氮含量表

样品名称	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	湿基氮含量/%	干基氮含量/%	均值/%	RSD/%
羚羊角粉	0.2016	0.0547	11.6033	8.4850	9.2611	9.2703	0.030
	0.2038		11.7134	8.4734	9.2485		
	0.2023		11.6937	8.5218	9.3013		

注：该样品水分含量为 8.38%。

五、结论

测试结果表明，K1160 全自动凯氏定氮仪可用于羚羊角粉样品中氮含量的测定。

六、参考标准

[1] 《中国药典 2025 版 0704 氮测定法》