

凯氏定氮仪测定结冷胶中的氮含量

一、前言

结冷胶（Gellan Gum）是一种由假单胞菌（*Sphingomonas elodea*）发酵产生的高分子微生物胞外多糖，因其能形成高强度、热可逆性的凝胶，并具有优异的透明度、稳定性及低使用量等特性，已成为食品、医药、化妆品及化工等领域中不可或缺的重要亲水胶体。在医药工业中，结冷胶被广泛应用于制备培养基、作为片剂的粘合剂与缓释骨架材料、以及用于组织工程等尖端领域，其产品质量的严格控制至关重要。氮含量作为结冷胶的一项关键理化指标，是评估产品纯度、鉴别杂质残留（如发酵培养基中的含氮成分）、监控生产工艺稳定性及保证批次间一致性的核心依据。精确测定氮含量对于计算蛋白质杂质水平、满足药典纯度要求以及确保其最终应用的安全性性和有效性具有决定性意义。

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结冷胶中的氮含量，为结冷胶生产商与质检机构提供标准化的分析流程，助力产品质量提升与行业规范化发展。

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

结冷胶。

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 0.1g 左右的结冷胶样品并置于干净的消化管中。

3.3、消解

向样品消化管及空白管中加入 1 个 3.2g 催化剂片 (五水硫酸铜: 硫酸钾为 1:15) 和 10mL 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/%
0.01037	30	40	40	5	100

四、测试结果

样品经消解和上机测试, 结冷胶样品中氮含量如表三所示:

表三 样品氮含量表

样品名称	称样量/g	滴定体积/mL	氮含量/%	均值/%	RSD/%
结冷胶	0.1019	1.4024	0.1174	0.1176	1.91
	0.1051	1.414	0.1154		
	0.1068	1.4604	0.1199		

五、结论

测试结果表明，K1160 全自动凯氏定氮仪可用于结冷胶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》