

蛋黄卵磷脂中氮含量测定的产品配置单（凯氏定氮仪）

1 前言

蛋黄卵磷脂是从鸡蛋黄提取精制而得的磷脂混合物。在《中国药典 2015 版》中规定蛋黄卵磷脂中氮含量按照 0704 氮测定法进行测定。凯氏定氮法是将样品中的有机态氮在浓硫酸和催化剂的共同作用下，转化为氨态氮。加碱蒸馏后，用硼酸吸收后，再以盐酸或硫酸标准滴定液进行滴定，具有结果准确等优点。但传统的玻璃仪器具有操作繁琐，耗时长，危险性高等缺点。本文以全自动凯氏定氮仪进行实验，结果准确，操作简单。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪

2.2 试剂

硫酸（分析纯），硼酸（分析纯），氧化钠（分析纯），溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，硫酸钾（分析纯），硫酸铜（分析纯），0.01mol/L 盐酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

取 0.1g（精确至 0.1mg）左右的样品，用无氮称量纸包住投入消化管中，加硫酸钾 0.3g 与 30%硫酸铜 5 滴，再沿瓶壁滴加硫酸 3.0ml。

3.2 消解

利用石墨消解炉进行消解，将消化管放在石墨炉上，盖上排气罩，连接废气吸收系统，消化完毕后，将消化管取下冷却至室温。消化过程采用曲线升温模式，设置参数如下：

	温度 (°C)	时间 (min)
1	200	15
2	420	90

3.3 参数设置

待消化管内溶液冷却至室温后，将消化管放置于定氮仪上。定氮仪设置程序如下：

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量
25mL	30mL	12mL	5min	100%

4 结果与讨论

4.1 实验结果：仪器自动滴定并计算，计算公式如下

$$N\% = \frac{1.401 \times c \times (V - V_0)}{W}$$

式中：c-标准酸摩尔浓度（mol/L）

W-样品质量（g）

V0-空白样滴定标准酸消耗量（mL）

V-样品滴定标准酸消耗量（mL），精确到小数点后四位

编号	取样量 (g)	氮含量 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.1075	1.9265	1.9177%	0.43
2	0.1200	1.9104		
3	0.1150	1.9162		

4.2 结论

通过数据可知，实验选取的样本为合格的蛋黄卵磷脂，其氮含量符合标准规定的 1.75% ~ 1.95% 的范围。利用全自动凯氏定氮法测定蛋黄卵磷脂中的氮含量平行性良好，且具有操作简单，安全性高，节省人力等优点。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 三部. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 通则 49.

注意事项:

蛋黄卵磷脂一般为乳白色或淡黄色的粉末或蜡状固体，如果样品为蜡状固体则不易混合均匀，应注意取样的均匀性。实验过程中浓酸浓碱较为危险，请小心操作。