

4203 玻璃三氧化二硼含量测定法

三氧化二硼是硼硅玻璃的主要成分之一,其含量可用于玻璃材料的鉴别与分类。

本法适用于硼硅玻璃三氧化二硼含量的测定。

测定原理 将玻璃粉碎研磨至粉末,经碱熔融和酸反应后,再用碳酸钙使硼形成易溶于水的硼酸钙,并与其他元素分离;加入甘露醇使硼酸定量地转变为醇硼酸,用氢氧化钠滴定醇硼酸,根据消耗氢氧化钠滴定液的浓度和体积,计算玻璃样品中所含的三氧化二硼的量。

供试品的制备 取清洗干净的样品适量,将不带印字部位粉碎后研磨至细粉(颗粒度应小于 $100\ \mu\text{m}$),于 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘干至少 1 小时,置干燥器中冷却至少 1 小时,备用。制备的样品在干燥器中存放超过 24 小时需要重新烘干。

测定法 取上述玻璃细粉样品约 0.5 g,精密称定,置铂坩埚中,加入无水碳酸钠 4 g,缓慢旋转坩埚,使样品与无水碳酸钠充分混合,盖上坩埚盖,使用火焰喷灯约 5~15 分钟熔融或在 $850\sim 900^{\circ}\text{C}$ 约 15~30 分钟熔融(或采用其它适当的加热方式,直到样品完全熔融);或在镍坩埚或银坩埚中加入氢氧化钠 4 g,加热至氢氧化钠熔融后冷却,取上述玻璃细粉样品约 0.5 g,精密称定,置坩埚中盖上坩埚盖,使用火焰喷灯熔融约 5~15 分钟或在 $400\sim 450^{\circ}\text{C}$ 约 15~30 分钟熔融(或采用其它适当的加热方式,直到样品完全熔融),放冷(注:熔融过程中,注意防止三氧化二硼挥发;不同种类的玻璃样品熔融时间稍有不同)。用少量热水浸出熔块并转移至高型烧杯中,加盐酸 20 ml 分散熔块;再用不超过 5 ml 盐酸溶液(1→2)分次清洗坩埚和盖,洗液合并于烧杯中。待熔块完全溶解后用碳酸钙中和剩余的酸,并加入过量碳酸钙约 4 g,将烧杯放在水浴中蒸煮约 30 分钟后,趁热用快速滤纸过滤,用热水分次洗涤烧杯及沉淀,滤液中加乙二胺四乙酸二钠少许(约 0.3~0.5 g),煮沸。取下冷却至室温,加 0.1%甲基红乙醇溶液 2 滴,用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液和 0.1 mol/L 盐酸溶液将溶液调成中性(呈亮黄色),加 0.1%酚酞乙醇指示剂 1 ml 和甘露醇 2~3 g(溶液呈甲基红酸式色),用氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)滴定至微红色(酚酞碱式指色),再次加入甘露醇约 1 g,轻摇,如微红色褪去,再用氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)滴定至微红色,如此反复直至加入甘露醇后微红色不褪为止,读取消耗的氢氧化钠

- 28 滴定液（0.1 mol/L）体积数。取相同材质坩埚同法进行空白试验，并将滴定的结果
- 29 进行空白校正。每 1 ml 氢氧化钠滴定液（0.1 mol/L）相当于 3.481 mg 的 B_2O_3 。

起草单位：中国食品药品检定研究院

联系电话：010-67095110

参与单位：中国医药包装协会、北京市药品包装材料检验所、浙江省食品药品检验研究院、山东药用玻璃股份有限公司、双峰格雷斯海姆医药包装（丹阳）有限公司

玻璃三氧化二硼测定法修订说明

一、制修订的目的意义

完善三氧化二硼测定法中试验细节，为药用玻璃中硼含量测定提供操作性强、标准化高的科学指导。

二、制修订的总体思路

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，收集了《中国药典》2020 年版四部通则 4009 三氧化二硼测定法在日常试验时存在的问题，为增加该检测方法的可操作性，设计试验，以完善本测定法。

三、需重点说明的问题

1. 按《中国药典》2020 年版格式编制本方法。

2. 按《中国药典》2020 年版及药包材标准命名原则，拟定标准名称为：玻璃三氧化二硼含量测定法。