

附件：玻璃三氧化二硼含量测定法公示稿（第三次）

1 **4203 玻璃三氧化二硼含量测定法**

2 三氧化二硼是硼硅玻璃的主要成分之一，其含量可用于表征硼硅玻璃材质和配
3 方稳定性。

4 本法适用于硼硅玻璃三氧化二硼含量的测定。

5 **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
6 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，
7 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
8 所含的三氧化二硼的量。

9 **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
10 （颗粒度应小于 100 μm ），于 105~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干至少 1 小时，置干燥器中冷却至少 1
11 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。

12 **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
13 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
14 约 5~15 分钟熔融或在 850~900 $^{\circ}\text{C}$ 约 15~30 分钟熔融（或采用其它适当的加热方
15 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
16 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
17 用火焰喷灯熔融约 5~15 分钟或在 400~450 $^{\circ}\text{C}$ 约 15~30 分钟熔融（或采用其它适
18 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
19 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
20 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
21 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
22 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
23 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
24 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
25 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
26 （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

27 指色),再次加入甘露醇约1g,轻摇,如微红色褪去,再用氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)
28 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
29 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
30 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。