

附件

三氧化二硼测定法

三氧化二硼是硼硅类药用玻璃中的主要成分之一。三氧化二硼测定法系根据玻璃容器经碱熔融和酸分解后，用碳酸钙可使硼形成易溶于水的硼酸钙与其它杂质元素分离。通过甘露醇使硼酸定量地转变为离解度较强的醇硼酸，再用氢氧化钠滴定的酸碱滴定测定硼硅类药用玻璃材料或容器中的三氧化二硼含量。

通过对硼硅类药用玻璃材料或容器中三氧化二硼含量的测定，可对玻璃材料进行鉴别与分类。

测定法 取供试品（不应有印字）清理干净，粉碎，研磨至细粉（颗粒度应小于 $100\ \mu\text{m}$ ），于 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘干 1 小时，置于干燥器中冷却 1 小时。取细粉约 0.5g，精密称定，置铂坩埚（或镍坩埚）中，加入无水碳酸钠 4g（或氢氧化钠 4g）在 $850\sim 900^\circ\text{C}$ 熔融，放冷，用热水浸出熔块于 300ml 烧杯中，加盐酸 20ml 分解熔块，再用少量盐酸溶液（1→2）清洗坩埚和盖，洗液合并于烧杯中。待熔块完全分解后用碳酸钙中和剩余的酸，并过量加入 4g 碳酸钙，将烧杯放在水浴中蒸煮约 30 分钟后，趁热用定性快速滤纸过滤，用热水洗涤烧杯及沉淀 9 次~10 次，滤液中加乙二胺四乙酸二钠少许，煮沸，取下冷却，加 0.2% 甲基红乙醇溶液（取甲基红 0.2g，加乙醇 100ml 使溶解）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% 酚酞指示剂（取酚酞 0.1g，加乙醇 100ml 使溶解）1ml 和甘露醇 2~3g，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。每 1ml 氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 3.481mg 的 B_2O_3 。

起草单位：中国食品药品检定研究院

复核单位：江西省药品检验检测研究院