**附件2-12：玻璃三氧化二硼测定法征求意见稿**

**~~4009~~4203 玻璃三氧化二硼测定法**

三氧化二硼是硼硅类药用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。

本法适用于硼硅类药用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 ~~取供试品（取不带印字部位；若有污染，清洗干净），粉碎，研磨至细粉~~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 μm)，于105～110℃烘干至少1小时，置干燥器中冷却1小时或以上，备用。制备的样品超过24小时需要重新烘干。

测定法 取上述玻璃细粉样品约0.5g，精密称定，置铂坩埚中，加入无水碳酸钠4g，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5～15分钟熔融或在850～900℃约15～30~~20~~分钟熔融；~~（或置于镍坩埚中，加入氢氧化钠4 g，盖上坩埚盖，置电炉上加热，待熔化后，摇动坩埚，再熔融约20分钟。旋转坩埚，使熔融物均匀地附着于坩埚内壁）~~或在镍坩埚或银坩埚中加入氢氧化钠4g，加热至氢氧化钠熔融后冷却，取上述玻璃细粉样品约0.5g，精密称定，置坩埚中盖上坩埚盖，使用火焰喷灯熔融5～15分钟或在400～450℃约15～30分钟熔融，放冷（注：不同种类的玻璃样品熔化时间稍有不同）。用少量热水浸出熔块并转移至高型烧杯中，加浓盐酸20 ml分散熔块；再用不超过~~15~~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~~分散~~溶解后用碳酸钙中和剩余的酸，并加入过量碳酸钙约4g，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，~~总量不超过150 ml，~~滤液中加乙二胺四乙酸二钠~~约1 g~~少许（约0.3～0.5 g），煮沸~~，~~。取下冷却至室温，加~~0.2%~~0.1%甲基红乙醇溶液2滴，用0.l 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l ml和甘露醇2~3 g，用氢氧化钠滴定液（0.l mol/L）滴定至微红色，再次加入甘露醇约l g，轻摇，如微红色褪去，再用氢氧化钠滴定液（0.l 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~~总~~氢氧化钠滴定液（0.l mol/L）体积数。取相同材质坩埚同法进行空白试验，并将滴定的结果进行空白校正。每1 ml氢氧化钠滴定液（0.l mol/L）相当于3.481 mg的B2O3，测定结果应保留两位小数。

起草单位：中国食品药品检定研究院 联系电话：010-67095110

**玻璃三氧化二硼测定法起草说明**

1. 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。

1. 起草过程

对比现有玻璃中三氧化二硼含量测定法标准，联合多个药用玻璃生产厂家和药包材检验检测机构，针对《中国药典》2020年版四部通则4009 三氧化二硼测定法中的操作细节（特别是熔样过程中温度、时间和坩埚选择等），进行了试验，完善了本测定法。

1. 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。