**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 μm），于105～110℃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850～900℃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400～450℃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.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（溶液呈甲基红酸式色），用氢氧化钠滴定液（0.l mol/L）滴定至微红色（酚酞碱式指色），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。

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**

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. 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。