

## 玻璃耐沸腾盐酸浸蚀性测定法

### Boli Nai Feiteng Yansuan Jinshixing Cedingfa

#### Tests for Resistance to Attack of Glass by Boiling Hydrochloric Acid

本法适用于各类药用玻璃容器及管材耐沸腾盐酸浸蚀性的测定。

根据测定的原理和方法不同分为重量法和火焰发射或原子吸收光谱法。

#### 第一法 重量法

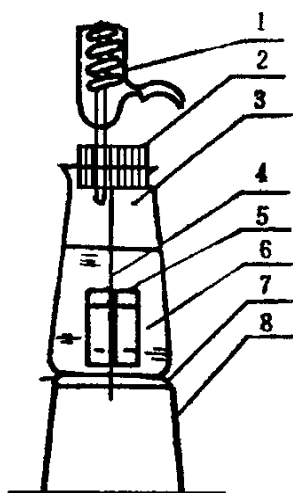
本法是将约为  $100\text{cm}^2$  的玻璃供试品，在沸腾的  $6\text{mol/L}\pm 0.2\text{mol/L}$  盐酸溶液中浸蚀 6 小时，测定单位表面积损失的质量。

**供试品制备** 将本品切割成有规则几何形状，总表面积为  $100\text{cm}^2\pm 10\text{cm}^2$  的玻璃管或片，断面细工研磨，不得用火抛光，新切割表面积不多于总表面积的约 10%。用水洗净，再用无水乙醇或丙酮漂洗，在  $150^\circ\text{C}$  烘箱中干燥 45 分钟，转入干燥器中冷却 45 分钟，精密称定至  $\pm 0.1\text{mg}$ ，记录质量 ( $m_1$ )。同法制备 2 份供试品。

若测定玻璃材质耐酸性时，应考虑表面结构的影响，供试品须经混合酸预处理，其操作如下：在塑料烧杯中放入供试品，加入氢氟酸 (40%) -  $2\text{mol/L}$  盐酸 (1:9) 混合溶液将其完全浸没，用磁力搅拌器搅拌 10 分钟，用镊子 (头部包有塑料或铂，用前用稀盐酸处理，再用水洗净) 将供试品取出，依上所述进行清洗、干燥、冷却、称重。

#### 测定法

在广口锥形烧瓶中，加入  $6\text{mol/L}\pm 0.2\text{mol/L}$  盐酸溶液 800ml，加热至沸，取供试品用铂丝悬挂在沸腾的酸中 (供试品应全部浸没悬于中央)，瓶口上方装上冷凝器，均匀沸腾 6 小时 (见图 1) 后，将供试品取出，用水冲洗干净，在  $150^\circ\text{C}$  烘箱中干燥 45 分钟，转入干燥器中冷却 45 分钟，精密称定至  $0.1\text{mg}$ ，记录质量 ( $m_2$ )。



1—冷凝器；2—胶塞；3—锥形烧杯；4—铂丝；  
5—供试品；6—盐酸；7—石棉网；8—可控温加热装置

图 1

## 结果表示方法和分级

计算：对每个测得的结果计算供试品单位表面积损失的质量，计算公式如下：

$$H = \frac{100(m_1 - m_2)}{S}$$

式中： $H$ ——供试品每单位表面积损失的质量， $\text{mg}/\text{dm}^2$

$m_1$ ——供试品最初质量， $\text{mg}$

$m_2$ ——供试品最终质量， $\text{mg}$

$S$ ——供试品总表面积， $\text{cm}^2$

供试品总表面积的计算：

当供试品为管状时，供试品总表面积的计算公式如下：

$$S = 3.14(D_{\text{外}} + D_{\text{内}}) \left( H + \frac{D_{\text{外}} - D_{\text{内}}}{2} \right)$$

式中： $S$ ——供试品总表面积， $\text{cm}^2$ ；

$D_{\text{外}}$ ——供试品外径， $\text{cm}$ ；

$D_{\text{内}}$ ——供试品内径， $\text{cm}$ ；

$H$ ——供试品高度， $\text{cm}$ 。

当供试品为弧形片状时（见图2），供试品总表面积的计算公式如下：

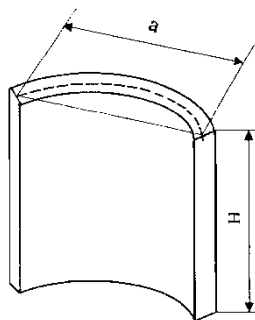


图2

$$S = \frac{3.14(R_{\text{外}} + R_{\text{内}}) \left[ H + (R_{\text{外}} - R_{\text{内}}) \right]}{90} \times \sin^{-1} \frac{a/2}{R} + 2H(R_{\text{外}} - R_{\text{内}})$$

式中： $S$ ——供试品总表面积， $\text{cm}^2$ ；

$R_{\text{外}}$ ——圆形样品外径的半径， $\text{cm}$ ；

$R_{\text{内}}$ ——圆形样品内径的半径， $\text{cm}$ ；

$H$ ——弧形片高度， $\text{cm}$ ；

$a$ ——弧形片壁厚的中间弧的弦长， $\text{cm}$ 。

由两个供试品所得的结果求出平均值。假如两个结果与平均值误差大于 10%，则必须再取两个供试品重新测定。

依据供试品每平方米所损失质量的毫克数的一半进行分级。见表 1：

表 1

级 别	特 性	6 小时后单位面积损失质量的一半, mg/dm <sup>2</sup>
1	低浸蚀性	0 ~ 0.7
2	弱浸蚀性	0.7 以上 ~ 1.5
3	中浸蚀性	1.5 以上 ~ 15
4	高浸蚀性	15 以上

## 第二法 火焰发射或原子吸收光谱法

本法是将 30~40cm<sup>2</sup> 的供试品, 在 100℃ 6mol/L±0.2mol/L 盐酸溶液中浸蚀 3 小时。测定单位表面积析出碱性氧化物的量。

**供试品制备** 将本品切割成有规则几何形状, 总表面积为 30~40cm<sup>2</sup> 的玻璃管或片, 断面细工研磨, 用水洗净, 最后以无水乙醇或丙酮漂洗, 在 115℃ 烘箱中干燥 30 分钟。同法制备三份供试品。

若测定玻璃材质耐酸性时, 应考虑表面结构的影响, 供试品须经混合酸预处理, 其操作如下: 在塑料烧杯中放入供试品, 加入氢氟酸 (40%) - 2mol/L 盐酸 (1:9) 混合溶液将其完全浸没, 用磁力搅拌器搅拌 10 分钟, 用镊子 (头部包有塑料或铂, 用前用稀盐酸处理, 再用水洗净) 将供试品取出, 依上所述进行清洗、干燥。

### 仪器

火焰光度计或原子吸收光谱仪

分析天平: 感量 0.1mg

**测定法** 用镊子把三块洗净的供试品分别放入三个聚四氟乙烯具盖皿中, 盖上盖后置 115℃ 的烘箱中, 同时放入三个未放供试品的聚四氟乙烯具盖皿, 保温 8 小时。在陈化过的烧杯中加入 6mol/L±0.2mol/L 盐酸溶液 150ml, 加热至沸。迅速将三个未放供试品的聚四氟乙烯具盖皿从烘箱中取出, 分别注入 25ml 沸腾 6mol/L±0.2mol/L 盐酸溶液, 置入 100℃ 的烘箱里。取出三个放供试品的聚四氟乙烯具盖皿同法操作, 注入 6mol/L±0.2mol/L 盐酸的全过程不应超过 2 分钟。保持在 100℃±1℃, 加热 3 小时。从烘箱中取出 6 个聚四氟乙烯具盖皿, 将供试品溶液和空白溶液, 分别转移至铂皿中, 用水冲洗聚四氟乙烯具盖皿数次, 合并洗液, 立即在沙浴上蒸干。取下冷却, 分别加入 2mol/L 盐酸溶液 0.2ml 和少量水, 溶解残渣后分别转移至 10ml 容量瓶中, 加入 0.5ml 电离屏蔽剂 (250g 硝酸铝和 50g 氯化铯加水溶液并稀释至 1000ml) 稀释至刻度, 摇匀备用。

用火焰光度计或原子吸收光谱仪, 以紧密内插法测定标准溶液、供试品溶液和空白溶液的碱性氧化物含量。

计算三个供试品溶液的平均值和三个空白溶液的平均值 (μg/ml), 如果一个空白值与其平均值之差大于 0.1μg/ml 或氧化钠的绝对含量大于 5μg, 则应重新测定。

**结果表示方法** 从供试品溶液碱性氧化物的平均值减去空白溶液碱性氧化物的平均值, 计算每平方分米供试品表面积浸出的碱性氧化物。测量结果可用每平方分米玻璃析出氧化钠和氧化钾的质量表示。

**YBB60102012**