

玻璃耐沸腾混合碱水溶液浸蚀性测定法

Boli Nai Feiteng Hunhejianshui Rongye Jinshixing Cedingfa

Tests for Resistance to Attack of Glass by a Boiling Aqueous Solution of Mixed
Alkali

本法适用于各类药用玻璃耐沸腾混合碱水溶液浸蚀性的测定和分级。

本法是将总表面积为 10~15cm² 的玻璃供试品，用等体积的 0.5mol/L 碳酸钠和 1mol/L 氢氧化钠沸腾混合溶液浸蚀 3 小时。测定该玻璃供试品单位表面积损失的质量。

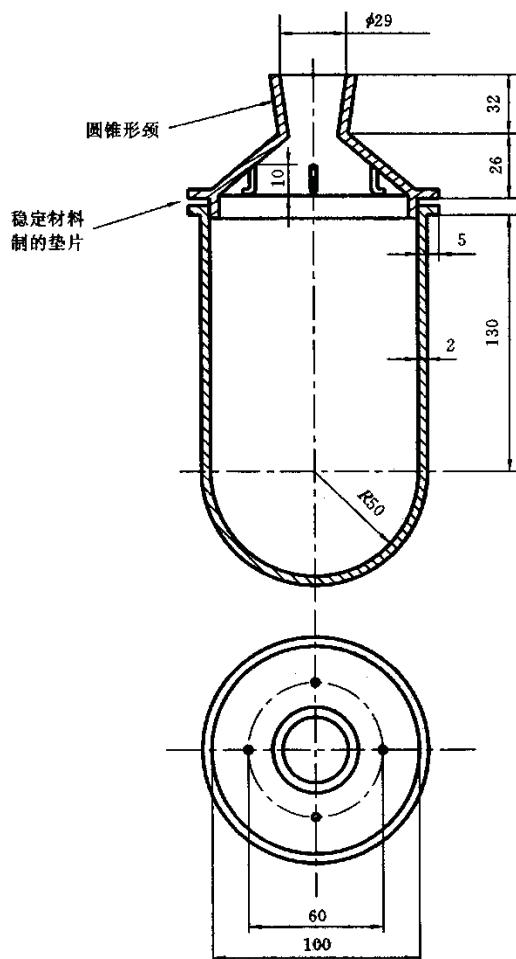
仪器

试验容器：用纯银或耐碱的银合金或焊接不锈钢制成（焊接不锈钢的相关成份：18%Cr、10%Ni、0.08%C 以及附加 Ti），容器（如图 1 所示）是由带半球形的底或平底和紧密结合的盖子组成的圆柱形银杯，盖子具有粗颈口和插温度计的小嘴，并在下面配有四个悬挂样品的吊钩，必要时可加一个材质稳定的垫圈以保证杯体和盖子之间接缝密封。

冷凝器：球形或直形，长度为 400mm 由耐化学浸蚀的玻璃制成。

古氏玻璃漏斗：（如图 2 所示）由耐化学浸蚀的玻璃制成，上口用塞子与冷凝器连接，漏斗下管用塞子与容器的颈部连接，塞子应由材质稳定的材料制成，并预先要在水中煮沸 60 分钟。

加热浴池：配有一个能加热甘油和在 100~120℃任一温度恒温的控制器，并配有搅拌装置。



材料:纯银或耐碱银合金。

制作:将 4 个钩子焊在盖子上,将一个
磨平表面的突缘安到盖子上。

盖子的俯视图,显示钩子的位置

图 1 实验容器图

供试品 将玻璃制品切割成易测形状,总表面积为 $10\sim 15\text{cm}^2$ 的两个供试品,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 20%。计算供试品的总表面积,误差应小于 2%,记录所测得值。清洗每个供试品,然后用镊子夹住供试品,用纯化水分别冲洗三遍,再用丙酮或无水乙醇漂洗。放在 110°C 烘箱中干燥 60 分钟,再将供试品转入干燥器中冷却至室温,精密称定,记录其质量 m_1 。

若测定玻璃材质耐碱性时,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)混合溶液将其完全淹没,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 将试验容器浸入加热浴池内,在试验容器内加入 0.5mol/L 碳酸钠溶液 400ml 和 1mol/L 氢氧化钠溶液 400ml,使试验容器内液面与浴液的液面一致。盖上盖后安装上古氏玻璃漏斗和冷凝器,接通冷凝器水流,启动搅拌器并加热浴液,使试验容器内的温度达到 $102.5^\circ\text{C}\pm 0.5^\circ\text{C}$,应控制回流液下滴速度为 4~6 秒/滴。然后打开盖子用银丝将供试品悬挂在容器盖子的吊钩上,将供试品浸入沸腾的溶液中(供试品之间或供试品同容器壁之间不得相互碰撞)连续

煮沸 3 小时±2 分钟。将供试品取出，快速放入 1mol/L 盐酸溶液里浸泡三次。用水洗涤三次，最后用丙酮或无水乙醇漂净。放在 110℃ 烘箱中干燥 60 分钟，转入干燥器中冷却至室温，然后精密称定，记录其质量 m_2 。

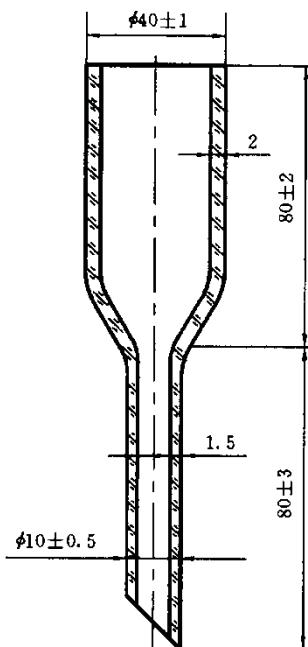


图 2 古氏玻璃漏斗

结果的表示方法和分级 对每个测得的结果计算供试品单位表面积损失的质量 ρ_A ，其计算公式如下：

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

式中： ρ_A ——供试品单位表面积损失的质量， mg/dm^2 ；

m_1 ——供试品最初质量， mg ；

m_2 ——供试品最终质量， mg ；

S ——供试品总表面积， 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：

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

式中： S ——供试品总表面积， cm^2 ；

$D_{外}$ ——供试品外径， cm ；

$D_{内}$ ——供试品内径， cm ；

H ——供试品高度， cm 。

当供试品为弧形片状时（见图 3），供试品总表面积的计算公式如下：

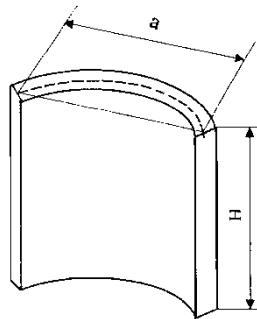


图 3

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

式中: S —供试品总表面积, cm^2 ;

$R_{\text{外}}$ —圆形供试品外径的半径, cm ;

$R_{\text{内}}$ —圆形供试品内径的半径, cm ;

H —弧形片高度, cm ;

a —弧形片壁厚的中间弧的弦长, cm 。

由两个供试品所得的结果求出平均值。两个结果与平均值之差不得大于 10%, 否则必须再取两个供试品重新测定。

按照本法所规定的方法试验时, 供试品应根据每平方分米所损失的质量毫克数进行分级, 见表 1。

表 1 耐碱试验分级表

级 别	特 性	3 小时后单位表面积损失的质量, mg/dm^2
1	低浸蚀性	0~≤75
2	弱浸蚀性	75 以上~≤175
3	高浸蚀性	175 以上