

玻璃颗粒在 98℃耐水性测定法

Boli Keli Zai 98℃ Naishuixing Cedingfa

Tests for Hydrolytic Resistance of Glass Grains at 98℃

本法适用于各类药用玻璃耐水性的测定和分级。

本法是一种材质试验法。将粒径为 300~500 μm 的玻璃颗粒 2g，在 98℃ 试验用水中浸泡 60 分钟。通过滴定浸蚀液来测定玻璃颗粒受水浸蚀的程度并分级。

试剂 试验用水

试验用水应在经老化处理的烧瓶中煮沸 15 分钟以上，以除去二氧化碳之类的溶解气体。试验用水可保存在具塞烧瓶中，在 24 小时内其 pH 值应不改变。

仪器

水浴锅：可进行恒温控制。

容量瓶：50ml，具玻璃塞。容量瓶及玻璃塞，需用平均线热膨胀系数约为 $3.3 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 硼硅玻璃制成，新容量瓶须经过老化处理，即将适量水加入容量瓶中，按试验步骤中规定的加热条件反复处理，直到水对甲基红呈中性。

锥形烧瓶：100 ml 及 250ml。对烧瓶的材质要求及新瓶的处理方法同容量瓶。

锤子、由淬火钢制成碾钵和杵（见图）；

一套不锈钢标准筛（含有 A 筛：孔径 500 μm 、B 筛：孔径 300 μm 、O 筛：孔径 600~1000 μm ）。

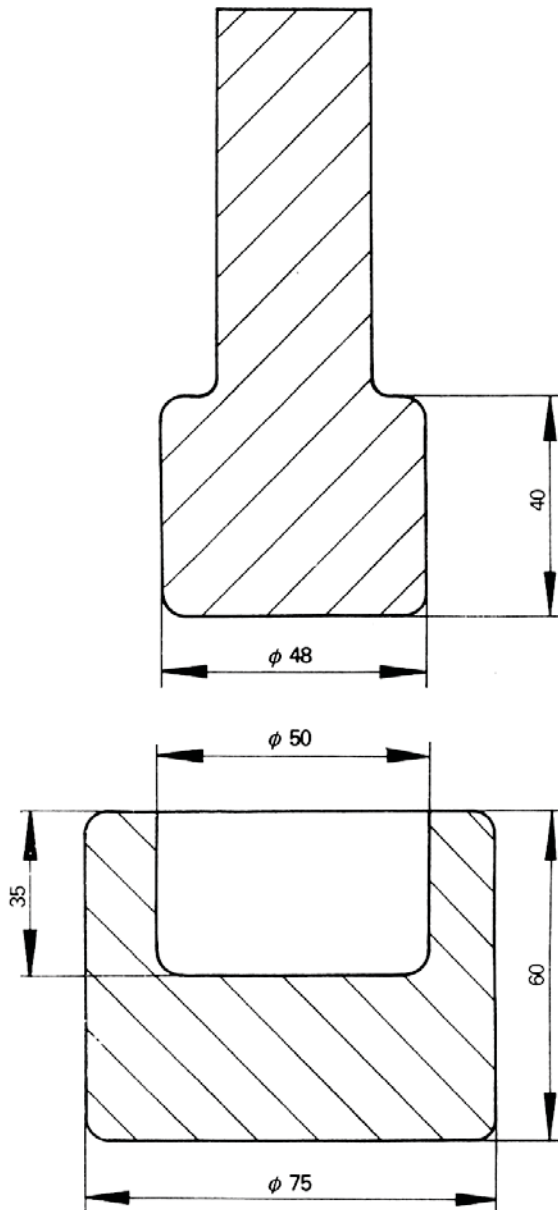


图 碾钵和杵

供试品 将供试品击打成碎块，取适量放入碾钵中，插入杵，用锤子猛击杵，只准击一次，将碾钵中的玻璃转移到套筛上层的 O 筛上，重复上述操作过程。用振筛机振动套筛（或手工摇动套筛）5 分钟，将通过 A 筛但留在 B 筛上的玻璃颗粒转移到称量瓶内，玻璃颗粒至少准备 10g。

用磁铁将玻璃颗粒中的铁屑除去，移入 250ml 烧瓶中，每次用 30ml 丙酮或无水乙醇旋动洗涤玻璃颗粒至少 6 次，至丙酮或无水乙醇溶液清澈为止。然后将装有玻璃颗粒的烧瓶放在电热板上加热，以除去残留的丙酮或无水乙醇，再转入烘箱中，在 140℃ 加热 20 分钟，从烘箱中取出烧瓶，将烧瓶中的玻璃颗粒移入称量瓶中，放在干燥器中冷却。

测定法 在三个 50ml 容量瓶中，分别装入 2.00g 干燥的玻璃颗粒，用试验用水充满至标线，并再充满另两个容量瓶，一个作为空白试验，另一个用作温度控制（将温度计插入此容量瓶中，以测量瓶内溶液的实际温度）。轻轻摇动容量瓶，使玻璃颗粒均匀分布在瓶底上，然后把所有不加瓶塞的容量瓶放进水浴锅中，使其瓶颈的一半浸没在水里。快速升温使控制用的容量瓶在 3

分钟内达到规定的温度 $98^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，2 分钟后，塞上瓶塞。从浸没时间起连续加热 60 分钟 ± 1 分钟，并使瓶内温度保持在 $98^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

从水浴锅中取出容量瓶，打开瓶塞，将容量瓶放入冷水槽中，以自来水冷却至室温。若瓶内溶液低于容量瓶的标线，则用试验用水补充至标线，再塞上瓶塞并彻底摇匀，静置让玻璃颗粒下沉。此时得到上层清液，应在 1 小时内完成滴定。

用吸量管分别从每个容量瓶内吸取 25ml 清液注入 100ml 锥形烧瓶中，分别在每个锥形烧瓶中加入 2 滴甲基红指示液，用盐酸滴定液（0.01mol/L）进行滴定，直至微红色，并用空白试验校正。

结果的表示方法和分级 计算滴定结果的平均值，以每克玻璃颗粒消耗盐酸滴定液（0.01mol/L）的体积（ml）表示。

若最高值和最低值超过表 1 中所列的允许范围，则应重做试验。

表 1 测得值的允许范围

每克玻璃颗粒所消耗的盐酸滴定液（0.01mol/L）的体积 ml/g	测得值的允许范围
≤ 0.10	平均值的 30%
0.10 以上~0.20	平均值的 20%
0.20 以上	平均值的 10%

玻璃颗粒应根据盐酸滴定液（0.01mol/L）的消耗量（ml）进行分级，见表 2。

表 2 玻璃颗粒试验的耐水性分级

玻璃分级	每克玻璃颗粒耗用盐酸滴定液（0.01mol/L）的体积，ml
HGB1	≤ 0.10
HGB2	0.10 以上~0.20
HGB3	0.20 以上~0.85
HGB4	0.85 以上~2.0
HGB5	2.0 以上~3.5