

## 三氧化二硼测定法

### Sanyanghuaerpeng Cedingfa

### Determination of Boron Oxide

本法适用于各类药用玻璃包装材料三氧化二硼的含量测定。

本法是将供试品经研磨、烘干后，用碱熔融和酸分解后，加入碳酸钙使硼形成易溶于水的硼酸钙与其它杂质元素分离。加入甘露醇使硼酸定量地转变为醇硼酸，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠滴定液滴定，根据消耗氢氧化钠滴定液的体积计算出三氧化二硼含量。

#### 测定法

取供试品（不应有印字）清理干净、粉碎、研磨至细粉（颗粒度应小于 100 $\mu\text{m}$ ），于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$  烘干 1 小时，放于干燥器中冷却 1 小时。取细粉约 0.5g，精密称定，置铂坩埚（或银坩埚、镍坩埚）中，加无水碳酸钠 4g（或氢氧化钠 4g）熔融，放冷，用热水洗出熔块于 300mL 烧杯中，加 20mL 浓盐酸溶液分解熔块，用少量（1→2）盐酸清洗坩埚，洗液合并于烧杯中。待熔块完全分解后用碳酸钙中和剩余的酸，并过量 4g 碳酸钙，将烧杯放在水浴中蒸煮约 30min 后，用定性快速滤纸过滤，在滤液中加少许 EDTA（乙二胺四乙酸二钠）煮沸，取下冷却，加两滴 0.1% 甲基红指示剂溶液，用 0.1 mol/L 氢氧化钠和 0.1 mol/L 盐酸将溶液调成中性（即溶液呈亮黄色），加 1mL 0.1% 酚酞指示剂和约 2 g~3g 甘露醇，用 0.1 mol/L 氢氧化钠滴定液滴定至微红色，如此反复直至加入甘露醇后微红色不褪为止。结果计算（所得结果应表示至两位小数）

$$\text{三氧化二硼 (\%)} = \frac{M \times V \times 0.03482 \times 100}{G}$$

式中：  $M$ —— 氢氧化钠标准溶液的浓度（mol/L）；

$V$ —— 滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积（mL）；

$G$ —— 称取样品的重量（g）。

0.03482—— 与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=1.000\text{mol/L}$ ] 相当的，以 g 表示的三氧化二硼的质量。