

化粧品, 石鹼

口紅の水分

カールフィッシャー水分計

Karl Fischer Moisture Titrator

容量滴定法
(直接)

規格

JIS K 0113
ASTM E 203

ISO 760

1.概要

カールフィッシャー試薬による水分定量は、最も信頼できる水分定量法として、世界中で広く用いられています。国際規格のISOや各国の標準試験法のASTM等、国内ではJISをはじめとする多くの公定法に採用されています。

口紅の水分を、JIS K 0113-2005電位差、電流、電量、カールフィッシャー滴定法通則にもとづき、容量滴定法で測定します。

口紅は、メタノールなどの通常の溶剤には溶けにくいいため、脱水溶剤MI(一般用)にn-ヘキサンを添加した溶剤を用いて水分測定を行います。

2.参考文献

- 1) JIS K 0113-2005 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則
- 2) ASTM E 203-16 Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration
- 3) ISO 760:1978 Determination of Water-Karl Fischer method (General method)
- 4) ハイドラナール マニュアル RdH社発行

3.測定上の注意点

- 1) 測定の際、雰囲気的水分影響を受けないように、空調の設備された部屋で測定を行ってください。
- 2) 試料の取扱いに、注意してください。
- 3) 水分が多い試料については、試料採取量は少量にし、カールフィッシャー試薬は高力価のものを用いてください。
- 4) カールフィッシャー試薬の力価は、測定に使用する溶剤を用いて事前に求めておいてください。

4.分析終了後の処置

滴定フラスコ内の試料と脱水溶剤を排液し、電極を洗浄してください。
また滴定フラスコには脱水溶剤を加えて、電極が浸かった状態にしておいてください。

5.装置構成

本体 : 容量滴定方式 カールフィッシャー水分計
電極 : KF用双白金電極

6.試薬

滴定液 : ハイドラナール コンポジット5 (RdH社製)
脱水溶剤 : 脱水溶剤MI(一般用) (林純薬工業株式会社製)
: n-ヘキサン

7.分析手順

—準備—

- 1) 滴定フラスコに脱水溶剤MIを約30mLと、n-ヘキサンを約20mL入れます。
- 2) 予備滴定を行い、滴定フラスコ内を滴定液にて無水状態にします。

—測定—

- 1) 試料性状に適したサンプルに0.1～0.5gの試料を採取します。
- 2) 0.1mgの最小表示値を持つ天びんで1)項のサンプル質量を測定します。
- 3) サンプル内の試料を滴定フラスコに投入し、脱水溶剤に溶かします。
- 4) 水分計のStartキーを押します。
- 5) 3)項のサンプル質量を測定します。
- 6) 水分計のWt1に2)項の質量を、Wt2に5)項の質量を入力します。
- 7) 自動検出する終点の滴定量から、水分濃度を求めます。

8.計算式

$$\text{水分 (\%)} = ((\text{Data} \times F - \text{Blank}) / (\text{Wt1} - \text{Wt2})) \times 0.1$$

Data : 滴定量 (mL)
F : 滴定液の力価 (mg H₂O / mL)
Blank : ブランク値 (mg)
Wt1 : 試料 + 容器の質量 (g)
Wt2 : 容器の質量 (g)

9.測定例

-滴定パラメータ-

MKV-710M/S,MKA-610	MKA-520	MKS-500
Method No. 1	[Titration]	[Titration]
[Titration]	Method 1	Method Direct
Titr.mode Normal	Titr Mode Normal	Titr.Speed 3
t(stir) 0 s	Titr Buret No. 1	End Time 30 s
t(wait) 10 s	End Time 30 s	Final Vol. 0.01 mL
t(max) 0 s	Final Vol. 0.01 mL	Detector Mode Normal
t(interval) 0 s	Titr.Speed 3	t(stir) 0 s
Max.volume 10 mL	Detector Mode 1	t(max) 0 s
Titr.bur.No. 1	t(stir) 0 s	Drift Titr. On
Dose mode Off	t(wait) 10 s	Max.Volume 10 mL
	t(max) 0 s	
[Control]	Drift Titr On	
End time 30 s	Start Manual	
Final vol. 0.01 mL	Max.Volume 10 mL	
Titr.speed 3	Dose mode Off	
Detect.mode 1	Oven Off	
Drift titr. On		
Start mode Manual		
End level 75 mV		
Samp.time 5 s		
Stir.speed 4		

-計算パラメータ-

MKV-710M/S,MKA-610	MKA-520	MKS-500
[Calculation]	[Calculation]	[Calculation]
Calc.type Sample	Calc. 2	g->%
Blank No. 1	Unit %	
Calc.No. 2	Weight Variable	
Unit %		
Decimal 2		
Fraction Round (Half adjust)		
Drift comp. Off		
Evaluation Off		

—測定結果—

試料名	試料採取量 (g)	溶剤	水分値	
			mg	%
口紅	0.2420	脱水溶剤 MIと n-ヘキサンの混合液	2.1345	0.88

10.まとめ

口紅とは、人がメイクアップをする際、唇を彩るために使われる化粧品的一种です。一般的に、ベニバナやコチニールなどの天然色素を原料とした顔料や、主にタール色素などの合成着色料である色素(着色料)をワックスなどの油分に溶き、型に入れ固めて作られます。しかし製品としての口紅にはこれらのほかにも界面活性剤、酸化防止剤、香料など多数の成分が含まれています。

今回の試料においては、脱水溶剤MIとn-ヘキサンの混合液を用いることにより水分測定は問題なく行うことができます。

カールフィッシャー水分計を使用することによって、より安定した水分測定が可能になります。