

化粧品、石鹼

化粧品中の硫酸ナトリウム

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

酸化還元滴定

規格

1.概要

化粧品中の硫酸ナトリウムを鉛イオン溶液で滴定すると硫酸鉛の沈殿が生成します。
フェリシアン-フェロシアンカリウム溶液を指示薬として加えておくと、硫酸イオンの減少とともに鉄(II)イオンが鉄(III)イオンに変化し、比率が徐々に変わって電極電位が変化しますが、硫酸イオンの沈殿生成の当量点で鉄(III)イオンのみになり電位の顕著な飛躍が生じます。
この電位のジャンプを白金電極で捉え、滴定量から硫酸ナトリウムの濃度を求めます。
化粧品の成分によっては、滴定曲線はあまり急峻なカーブを描かないこともありますが、変化率の検出条件を適正に設定することによって判定可能です。

2.参考文献

- 1) 「定量分析の実験と計算」(2 容量分析法) 高木誠司 共立出版株式会社

3.測定上の注意点

- 1) 滴定液の0.05mol/L 硝酸鉛溶液は適宜、硫酸カリウムの標準液を使ってファクタ校正を行ってください。
- 2) 硫酸鉛の沈殿、フェリシアン-フェロシアンカリウム溶液の付着が残らないように、毎回の測定終了時の十分電極を水洗してください。特に比較電極部の液絡部が詰まらないよう注意してください。
- 3) 比較電極の内部液は必ず内極が浸っているように補充してください。

4.分析終了後の処置

すべての測定が終了した後は複合電極をよく洗浄し、ビーカーに水を採って浸漬保管してください。

5.装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイア STD-)
電極 : オプション複合白金電極
(内部液 3.33M-塩化カリウム溶液)

6.試薬

滴定液 : 0.05mol/L 硝酸鉛溶液 (ファクタ 1.008)
溶媒 : エタノール
試薬 : フェリ-フェロシアン化カリウム試液
0.03mol/L 塩酸

7.分析手順

—準備—

1) フェリシアン化カリウム3.2924gとフェロシアン化カリウム0.2112gを採取し、水を加えて全量を100mLとし、指示薬試液を調製します。

—測定—

- 1) 100mLビーカーに試料を5.0g採取し、0.03mol/L 塩酸30mL、およびエタノール30mLを加えます。
- 2) フェリシアン-フェロシアン化カリウム試液を3mL加えます
- 3) 0.05mol/L 硝酸鉛溶液滴定し当量点の滴定量から硫酸ナトリウムの量を求めます。

8.計算式

硫酸ナトリウム濃度(%) = (EP1 - BL1) × TF × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量(mL)
BL1 : ブランク値(0.00mL)
TF : 滴定液のファクタ(1.008)
C1 : 濃度換算係数(14.2 mg/mL)
(0.05mol/L 硝酸鉛溶液1mLの硫酸ナトリウム相当量)
K1 : 単位換算係数(0.05)
SIZE : 試料採取量(g)

9.測定例

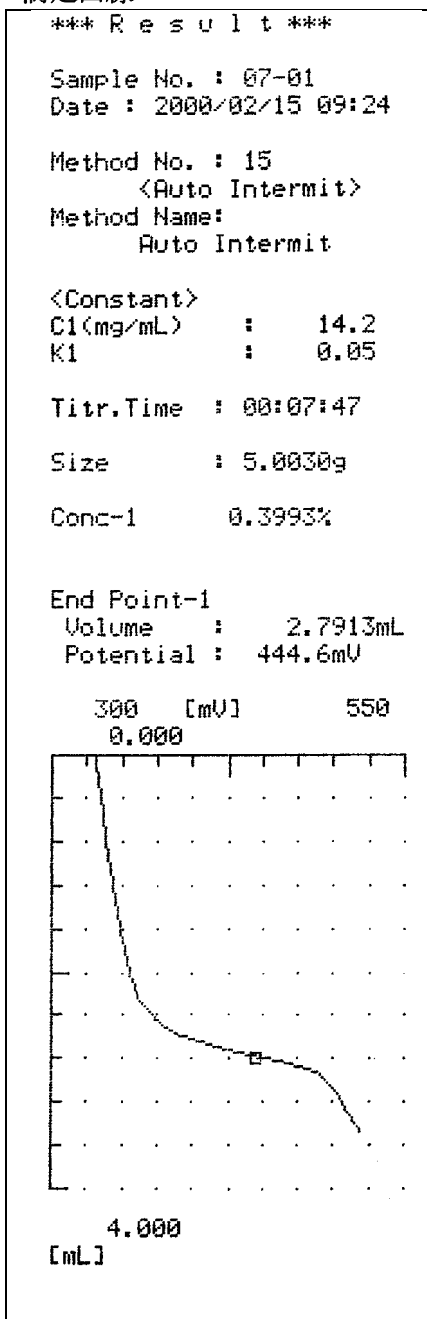
—測定環境—

室温 : 21 °C	湿度 : 24 %	天気 : 雪
------------	-----------	--------

-滴定パラメータ-

[Model Type] AT-510	< Calculation > Calc.Type : Sample Conc.1 : Set CO1=EP1*TF*C1* K1/SIZE
[TITR. PARA]	
Method No 15 [A.Intermit]	Unit : %
Method Type : Titration	EP No. : 1
	Conc2 : Off
< Titration >	Conc3 : Off
Form : EP STOP	Conc4 : Off
APB No. : 1	Conc5 : Off
Unit No. : 1	Temp.Comp. : Off
Detector No. : 1	
Unit : mV	< Constant >
Max.Volume : 20.0mL	C1(mg/mL) : 14.2
Wait Time : 0s	K1 : 0.05
Direction : Auto	TF : 1.008
Titr. Form : EP STOP	
< Control >	
End Point No. : 1	
End Sense : Auto	
End Point Area : Off	
Separation : Off	
Over Titr.Vol. : 0.0mL	
Gain : 1	
Data Samp.Pot. : 4.0mV	
Data Samp.Vol. : 0.5mL	
Stability : 0.5mV/s	
Delay Time : 1s	
Limit Time : 30s	

-滴定曲線-



(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-510 の場合です)

《Titration parameter:滴定パラメータ》

Form:滴定様式 / APB No.:滴定電動ビュレットの装置番号 / Unit No.:滴定に使用する APB Unit File の番号
Detector No.:滴定に使用する検出器番号 / Unit:検出電位の単位 / Max Volume.:最大滴定量
Wait Time:滴定前の遅延時間 / Direction.:滴定方向

《Control parameter:制御パラメータ》

End Point No.:終点検出数 / End sense:終点判断方法 / End Point Area:終点の検出範囲機能
Separation:分離電位機能 / Over Titr.Vol.:滴定過剰量 / Gain:検出信号の感度
Data samp.Pot.:検出信号をサンプリングする電位変化量 / Data samp.Vol.:検出信号をサンプリングする滴定量
Stability:安定判断値 / Delay Time:安定判断チェック前の遅延時間 / Limit Time:安定判断の制限時間

《Result parameter:計算結果パラメータ》

Calc.Type:計算式の分類 / Conc.1:計算式 1 の設定(計算式の入力) / Unit:結果の単位
EP No.:計算を実行する終点番号 / Temp.Comp.:滴定液の温度補償機能 / C1(mg/mL):濃度換算係数
K1:単位換算係数 / TF:滴定液ファクタ値

—測定結果—

n	採取量(g)	滴定量(mL)	濃度(%)
1	<u>5.0030</u>	<u>2.7913</u>	<u>0.3993</u>
2	5.0053	2.7930	0.3994

硫酸ナトリウム濃度の統計計算結果	
平均値	0.3994 %

*上記結果は同一サンプルを2回測定した結果です。

* 赤のアンダラインのデータは 3/4 ページの測定結果のデータであることを示しています。

10.まとめ

硫酸ナトリウムは人体に無害な物質で温泉成分にも含まれ、肌を滑らかにするとされています。粉末シャンプー等でビルダー(洗浄助剤)としてよく利用されており、界面活性剤を汚れに吸着する働きをします。

今回の試料においても、測定結果より測定値間の差が1ポイントと良好な再現性が得られています。

電位差自動滴定装置を使用することによって、より安定した測定が可能になります。