

Application Note AN-H-127

Thermometrische Analyse von Aluminium durch Rücktitration

Schnelle und robuste Technik zur Aluminiumbestimmung

Ein thermometrisches komplexometrisches Titrationsverfahren wurde für die Bestimmung von Aluminium in Lösungen angepasst, bei denen die direkte Titration mit Fluorid wegen der Störung durch Siliziumdioxid (z. B. durch den Aufschluss von Tonen, Zeolithen oder anderen aluminosilikathaltigen Substanzen) nicht praktikabel ist.

Bei der neuen Methode wird ein thermometrischer Indikator (Wasserstoffperoxid) verwendet, der am Endpunkt eine starke Temperaturänderung bewirkt. Wenn das gesamte überschüssige EDTA mit dem Kupfer(II)-Titriermittel reagiert hat, bewirkt die erste Spur freier Cu^{2+}-Ionen eine sehr schnelle Zersetzung des H_2O_2, was zu einem plötzlichen Anstieg der Temperatur der Lösung führt. Die Reaktionswärme ΔH_f für die Reaktion $H_2O_2 \rightarrow H_2O + [O]$ beträgt etwa -98 kJ/mol, also das Doppelte der Wärme, die bei der Reaktion einer starken Säure mit einer starken Base entsteht. Dies macht die Technik sehr robust.

Außerdem haben thermometrische Titrationen eine sehr kurze Titrationsdauer, da das Titriermittel kontinuierlich zugegeben wird, während die Temperatur überwacht wird. Die Ergebnisse liegen in der Regel innerhalb von 2-3 Minuten vor.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Als Proben werden Aluminiumsulfat und Kaliumalaun verwendet. Einem Erlenmeyerkolben, der die Aluminiumsalze enthält, werden eine EDTA-Lösung im Überschuss und eine Ammoniaklösung hinzugefügt. Dann wird die erhaltene Lösung fünf Minuten lang unter Rühren zum Sieden gebracht, um die Komplexierungsreaktion zwischen Aluminium und EDTA zu beschleunigen.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird ein Aliquot der Lösung zur Titration verwendet. Anschließend werden Ammoniakpuffer und Wasserstoffperoxid zugegeben. Der EDTA-Überschuss wird mit einer Cu^{2+}-Lösung zurücktitriert. Die thermometrische Titration wird automatisch mit der OMNIS -Software in Kombination mit einem OMNIS Titrator und einer dThermoprobe durchgeführt.



Abbildung 1. OMNIS Titrator, ausgestattet mit einer dThermoprobe. Beispielaufbau für die Analyse von Aluminium.

ERGEBNISSE

Die Analyse von Aluminium ist sehr reproduzierbar. Relative Standardabweichungen von < 0,3 % werden mit dieser Methode erzielt.

Tabelle 1. Ergebnisse der Aluminiumbestimmung in Aluminiumsulfat (Al2(SO4)3 · 16 H2O) und Kaliumalaun (AlK(SO4)2 · 12 H2O).

	Gehalt Al in $Al_2(SO_4)_3 \cdot 16\ H_2O$ / %	Gehalt Al in $AlK(SO_4)_2 \cdot 12\ H_2O$ / %
n	8	10
Mittelwert	7.87	5.11
SD(abs)	0.02	0.01
SD(rel)	0.25	0.20

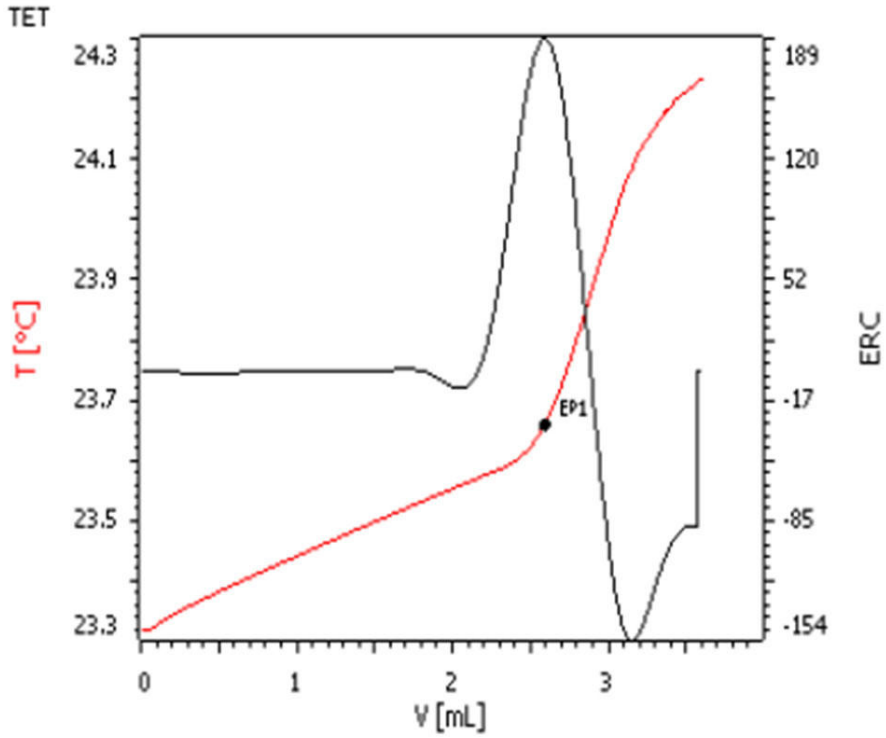


Abbildung 2. Beispielkurve der thermometrischen Bestimmung von Aluminium in Aluminiumsulfat.

FAZIT

Diese Application zeigt eine schnelle Alternativmethode zur potentiometrischen Titration von Aluminium, die auch in Gegenwart von Silikaten eingesetzt werden kann.
Die thermometrische Titration ist eine sehr schnelle und wartungsfreie Technik, die zu zuverlässigen und präzisen Ergebnissen führt. Durch die Zugabe von Peroxid wird die Reaktionsenthalpie erhöht, was die Reproduzierbarkeit zusätzlich verbessert.

Interne Referenz: AW TI CH1-1305-042020

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

KONFIGURATION



OMNIS Titrator mit Magnetrührer, ohne Funktionslizenz

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems. Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Rührer erweitert werden. Dank verschiedenen Software-Funktionslizenzen sind verschiedene Messmodi und Funktionalitäten möglich.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Anschlussmöglichkeit für einen Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrössen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



dThermoprobe

Hochempfindlicher digitaler Temperaturfühler für die thermometrische Titration mit OMNIS.
Die Thermoprobe hat eine kurze Ansprechzeit und eine hohe Auflösung und ermöglicht die präzise Erfassung von kleinsten Temperaturänderungen.
Dieser Sensor kann in wässrigen und nichtwässrigen Lösungen verwendet werden, die kein HF enthalten, wie z.B. die Bestimmung von:

- Säurezahl (TAN) nach ASTM D8045
- Basenzahl (TBN)
- freie Fettsäuren
- Ca/Mg Bestimmung
- Phosphat



Zylindereinheit OMNIS spezial, 10 mL

Intelligente 10-mL-Zylindereinheit für einen OMNIS Titrator, ein Titriermodul oder ein Dosiermodul. Diese Zylindereinheit wird speziell für die folgenden Lösungen empfohlen:

- Wässrige Laugen
- Titriermittel 5
- Silbernitrat-Lösungen
- Nichtwässrige Laugen
- Permanganat-Lösungen
- EDTA-Lösungen

Inklusive Dosierschlauch und Antidiffusionsspitze.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Funktionslizenz Thermometric Titrator

Funktionslizenz "Thermometrischer Titrator" für den OMNIS Titrator
Beinhaltet die Funktionsmodi:

- Thermometrische Titration (TET)
- MEAS U / T / pH
- Liquid Handling
- Titration nur mit interner Bürette eines OMNIS Titrators