



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 $\text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O} + [\text{O}]$ 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 Titrationsen 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. In 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 Komplexbildungsreaktion 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 *tiamo*TM-Software in Kombination mit einem 859 Titrotherm und einer Thermoprobe durchgeführt.



Abbildung 1. 859 Titrotherm, ausgestattet mit einer Thermoprobe und tiamo. 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 ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$) und Kaliumalaun ($\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$).

	Gehalt Al in $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$ / %	Gehalt Al in $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ / %
n	8	10
Mittelwert	7.87	5.11
SD(abs)	0.02	0.01
SD(rel)	0.25	0.20

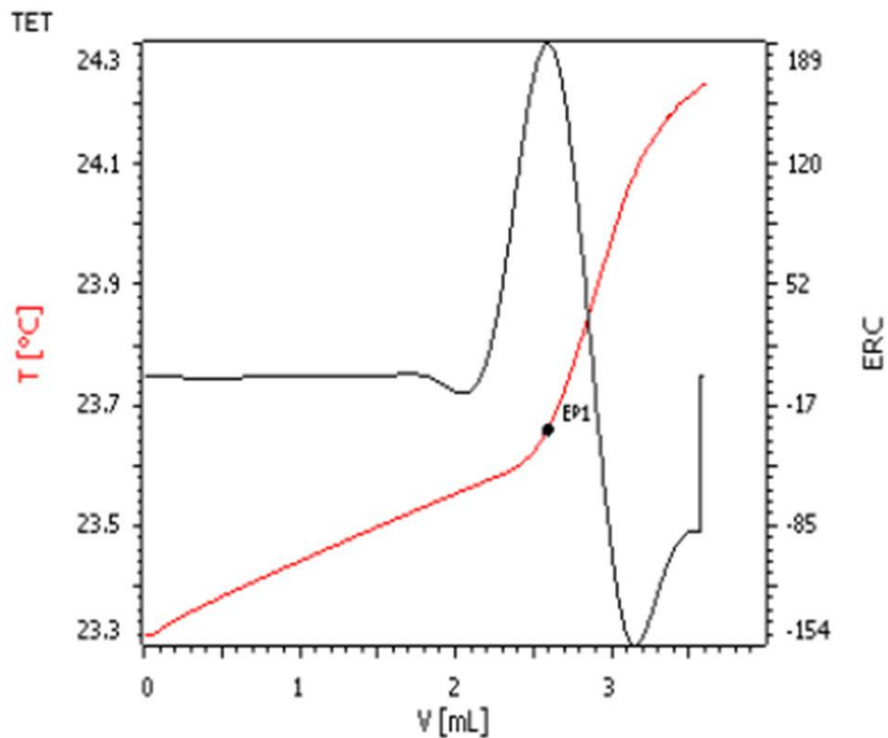


Abbildung 2. Beispielkurve der thermometrischen Bestimmung von Aluminium in Aluminiumsulfat.

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 Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



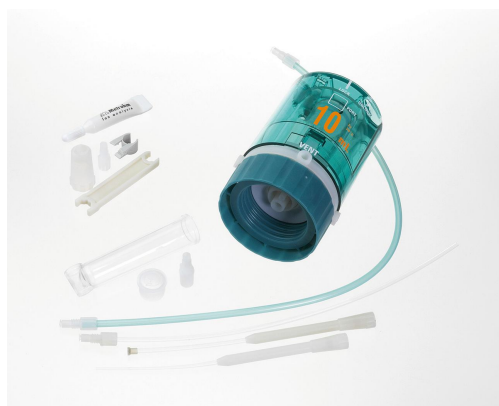
859 Titrotherm komplett mit tiamo™

PC-gesteuerter Titrator für die thermometrische Titration. Inklusive komplettem Zubehör für die Titration (10 mL Burette, Titrationsstand mit Stabrührer, Thermoprobe, Titrationsgefäß und tiamo™ light).



800 Dosino

Antrieb mit Schreib-/Lesehardware für intelligente Dosiereinheiten. Mit fest montiertem Kabel (Länge 150 cm).



807 Dosing Unit 10 mL

807 Dosing Unit mit integriertem Datenchip mit 10 mL Glaszylinder und Lichtschutz, montierbar auf Reagenzflasche mit ISO/DIN-Glasgewinde GL 45. FEP-Schlauchverbindung, Antidiffusionsspitze.