



Application Note AN-T-228

Determinación de aluminio y zirconio en antitranspirantes

Valoraciones complexométricas consecutivas con el Optrode para determinar Zr y Al en un vaso de precipitados

Los antitranspirantes contienen clorhidratos de aluminio y circonio como ingredientes activos. Actualmente, el complejo de circonio aluminio glicina (ZAG) se utiliza principalmente porque ha demostrado ser más eficaz. Para evaluar la calidad del producto, es necesario controlar la cantidad de aluminio y circonio en el complejo ZAG. Esta determinación se puede realizar mediante valoraciones complexométricas en diferentes condiciones según la Farmacopea de los Estados Unidos (USP).

Actualmente, la USP describe el ensayo de

complejos de clorhidrato de aluminio y zirconio mediante dos valoraciones complexométricas manuales después de un laborioso procedimiento de preparación de la muestra (digestión). Esta nota de aplicación presenta un método complementario que permite una determinación consecutiva después de la preparación de la muestra (digestión) de ambos iones metálicos en un vaso de precipitados con un sensor óptico y naranja de xilenol como indicador.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Como muestras, los estándares de zirconio y aluminio se pipetearon en un vaso de precipitados y se

diluyeron con agua. Se añadió una gota de naranja de xilenol como indicador de color.

PRÁCTICA

El pH de la muestra se ajustó a pH 1 con 10 mL de solución tampón (pH 1). A continuación, la muestra se tituló directamente con EDTA (0,1 mol/L) en un OMNIS Titrator (**Figura 1**) para determinar el contenido de Zr (**Figura 2**). El punto de equivalencia se alcanzó una vez que la solución cambió de rosa a amarillo, detectada por el Optrode a una longitud de onda de 574 nm. Posteriormente, se agregaron 20 mL

de tampón acetato (pH 4,7) y 15 mL de EDTA (0,1 mol/L), seguido de la titulación por retroceso del exceso de EDTA con $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ (0,05 mol/L). El punto de equivalencia se alcanzó una vez que la solución cambió de amarillo a violeta, detectada por el Optrode a una longitud de onda de 574 nm. Esto corresponde al contenido de Al (**figura 3**).

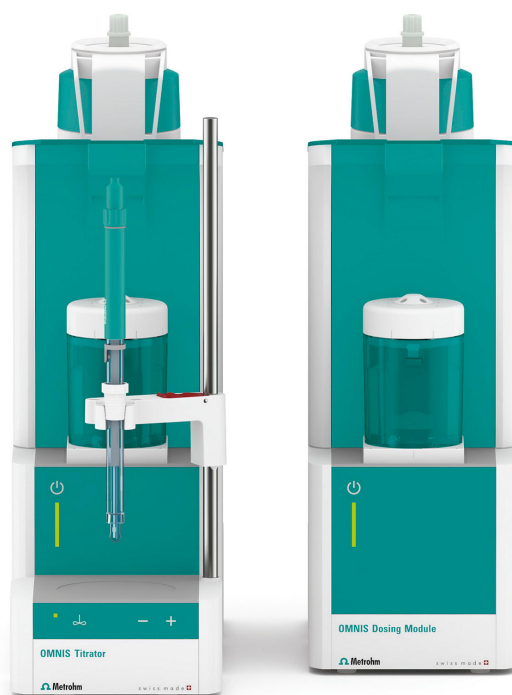


Figure 1. Valorador OMNIS con un módulo de dosificación OMNIS.

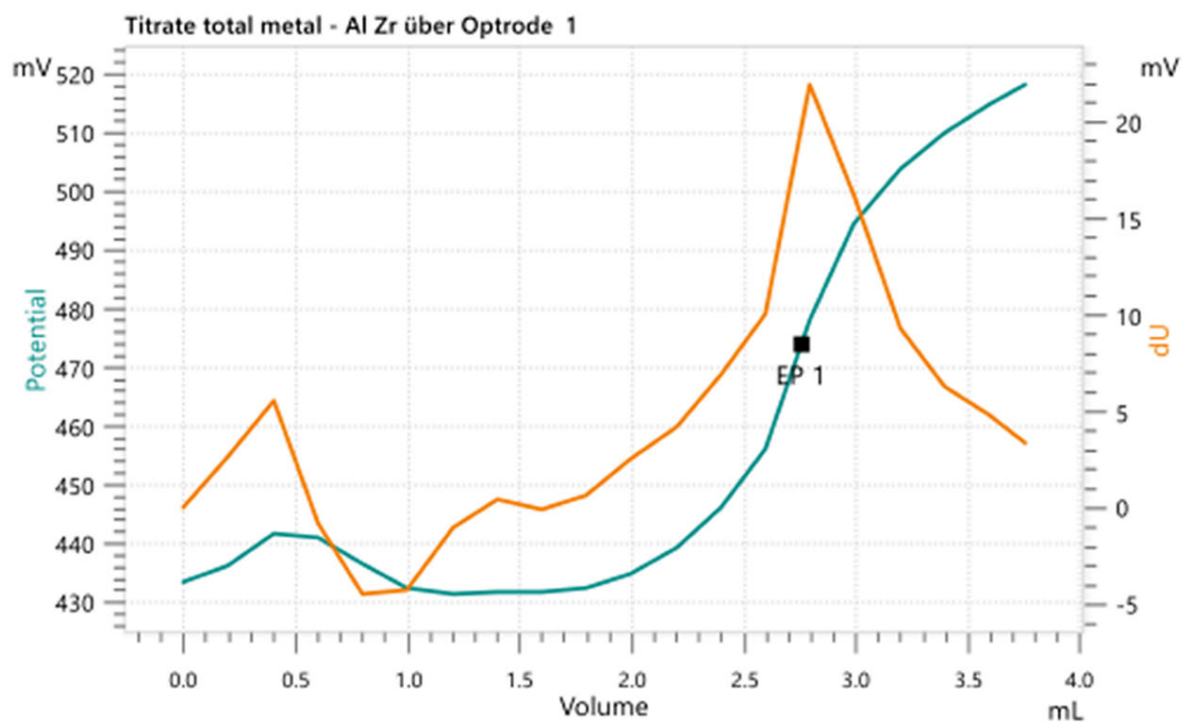


Figure 2. Ejemplo de curva de valoración para la determinación de Zr a pH 1 con EDTA como valorante.

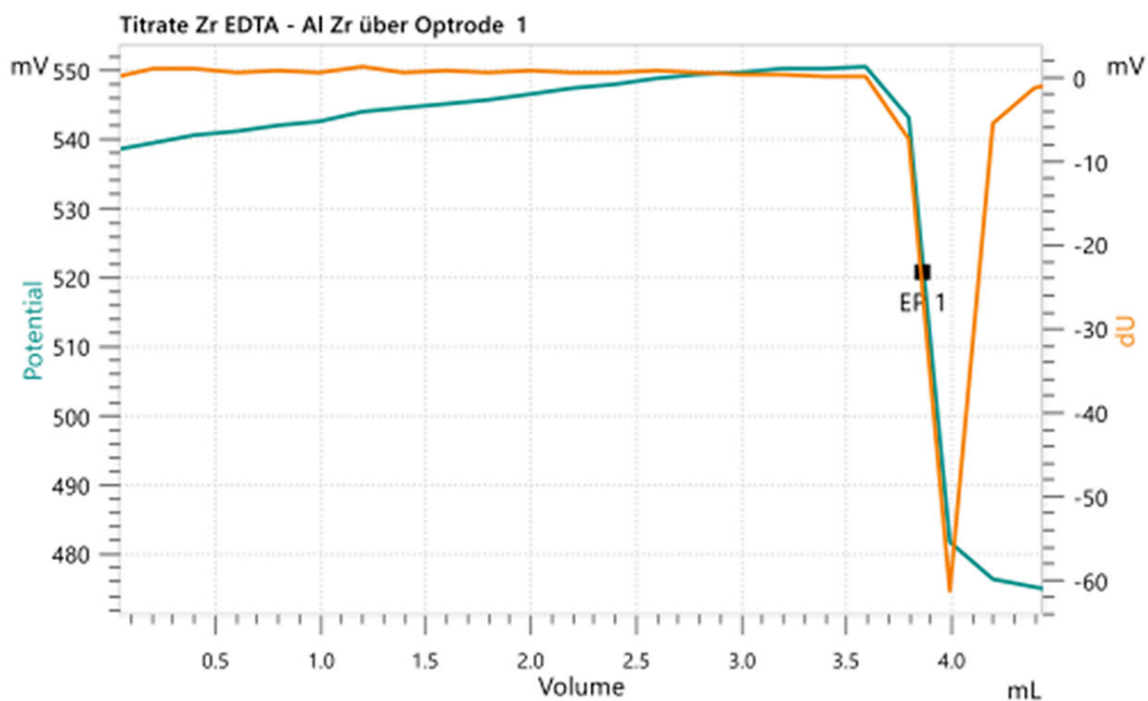


Figure 3. Ejemplo de curva de valoración de la determinación de Al a pH 4,7 con nitrato de bismuto como valorante.

tabla 1. Resultados resumidos para una mezcla de estándares de Zr y Al (n = 3).

Metal	Media (mg/mL)	RSD (%)	Recuperación (%)
Zr	4,5015	0,69	98,9
Alabama	1,3289	2,13	97,3

Los resultados presentados en **tabla 1** se obtuvieron para iones metálicos ya liberados (es decir,

estándares de Zr y Al) elaborados a partir de cloruro de circonilo y cloruro de aluminio.

El análisis de iones de aluminio y circonio se puede realizar sucesivamente en un sistema OMNIS. OMNIS permite determinaciones totalmente

automáticas, eliminando la necesidad de trabajo de laboratorio adicional, ahorrando tiempo y esfuerzo.

Internal reference: AW TI CH1-1293-082019

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



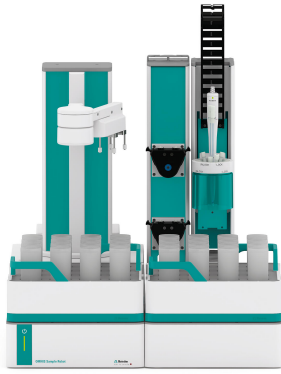
OMNIS Professional Titrator con agitador magnético

El OMNIS Titrator es un aparato potenciométrico, modular e innovador para el funcionamiento en modo stand-alone o como elemento central de un sistema de titulación OMNIS para la titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a Liquid Adapter con tecnología 3S, este titulador resulta más seguro que nunca para el manejo de productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se le puede añadir un agitador de varilla. Incluye la licencia funcional "Professional" para la titulación en paralelo con módulos de titulación o dosificación adicionales.

- Control a través de ordenador o red local
- Posibilidad de conexión de hasta 4 módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Posibilidad de conexión de un agitador de varilla
- Diferentes tamaños de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- OMNIS Liquid Adapter con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

Modos de medida y opciones de software:

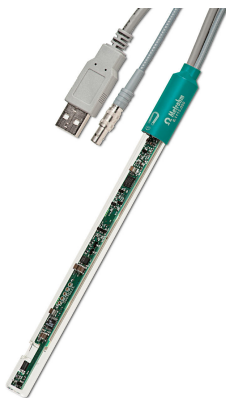
- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación quintuple en paralelo: licencia funcional "Professional"



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot con un módulo de bombeo "peristáltico" (2 canales) y un módulo Pick&Place, además de accesorios variados para un acceso directo a la titulación totalmente automatizada. El sistema ofrece en dos gradillas de muestras espacio para 32 vasos de muestra de 120 mL. Este sistema modular se suministra totalmente montado y puede ser puesto en funcionamiento en poco tiempo.

Si se desea, el sistema puede ampliarse con dos bombas peristálticas y otro módulo Pick&Place, para así duplicar el rendimiento. Si fueran necesarias otras puesto de trabajo, este Sample Robot puede ampliarse a un OMNIS Sample Robot del tamaño L, de modo que se podrían trabajar paralelamente muestras de siete gradillas en hasta cuatro módulos Pick&Place y cuadruplicar así el rendimiento de la muestras.



Optrode

Sensor óptico para titulaciones fotométricas con ocho longitudes de onda disponibles. La longitud de onda se puede cambiar por software (a partir de tiamo 2.5) o con un imán. El mango de vidrio es totalmente resistente a los disolventes y fácil de limpiar. El sensor permite ahorrar espacio y es adecuado, por ejemplo, para:

- Titulaciones no acuosas según USP o EP
- Determinaciones de grupos carboxilos finales
- TAN/TBN según ASTM D974
- Determinación de sulfato
- Fe, Al, Ca en cemento
- Dureza del agua
- Sulfato de condroitina según USP

El sensor no es adecuado para determinar las concentraciones midiendo la intensidad del color (colorimetría).