



Application Note AN-H-127

Análisis termométrico de aluminio mediante titulación inversa: técnica rápida y robusta para la determinación de aluminio

Técnica rápida y robusta para la determinación de aluminio

Se ha adaptado un procedimiento de titulación termométrica complexométrica para la determinación de aluminio en soluciones, donde la titulación directa con fluoruro no es practicable debido a la interferencia de la sílice (p. ej., de la digestión de arcillas, zeolitas u otras sustancias que contienen aluminosilicatos).

El nuevo método implica el uso de un indicador termométrico (peróxido de hidrógeno) para dar un cambio brusco de temperatura en el punto final. Cuando todo el exceso de EDTA ha reaccionado con el valorante de cobre (II), la primera traza de Cu libre^{2+}

los iones causan el H_2O_2 descomponerse muy rápidamente, provocando un aumento repentino de la temperatura de la solución. El calor de reacción ΔH_f Para $\text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O} + [\text{O}]$ es aproximadamente -98 kJ/mol, o el doble del calor creado durante la reacción de un ácido fuerte con una base fuerte. Esto hace que la técnica sea muy robusta.

Además, las titulaciones termométricas tienen duraciones de valoración muy cortas, ya que el valorante se anade continuamente mientras se controla la temperatura. Los resultados generalmente se obtienen en 2 a 3 minutos.

MUESTRAS Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

El sulfato de aluminio y las ventas de aluminio de potasio se utilizan como muestras. A un matraz Erlenmeyer que contiene las ventas de aluminio, se agrega solución de EDTA en exceso y solución de

amoníaco. Luego, la solución obtenida se agitó durante cinco minutos mientras hierve para facilitar la reacción de complejidad entre el aluminio y el EDTA.

EXPERIMENTAL

Después de dejar enfriar a temperatura ambiente, se usa una alícuota de la solución para la titulación. Posteriormente se anade tampón de amoníaco y peróxido de hidrógeno. El exceso de EDTA se valora por recuperación con Cu^{2+} solución.

La titulación termométrica se realiza automáticamente con el *tiamo*TM software en combinación con un 859 Titrotherm y un Thermoprobe.



Figure 1. 859 Titrotherm equipado con termosonda y tiamo. Ejemplo de configuración para el análisis de aluminio.

RESULTADOS

El análisis del aluminio es muy reproducible. Con este método se obtienen desviaciones estándar relativas <

0,3%.

Cuadro 1. Resultados de la determinación de aluminio en sulfato de aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$) y alumbre de potasio ($\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$).

	Ensayo Al en $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$ / %	Ensayo Al en $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ / %
n	8	10
Mean	7,87	5,11
SD(abs)	0,02	0,01
SD(rel)	0,25	0,20

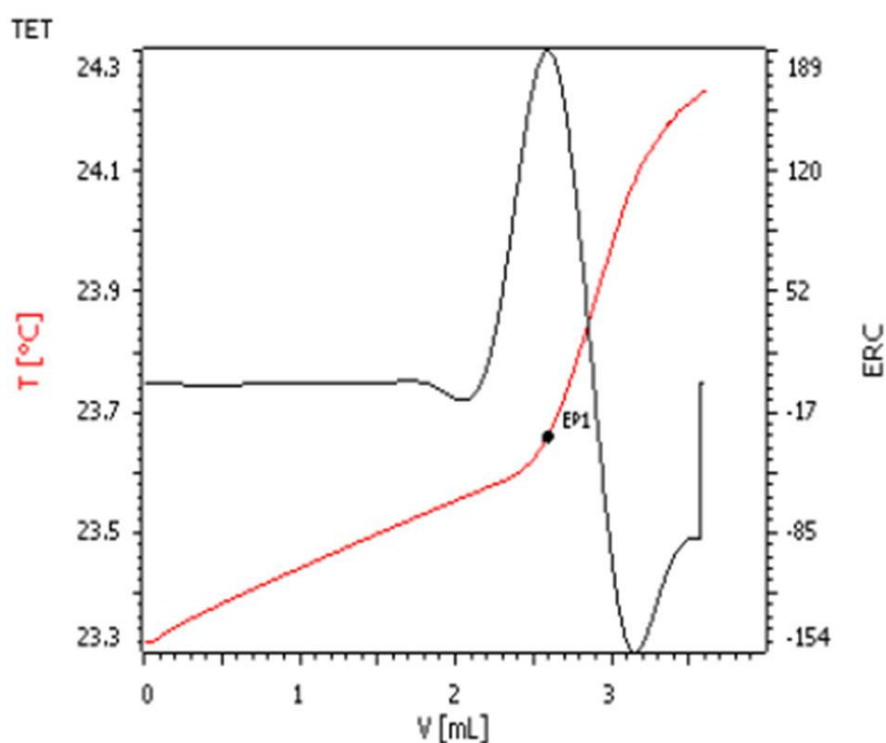


Figure 2. Ejemplo de curva de determinación termométrica de aluminio en sulfato de aluminio.

CONCLUSIÓN

Esta aplicación muestra un método alternativo rápido a la titulación potenciométrica de aluminio que también se puede utilizar en presencia de silicatos. La titulación termométrica es una técnica muy rápida

y libre de mantenimiento, lo que conduce a resultados fiables y precisos. La adición de peróxido mejora la entalpía de la reacción, por lo que aumenta adicionalmente la reproducibilidad.

Internal reference: AW TI CH1-1305-042020

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



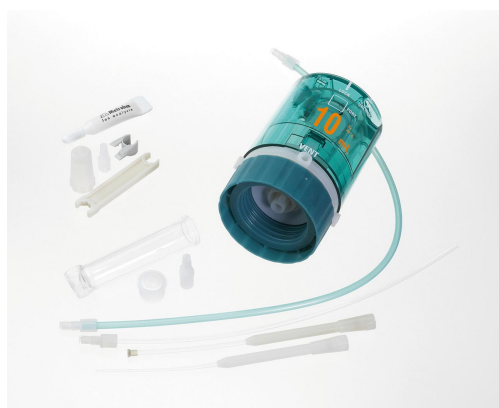
859 Titrotherm completo con tiamo™

Titulador controlado por ordenador para la titulación termométrica. Incluye todos los accesorios necesarios para la titulación (bureta de 10 mL, stand de titulación con agitador de hélice, Thermoprobe, recipiente de titulación y tiamo™ light).



800 Dosino

Accionamiento con hardware de grabación/lectura para Unidades de dosificación inteligentes. Con cable fijo (150 cm).



807 Dosing Unit 10 mL

807 Dosing Unit con chip de datos integrado con cilindro de vidrio de 10 mL y protección contra la luz, montable en una botella de reactivo con rosca de vidrio ISO/DIN GL 45. Conexión de tubo de FEP, punta antidifusión.