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 valoración 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 arrepentido de la temperatura de la solución. El calor de reacción ΔH_F Para $H_2O_2 \rightarrow H_2O + [O]$ 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 valoración termométrica se realiza automáticamente con el OMNIS software en combinación con un valorador OMNIS y un dThermoprobe.

Figure 1. 859 Titrotherm equipado con termosonda y tiamo. Ejemplo de configuracion para el analisis 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 determinacion de aluminio en sulfato de aluminio (Al2(SO4)3 · 16 H2O) y alumbre de potasio (AlK(SO4)2 · 12 H2O).

	Ensayo Al en $Al_2(SO_4)_3 \cdot 16\ H_2O$ / %	Ensayo Al en $AlK(SO_4)_2 \cdot 12\ H_2O$ / %
n	8	10
Mean	7,87	5,11
SD(abs)	0,02	0,01
SD(rel)	0,25	0,20

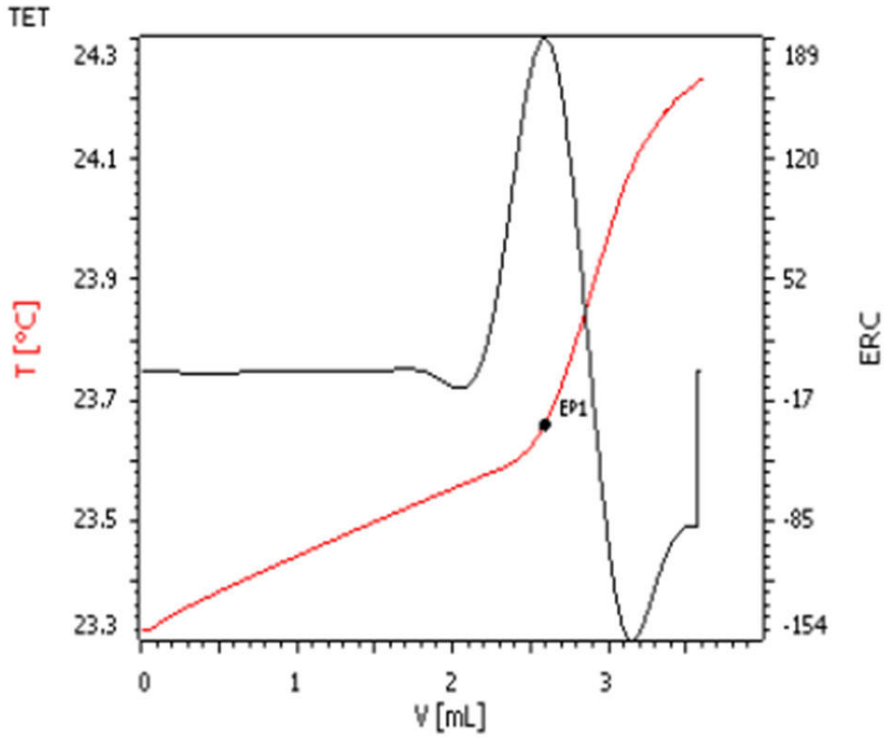

Figure 2. Ejemplo de curva de determinacion termometrica de aluminio en sulfato de aluminio.

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 México
Calle. Xicoténcatl #181, Col
Del Carmen, Alcaldía
Coyoacán.
04100. Ciudad de México
México

info@metrohm.mx

CONFIGURACIÓN

OMNIS Titrator con agitador magnético, sin licencia funcional

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. Gracias a la tecnología de adaptador de líquido 3S, resulta más seguro que nunca para el manejo de los productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se puede anadir un agitador. Gracias a las diversas licencias funcionales de software, existen diferentes modos de medida y funcionalidades disponibles.

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

Modo de medida y opciones de software:

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

dThermoprobe

Sensor de temperatura digital de alta sensibilidad para la titulación termométrica con OMNIS.
El Thermoprobe tiene un tiempo de respuesta corto y una alta resolución y permite la detección precisa de los cambios de temperatura más pequenos.
Este sensor se puede utilizar en soluciones acuosas y no acuosas que no contienen HF, por ejemplo, en la determinación de los siguientes índices y sustancias:

- Índice de acidez (TAN) según la ASTM D8045
- Índice de basicidad (TBN)
- Ácidos grasos libres
- Determinación de Ca/Mg
- Fosfato

Unidad de cilindro OMNIS especial, 10 mL

Unidad de cilindro inteligente de 10 mL para un solo OMNIS Titrator, un módulo de titulación o un módulo de dosificación. Esta unidad de cilindro se recomienda especialmente para las siguientes soluciones:

- Soluciones alcalinas acuosas
- Reactivo de titulación 5
- Soluciones de nitrato de plata
- Soluciones alcalinas no acuosas
- Soluciones de permanganato
- Soluciones EDTA

Incluye el tubo de dosificación y la punta antidifusión.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia funcional Thermometric Titrator

Licencia funcional "Thermometric Titrator" para el OMNIS Titrator
Incluye los modos de funcionamiento

- Titulación termométrica (TET)
- MEAS U / T / pH
- Liquid Handling
- Titulación únicamente con la bureta interna de un OMNIS Titrator