



Application Note AN-H-127

Analisi termometrica dell'alluminio mediante retrotitolazione

Tecnica rapida e robusta per la determinazione dell'alluminio

Una procedura di titolazione termometrica complessometrica è stata adattata alla determinazione dell'alluminio in soluzioni, dove la titolazione diretta con fluoruro non è praticabile a causa dell'interferenza della silice (ad esempio, dalla digestione di argille, zeoliti o altre sostanze contenenti allumino-silicati).

Il nuovo metodo prevede l'uso di un indicatore termometrico (perossido di idrogeno) per fornire un forte cambiamento di temperatura all'estremità. Quando tutto l'EDTA in eccesso ha reagito con il titolante rame(II), la prima traccia di Cu libero²⁺ ioni

provoca l' H_2O_2 a decomporsi molto rapidamente, provocando un improvviso aumento della temperatura della soluzione. Il calore di reazione ΔH_f per $H_2O_2 \rightarrow H_2O + [O]$ è circa -98 kJ/mol, ovvero il doppio del calore creato durante la reazione di un acido forte con una base forte. Questo rende la tecnica molto robusta.

Inoltre, le titolazioni termometriche hanno durate di titolazione molto brevi poiché il titolante viene aggiunto continuamente durante il monitoraggio della temperatura. I risultati sono generalmente ottenuti entro 2-3 minuti.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Come campioni vengono utilizzati solfato di alluminio e sali di allume di potassio. In un matraccio Erlenmeyer contenente i sali di alluminio si aggiunge una soluzione di EDTA in eccesso e una soluzione di

ammoniaca. Quindi la soluzione ottenuta viene agitata per cinque minuti mentre bolle per facilitare la reazione di complessazione tra alluminio ed EDTA.

ANALISI

Dopo aver lasciato raffreddare a temperatura ambiente, si utilizza un'aliquota della soluzione per la titolazione. Successivamente vengono aggiunti tampone ammoniacale e perossido di idrogeno. L'eccesso di EDTA viene titolato nuovamente con Cu^{2+} soluzione.

La titolazione termometrica viene eseguita automaticamente con il software OMNIS in combinazione con un titolatore OMNIS e una termosonda.



Figura 1. Titolatore OMNIS dotato di dThermoprobe. Esempio di configurazione per l'analisi dell'alluminio.

RISULTATI

L'analisi dell'alluminio è molto riproducibile. Deviazioni standard relative < Lo 0,3% si ottiene con

questo metodo.

Tabella 1. Risultati della determinazione dell'alluminio in solfato di alluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$) e allume di potassio ($\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$).

| Dosaggio Al in $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$ / % | | Dosaggio Al in $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ / % |
|---|------|--|
| n = | 8 | 10 |
| Valore | 7,87 | 5,11 |
| SD(ass) | 0,02 | 0,01 |
| SD(rel) | 0,25 | 0,20 |

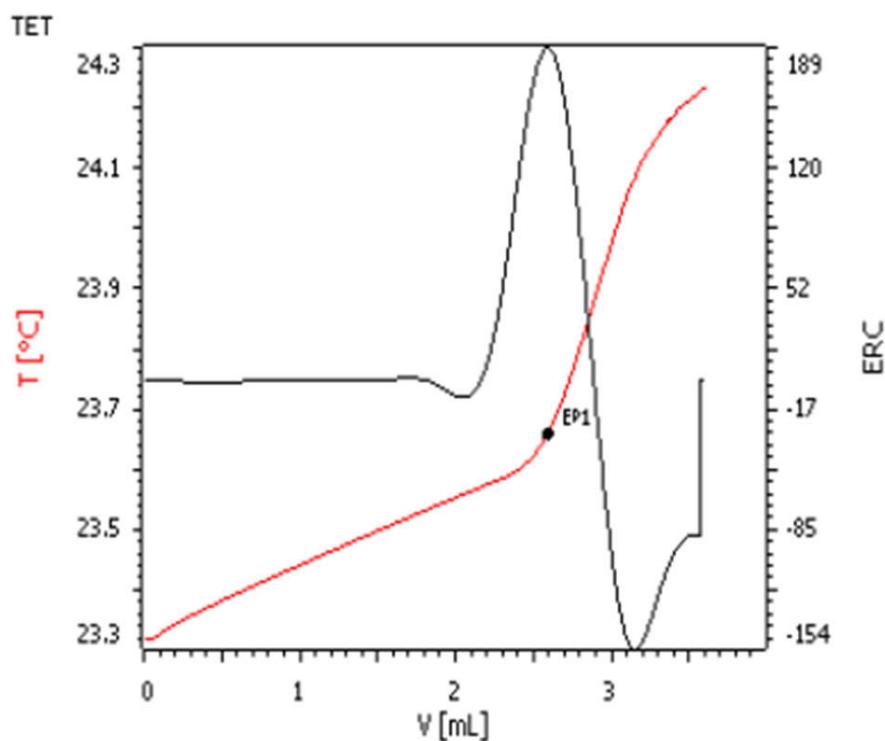


Figura 2. Esempio di curva di determinazione termometrica dell'alluminio in solfato di alluminio.

CONCLUSIONE

Questa applicazione mostra un metodo alternativo veloce alla titolazione potenziometrica dell'alluminio che può essere utilizzato anche in presenza di silicati. La titolazione termometrica è una tecnica molto

veloce ed esente da manutenzione, che porta a risultati affidabili e precisi. L'aggiunta di perossido aumenta l'entalpia di reazione, quindi aumenta ulteriormente la riproducibilità.

Internal reference: AW TI CH1-1305-042020

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
 Via G. Di Vittorio, 5
 21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Titolatore OMNIS con agitatore magnetico, senza licenza di funzionamento

Titolatore OMNIS potenziometrico, innovativo e modulare per il funzionamento autonomo o come cuore di un sistema di titolazione OMNIS. Grazie a Liquid-Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile con moduli di misura e unità cilindriche e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore. Grazie a diverse licenze di funzionamento del software, è possibile scegliere varie modalità di misura e funzioni.

- Comando tramite PC o rete locale
- Possibilità di collegare fino ad altri quattro moduli di dosaggio e titolazione per ulteriori applicazioni o soluzioni ausiliarie
- Possibilità di collegamento di un agitatore a elica
- Disponibili varie grandezze del cilindro: 5, 10, 20 o 50 mL
- Liquid Adapter con tecnologia 3S: gestione sicura delle sostanze chimiche, trasferimento automatico dei dati del reagente originale del produttore

Modalità di misura e opzioni del software:

- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione parallela: licenza di funzionamento "Professional"



dThermoprobe

Sensore di temperatura digitale ad alta sensibilità per la titolazione termometrica con OMNIS.

Thermoprobe presenta un tempo di risposta breve e un'elevata risoluzione e consente di rilevare con precisione anche le variazioni di temperatura minime. Questo sensore può essere utilizzato in soluzioni acquose e non acquose, non contenenti HF, ad es. per la determinazione di:

- Indice di acidità (TAN) ai sensi della norma ASTM D8045
- Indice di basicità (TBN)
- Acidi grassi liberi
- Determinazione di Ca/Mg
- Fosfato



Unità cilindro OMNIS da 10 mL speciale

Unità cilindro intelligente da 10 mL per OMNIS Titrator, Titration Module o Dosing Module. Quest'unità cilindro è raccomandata in particolare per le seguenti soluzioni:

- Soluzioni alcaline acquose
- Titolante Titrant 5
- Soluzioni di nitrato d'argento
- Soluzioni alcaline non acquose
- Soluzioni di permanganato
- Soluzioni EDTA

Include tubi dosatori e punta di buretta antidiffusione.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licenza di funzionamento Thermometric Titrator

Licenza di funzionamento "Titolatore termometrico" per l'OMNIS Titrator

Comprende le modalità di funzionamento

- Titolazione termometrica (TET)
- MEAS U/T/pH
- Titolazione solo con burette interne di un OMNIS Titrator