



Application Note AN-H-127

逆滴定によるアルミニウムの温度分析 - アルミニウム測定のための迅速かつ堅牢な技術

Fast and robust technique for aluminum determination

温度測定による錯滴定手順は、溶液中のアルミニウムの測定に適合しています。この場合、シリカの干渉のためにフッ化物による直接滴定は実行できません(たとえば、粘土、セオライト、またはその他のアルミノケイ酸塩含有物質の消化による)。

新しい方法では、温度測定インシケーター(過酸化水素)を使用して、終点で急激な温度変化を示します。すべての過剰なEDTAが銅(II)滴定剤と反応すると、最初の微量の遊離Cuが $2+$ イオンはHを引き起こしま

す $2O_2$ 非常に急速に分解し、溶液の温度が急激に上昇します。反応熱 ΔH_f Hの場合 $2O_2 \rightarrow H_2O + [O]$ は約 $-98kJ/mol$ 、つまり強酸と強塩基の反応中に発生する熱の2倍です。これにより、この手法は非常に堅牢になります。

さらに、温度を監視しなから滴定剤を継続的に添加するため、温度滴定の滴定時間は非常に短くなります。結果は通常2~3分以内に得られます。

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

硫酸アルミニウムとカリウムミョウハン塩かサンプルとして使用されます。アルミニウム塩が入っている三角フラスコに、過剰のEDTA溶液とアンモニア

溶液を加えます。次に、得られた溶液を沸騰させながら5分間攪拌して、アルミニウムとEDTAとの間の錯化反応を促進する。

EXPERIMENTAL

室温まで冷却した後、溶液のアリコートを滴定に使用します。続いて、アンモニア緩衝液と過酸化水素を加える。過剰なEDTAはCuで逆滴定されます²⁺ 解決。

温度滴定は、**ティアモ™** 859TitrothermおよびThermoprobeと組み合わせたソフトウェア。



Figure 1. サーモプローブとティアモを装備した859Titrotherm。アルミニウム分析のセットアップ例。

RESULTS

アルミニウムの分析は非常に再現性があります。相

対標準偏差<この方法で0.3%が得られます。

表1. 硫酸アルミニウム($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$)およびカリウムミョウハン($\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$)。

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

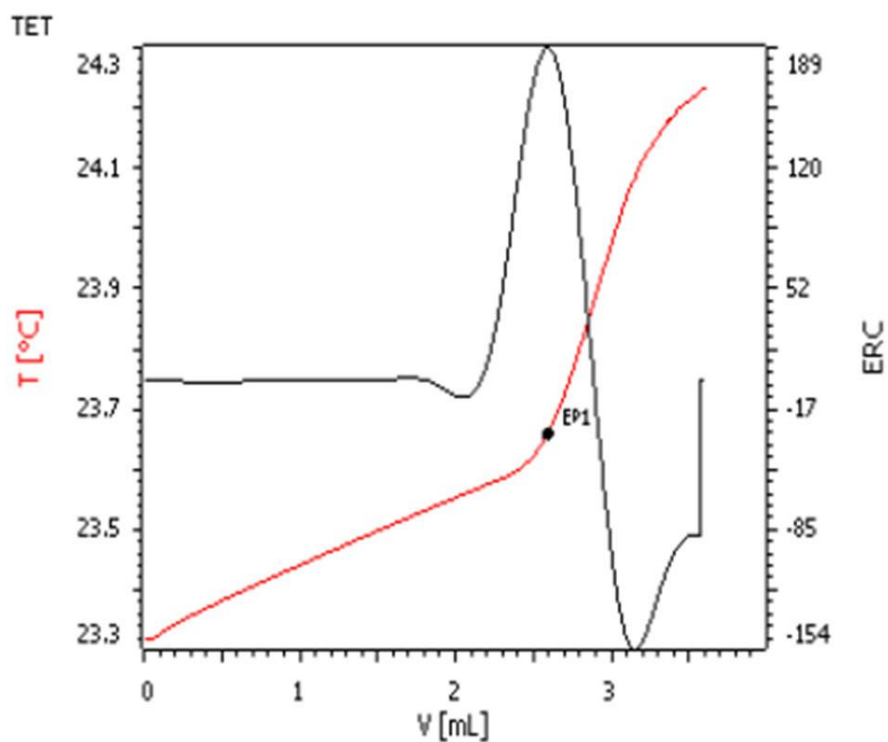


Figure 2. 硫酸アルミニウム中のアルミニウムの温度測定曲線の例。

CONCLUSION

このアプリケーションは、ケイ酸塩の存在下でも使用できるアルミニウムの電位差滴定の高速な代替方法を示しています。

温度滴定は非常に高速でメンテナンスフリーの技術

であり、信頼性が高く正確な結果が得られます。過酸化物を添加すると反応エンタルピーが向上するため、再現性がさらに向上します。

Internal reference: AW TI CH1-1305-042020

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
 143-0006 東京都大田区平和島6-1-1
 null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

CONFIGURATION



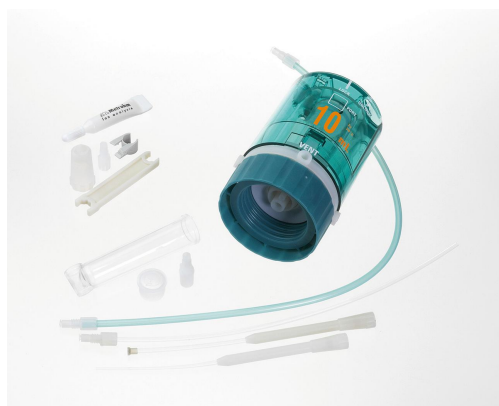
859 Titrotherm komplett tiamo™

温度滴定のためのPC制御による自動滴定装置。温度滴定のための付属品一式を含む(10 mLのヒュレット、フロヘラスターラー付き滴定スタント、サーモフローフ、滴定容器、*tiamo™* light)。



800 Dosino

高機能電動ヒュレットのトーションユニット用書き込み・読み取り用ハードウェア付き駆動部。固定されたケーブル付き (長さ150 cm)。



807 Dosing Unit 10 mL

807 Dosing Unit、10 mL カラスシリンターおよび遮光機能付き統合型テータチップ付き、ISO/DIN カラスネシ規格 GL 45 で試薬ホルルに取り付け可能。FEP チューフ接続部、反拡散チップ。