



Application Note AN-T-228

Bestimmung von Aluminium und Zirkonium in Antitranspirantien

Verknüpfte komplexometrische Titrations mit der Optrode zur Bestimmung von Zr und Al in nur einem Probenansatz

Antitranspirantien können u.a. Zirkoniumaluminiumchlorhydrate als Wirkstoffe enthalten. Derzeit wird hauptsächlich der Zirkonium-Aluminium-Glycin-Komplex (ZAG) verwendet, da er sich als wirksamer erwiesen hat als reine Aluminiumpräparate. Um die Produktqualität zu bewerten, ist es notwendig, die Menge an Aluminium und Zirkonium im ZAG-Komplex zu kontrollieren. Diese Bestimmung kann durch komplexometrische Titrations unter verschiedenen Bedingungen gemäß der US Pharmacopeia (USP) erfolgen.

USP beschreibt derzeit die Bestimmung von Zirkonium-Aluminium-Chlorhydrat-Komplexen durch zwei manuelle komplexometrische Titrations nach einem aufwendigen Probenvorbereitungsverfahren (Aufschluss).

In dieser Application Note wird eine ergänzende Methode vorgestellt, die nach der Probenvorbereitung (Aufschluss) eine verknüpfte komplexometrische Bestimmung beider Metallionen in nur einem Probensatz mit einem optischen Sensor und Xylenolorange als Indikator vorsieht.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Als Proben wurden Zirkonium- und Aluminiumstandards in ein Becherglas pipettiert und

mit Wasser verdünnt. Als Farbindikator wurde ein Tropfen Xylenorange zugesetzt.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Der pH-Wert der Probe wurde mit 10 ml Pufferlösung (pH 1) auf pH 1 eingestellt. Anschließend wurde die Probe direkt mit EDTA (0,1 mol/L) auf einem OMNIS Titrator titriert (**Abb. 1**) zur Bestimmung des Zr-Gehalts (**Abb. 2**). Der Äquivalenzpunkt wurde erreicht, als sich die Lösung von Rosa nach Gelb verfärbte, was von der Optrode bei einer Wellenlänge von 574 nm erkannt wurde. Anschließend wurden 20 ml

Acetatpuffer (pH 4,7) und 15 ml EDTA (0,1 mol/L) zugegeben, gefolgt von der Rücktitration des Überschusses an EDTA mit Wismutnitratlösung (0,05 mol/L). Der Äquivalenzpunkt wurde erreicht, als sich die Lösung von Gelb nach Lila verfärbte, was von der Optrode bei einer Wellenlänge von 574 nm erkannt wurde. Dies entspricht dem Al-Gehalt (**Abb. 3**).

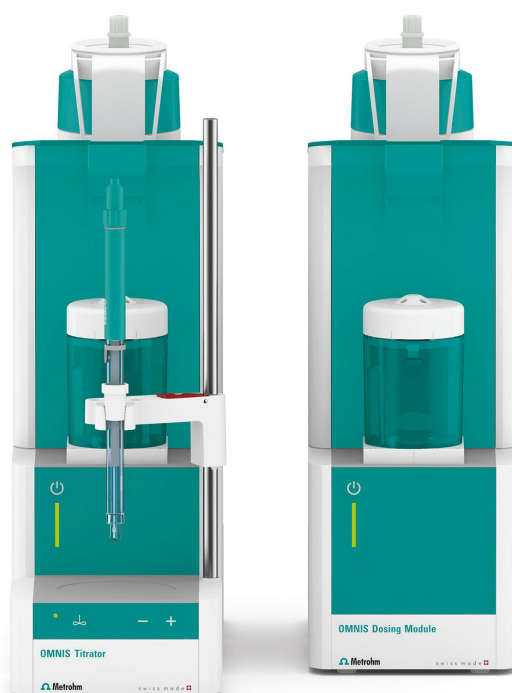


Abbildung 1 OMNIS Titrator mit einem OMNIS Dosiermodul.

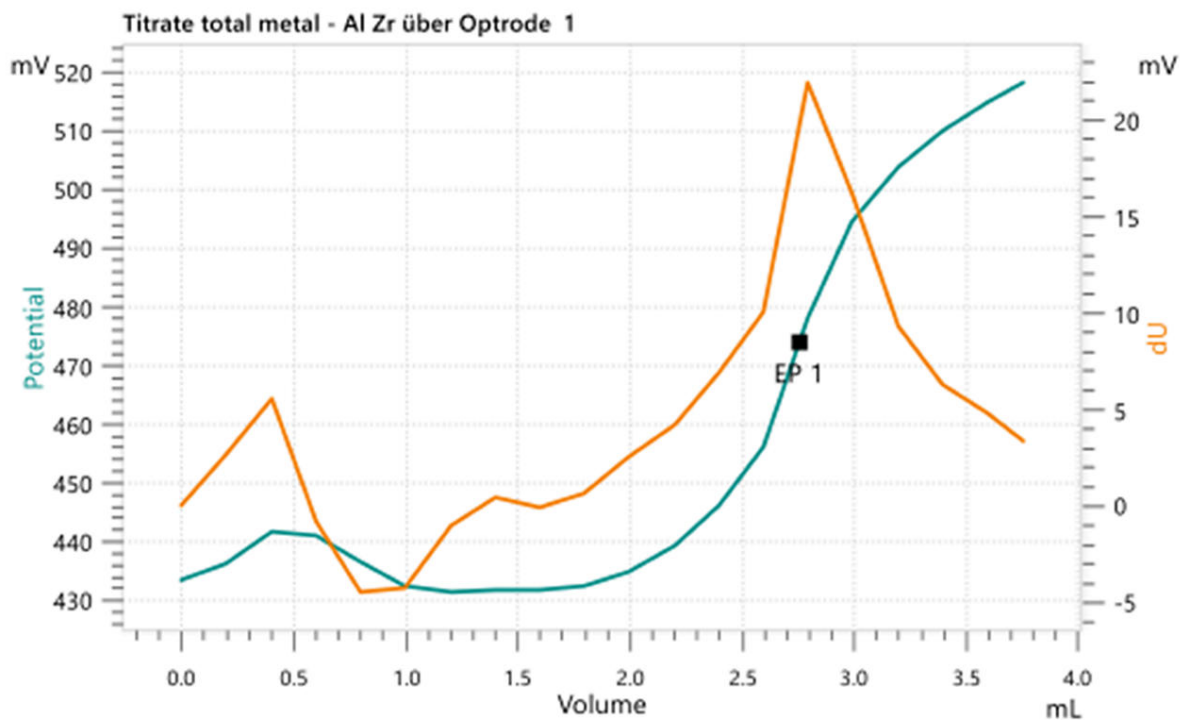


Abbildung 2. Beispielhafte Titrationskurve für die Zr-Bestimmung bei pH 1 mit EDTA als Titriermittel.

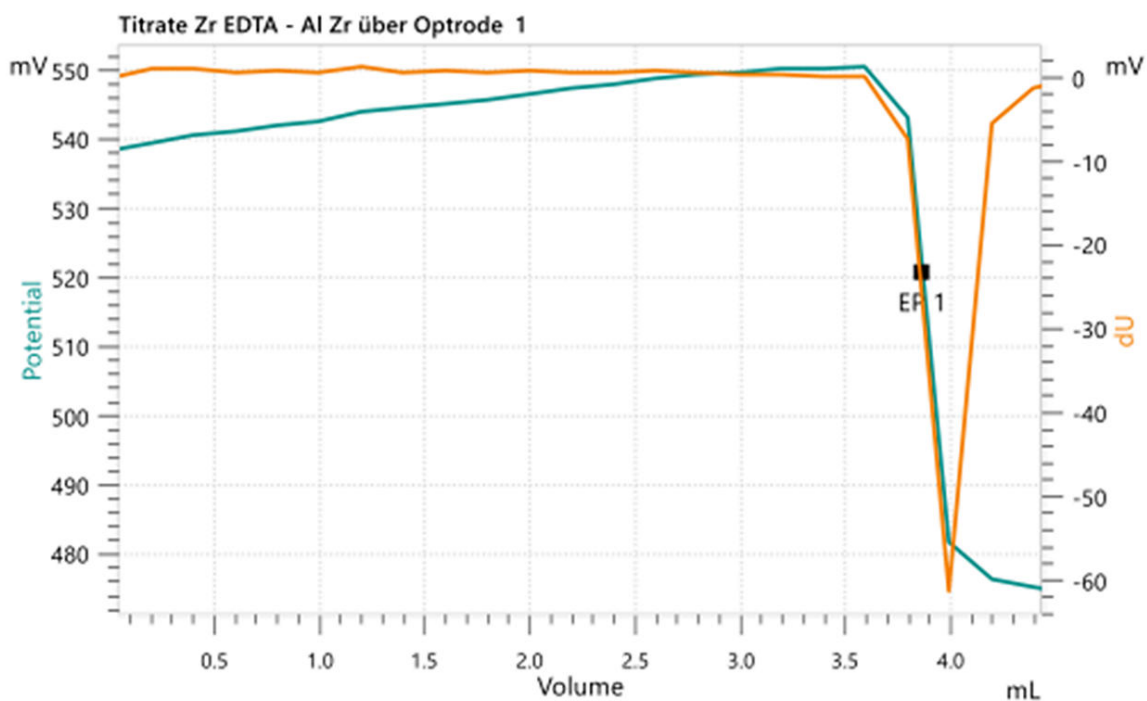


Abbildung 3. Beispielhafte Titrationskurve der Al-Bestimmung bei pH 4,7 mit Wismutnitrat als Titriermittel.

Tabelle 1. Zusammenfassung der Ergebnisse für eine Mischung aus Zr- und Al-Standards (n = 3).

Metall	Mittelwert (mg/ml)	RSD (%)	Erholung (%)
Zr	4.5015	0.69	98.9
Al	1.3289	2.13	97.3

ERGEBNISSE

Die in **Tabelle 1** dargestellten Ergebnisse wurden für bereits aufgeschlossene Metallionen (d. h. Zr- und Al-

Standards) aus Zirkonylchlorid und Aluminiumchlorid erzielt.

FAZIT

Aluminium- und Zirkoniumionen können nacheinander in einem Probengefäß mit einem OMNIS-System durchgeführt werden. OMNIS

ermöglicht vollautomatische Bestimmungen ohne zusätzlichen Zeitaufwand bzw. Laborarbeit.

Interne Referenz: AW TI CH1-1293-082019

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

GERÄTEKONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator mit Magnetrührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Stabrührer erweitert werden. Inklusive Funktionslizenz „Professional“ für die parallele Titration mit weiteren Titrier- oder Dosiermodulen.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Anschlussmöglichkeit für einen Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

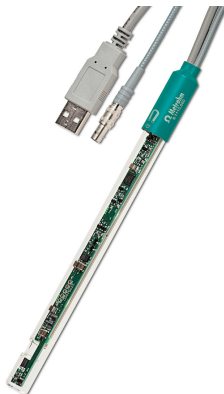
- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit 5-fach paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S mit einem Pumpenmodul "Peristaltik" (2-Kanal) und einem Pick&Place-Modul sowie umfangreichem Zubehör für den direkten Einstieg in die voll automatisierte Titration. Das System bietet in zwei Probenracks Platz für 32 Probenbecher à 120 mL. Dieses modulare System wird komplett montiert geliefert und kann somit in kürzester Zeit in Betrieb genommen werden.

Auf Wunsch kann das System mit noch zwei Peristaltikpumpen sowie einem weiteren Pick&Place-Modul ausgebaut werden und somit den Durchsatz verdoppeln. Sollten weitere Arbeitsstationen benötigt werden kann bereits dieser Sample Robot bis zu einem OMNIS Sample Robot der Grösse L ausgebaut werden, so dass Proben von sieben Racks an bis zu vier Pick&Place-Modulen parallel bearbeitet werden können und den Probendurchsatz vervierfachen.



Optrode

Optischer Sensor für photometrische Titrationsen mit 8 verfügbaren Wellenlängen. Die Umschaltung der Wellenlänge kann softwaregesteuert (ab tiamo 2.5) oder mit einem Magnet erfolgen. Der Glasschaft ist komplett lösungsmittelresistent und einfach zu reinigen. Der platzsparende Sensor ist z.B. geeignet für:

- nichtwässrige Titrationsen nach USP oder EP
- Bestimmungen von Carboxylendgruppen
- TAN/TBN nach ASTM D974
- Sulfatbestimmung
- Fe, Al, Ca in Zement
- Wasserhärte
- Chondroitinsulfat nach USP

Der Sensor ist nicht geeignet für Bestimmungen von Konzentrationen durch die Messung der Farbintensität (Kolorimetrie).