

Détermination de l'aluminium et du zirconium dans les antitranspirants

Titrages complexométriques consécutifs avec l'Optrode pour déterminer Zr et Al dans un bécher

Les anti-transpirants contiennent des chlorhydrates d'aluminium de zirconium comme ingrédients actifs. Actuellement, le complexe zirconium aluminium glycine (ZAG) est principalement utilisé car il s'est avéré plus efficace. Pour évaluer la qualité du produit, il est nécessaire de contrôler la quantité d'aluminium et de zirconium dans le complexe ZAG. Cette détermination peut être effectuée par des titrages complexométriques dans différentes conditions conformément à l'US Pharmacopoeia (USP).

L'USP décrit actuellement le dosage des complexes chlorhydrate de zirconium-aluminium par deux titrages complexométriques manuels après une procédure laborieuse de préparation de l'échantillon (digestion). Cette note d'application présente une méthode complémentaire qui permet une détermination consécutive après la préparation de l'échantillon (digestion) des deux ions métalliques dans un seul bécher avec un capteur optique et du xylénol orange comme indicateur.

ECHANTILLON ET PRÉPARATION D'ÉCHANTILLON

Comme les échantillons, des standards de zirconium et d'aluminium ont été pipetés dans un bécher et

dilués avec de l'eau. Une goutte de xylénol orange a été ajoutée comme indicateur de couleur.

EXPÉRIENCE

Le pH de l'échantillon a été ajusté à pH 1 avec 10 mL de solution tampon (pH 1). L'échantillon a ensuite été titré directement avec de l'EDTA (0,1 mol/L) sur un Titracteur OMNIS (**Figure 1**) pour déterminer la teneur en Zr (**Figure 2**). Le point d'équivalence a été atteint lorsque la solution est passée du rose au jaune, détecté par l'Optrode à une longueur d'onde de 574

nm. Ensuite, 20 mL de tampon acétate (pH 4.7) et 15 mL d'EDTA (0.1 mol/L) ont été ajoutés, suivis par le titrage en retour de l'excès d'EDTA avec $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ (0.05 mol/L). Le point d'équivalence a été atteint lorsque la solution est passée du jaune au violet, détecté par l'Optrode à une longueur d'onde de 574 nm. Ceci correspond à la teneur en Al (**Figure 3**).

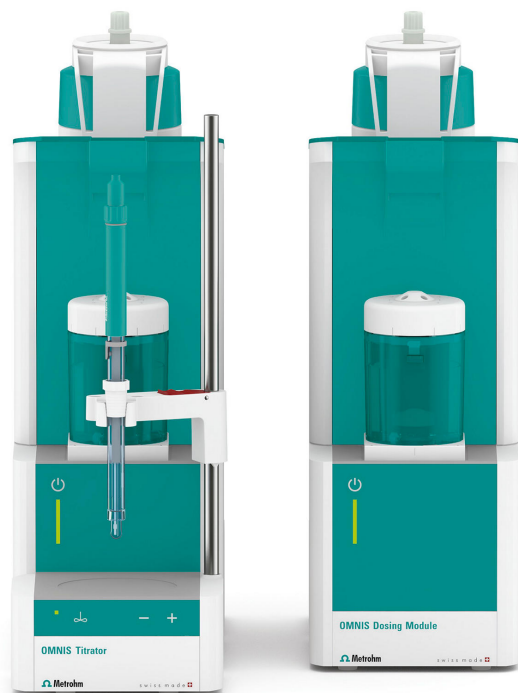


Figure 1. OMNIS Titrator with an OMNIS Dosing Module.

EXPÉRIENCE

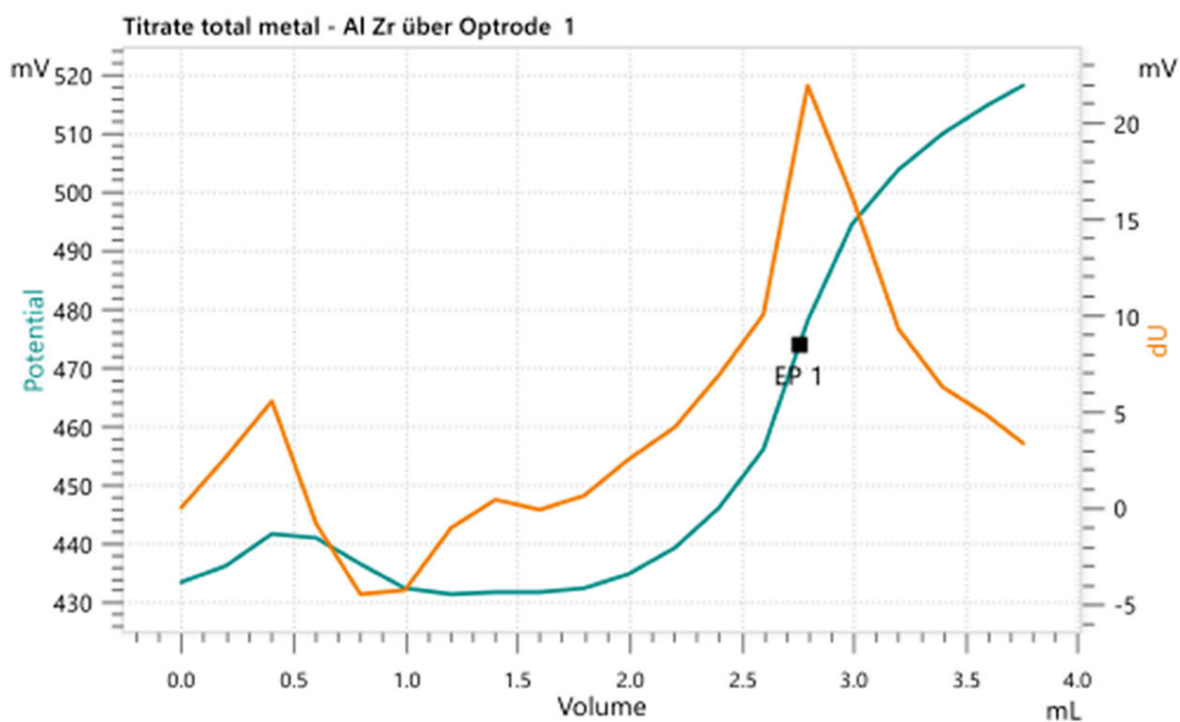


Figure 2. Example titration curve for Zr determination at pH 1 with EDTA as titrant.

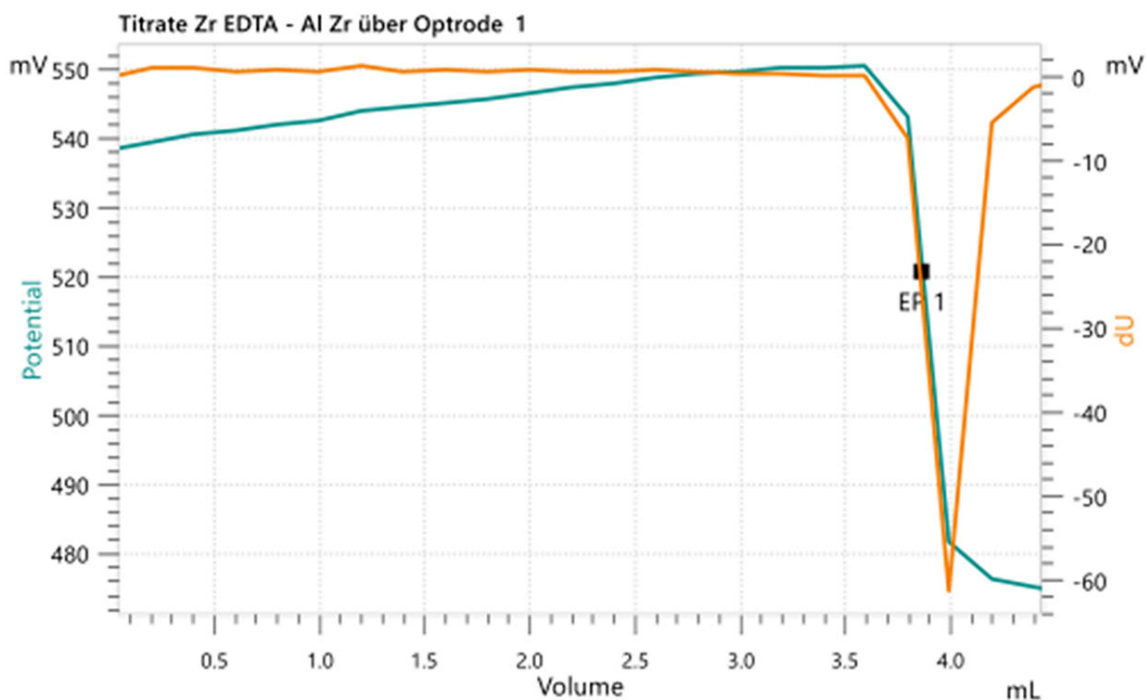


Figure 3. Example titration curve of the Al determination at pH 4.7 with bismuth nitrate as titrant.

Table 1. Résumé des résultats pour un mélange d'étalons de Zr et d'Al (n = 3).

Métal	Moyenne (mg/mL)	RSD (%)	Recouvrement (%)
Zr	4.5015	0.69	98.9
Al	1.3289	2.13	97.3

RÉSULTATS

Les résultats présentés dans le tableau 1 ont été obtenus pour des ions métalliques déjà libérés (c'est-

à-dire les étalons Zr et Al) fabriqués à partir de chlorure de zirconyle et de chlorure d'aluminium.

CONCLUSION

L'analyse des ions aluminium et zirconium peut être réalisée successivement sur un système OMNIS qui permet des déterminations entièrement

automatiques, éliminant le besoin d'un travail de laboratoire supplémentaire, économisant ainsi du temps et des efforts.

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator avec agitateur magnétique

OMNIS Titrator, innovant, modulaire, potentiométrique pour un mode autonome ou en tant que pièce centrale d'un système de titrage OMNIS pour le titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique). Grâce à la technologie 3S de l'OMNIS Liquid Adapter, la manipulation des produits chimiques est plus sûre que jamais. Avec des modules de mesure et des unités de cylindre, le titreur peut être librement configuré et il est possible au besoin d'y ajouter un agitateur à hélice. Licence fonctionnelle « Professional » incluse pour le titrage en parallèle avec d'autres modules de titrage ou de dosage.

- Commande via un PC ou un réseau local
- Possibilité de connecter jusqu'à quatre autres modules de titrage ou de dosage pour d'autres applications ou solutions auxiliaires
- Possibilité de connecter un agitateur à tige
- Différentes tailles de cylindre disponibles : 5, 10, 20 ou 50 mL
- Liquid Adapter avec la technologie 3S : manipulation de produits chimiques plus sûre, transfert automatique des données originales des réactifs provenant des fabricants

Modes de mesure et options logicielles :

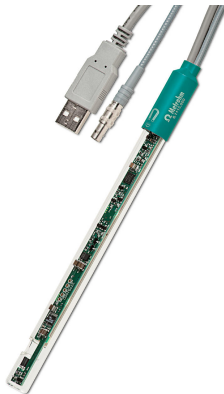
- Titrage à point final : licence fonctionnelle « Basic »
- Titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) : licence fonctionnelle « Advanced »
- Titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) avec titrage en parallèle 5 fois : licence fonctionnelle « Professional »



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S avec un module de pompe « péristaltique » (2 canaux) et un module Pick&Place et de nombreux accessoires pour un accès direct au titrage entièrement automatisé. Le système offre, dans ses deux racks d'échantillons, de la place pour 32 béchers d'échantillon de 120 mL. Ce système modulaire est livré entièrement monté et peut donc être mis en service dans un temps record.

Sur demande, il est encore possible d'ajouter au système deux pompes péristaltiques et un autre module Pick&Place, ce qui permet de doubler le débit. Si d'autres stations de travail sont nécessaires, ce Sample Robot peut évoluer jusqu'à la taille L de l'OMNIS Sample Robot. Les échantillons de sept racks peuvent ainsi être traités en parallèle sur quatre modules Pick&Place maximum, ce qui multiplie par quatre le débit d'échantillons.



Optrode

Capteur optique pour titrage photométrique avec 8 longueurs d'onde disponibles. La commutation de longueur d'onde peut être commandée par logiciel (à partir de tiamo 2.5) ou se faire par un aimant. La tige en verre est totalement résistante aux solvants et simple à nettoyer. Le capteur, peu encombrant, est par ex. adapté pour :

- les titrages en milieu non aqueux selon USP ou EP
- les déterminations de groupes terminaux carboxyle
- TAN/TBN selon ASTM D974
- la détermination des sulfates
- Fe, Al, Ca dans le ciment
- la dureté de l'eau
- le sulfate de chondroïtine selon USP

Le capteur ne convient aux déterminations de concentrations par mesure de l'intensité de la couleur (colorimétrie).