

Determinazione dell'alluminio e dello zirconio negli antitraspiranti

Titolazioni complessometriche consecutive con Optrode per la determinazione di Zr e Al in un becher

Gli antitraspiranti contengono cloridrati di zirconio e alluminio come principi attivi. Attualmente, il complesso di zirconio-alluminio-glicina (ZAG) viene utilizzato principalmente perché si è dimostrato più efficace. Per valutare la qualità del prodotto, è necessario controllare la quantità di alluminio e zirconio nel complesso ZAG. Questa determinazione può essere effettuata mediante titolazioni complessometriche in condizioni diverse secondo la farmacopea statunitense (USP).

L'USP attualmente descrive il dosaggio dei complessi di zirconio e alluminio cloridrato mediante due titolazioni complessometriche manuali dopo una laboriosa procedura di preparazione del campione (digestione). Questa Application Note presenta un metodo complementare che consente una determinazione consecutiva dopo la preparazione del campione (digestione) di entrambi gli ioni metallici in un becher con un sensore ottico a xilenolo arancione come indicatore.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Come campioni, gli standard di zirconio e alluminio sono stati pipettati in un becher e diluiti con acqua.

Come indicatore di colore è stata aggiunta una goccia di xilenolo arancione.

ANALISI

Il pH del campione è stato regolato a pH 1 con 10 mL di soluzione tampone (pH 1). Il campione è stato quindi titolato direttamente con EDTA (0,1 mol/L) su un titolatore OMNIS (**Figura 1**) per determinare il contenuto di Zr (**figura 2**). Il punto di equivalenza è stato raggiunto una volta che la soluzione è passata dal rosa al giallo, rilevata dall'Optrode ad una lunghezza d'onda di 574 nm. Successivamente, sono

stati aggiunti 20 ml di tampone acetato (pH 4,7) e 15 ml di EDTA (0,1 mol/L), seguiti dalla retrotitolazione dell'eccesso di EDTA con $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ (0,05 mol/l). Il punto di equivalenza è stato raggiunto quando la soluzione è passata dal giallo al viola, rilevata dall'Optrode ad una lunghezza d'onda di 574 nm. Ciò corrisponde al contenuto di Al (**Figura 3**).

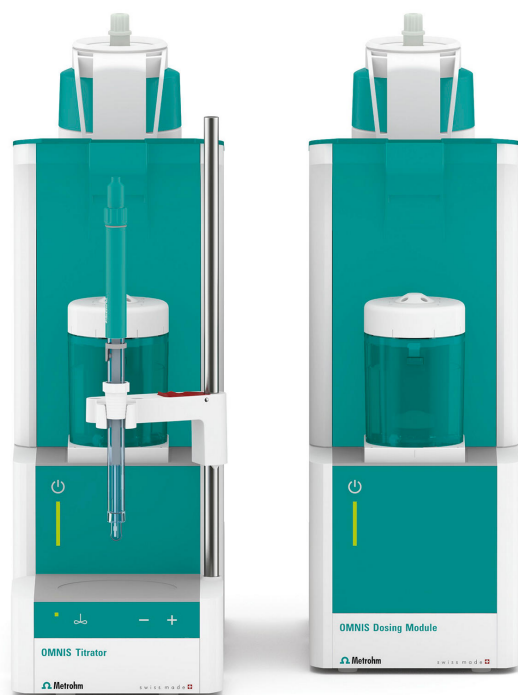


Figure 1. Titratore OMNIS con un modulo di dosaggio OMNIS.

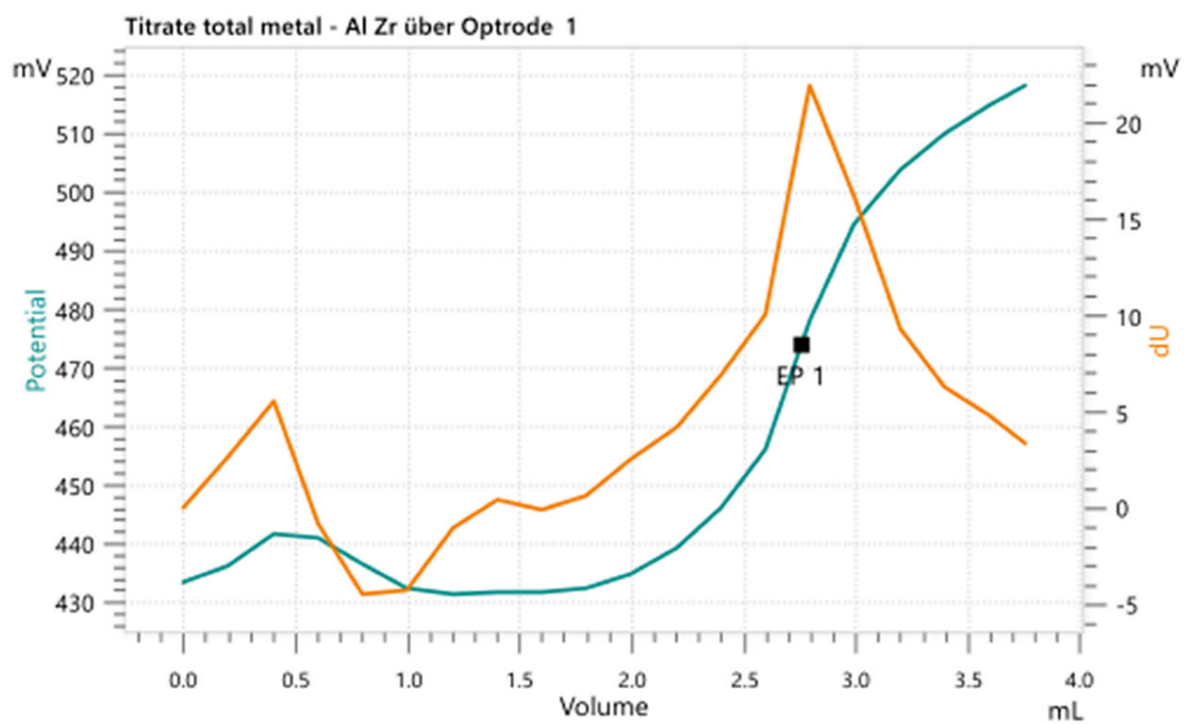


Figure 2. Esempio di curva di titolazione per la determinazione di Zr a pH 1 con EDTA come titolante.

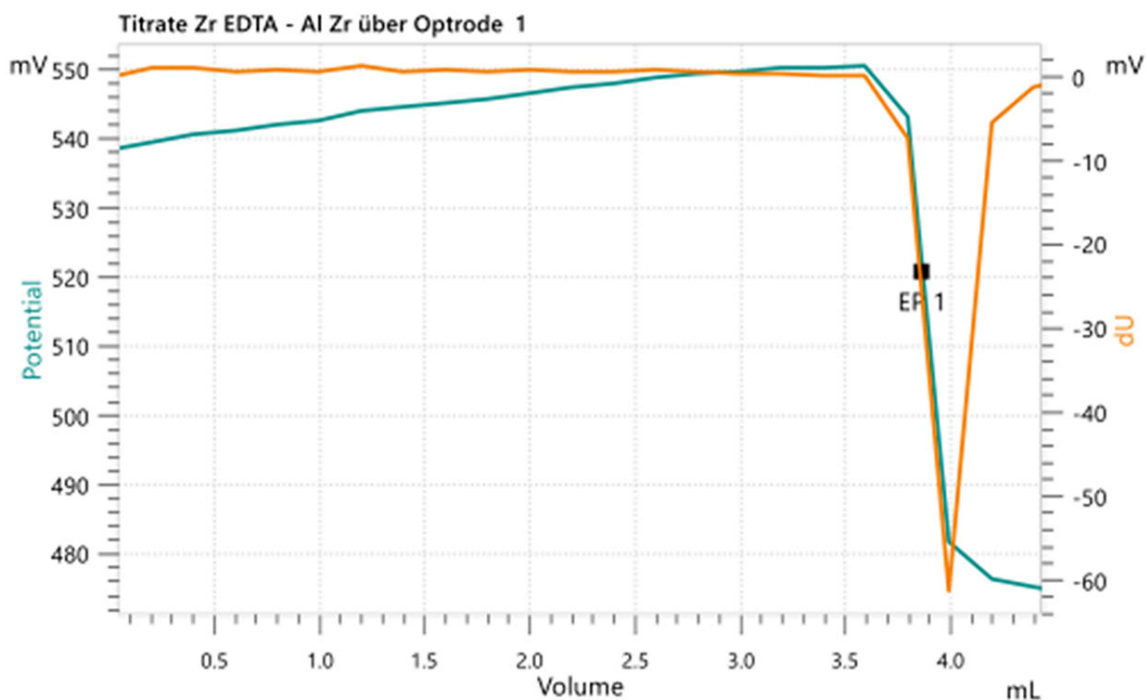


Figure 3. Esempio di curva di titolazione della determinazione di Al a pH 4,7 con nitrato di bismuto come titolante.

Tabella 1. Risultati riassunti per una miscela di standard Zr e Al (n = 3).

Metallo	Media (mg/mL)	RSD (%)	Recupero (%)
Zr	4,5015	0,69	98,9
Al	1,3289	2,13	97,3

RISULTATI

I risultati presentati in **Tabella 1** sono stati ottenuti per ioni metallici già liberati (cioè standard Zr e Al)

costituiti da cloruro di zirconile e cloruro di alluminio.

CONCLUSIONE

L'analisi degli ioni di alluminio e zirconio può essere realizzata successivamente su un sistema OMNIS. OMNIS consente determinazioni completamente

automatiche, eliminando la necessità di ulteriore lavoro di laboratorio, risparmiando tempo e fatica.

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



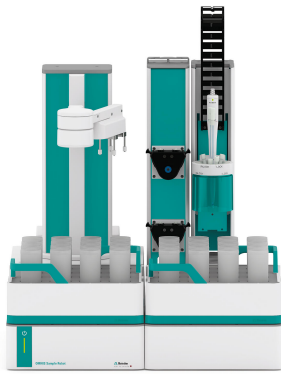
Titolatore OMNIS Professional con agitatore magnetico

OMNIS Titrator potenziometrico, innovativo e modulare per il funzionamento autonomo o come cuore di un sistema di titolazione OMNIS per la titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica). Grazie a Liquid Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile liberamente con moduli di misura e unità cilindriche e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore ad elica. Inclusa la licenza di funzionamento "Professional" per la titolazione parallela con ulteriori moduli di titolazione e dosaggio.

- 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:

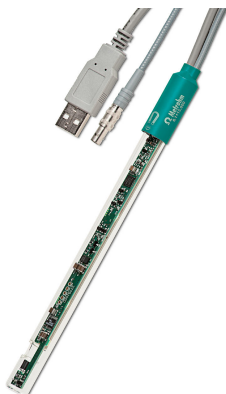
- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione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



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S con un modulo pompa "peristaltico" (2 canali) e un modulo Pick&Place nonché numerosi accessori per accedere direttamente alla titolazione completamente automatizzata. Il sistema, in due rack dei campioni, offre spazio per 32 beaker per campioni da 120 mL. Questo sistema modulare viene fornito completamente montato e può pertanto essere messo in esercizio in tempi brevissimi.

Su richiesta il sistema può essere ampliato con ulteriori due pompe peristaltiche nonché con un'ulteriore modulo Pick&Place e raddoppiare così il passaggio. Se dovessero essere necessarie ulteriori stazioni di lavoro, questo Sample Robot può essere ampliato fino a un OMNIS Sample Robot della dimensione L, in modo che i campioni da sette rack su max. quattro moduli Pick&Place possano essere lavorati parallelamente quadruplicando il passaggio dei campioni.



Optrode

Sensore ottico per titolazioni fotometriche con 8 lunghezze d'onda disponibili. La modifica della lunghezza d'onda può avvenire tramite software (da tiamo 2.5) o con magnete. Lo stelo di vetro è completamente resistente ai solventi e facile da pulire. Il sensore salvaspazio è adatto ad es. per:

- Titolazioni non acquose secondo USP o EP
- Determinazioni dei gruppi terminali carbossilici
- TAN/TBN secondo ASTM D974
- Determinazione del solfato
- Fe, Al, Ca in calcestruzzo
- Durezza dell'acqua
- Solfato di condroitina secondo USP

Il sensore non è adatto per la determinazione di concentrazioni mediante misura dell'intensità del colore (colorimetria).