

Determination of aluminum and zirconium in antiperspirants

Consecutive complexometric titrations with the Optrode to determine Zr and Al in one beaker

Antiperspirants contain zirconium aluminum chlorohydrates as active ingredients. Currently, the zirconium aluminum glycine (ZAG) complex is mainly used because it has been shown to be more effective. To evaluate the product quality, it is necessary to control the amount of both aluminum and zirconium in the ZAG complex. This determination can be done by complexometric titrations under different conditions according to the US Pharmacopeia (USP).

USP currently describes the assay of zirconium aluminum chlorohydrate complexes by two manual complexometric titrations after a laborious sample preparation procedure (digestion). This Application Note presents a complementary method that allows a consecutive determination after the sample preparation (digestion) of both metal ions in one beaker with an optical sensor and xylenol orange as an indicator.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

As samples, zirconium and aluminum standards were pipetted into a beaker and diluted with

water. A drop of xylenol orange was added as color indicator.

EXPERIMENTAL

The pH of the sample was adjusted to pH 1 with 10 mL of buffer solution (pH 1). The sample was then titrated directly with EDTA (0.1 mol/L) on an OMNIS Titrator (**Figure 1**) to determine the Zr content (**Figure 2**). The equivalence point was reached once the solution turned from pink to yellow, detected by the Optrode at a wavelength of 574 nm. Afterward, 20 mL of

acetate buffer (pH 4.7) and 15 mL of EDTA (0.1 mol/L) was added, followed by the back-titration of excess of EDTA with $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ (0.05 mol/L). The equivalence point was reached once the solution turned from yellow to purple, detected by the Optrode at a wavelength of 574 nm. This corresponds to the Al content (**Figure 3**).

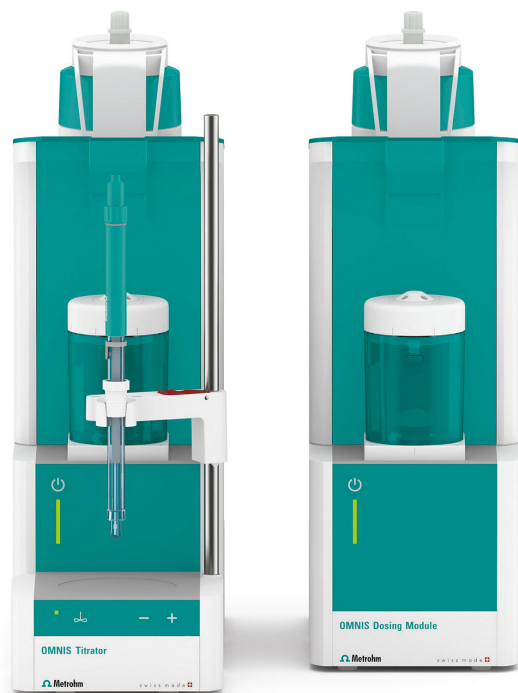


Figure 1. OMNIS Titrator with an OMNIS Dosing Module.

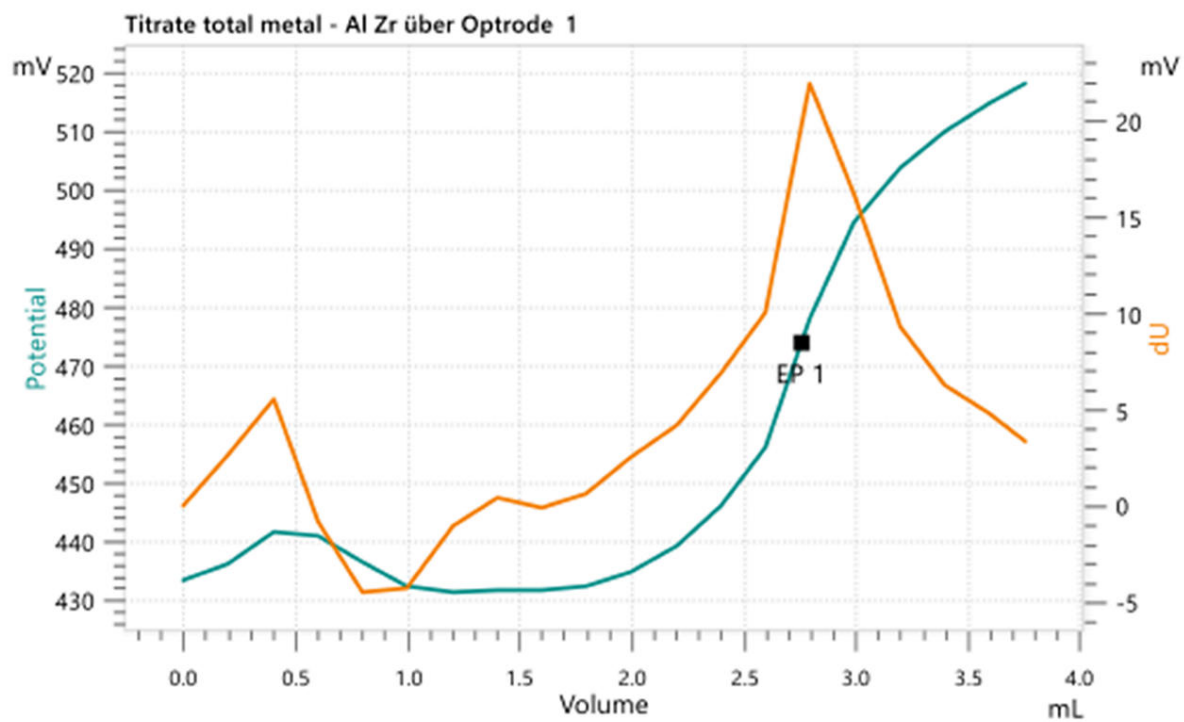


Figure 2. Example titration curve for Zr determination at pH 1 with EDTA as titrant.

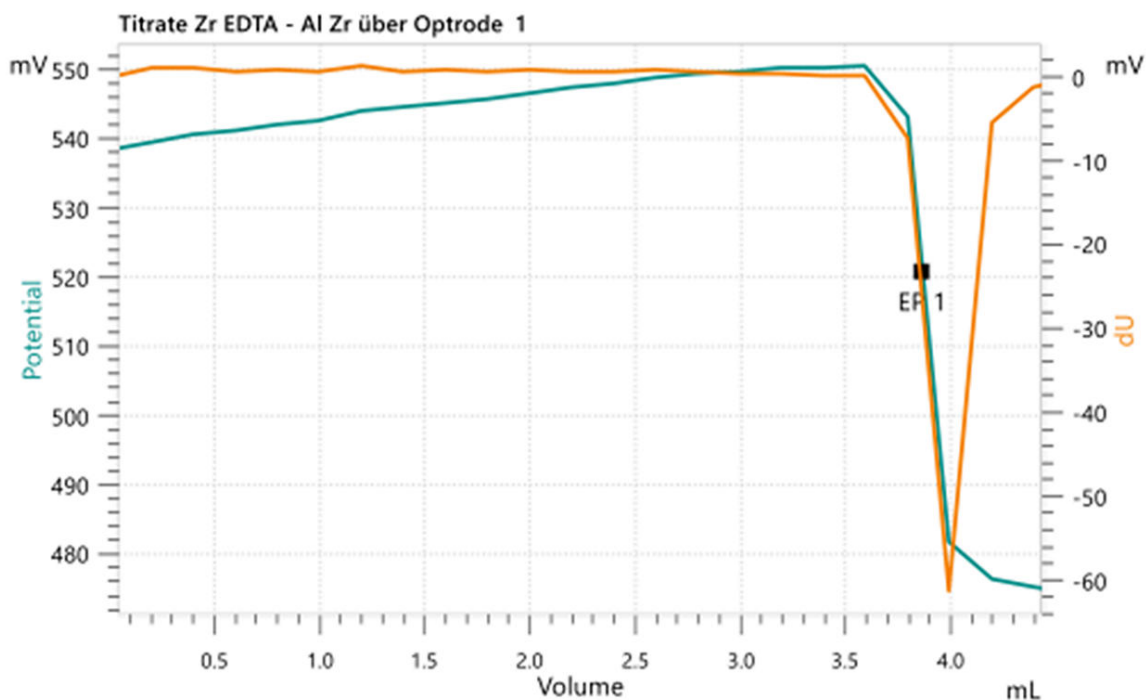


Figure 3. Example titration curve of the Al determination at pH 4.7 with bismuth nitrate as titrant.

Table 1. Summarized results for a mixture of Zr and Al standards (n = 3).

Metal	Mean (mg/mL)	RSD (%)	Recovery (%)
Zr	4.5015	0.69	98.9
Al	1.3289	2.13	97.3

RESULTS

The results presented in **Table 1** were obtained for already liberated metal ions (i.e., Zr and Al

standards) made from zirconyl chloride and aluminum chloride.

CONCLUSION

The analysis of both aluminum and zirconium ions can be realized successively on an OMNIS system. OMNIS allows fully automatic

determinations, eliminating the need for extra laboratory work, saving time and effort.

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



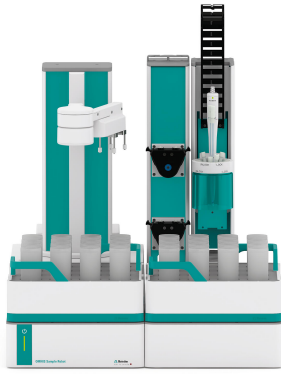
OMNIS Professional Titrator

スタンドアローン稼働または OMNIS 滴定システムのメインパートとしての、革新的なモジュール式の終点滴定および当量点滴定 (等量/変動) のための電位差 OMNIS Titrator です。3S リキッドアダプタテクノロジーにより、化学物質の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンダーユニットによって自由にコンフィグレーションすることができ、必要に応じてロッドスターラで拡張することも可能です。他の滴定モジュールまたはドージングモジュールによる並行滴定のための機能ライセンス「Professional (プロフェッショナル)」を含みます。

- コンピューターまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールまたはドージングモジュールを 4 つまで接続可能
- ロッドスターラの接続可
- 様々なシリンダーサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3S テクノロジーによる OMNIS Liquid Adapter: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬データの自動転送

測定モードおよびソフトウェアオプション:

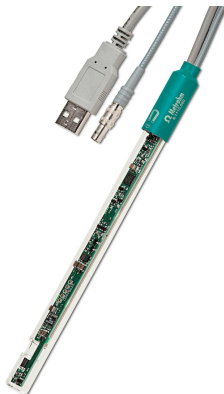
- 終点滴定: ファンクションライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Advanced (アドバンス)」
- 5 つの並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

ポンプモジュール「Peristaltik」(2 チャンネル)、Pick&Place モジュール、および全自動滴定を直に導入するための多種の付属品のついた OMNIS Sample Robot S。このシステムでは 2 つのサンプルラックにおいて、120 mL のサンプルビーカー 32 個分のスペースが設けられており、モジュール式のシステムは、完全に組み立てられた状態で納品され、よって最短時間で稼働させることができます。

ご要望に応じて、システムには更に 2 つのペリスタリックポンプおよび追加の Pick&Place モジュールを装備することができ、スループットを倍増することができます。更なるワークステーションが必要な場合、この Sample Robot は L サイズまでの OMNIS Sample Robot に拡張することで最高 4 つまでの Pick&Place モジュールにおいて 7 つのラックのサンプルを並行して処理し、スループットを 4 倍に増やすことができます。



Optrode

使用可能な 8 つの波長を有する光度滴定のための光学センサー。波長の切り替えは、ソフトウェア制御 (tiamo 2.5以降) またはマグネットで行えます。ガラスシャフトは完全な耐溶剤性を有し、洗浄が簡単です。省スペースのセンサーは以下のような用途に適しています:

- USPまたはEPに則した非水滴定
- カルボキシル末端基の測定
- ASTM D974に則したTAN/TBN
- 硫酸塩の測定
- セメント中のFe、Al、Ca
- 水の硬度
- USPに則したコンドロイチン硫酸

センサーは、色の強度の測定 (比色法) による濃度の測定には適していません。