

Determinación de Flúor Total en Cemento (Clinker) Mediante Combustión Pirolítica Oxidativa y Cromatografía Iónica

1. Objeto de Estudio

El presente trabajo describe la determinación cuantitativa de **Flúor Total en cemento (clinker)** mediante combustión a alta temperatura y posterior análisis por cromatografía iónica.

El método constituye una alternativa instrumental al método clásico Wickbold (antorcha oxi-hidrógeno), ofreciendo:

- Resultados sub-ppm
- Tiempo analítico < 15 minutos
- Mayor seguridad operativa
- Capacidad de análisis simultáneo de halógenos y azufre
- Aplicación en matrices sólidas, líquidas y gaseosas



10 cm
clinker de cementos

2. Instrumentos Utilizados

2.1 Sistema de Combustión

Modelo: AQF-5000

Fabricante: Nittoseiko Analytech

El sistema opera mediante **pirólisis oxidativa humidificada**, permitiendo la conversión cuantitativa de halógenos en especies aniónicas solubles.



Parámetros operativos:

- Temperatura del horno: 1000 – 1100 °C
- Pre-limpieza automática de navetas: 1000 °C
- Tiempo típico de análisis: 10–15 minutos

Las navetas requieren pre-baking automático.

Material	Ceramics	Porcelain	Sintered quartz	Quartz	Nickel (inner boat)
Appearance					

Para muestras inorgánicas como cemento, se recomienda el uso de recipientes no reutilizables debido a la fusión de aditivos.

2.2 Sistema de Absorción (AC-500)

El accesorio AC-500 permite:

- Operación OFF-LINE (recolección manual del absorbente)
- Operación ON-LINE (inyección directa al cromatógrafo iónico)
- Automatización del proceso de absorción post-combustión

Solución absorbente:

- H₂O₂: 900 ppm



Nittoseiko Analytech

- PO_4^{3-} : 25 ppm
- Volumen: 10 mL

2.3 Sistema de Cromatografía Iónica

- Columna: AS12A
- Eluyente: Na_2CO_3 2.7 mM / NaHCO_3 0.3 mM
- Flujo: 1.5 mL/min

Permite cuantificar simultáneamente:

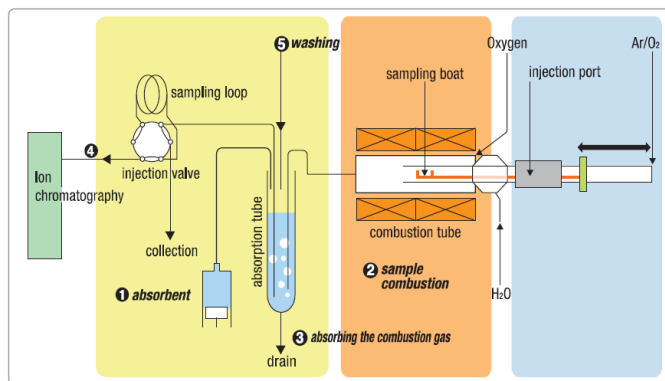
- Fluoruro (F^-)
- Cloruro (Cl^-)
- Bromuro (Br^-)
- Sulfato (SO_4^{2-})



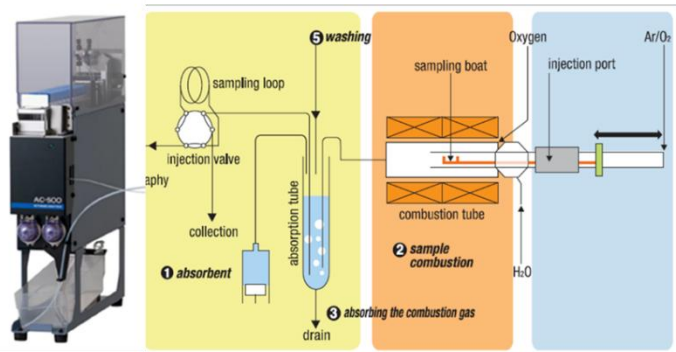
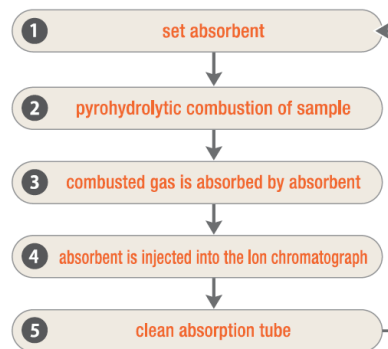
La incorporación del accesorio AC-500 a un sistema ON-LINE permite del mismo modo la inyección directa de disolución absorbente procedente de la pirólisis oxidativa humidificada y su recogida para posteriores estudios.

Sample	In the combustion tube	In the absorbent
Sulfur	SO_x	SO_4^{2-}
Halogen	HX, X_2	X^-

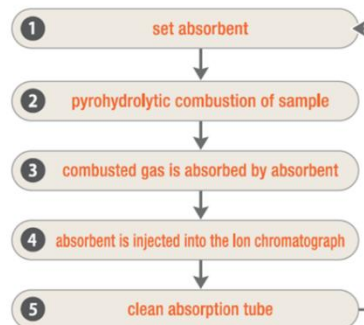
→ Ion Chromatograph



Process Flowchart



Process Flowchart



3. Pruebas Realizadas

3.1 Preparación de Muestra

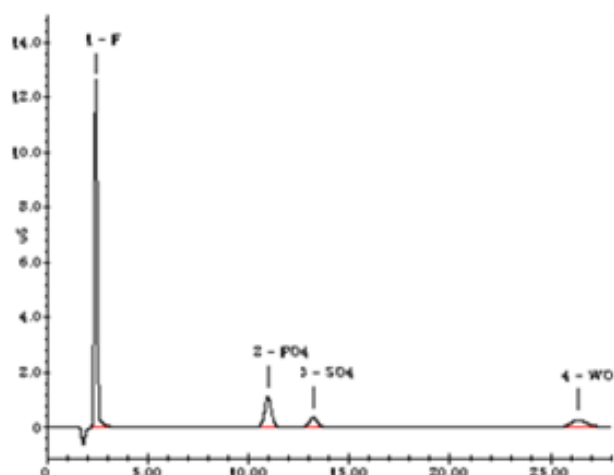
1. Tomar 5 mgr de muestra en el recipiente de muestra.
2. Añadir 50 mgr de Oxido de Tungsteno (WO_3). La cantidad de aditivo es aproximadamente 5 a 10 veces la cantidad de muestra.
3. Mezclar la muestra y el aditivo si es necesario.
4. Introducir en el horno del AQF-5000.

El WO_3 favorece:

- Oxidación completa
- Mejora en recuperación de flúor
- Estabilidad del proceso de combustión

En presencia de WO_3 se observa:

- Pico de fluoruro claramente definido
- Tiempo de retención del tungstenato ≈ 27 minutos
- Separación adecuada de interferencias



3.2 Resultados Analíticos

Los resultados analíticos Obtenidos se muestran en la siguiente tabla. El uso de aditivo mejora claramente la recuperación de Flúor.

Efecto del aditivo WO_3 en la determinación de Flúor en cementos

	Muestra mg	Flúor %	Media
Cemento	5.44	1.33	1.34
	5.03	1.34	
Cemento + WO_3	6.24	1.92	1.90
	4.97	1.88	

Los datos evidencian:

- Mejor recuperación con aditivo.
- Menor variabilidad.
- Mayor reproducibilidad.

Nittoseiko Analytech

4. Conclusión

El sistema AQF-5000 de Nittoseiko Analytech permite la determinación rápida y precisa de flúor total en cemento mediante combustión pirolítica y cromatografía iónica.

El método:

- Reduce significativamente el tiempo de análisis.
- Mejora la seguridad frente al método Wickbold.
- Permite análisis simultáneo de F, Cl, Br y S.
- Ofrece resultados reproducibles en rango sub-ppm.
- Se optimiza mediante el uso de WO_3 como agente facilitador de la combustión.

La tecnología es adecuada para control de calidad en plantas cementeras y laboratorios ambientales, tanto en modalidad ON-LINE como OFF-LINE.

Esta aplicación permite determinar de modo simultáneo los contenidos de Fluor, Cloro, Bromo y Azufre si están presentes en la muestra. El Azufre se detecta como sulfato, en este sentido el uso del WO_3 es muy importante al igual que en el caso del Flúor.

Autor: Julio Cruces
Dpto. Comercial - instrumentación analítica, s.a.
Febrero 2026