

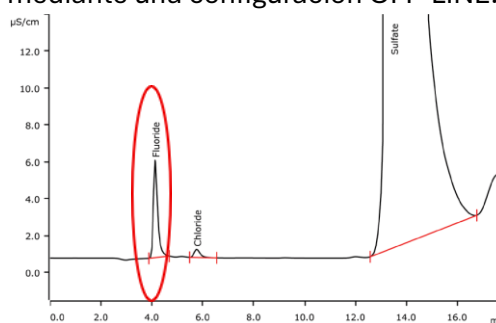
Determinación de halógenos y azufre mediante Combustión + Cromatografía Iónica (CIC) en concentrados de cobre, residuos plásticos y polímeros con PBDE

Introducción

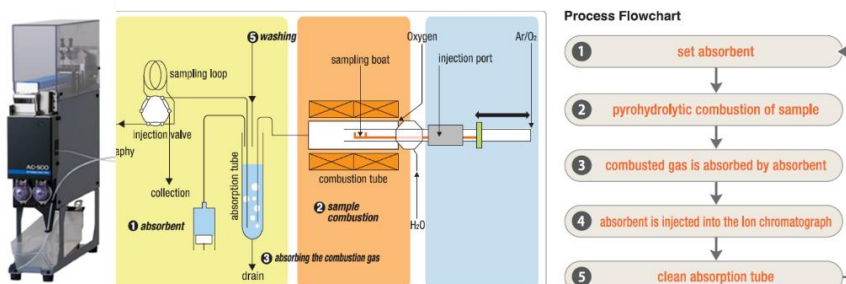
El control de halógenos en materiales industriales es crítico para garantizar la calidad del producto y el cumplimiento normativo. En el caso del concentrado de cobre, se contamina a menudo con el flúor corrosivo, la concentración del flúor se debe comprobar a intervalos regulares. Los métodos convencionales basados en fusión y determinación potenciométrica son lentos y presentan variabilidad. La técnica **CIC (Combustión + Cromatografía Iónica)** ofrece una alternativa robusta, automatizada y reproducible para la determinación de F, Cl, Br y S en matrices complejas.



La nueva técnica CIC combina la digestión de la muestra por pirolisis y el análisis subsecuente por cromatografía iónica en un sistema integrado, completamente automatizado. También es posible su determinación con la misma eficacia y resolución mediante una configuración OFF-LINE.



En un primer paso, la muestra se digiere bajo atmósfera del argón/oxígeno en un doble horno pirolítico. Los compuestos gaseosos resultantes se transfieren en una solución donde son absorbidos y se inyectan en un cromatógrafo iónico bien directamente o bien programando las disoluciones recogidas en el sistema AC-500.



Soluciones
para quienes
mueven el mundo

c/ Penedés, 46
08820 El Prat de Llobregat
Barcelona · Tel. +34 934 787 161
barcelona@instru.es

c/ Isabel Colbrand, 10
Nave 89 · 28050 Madrid
Tel. +34 913 588 879
madrid@instru.es



www.instru.es

www.instru-nittoseikoanalytech.es

Nittoseiko Analytech

Análisis de Bromo en residuos plásticos

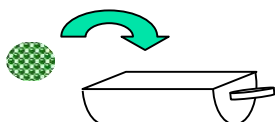
La directiva **WEEE/RoHS** exige el control del contenido de **bromo** en materiales plásticos reciclados, especialmente en materiales troceados y granceados. La técnica de **Combustión asociada a Cromatografía Iónica (CIC)** ha sido propuesta y recomendada para este tipo de matrices debido a su capacidad para realizar una digestión completa y una cuantificación precisa de halógenos.

Instrumentos utilizados

- **Sistema de combustión:** AQF-5000
- **Cromatógrafo iónico:** ICS-1500
- **Columna:** AS12A
- **Eluyente:** 2.7 mM Na₂CO₃ – 0.3 mM NaHCO₃
- **Caudal:** 1.5 mL/min
- **Supresor:** ASRS-Ultra
- **Volumen de inyección:** 20–100 µL



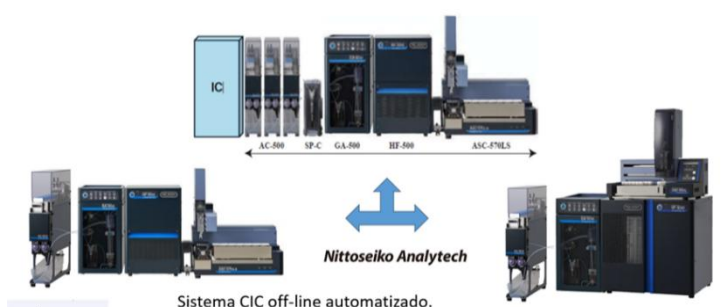
Procedimiento



1. Disponer **20 mg** de muestra en el recipiente.
2. Colocar la muestra en su posición e iniciar el análisis.

Parámetros de combustión

- **Temperatura:** 900 °C (entrada) / 1000 °C (salida)
- **Flujos:**
 - Ar: 200 mL/min
 - O₂: 400 mL/min
 - Ar humidificador: 150 mL/min
- **Agua añadida:** 0.1 mL/min
- **Disolución absorbente:** H₂O₂ 30 ppm + fosfato 1 ppm (patrón interno)



- Material patrón certificado disponible comercialmente.

COMMUNITY BUREAU OF REFERENCE - BCR			
CERTIFIED REFERENCE MATERIAL BCR-681			
CERTIFICATE OF ANALYSIS			
TRACE ELEMENTS IN POLYETHYLENE (low level)			
Element	Mass fraction		Number of accepted sets of results p
	Certified value ⁽¹⁾ mg/kg	Uncertainty ⁽²⁾ mg/kg	
As	3.93	0.15	11
Br	98	5	9
Cd	21.7	0.7	24
Cl	92.9	2.8	9
Cr	17.7	0.6	23
Hg	4.50	0.15	16
Pb	13.8	0.7	13
S	78	17	4

(1) Unweighted mean value of the means of p accepted sets of data, each set being obtained in a different laboratory and/or with a different method of determination.
(2) Expanded uncertainty following GUM, for all elements the coverage factor k=2 except for S: k=3.2

Table 4.1: Additives used for the doping of BCR-680 and BCR-681

Element	Target concentration		Compound added	
	BCR-680 (mg/kg)	BCR-681 (mg/kg)	Chemical name	C.I. pigment name
Cd	140	25	(Ca,Zn)S, (Cd/Hg)S	yellow 37
Cr	120	20	BaCrO ₄ , PbCrO ₄ /PbSO ₄	yellow 31, yellow 34
Pd	110	15	PbCrO ₄ /PbSO ₄	yellow 34
Hg	25	5	(Cd/Hg)S	-
As	30	4	As ₂ O ₃	-
S	650	70	BaSO ₄ , PbCrO ₄ /PbSO ₄ , (Cd/Hg)S	white 21, yellow 34
Cl	800	90	phtalocyanine green	green 7
Br	780	100	phtalocyanine green	green 36

Resultados analíticos

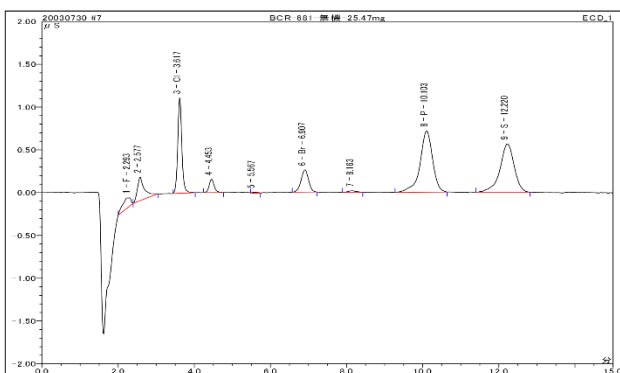
Material de referencia BCR-681

Análisis	1	2	3	Media (ppm)	RSD (%)	Valor certificado (ppm)
Cl	90.4	89.2	88.8	89.4	0.9	92.9 ± 2.8
Br	95.6	95.2	94.0	94.9	0.9	98 ± 5
S	70.5	66.2	68.7	68.5	3.2	78 ± 17

Material de referencia BCR-680

Análisis	1	2	3	Media (ppm)	RSD (%)	Valor certificado (ppm)
Cl	798	824	829	817	2.0	810 ± 16
Br	780	799	799	793	1.4	808 ± 19

Los resultados muestran excelente concordancia con los valores certificados, confirmando la precisión y exactitud del método CIC.



Análisis de polímeros conteniendo retardantes de llama (PBDE)

Los **polibromodifenil éteres (PBDE)** son aditivos retardantes de llama con un contenido aproximado del **83 % de bromo**, lo que permite su cuantificación indirecta mediante la determinación de Br.

Resultados

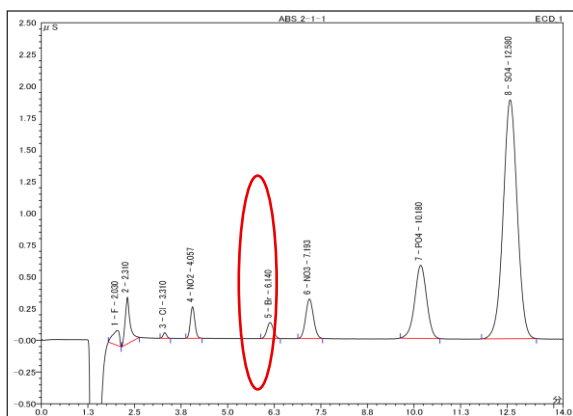
Muestra	Contenido (%)	Br resultado (%)	PBDE convertido (%)
PBDE/ABS A	0.1	0.089	0.11
PBDE/ABS B	1.0	0.87	1.04
PBDE/ABS C	10	8.24	9.9
PBDE/PE A	0.1	0.079	0.096
PBDE/PE B	6.0	4.93	5.91

La linealidad entre el contenido nominal y el valor obtenido confirma la idoneidad del método para polímeros con retardantes de llama.

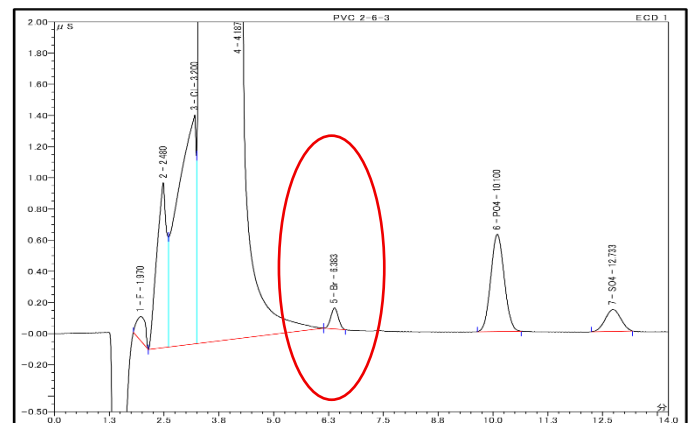
Análisis de Br en resina ABS y PVC

El sistema demuestra una elevada selectividad, permitiendo detectar bromo incluso en matrices complejas. En el caso del **PVC**, se aprecia la presencia de bromo **libre de interferencias**, lo que evidencia la solvencia analítica del método.

Análisis de Br en resina ABS



Análisis de Br en PVC





Nittoseiko Analytech

Conclusiones

La técnica **CIC (Combustión + Cromatografía Iónica)** demuestra ser un método altamente eficaz para la determinación de **halógenos y azufre** en matrices industriales complejas como concentrados de cobre, residuos plásticos y polímeros con retardantes de llama. Los resultados obtenidos en los materiales de referencia **BCR-681** y **BCR-680** muestran una excelente concordancia con los valores certificados, con desviaciones relativas bajas y una reproducibilidad adecuada para aplicaciones de control de calidad. Esto confirma la **robustez, exactitud y estabilidad** del sistema AQF-5000 de Nittoseiko Analytech combinado con el cromatógrafo iónico Dionex ICS-1500 ó Shimadzu HIC-ESP.

En el análisis de polímeros con **PBDE**, la correlación lineal entre el contenido nominal y el bromo determinado evidencia la **capacidad del método para cuantificar retardantes de llama** incluso a niveles bajos. Asimismo, la detección de bromo en matrices complejas como **PVC**, sin interferencias, pone de manifiesto la **selectividad analítica** del sistema y su idoneidad para materiales regulados por **WEEE/RoHS**.

Como distribuidor oficial en España, **INSTRU garantiza la implantación, el soporte técnico especializado y el mantenimiento**, asegurando que cada laboratorio disponga de soluciones que aporten **fiabilidad, capacidad y control** en sectores críticos donde la determinación precisa de halógenos es esencial.

En conjunto, la CIC se posiciona como una herramienta **fiable, automatizada y versátil**, adecuada para laboratorios que requieren análisis precisos de halógenos y azufre en cumplimiento normativo y en entornos industriales donde la calidad del proceso depende de una caracterización analítica rigurosa.

La configuración ON-LINE esta pensada para su conexión con o sin recogida de muestras (Sistema AC-500) a cualquier cromatógrafo Iónico si bien Thermo y Shimadzu disponen de la tecnología combinada en el control integrado desde el software cromatográfico.

La versión OFF-LINE permite el trabajo compatible con cualquier Cromatógrafo ya utilizado para otros fines analíticos.

Autor: Julio Cruces

Dpto. Comercial - instrumentación analítica, s.a.- INSTRU

Junio 2026

