



Nota de Aplicación

Determinación de halógenos y azufre en disolventes residuales mediante tecnología CIC

1. Objeto del estudio

El presente documento describe la determinación de **halógenos (fluoruro, cloruro, bromuro)** y **azufre** en disolventes **residuales** de procesos y materias recogidas por gestores para su recuperación, mediante la tecnología **CIC** (Combustión + Cromatografía Iónica). La combinación de **pirolisis oxidativa humidificada** y **cromatografía iónica con detección de conductividad** permite cuantificar estos elementos con elevada exactitud, reproducibilidad y trazabilidad, proporcionando información crítica para la **caracterización de residuos industriales**, la **evaluación de riesgos** y el **cumplimiento normativo**.

2. Introducción técnica

La presencia de halógenos y azufre en matrices orgánicas es habitual en procesos químicos, petroquímicos y de fabricación de materiales. Su cuantificación es esencial para la clasificación del residuo, la optimización de procesos y la prevención de impactos ambientales.

La tecnología **CIC (Combustion-Ion Chromatography)**, desarrollada por **Nittoseiko Analytech**, constituye un método consolidado para la determinación simultánea de **F, Cl, Br, I y S** en muestras líquidas, sólidas y semisólidas. Los sistemas **AQF-5000H/V** y **CIC-5000** integran:

- **Combustión completa y controlada**, mediante pirolisis oxidativa humidificada.
- **Transferencia cuantitativa** de los gases generados hacia una disolución absorbente.
- **Automatización del proceso** de introducción, combustión y absorción.
- **Acoplamiento directo** con cromatografía iónica, tanto en modo on-line como off-line.

El fabricante resume el proceso analítico en cuatro etapas consecutivas:

“Introducción de la muestra – Pirolisis oxidativa humidificada – Absorción – Determinación cuantitativa del contenido de F, Cl, Br, I y S.”

Tras la combustión, los gases halogenados y sulfurosos se transforman en sus correspondientes aniones (fluoruro, cloruro, bromuro y sulfato). La **cromatografía iónica con supresión secuencial** permite su separación y cuantificación con:

- **Independencia analítica** entre elementos.
- **Amplio rango lineal** incluso en matrices con alta carga orgánica.
- **Sensibilidad adecuada** para residuos y corrientes de proceso.
- **Reproducibilidad elevada** y estabilidad instrumental.



3. Instrumentación

Sistema de combustión CIC

- **Modelo:** CIC-5000 / AQF-5000H
- **Horno HF-500:** 900–1000 °C
- **Absorción:** GA-500 (volumen 5 mL)
- **Programa de combustión:** ABC-500

Características destacadas:

- Control automático de la velocidad del crisol.
- Combustión completa incluso en matrices difíciles.
- Módulos configurables para operación manual o automatizada.
- Integración directa con cromatografía iónica.



Cromatógrafo iónico

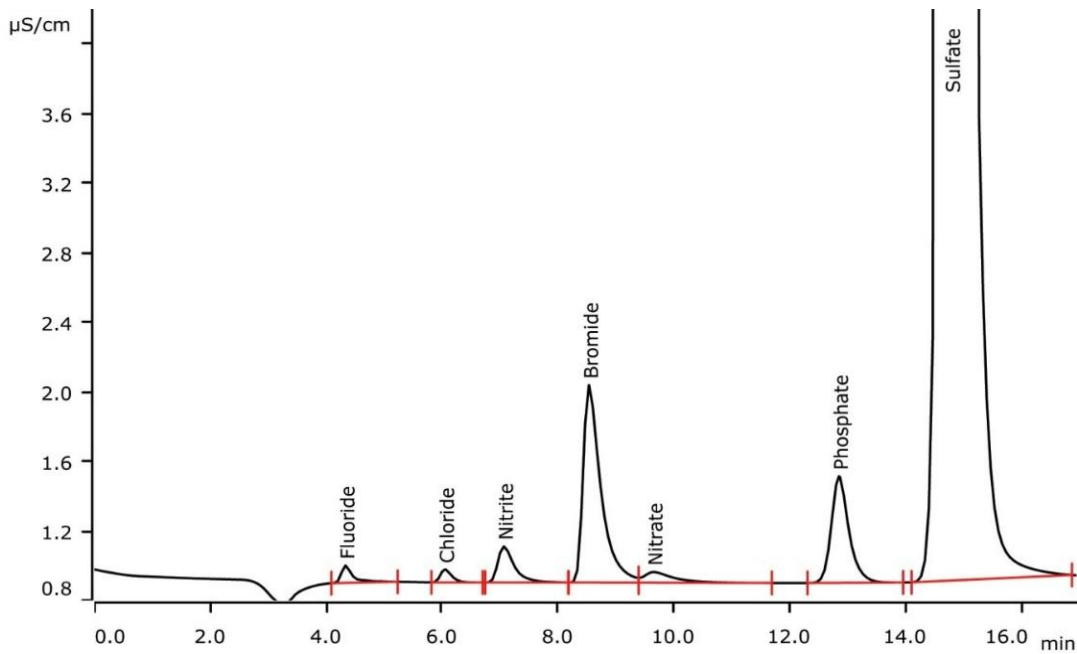
- **Detección:** Conductividad con supresión secuencial.
- **Columnas:**
 - Metrosep A SUPP 5 (150/4.0)
 - Metrosep A SUPP 4/5 Guard (4.0)
- **Condiciones cromatográficas:**
 - Eluyente: 3.2 mmol/L carbonato sódico + 1.0 mmol/L bicarbonato sódico
 - Regenerante: 100 mmol/L ácido sulfúrico
 - Temperatura: 30 °C
 - Flujo: 0.7 mL/min
 - Inyección: 100 µL
 - Presión máxima: 15 MPa

Disolución absorbente

- 300 mg/L H₂O₂
- 1 mg/L fosfato
- Agua ultrapura para lavado



Nittoseiko Analytech



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



4. Preparación de la muestra

Matriz analizada

- **Disolventes orgánicos residuales** procedentes de procesos industriales.

Proceso

La muestra se introduce en el crisol y se somete a **pirolisis oxidativa humidificada** en el horno HF-500 a 900–1000 °C. Los gases generados (HF, HCl, HBr, SO₂, entre otros) se absorben en la disolución GA-500 y posteriormente se analizan mediante cromatografía iónica.

Este enfoque garantiza:

- Oxidación completa de la matriz orgánica.
- Transferencia cuantitativa de los analitos.
- Minimización de artefactos y adsorciones.
- Elevada reproducibilidad incluso en matrices complejas.

5. Procedimiento analítico

1. Preparación del sistema CIC

- Verificar la estabilidad térmica del horno HF-500.
- Preparar la disolución absorbente y comprobar el módulo GA-500.
- Confirmar el correcto funcionamiento del programa ABC-500.

2. Introducción y combustión de la muestra

- Dosificar el volumen de metanol residual en el crisol.
- Iniciar la secuencia de pirolisis oxidativa humidificada.
- Garantizar la transferencia completa de los gases generados.

3. Preparación cromatográfica

- Estabilizar el sistema a 30 °C.
- Verificar el eluyente y el regenerante.
- Ajustar el flujo y preparar la inyección.

4. Análisis y cuantificación

- Inyectar la disolución absorbente en el cromatógrafo iónico.
- Registrar los picos de F⁻, Cl⁻, Br⁻ y SO₄²⁻.
- Calcular las concentraciones en mg/kg según la curva de calibración.





Nittoseiko Analytech

6. Resultados analíticos

Elemento	Concentración (mg/kg)
Flúor	2.5
Cloro	7.1
Bromo	147
Azufre	631.2

Los resultados muestran una **elevada presencia de bromo y azufre**, lo que sugiere contaminación procedente de procesos de síntesis o degradación de compuestos bromados y sulfurosos.

7. Conclusiones

La tecnología **CIC** se confirma como una herramienta robusta y precisa para la caracterización de disolventes residuales. Su capacidad para **cuantificar simultáneamente halógenos y azufre**, junto con la estabilidad del proceso de combustión y la sensibilidad de la cromatografía iónica, la convierten en una solución idónea para laboratorios que requieren:

- Control elemental avanzado
- Cumplimiento normativo
- Trazabilidad completa del proceso analítico
- Evaluación de residuos y corrientes de proceso complejas

Los sistemas **AQF-5000H/V** y **CIC-5000** de Nittoseiko Analytech ofrecen una plataforma fiable, reproducible y adaptable a diferentes matrices, consolidándose como referencia en la determinación de halógenos y azufre en entornos industriales.

Autor: Julio Cruces

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

Junio 2026

