

Nota de Aplicación Técnica

Determinación de Flúor en Arcillas y Caolines mediante Combustión Asociada a Cromatografía Iónica (CIC)

1. Introducción

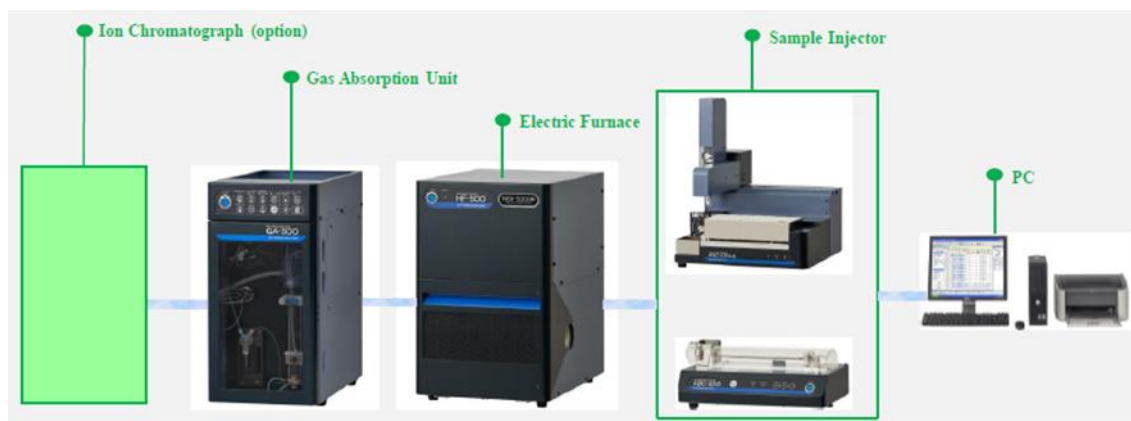
La determinación de flúor en arcillas y caolines es un parámetro esencial en la industria cerámica, minera y de materiales. La presencia de halógenos influye en la calidad del producto final y en la estabilidad de los procesos térmicos. El método **CIC (Combustión + Cromatografía Iónica)** permite cuantificar el flúor con alta precisión incluso en matrices minerales complejas, combinando una descomposición térmica controlada con una separación iónica selectiva.



El análisis se basa en el principio de **hidrólisis pirolítica humidificada**, según el cual:

“La muestra se descompone térmicamente en atmósfera de Argón y luego oxidada en atmósfera de oxígeno en presencia de agua suministrada con el gas argón humidificado. Los halógenos presentes en la muestra entonces se convierten en halogenuros y el azufre pasa a óxidos de Azufre.”

Los gases generados se absorben en una disolución de agua oxigenada/agua y posteriormente se analizan mediante cromatografía iónica, en modo **on-line** u **off-line**.



2. Principio Analítico

El método CIC combina tres etapas consecutivas:

I. Pirolisis en atmósfera de argón (Ar)

La muestra (10–20 mg), mezclada con **WO₃** como aditivo (25 mg + 25 mg adicionales), se introduce en una navecilla cerámica y se somete a temperaturas de **1000–1100 °C** en un tubo de cuarzo relleno de lana de cuarzo.

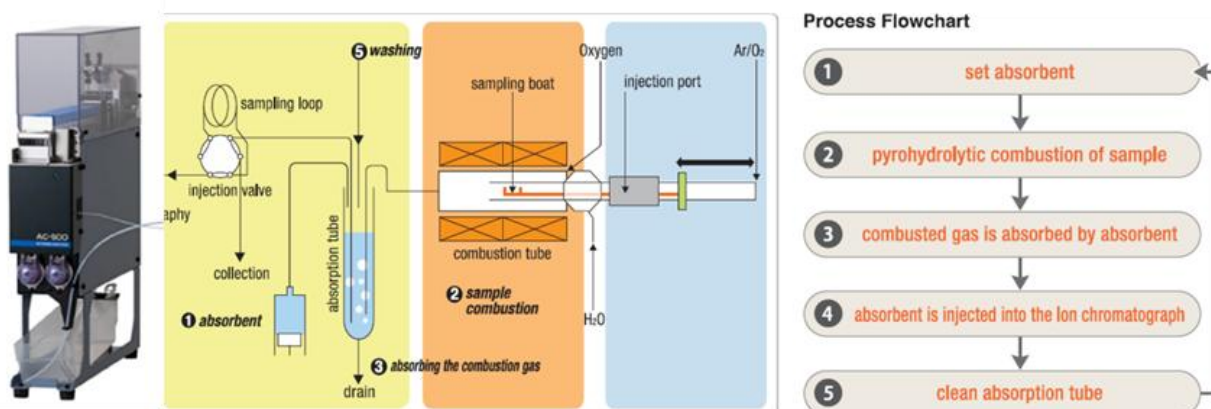
Nittoseiko Analytech

II. Oxidación humidificada en atmósfera de oxígeno (O₂)

La presencia de vapor de agua, suministrado mediante argón humidificado, favorece la conversión de los halógenos a halogenuros y del azufre a óxidos.

III. Absorción y análisis

Los gases generados se capturan en una disolución absorbente (agua oxigenada/agua) contenida en un **tubo absorbente de 10 mL**. El volumen absorbente utilizado es de **5 mL**. La disolución resultante se analiza mediante cromatografía iónica.



3. Configuración Instrumental

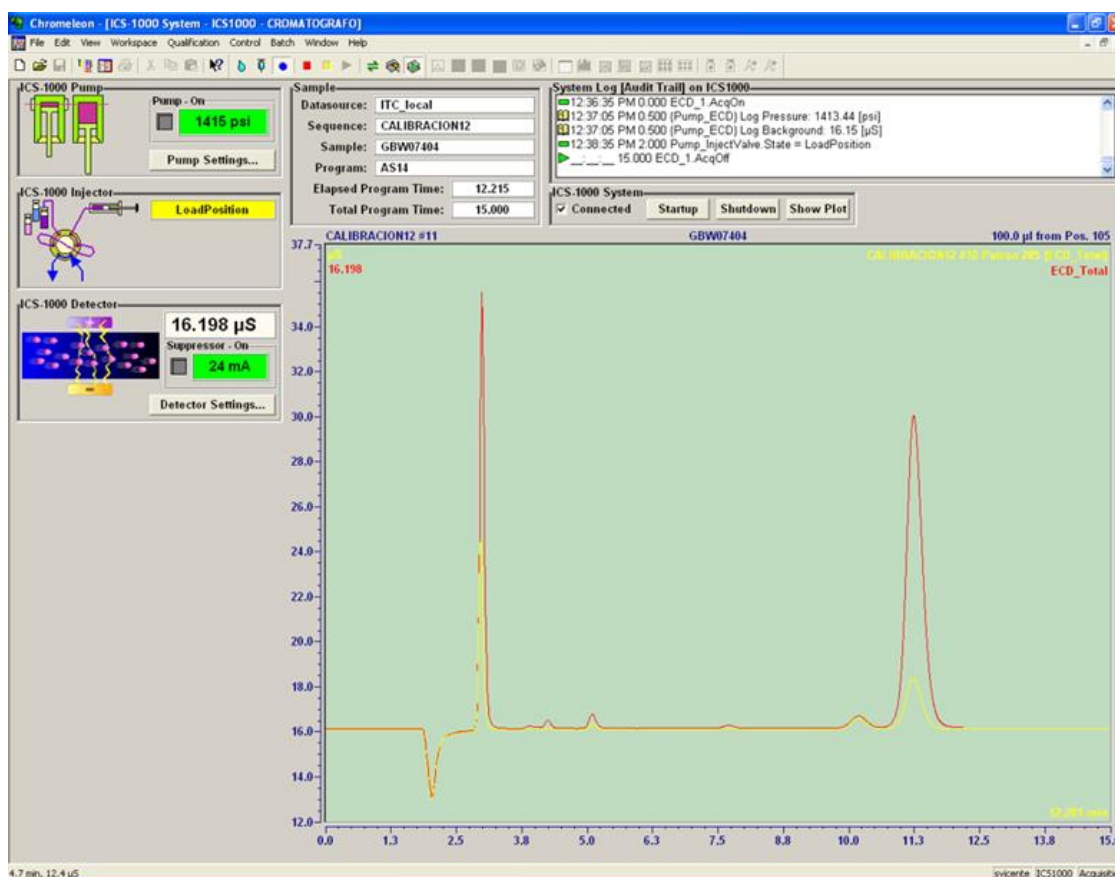
Sistema AQF-5000H

- **Horno HF-500**
 - Temperatura entrada: 1000 °C
 - Temperatura salida: 1100 °C
 - Flujo Ar: 200 mL/min
 - Flujo O₂: 400 mL/min
- **Módulo GA-500**
 - Volumen absorbente: 5 mL
 - Loop de muestra: 100 µL
 - Suministro de agua: 1 mL/min
 - Flujo Ar humidificado: 100 mL/min
- **Tubo absorbente:** 10 mL
- **Modo de operación:** Volumen constante
- **Sistemas asociados:**
 - **AC-500** (recogida de disoluciones)
 - **ABC-500 o ASC-570LS** (introducción de muestra)

Cromatografía Iónica

- **Cromatógrafo:** DX-120 o Shimadzu Exera
- **Columna:** Dionex IonPac AG12A / AS12A
- **Eluyente:** 2.7 mM Na₂CO₃ + 0.3 mM NaHCO₃
- **Flujo:** 1.50 mL/min
- **Detector:** Conductividad

- **Supresor:** ASRS-4 mm
- **Tiempo de análisis:** 15 min
- **Loop de inyección:** 100 µL (GA-210)
- **Calibración:** F entre 0.1 y 1 ppm



4. Resultados

El método muestra una excelente repetibilidad en todas las muestras analizadas:

Muestra	F (ppm) 1º	F (ppm) 2º	F (ppm) 3º	Media (ppm)	%RSD
Caolín (CO ₃ Ca)	35.3	34.3	35.6	35	1.9 %
Caolín (Na ₂ CO ₃)	112.9	114.6	107.4	110	3.4 %
1600 PRE	1090.5	1016.1	1042.4	1050	3.6 %
GNES-400	737.6	763.8	755.7	753	1.8 %

Los valores obtenidos abarcan desde concentraciones bajas (35 ppm) hasta niveles superiores a 1000 ppm, manteniendo siempre una variabilidad controlada.

5. Conclusiones

El método CIC aplicado a arcillas y caolines demuestra una **solidez analítica notable**, capaz de ofrecer resultados consistentes incluso en matrices minerales exigentes. La combinación de pirólisis controlada, oxidación humidificada y cromatografía iónica proporciona un flujo de trabajo estable, reproducible y adecuado para laboratorios que requieren precisión en la determinación de flúor.

Los resultados obtenidos, con **%RSD inferiores al 4 %**, confirman que la configuración instrumental empleada —HF-500, GA-500, AC-500 y cromatografía iónica con columna AS12A— responde con fiabilidad en todo el rango de concentraciones estudiado.

Más allá del rendimiento técnico, esta aplicación refleja la manera en que **INSTRU acompaña a sus clientes**: no solo suministrando equipos, sino aportando **criterio analítico, soporte experto y soluciones adaptadas a cada laboratorio**. Nuestro objetivo es consolidarnos como un **partner confiable**, capaz de integrar tecnología, conocimiento y acompañamiento técnico para que cada cliente pueda trabajar con seguridad, trazabilidad y resultados verificables.

En definitiva, este método no solo demuestra la capacidad del sistema CIC, sino también el compromiso de INSTRU con una **instrumentación analítica responsable, útil y orientada a las necesidades reales del laboratorio**.

Autor: Julio Cruces

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

Julio 2026