

# Cromatografía iónica con combustión



Determinación rápida y fiable de halógenos y azufre

# Combustión, digestión y cromatografía iónica combinadas en un mismo y único sistema

02

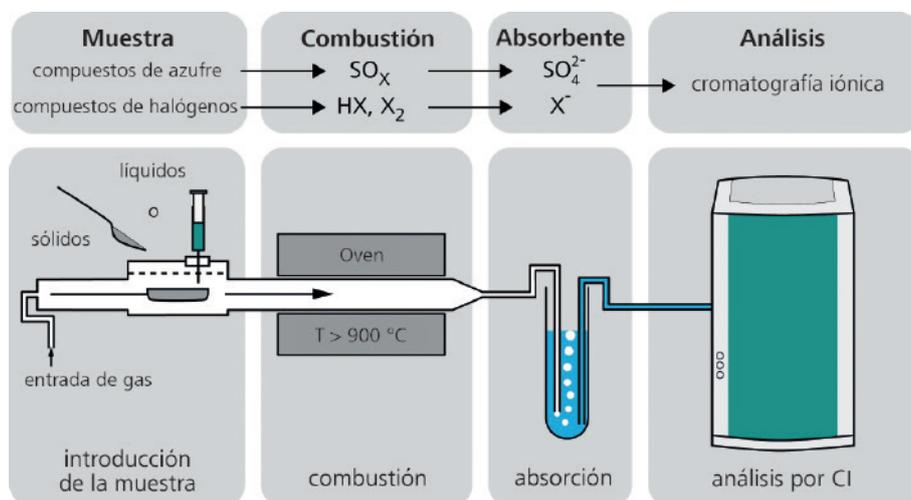
La cromatografía iónica con combustión (CIC) amplía el campo de aplicación de la cromatografía iónica a todos los tipos de muestras combustibles. En ella se pone el acento sobre todo en la determinación simultánea de los diferentes halógenos y del azufre en una amplia variedad de matrices diferentes.

El sistema CIC de Metrohm, que incluye también la preparación de las muestras, está completamente automatizado. La CIC supera claramente los métodos de digestión offline, tanto en lo que respecta al volumen de muestras procesadas como a la precisión y exactitud de los resul-

tados. A diferencia de otros métodos alternativos, con la CIC es posible determinar por separado las concentraciones de los diferentes halógenos.

## El principio

El primer paso de la CIC es la digestión de la muestra en una atmósfera de argón en el horno, tras lo cual tiene lugar la combustión con oxígeno y agua (Pyrohydrolyse). En el 920 Absorber Module, los compuestos gaseosos resultantes pasan a una solución de absorción, la cual se transfiere inline al sistema de cromatografía iónica de Metrohm en el que se efectúa el análisis.



Esquema de un sistema completo de CI con combustión.

Configuración con un 930 Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg, un 920 Absorber Module y un Combustion Module de Analytik Jena equipado con un potente cambiador de muestras.



## Las ventajas de la CIC en breve

- Extensión del campo de aplicación de la CI a todo tipo de muestras combustibles (sólidas, líquidas y gaseosas)
- Determinación simultánea de azufre y halógenos
- Determinación de la concentración de cada halógeno
- Ideal para el control de los últimos estándares analíticos para identificar productos libres de halógenos (RoHS, WEEE, ...).
- Elevado número de muestras, alta precisión y exactitud
- Software de cromatografía iónica MagIC Net para el control y la gestión de los datos: toda la información reunida en una tabla o un informe de muestras
- Sensor de llama para un tiempo de combustión óptimo con un método universal
- Cumplimiento de las normas FDA y GLP
- Calibración con tan solo un estándar gracias a la técnica Partial Loop Injection inteligente de Metrohm (MiPT)
- Preparación de muestras completamente automática para muestras sólidas y líquidas con un solo cambiador de muestras modular

03

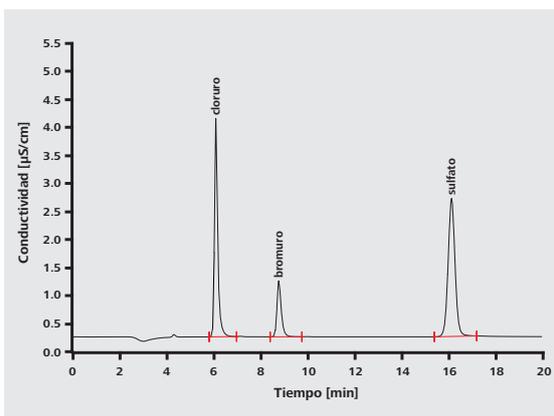


## Aplicaciones

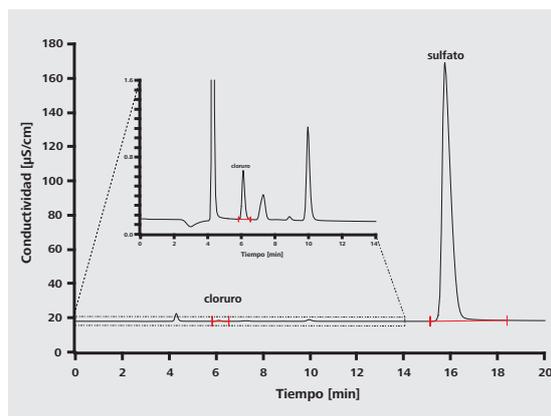
La CIC es ideal para los análisis frecuentes y habituales en una amplia variedad de campos, pues no requiere conocimientos previos específicos sobre la matriz de muestra ni un desarrollo complicado de métodos. El uso de la CIC se recomienda para el control de calidad de materias primas, productos intermedios y acabados. Este método también es apto para la supervisión sencilla y exacta del cumplimiento de leyes, normas y exigencias reglamentarias relevantes en el campo del análisis medioambiental (por ej. DIN EN 228, IEC 605021, (RoHS, WEEE, ...))

Ejemplos de campos de aplicación y productos para los cuales son posibles los análisis de cromatografía iónica con combustión:

- Sustancias de importancia ecológica (petróleo, residuos plásticos, vidrio, carbón activado, ...)
- Componentes electrónicos (tarjetas de circuitos impresos, resinas, cables, materiales aislantes, ...)
- Combustibles (gasolina, queroseno, petróleo crudo, fueloil, carbón, butano, propano, gas natural, catalizadores, ...)
- Polímeros plásticos (como el polietileno, polipropileno ...)
- Colorantes (pigmentos, pinturas, ...)
- Productos farmacéuticos (materias primas, productos intermedios y acabados, ...)
- Alimentos (aceites, especias, aromatizantes, fragancias, ...)



Determinación de halógenos y azufre en pellets de polietileno certificados ERM-EC681k: cloruro: 102.4%, bromuro 95.4%, azufre 100.3%. Volumen de inyección 20 µL

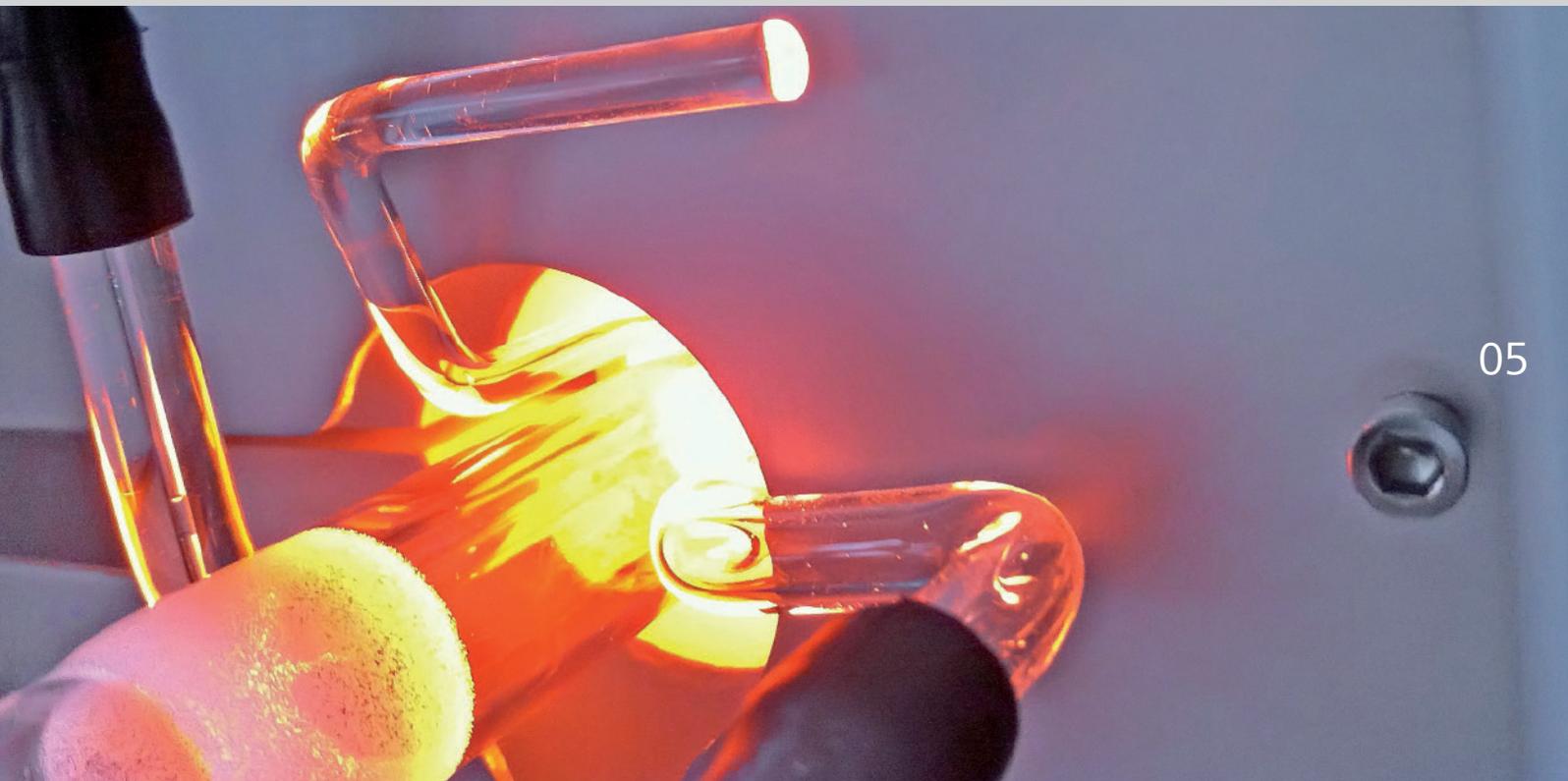


Determinación de halógenos y azufre en material de referencia de carbón NIST 2682b: cloruro: 103.4%, azufre 96.8%. Volumen de inyección 100 µL

Condiciones (ambos análisis): Metrosep A Supp 5 150/4.0; eluyente: 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 1.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$ , 0.7 mL/min; temperatura de la columna 30 °C; temperatura del horno 1050 °C; solución de adsorción: 100 mg/L  $\text{H}_2\text{O}_2$

### La CIC de Metrohm cumple numerosas normas y estándares internacionales, por ejemplo:

- |                      |  |
|----------------------|--|
| <b>ASTM D7359-14</b> | Método de prueba estándar para flúor, cloro y azufre totales en hidrocarburos aromáticos y sus mezclas por combustión pirohidrolítica oxidante seguida de detección por cromatografía iónica (cromatografía iónica con combustión – CIC) |
| <b>UOP991-13</b>     | Cloruro, fluoruro y bromuro en materias líquidas orgánicas por cromatografía iónica con combustión (CIC).  |
| <b>ASTM D5987-96</b> | Método de prueba estándar para flúor total en carbón y coque por extracción pirohidrolítica y electrodo ionselectivo o métodos de cromatografía iónica   |
| <b>ASTM D7994-17</b> | Elemento de trabajo para F, Cl, S en combustión de GLP   |



Un sensor de llama mide la intensidad de la luz en el módulo de combustión y controla automáticamente la digestión por combustión.

### Control automático de la digestión

El nuevo sistema CIC de Metrohm está formado por un Combustion Module de Analytik Jena y un componente de absorción y CI de Metrohm. En el Combustion Module la digestión de las muestras se controla automáticamente. El principio es simple: una fibra óptica transporta la luz emitida durante la combustión por el horno pirolítico a un sensor óptico. Este mide la intensidad de la luz y controla el avance hacia el horno de la navicilla de muestra de forma proporcional a dicha intensidad. Gracias a ello se optimiza la duración de la combustión para garan-

tizar siempre una combustión completa (se evita la formación de hollín). Además, ya no hay necesidad de prever tiempos de espera como márgenes de seguridad.

Gracias al control automático de la digestión de la muestra, no es necesario desarrollar un método para la combustión. Con el mismo «método universal» se pueden procesar diferentes muestras y diferentes volúmenes de muestras.

### Cambiador de muestras

El cambiador de muestras MMS 5000 realiza la entrega totalmente automática de muestras sólidas o líquidas. Este cambiador de muestras multimatriz se puede adaptar sencilla y rápidamente para muestras líquidas o sólidas con solo cambiar el kit correspondiente. Esto no influye en absoluto en el sistema de combustión, el cual se puede poner nuevamente en funcionamiento en unos pocos minutos.

das con solo cambiar el kit correspondiente. Esto no influye en absoluto en el sistema de combustión, el cual se puede poner nuevamente en funcionamiento en unos pocos minutos.



CIC automatizada. El MMS 5000 puede trabajar tanto con muestras sólidas como líquidas.

## Funcionamiento fiable bajo alta presión con el LPG/GSS Gas Module y LPG Module

06

El LPG/GSS Gas Module permite analizar muestras gaseosas (GSS) y de gas licuado (GLP), así como gas natural, utilizando la CIC. El Módulo de GLP permite el análisis de gases que están bajo una presión aún mayor y se usa específicamente para este análisis. El volumen dosificado se puede seleccionar libremente, gracias a lo cual es posible calibrar un amplio rango de concentraciones sin necesidad de un estándar de gas adicional. Además, gracias a los trayectos separados para el paso del GPL y el GSS en los módulos de gas LPG/GSS, se elimina al mismo tiempo todo riesgo de contaminación.

Una válvula de dosificación especial con refrigeración Peltier se utiliza para dosificar gases licuados, impidiendo así la liberación prematura de la muestra. Después de la introducción de la muestra, se vaporiza el gas licuado en una cámara con calefacción. Esto permite convertir al estado gaseoso incluso aquellos componentes de más difícil volatilización. Para ello, la muestra se transfiere completamente al sistema de combustión en un proceso que es apoyado también por un flujo permanente de argón como gas de lavado. De esta forma se eliminan los efectos memoria.

2.136.0720  
el LPG/GSS Gas Module  
para analizar gases en  
estado líquido y gaseoso

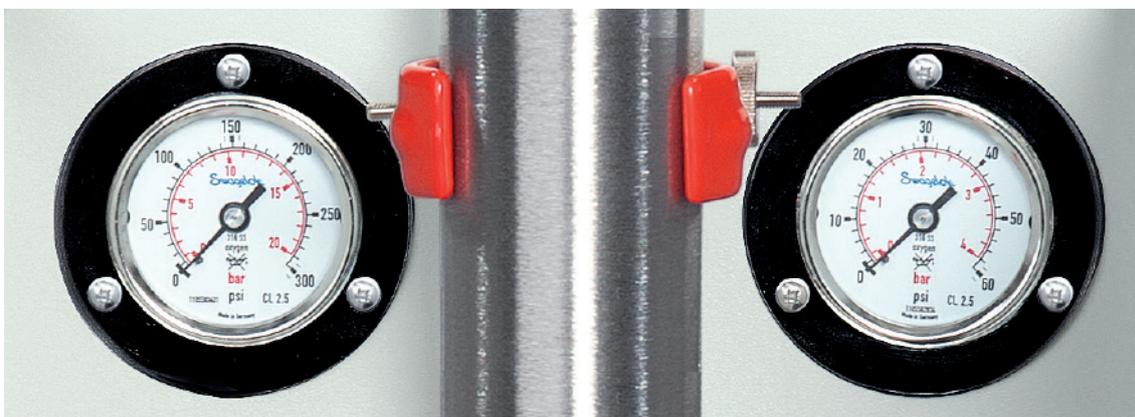


2.136.0740  
LPG Module para  
analizar LPG



### Parámetros importantes en el análisis de gas mediante CIC

	LPG/GSS Gas Module		LPG Module
<b>Presión del cilindro de toma de muestras</b>	Máx. 18 bar (260 psi)	Máx. 250 bar (3625 psi)	Máx. 31 bar (450 psi)
<b>Presión de la válvula de toma de muestras</b>	Determinada por el cilindro	0.7–1.7 bar, normalmente 1 bar	Determinada por el cilindro
<b>Volumen de muestra</b>	1–250 $\mu$ L en pasos de 1- $\mu$ L	1–65 mL en pasos de 250- $\mu$ L	1–250 $\mu$ L en pasos de 1- $\mu$ L
<b>Temperatura de la cámara de separación</b>	85 °C	–	85 °C



## Características generales de la CIC

08

### Sencilla operación

Después de crear la tabla de muestras, el sistema CIC funciona de forma totalmente automática. Todos los parámetros son controlados por el software MagIC Net. Como el sistema se desconecta automáticamente después de cada serie de determinaciones, se ahorran costes, por ejemplo, cuando se utilizan gases de precio elevado.

### Elevada flexibilidad

Gracias al cambiador de muestras MMS 5000, el sistema es sumamente flexible. Este cambiador se puede adaptar en solo dos minutos para trabajar con muestras líquidas en lugar de sólidas o viceversa, es decir que se requiere un solo cambiador para todas las muestras. Y además no hay necesidad de reajustar los equipos, por ejemplo el tubo de gas, cuando se cambia de un tipo de muestra a otro, lo cual se traduce en un valioso ahorro de tiempo.



### Calibración rápida y sencilla

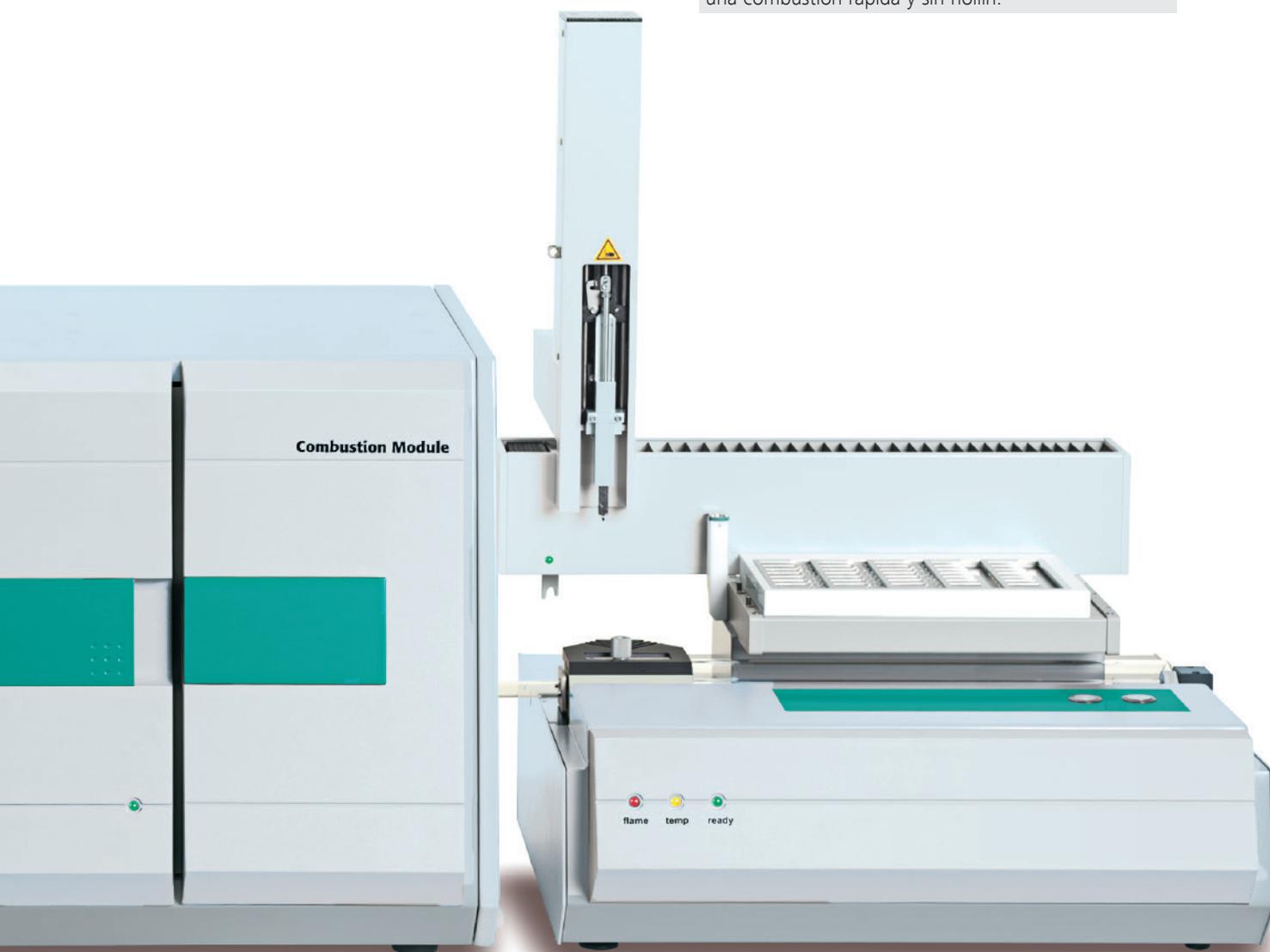
Gracias a la técnica Partial Loop Injection inteligente de Metrohm (MiPT), la calibración se puede efectuar de forma rápida, fiable y, sobre todo, automática, utilizando un solo estándar multiiónico. Este procedimiento ahorra tiempo y es menos propenso a los errores.

### Fiabilidad

La CIC supera claramente los métodos de digestión offline, tanto en lo que respecta al volumen de muestras procesadas como a la precisión y exactitud de los resultados. También los estándares de control para la calibración y los materiales de referencia para las muestras aumentan la fiabilidad de la CIC.

### Tecnología de sensor de llama

Tanto si se analizan muestras sólidas como líquidas o si varía el volumen de muestras procesadas, el sensor de llama optimiza el proceso de combustión, garantizando una combustión rápida y sin hollín.



### Sin necesidad de estándar interno

El software MagIC Net documenta todos los líquidos que se agregan a la solución de absorción. Gracias a ello, no se necesita ningún estándar interno en dicha solución y se evitan los efectos de dilución no deseados, así como cualquier interferencia entre el estándar interno y los analitos en el cromatograma.

## Perfecta manipulación de líquidos con el 920 Absorber Module

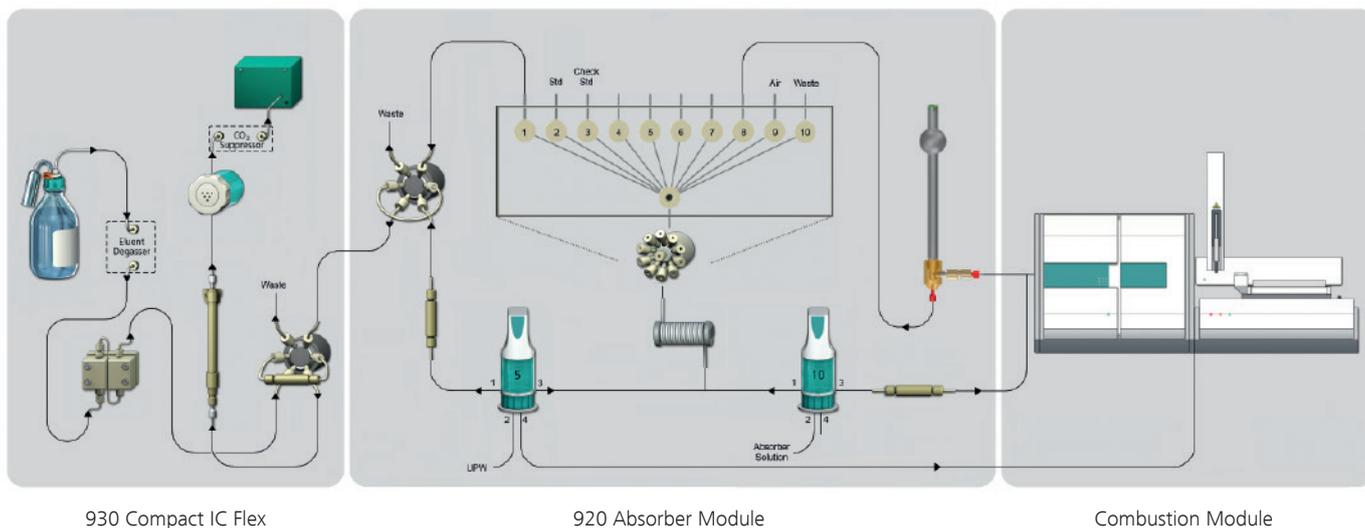
10

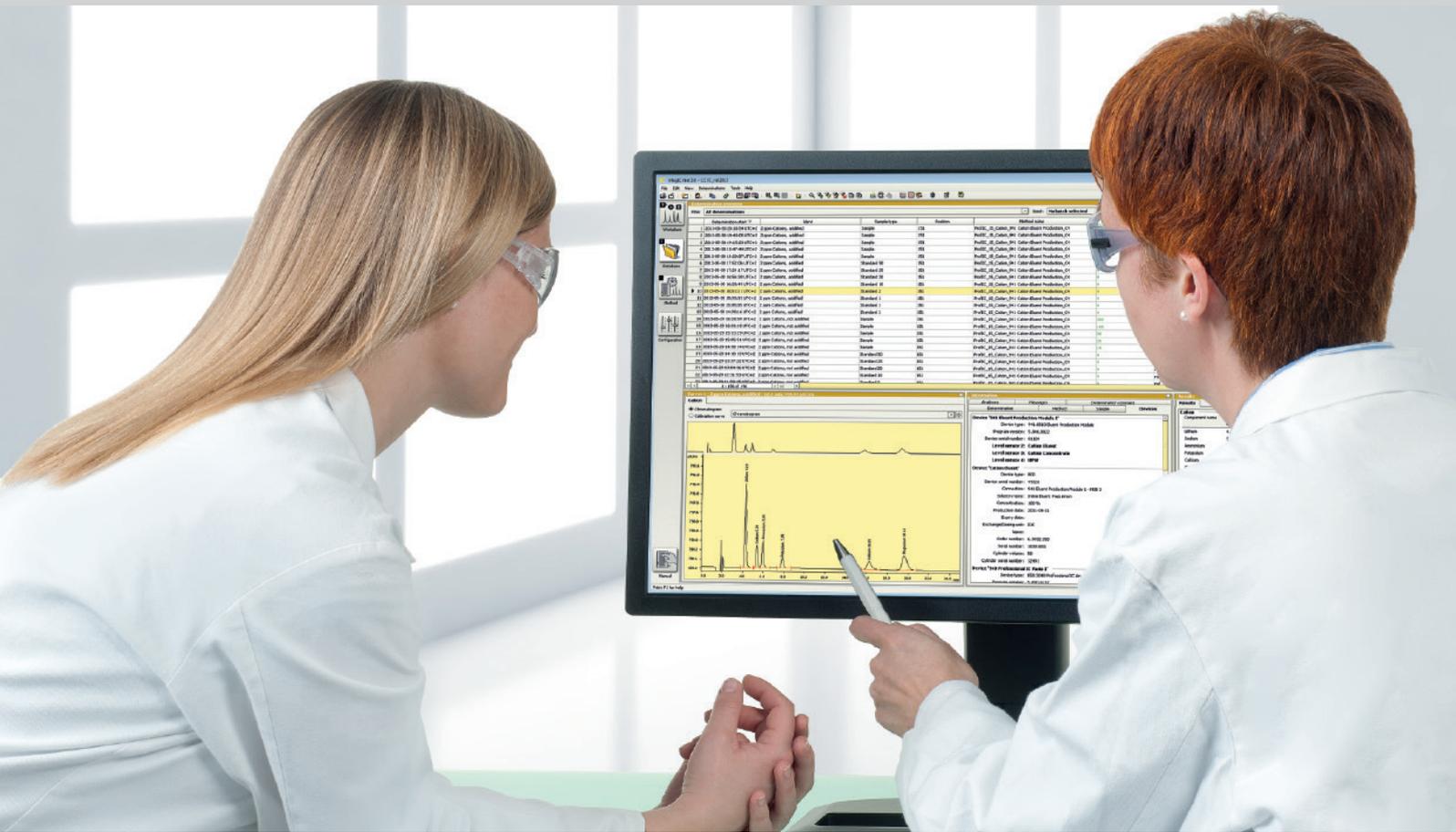
En el sistema CIC de Metrohm, el Combustion Module y el cromatógrafo iónico están unidos a través del 920 Absorber Module, el cual se encarga de la solución de los compuestos gaseosos del analito en un tubo de absorción. Este sistema de manipulación de líquidos profesional incluye también la conexión de entrada agua para la combustión, la eliminación de matriz del peróxido de hidrógeno (agente oxidante) y los procedimientos de lavado.

Se cuenta además con la posibilidad de calibrar automáticamente el sistema de análisis desde un solo estándar multiiónico utilizando la técnica Partial Loop Injection inteligente de Metrohm (MiPT). Como la MiPT permite in-

yectar diferentes volúmenes (4–200  $\mu\text{L}$ ), cubre un muy amplio rango de concentraciones. Para la manipulación de líquidos se dispone de una válvula de 10 puertos, una válvula de inyección de 6 puertos y dos unidades de dosificación patentadas de tipo 800 Dosino de Metrohm.

El Absorber Module también se puede utilizar como cambiador de muestras en modo semi-online para la absorción directa de compuestos gaseosos ( $\text{NH}_3$ ,  $\text{HNO}_2$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{SO}_2$ ) del aire. Esta variante permite supervisar, entre otros, los ácidos orgánicos volátiles (ácido clorhídrico, ácido sulfúrico) en gases de desecho de procesos o monitorear la calidad del aire en los lugares de trabajo.





## Sencilla operación gracias al software MagIC Net

El sistema CIC completo se controla con el acreditado software de cromatografía iónica MagIC Net. Este ofrece una gran flexibilidad para la configuración, el diseño y la programación de métodos. Cuenta con una amplia variedad de funciones de control y supervisión. MagIC Net cumple todos los requisitos de las normas FDA y GLP y está disponible en numerosos idiomas. El software se entrega con un moderno sistema de gestión de datos y un eficaz generador de informes.

MagIC Net garantiza el manejo sencillo, seguro y robusto del sistema. Gracias al concepto de operación inteligente del software, el usuario tiene en todo momento una vista de conjunto de todas las cantidades de líquido que se introducen en la solución de absorción, y esto le permite trabajar sin un estándar interno u otras ayudas.

# Información para los pedidos

Metrohm ofrece el sistema completo, con instalación, servicio y formación incluidos, todo del mismo proveedor.

## Instrumentos

### Combustion IC paquete

#### 2.930.9010 Metrohm Combustion IC PP. El paquete incluye:

2.930.2560	Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.920.0010	Absorber Module
2.136.0700	Combustion Module (horno y ABD)
6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.020	Adapter for Vario por MSM
6.6059.321	MagIC Net 3.2 Compact
6.1006.340	Metrosep A PCC 2 HC/4.0

#### 2.930.9020 Metrohm Combustion IC DR. El paquete incluye:

2.930.2460	Compact IC Flex Oven/SeS/Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.920.0010	Absorber Module
2.136.0700	Combustion Module (horno y ABD)
6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.020	Adapter para Vario por MSM
6.6059.321	MagIC Net 3.2 Compact
6.1006.340	Metrosep A PCC 2 HC/4.0
2.800.0020	800 Dosino
6.3032.120	Dosing Unit 2 mL

2.136.0700	Combustion Module (horno y ABD)
2.136.0710	Auto Boat Drive (ABD)
2.136.0720	LPG/GSS Module (con conexión a ABD)
2.136.0730	Combustion Module (horno y LPG/GSS, con conexión directa 6.7304.030 al horno).
2.136.0740	LPG Module (incluido el acoplamiento a ABD)
2.136.0750	Combustion Oven
6.7304.030	Conexión directa del LPG/GSS Module al horno

### Cambiadores de muestras

2.136.0800	Autosampler MMS 5000 (gradilla de muestras no incluida)
6.7302.000	Kit MMS 5000 para muestras sólidas
6.7303.000	Kit MMS 5000 para muestras líquidas

### Columnas

6.01032.420	Metrosep A Supp 17 - 150/4.0
6.01032.500	Metrosep A Supp 17 Guard/4.0

[www.metrohm.com](http://www.metrohm.com)

