

**ESTUDIO DE FACTIBILIDAD TÉCNICA PARA TRANSFORMAR EL
ÁCIDO SULFÚRICO Y AMONÍACO DECOMISADOS EN SUPERFOSFATO
DE AMONIO**

**INGRID BIBIANA RAMÍREZ SILVA
MARTHA JULIANA ORDÓÑEZ GALÁN**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA
2004**

**ESTUDIO DE FACTIBILIDAD TÉCNICA PARA TRANSFORMAR EL
ÁCIDO SULFÚRICO Y AMONIACO DECOMISADOS EN SUPERFOSFATO
DE AMONIO**

**INGRID BIBIANA RAMÍREZ SILVA
MARTHA JULIANA ORDÓÑEZ GALÁN**

**Trabajo de grado para optar al título de
QUÍMICO**

**Director
JOSÉ CARLOS GUTIERREZ
MSc Químico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2004

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
1. DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO	4
1.1 INTRODUCCIÓN	4
1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	4
1.3 JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO	5
2. SUSTANCIAS QUÍMICAS CONTROLADAS	7
2.1 INTRODUCCIÓN	7
2.2 NORMATIVIDAD VIGENTE A 2002	7
2.3 DEFINICIÓN	11
2.3.1 Descripción de las sustancias químicas controladas, base de estudio (Ácido sulfúrico y amoniaco)	13
2.3.2 Estadísticas a nivel nacional de los insumos químicos controlados, Base de estudio- en el período 1999-2002	17
3. FERTILIZANTES	18
3.1 INTRODUCCIÓN	18
3.2 DEFINICIÓN	18
3.3 ELEMENTOS PRINCIPALES PARA EL CRECIMIENTO VEGETAL	18
3.4 ELEMENTOS SECUNDARIOS PARA EL CRECIMIENTO VEGETAL	19
3.5 FERTILIZANTES QUÍMICOS	19
3.5.1 Fertilizante simple o primario	19
3.5.2 Fertilizante compuesto o complejo	20

3.6	ESTADO FÍSICO Y PROPIEDADES QUÍMICAS DE LOS FERTILIZANTES	22
3.6.1	Poder de acidificación y basicidad residual	23
3.6.2	Solubilidad	23
3.7	EFFECTOS DE LOS FERTILIZANTES	24
3.8	ANÁLISIS DEL MERCADO	25
3.8.1	Comportamiento de los fertilizantes en el mundo	25
3.8.2	Comportamiento de los fertilizantes en Colombia	27
3.8.3	Mercado del superfosfato triple en el mundo	30
3.8.4	Análisis del comportamiento comercial del TSP en Colombia	33
4.	QUÍMICA DEL FERTILIZANTE	35
4.1	INTRODUCCIÓN	35
4.2	ROCA FOSFÓRICA	35
4.3	SUPERFOSFATO SIMPLE Y TRIPLE	36
4.3.1	Fosfato tricálcico	36
4.3.2	Fosfatos de magnesio	37
4.3.3	Carbonatos de calcio y de magnesio	37
4.3.4	Fluoruros	37
4.3.5	Silicatos	38
4.3.6	Óxidos de Hierro	38
4.3.7	Alúmina	39
4.4	SUPERFOSFATO DE AMONIO	39
5.	DESCRIPCIÓN DE PRUEBAS	41
5.1	INTRODUCCIÓN	41
5.2	PRUEBAS PARA LA ROCA FOSFÓRICA	41
5.2.1	Análisis físico	41
5.2.2	Análisis Granulométrico	41

5.2.3	Análisis elemental	42
5.3	PROCESOS PARA LA OBTENCIÓN DEL SUPERFOSFATO AMONIO	42
5.4	ANÁLISIS DE LOS SUPERFOSFATOS	47
5.4.1	Análisis físico	47
5.4.2	Análisis elemental	47
6.	ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE DATOS	49
6.1	INTRODUCCIÓN	49
6.2	CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LA ROCA FOSFÓRICA	49
6.2.1	Análisis físico	49
6.2.2	Análisis granulométrico	50
6.2.3	Análisis elemental	50
6.3	PROCESOS PARA LA OBTENCIÓN DE SUPERFOSFATO DE AMONIO	52
6.4	DESCRIPCIÓN DE LOS PRODUCTOS	57
6.4.1	Superfosfato simple	57
6.4.2	Superfosfato triple	58
6.4.3	Mezcla de Superfosfatos	58
6.4.4	Superfosfatos de Amonio	59
7.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	68
7.1	CONCLUSIONES	68
7.2	RECOMENDACIONES	70
	BIBLIOGRAFÍA	72
	ANEXOS	75

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
1. Destrucción de insumos químicos decomisados en campo.	4
2. Destrucción de insumos químicos decomisados en sitios de almacenamiento	5
3. Ácido Sulfúrico incautado	13
4. Amoníaco incautado	16
5. Análisis gráfico de las estadísticas de las sustancias químicas decomisadas en el período 1999-2002	17
6. Consumo mundial de fertilizantes (1920-1999)	25
7. Consumo mundial de fertilizantes (1960-1999).	26
8. Productores de fertilizantes en Colombia	28
9. Ventas de fertilizantes	28
10. Comportamiento del mercado de los fosfatos en Colombia 1987-1998	30
11. Distribución del uso del TSP a nivel mundial	31
12. Distribución mundial del consumo del TSP	31
13. Distribución de la producción mundial de TSP	32
14. Comportamiento de la demanda en Colombia de TSP 1987-1998	33
15. Comportamiento del mercado de TSP en Colombia 1987-1998	34
16. Roca fosfórica proporcionada por ABIMGRA LTDA	41
17. Montaje para la producción de los Superfosfatos	43
18. Determinación de Fósforo mediante el método volumétrico	47
19. Superfosfatos prueba # 1. Proceso monofásico	58
20. Superfosfatos prueba # 4. Proceso monofásico	59

LISTA DE TABLAS

	Pág.
1. Clasificación de las sustancias Químicas	11
2. Sustancias Químicas controladas en Colombia.	12
3. Tiempos de reacción de la mezcla para la obtención del superfosfato simple, proceso bifásico.	43
4. Tiempos de reacción de la mezcla para la obtención del superfosfato triple, proceso bifásico.	44
5. Tiempos de reacción de la mezcla para la obtención del superfosfato simple, proceso monofásico.	45
6. Tiempos de reacción de la mezcla para la obtención de los superfosfatos, proceso monofásico.	46
7. Análisis físico de las rocas fosfóricas suministradas por ABIMGRA LTDA.	49
8. Análisis granulométrico de las rocas fosfóricas.	50
9. Determinación de fósforo en la roca fosfórica, expresado como %P ₂ O ₅ .	50
10. Determinación de Silicio en la roca fosfórica, expresado como %SiO ₂ .	51
11. Determinación Volumétrica de Calcio, expresado como %CaO.	51
12. Determinación de metales en la roca fosfórica, mediante absorción Atómica.	52
13. Especificaciones para las dos pruebas realizadas en el proceso bifásico	54
14. Propiedades del ácido fosfórico extraído.	54
15. Adición de amoníaco a los superfosfatos triples, proceso bifásico.	55

16. Especificaciones para las cuatro pruebas realizadas en el proceso bifásico.	56
17. Adición de amoniaco a los superfosfatos, proceso monofásico.	56
18. Porcentaje de fósforo asimilable en los superfosfatos de amonio proceso bifásico.	61
19. Porcentaje de fósforo asimilable en los superfosfatos de amonio, proceso monofásico.	61
20. Porcentaje de nitrógeno en los superfosfatos de amonio, proceso bifásico.	62
21. Porcentaje de nitrógeno en los superfosfatos de amonio, proceso monofásico.	62
22. Determinación de silicio en los productos. Proceso bifásico expresado como %SiO ₂ .	63
23. Determinación de silicio en los productos. Proceso Monofásico expresado como %SiO ₂ .	63
24. Determinación de calcio en los productos. Proceso bifásico expresado como % CaO.	63
25. Determinación de calcio en los productos. Proceso Monofásico expresado como % CaO.	63
26. Determinación de metales en los productos. Proceso bifásico mediante absorción atómica.	64
27. Determinación de metales en los productos. Proceso monofásico mediante absorción atómica.	64
28. Especificaciones del proceso bifásico	66
29. Especificaciones del proceso monofásico	67

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Análisis Granulométrico.	75
Anexo B. Determinación de %P ₂ O ₅	80
Anexo C. Determinación de %SiO ₂	82
Anexo D. Método volumétrico para la determinación de calcio % CaO.	84
Anexo E. Determinación de %N, método Kjeldahl.	86
Anexo F. Curvas de calibración para absorción atómica de Ca, Al, Fe, Pb y Mg.	88

GLOSARIO

ABONO: Sustancia Orgánica o artificial con que se abona la tierra.

Un abono artificial es un producto químico aplicado a un terreno para mejorar sus características y aumentar su fertilidad. Sustancias típicas de este grupo son los sulfatos, fosfatos, nitratos de amonio y sodio, calcio y escorias básicas.

Un abono natural es materia de alimento suministrada a las plantas cultivados en forma de fosfatos, nitrógeno y potasa.

ABSORCIÓN: Extracción que realizan las plantas de los elementos minerales del suelo.

ACIDULACIÓN: Proceso de adicionar ácido a la roca fosfórica para que se lleve a cabo la reacción.

ADSORCIÓN: Retención sobre la superficie de una sustancia sólida a líquida, de gases, líquidos o coloides, como resultado de la acción de fuerzas electroquímicas.

CERTIFICADO DE CARENCIA DE INFORMES POR TRAFICO DE ESTUPEFACIENTES PARA EL MANEJO DE SUSTANCIAS QUÍMICAS CONTROLADAS: Es un documento expedido por la Dirección Nacional de Estupefacientes, que certifica la inexistencia de registros debidamente fundamentados por tráfico de estupefacientes, testaferrato, enriquecimiento ilícito y conexos, contra la persona o empresa a favor de quien se expide y autoriza la compra, consumo, distribución, producción, almacenamiento e importación de sustancias químicas sometidas a control, en las cantidades mensuales calidades establecidas en el mismo.

COADYUVAR: Contribuir a la consecución de alguna cosa.

DECRETO: Disposición de carácter legislativo que, sin ser sometida al órgano adecuado, se promulga por el poder ejecutivo.

DEMANDA: Mercancía que una sociedad reclama como necesaria para su bienestar.

DESORCIÓN: Eliminación de una sustancia absorbida, por un procedimiento inverso a la adsorción o a la absorción.

ENCALAMIENTO: Agregar cal.

FERTILIZANTE: Sustancia que se incorpora al suelo de cultivo para hacerlo más productivo, como el estiércol de ganado y los fosfatos, nitratos y sulfatos amónicos.

Los fertilizantes pueden ser:

Fertilizante mineral: compuesto químico que contiene los elementos, nutrientes minerales en elevada concentración, fundamentalmente el nitrógeno, fósforo y potasio.

Fertilizante orgánico: compuesto químico que contiene materia orgánica en descomposición, como estiércol, residuos etc.

LEY: Disposición votada por un régimen constitucional u órgano legislativo.

OFERTA: Conjunto de bienes o mercancías que los agentes económicos ponen en el mercado a cierto precio en un momento determinado.

*A Dios, por los dones que me regaló.
A mis padres, por su amor, comprensión y confianza.
A mis hermanos, porque en momentos difíciles han logrado robarme una sonrisa.
A Martha porque su aporte es pieza fundamental en este éxito.
A Rolando por su cariño y apoyo incondicional.*

Ingrid Bibiana Ramírez Silva

*A Dios, por todas las bendiciones recibidas.
A mis padres, Hernando y Teresa; por su inmensurable amor, apoyo y comprensión.
A mis hermanos; Sergio, Lili y Juanca por todo.
A mi hermanita Sandra y mi tía Martha, gracias por su incondicional apoyo.
A mi amiga y compañera Bibiana, parte importante de este logro.
A Efraín, por su cariño, apoyo y formar parte de mis triunfos.*

Martha Juliana Ordóñez Galán

AGRADECIMIENTOS

- Al Laboratorio de Investigación de la Fiscalía General de la Nación, en especial al: Dr. Juan Luis Parra Maldonado y al Qco. Mario Faber Cuartas Rangel por ser piezas fundamentales para la realización de este proyecto.
- A nuestro director de proyecto, el Profesor José Carlos Gutiérrez por su aporte científico, su tiempo, su paciencia y su apoyo.
- Al Centro de Estudios e Investigaciones Ambientales CEIAM, en especial al Doctor Edgar Fernando Castillo.
- A nuestros calificadores; el Doctor José Antonio Henao y la Doctora Marianny Yajaira Combariza por sus aportes hechos al proyecto.
- Al Laboratorio de Consultas Industriales, y el laboratorio de análisis de suelos.
- A la Escuela de Ingeniería Civil.
- A nuestros familiares y amigos.

RESUMEN

TÍTULO: ESTUDIO DE FACTIBILIDAD TÉCNICA PARA TRANSFORMAR EL ÁCIDO SULFÚRICO Y AMONIACO DECOMISADOS EN SUPERFOSFATO DE AMONIO*

AUTORES: RAMÍREZ SILVA, Ingrid B. , ORDÓÑEZ GALÁN, Martha J.**

PALABRAS CLAVES: amoniaco, ácido sulfúrico, decomiso, superfosfato, amonio.

En Colombia actualmente se encuentran controladas aproximadamente 25 sustancias químicas las cuales son utilizadas para el procesamiento y fabricación de drogas que causan dependencia física o síquica. Estas sustancias químicas son decomisadas y almacenadas en grandes cantidades a nivel nacional. Una de las principales alternativas a la problemática de almacenamiento de estas sustancias decomisadas es la destrucción a campo abierto o en los sitios de almacenamiento ocasionando impacto al medio ambiente.

En vista de este problema por el cual atraviesa nuestro país es que se propone realizar este trabajo de investigación en el cual se hace un estudio de factibilidad técnica con el fin de utilizar dos de estas sustancias químicas decomisadas como son el ácido sulfúrico y el amoniaco, las cuales se encuentran en malas condiciones debido al tiempo de almacenamiento.

Partiendo de un mineral como la roca fosfórica y usando estas dos sustancias químicas se propone un proceso químico a nivel de laboratorio con el fin de obtener un fertilizante fuente de nitrógeno y fósforo que sirva para el crecimiento de las plantas y así pueda ser aprovechado en los suelos colombianos. Con base en los resultados obtenidos en el trabajo de laboratorio se muestra que el producto obtenido posee buenas propiedades físicas y químicas para su uso.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ciencias, Química, José Carlos Gutiérrez

ABSTRACT

TITLE: STUDY OF TECHNICAL FEASIBILITY TO TRANSFORM SULFURIC ACID AND CONFISCATED AMMONIA TO SUPERFOSFATO OF AMMONIUM*

AUTHORS: RAMÍREZ SILVA, Ingrid B. , ORDÓÑEZ GALÁN, Martha J.**

KEY WORDS: ammonia, sulfuric acid, confiscated, superfosfato, ammonium.

At the moment, approximately 25 chemical substances are controlled in Colombia; which are used for the processing and production of drugs that cause physical or psychic dependence. At national level, these chemical substances are confiscated in big quantities and one of the main alternatives to the problem of storage is their destruction to open field or in the storage places causing impact to the environment.

In view of this problem for which crosses our country, it intends to be carried out this investigation work in which it is elaborated a study of technical feasibility with the purpose of using two of these confiscated chemical substances like the sulfuric acid and the ammonia, which are under bad conditions due to the time of storage.

Leaving of a mineral like the phosphoric rock and using these two chemical substances it intends a chemical process at laboratory level with the purpose of obtaining a fertilizer source of nitrogen and phosphorus that it is good for the growth of the plants and it can be useful of this way in the colombian grounds. With base in the results obtained in the laboratory work it is shown that the obtained product possesses good physical and chemical properties for its use.

* Grade thesis

** Ability of Sciences, Chemistry, José Carlos Gutiérrez

INTRODUCCIÓN

Las mayores perspectivas de progreso del país se encuentran en la explotación racional de sus recursos naturales y en el aprovechamiento adecuado de los productos derivados de ellos, mediante la aplicación sistemática y planificada de las tecnologías disponibles, las potencialidades humanas y demás elementos que conjugados constituyen un sistema productivo. La integración eficiente de estos factores dará un óptimo resultado para la defensa del patrimonio nacional y la promoción del desarrollo económico y social del país.

Colombia, es un país rico en recursos naturales como lo son: el petróleo, carbón, roca fosfórica, esmeraldas etc. Somos el tercer país en biodiversidad de fauna y flora: 583 especies de anfibios, 1815 especies de pájaros exóticos, 300 familias y 1400 especies de mariposas, gran variedad de reptiles, 3500 especies de orquídeas etc. Es un país que cuenta con una excelente ubicación geográfica y recurso humano, pero además de todos estos innumerables tesoros, Colombia sufre por el flagelo de ser uno de los países productores y consumidores de drogas ilícitas en el mundo.

A nivel internacional los países de tránsito, productores y consumidores de sustancias químicas que pueden ser utilizadas en la producción de estupefacientes, se han comprometido a apoyar el control al desvío de estas.

Dependiendo de su desarrollo industrial, cada país ingresa a control las sustancias que haya determinado como objeto de uso para la producción de estupefacientes. Colombia controla aproximadamente 25 sustancias químicas que si bien son utilizadas en diversos procesos industriales, también se emplean en la síntesis, producción o fabricación de drogas que causan dependencia.

En el país anualmente se incautan elevadas cantidades de insumos químicos; destinados al negocio ilícito del narcotráfico. Estas sustancias, luego de su decomiso, son almacenadas de manera inapropiada para la seguridad de la ciudadanía y autoridades del gobierno encargadas de su manejo. Posteriormente tras las diligencias establecidas por la ley, se procede a su donación, venta o destrucción, la mayoría de las veces de manera inadecuada, provocando enormes daños al medio ambiente, a la salud de los encargados del proceso y a la ciudadanía en general.

Dos de las sustancias químicas controladas más importantes por sus altas cantidades decomisadas y por su importancia industrial son el ácido sulfúrico y el amoniaco. Según estadísticas proporcionadas por la Dirección Nacional de Estupefacientes DNE, en el periodo de 1999 – 2002 se incautaron en nuestro país aproximadamente 272.500 litros de ácido sulfúrico y 216.500 litros de amoniaco; insumos químicos que por su procedencia, están destinados a ser destruidos si no son acogidos dentro de la industria lícita.

Teniendo en cuenta la imperiosa necesidad de encontrar un uso adecuado para estos insumos y considerando que estas sustancias químicas son materia prima en la elaboración de productos útiles en el agro, se propone mediante este trabajo de grado la transformación de estas dos sustancias en superfosfato de amonio. El objetivo principal de este trabajo se ha dirigido a plantear un proceso monofásico para la producción de un fertilizante fuente de fósforo y nitrógeno, que cumpla con las condiciones apropiadas para su uso. Además, comprobar que en las condiciones en que son incautadas estas sustancias puedan ser utilizadas para la producción de fertilizante, y buscar una alternativa que aumente de esta manera su valor agregado sin mayores costos de producción.

Cabe destacar que esta propuesta de investigación fue presentada en el II Foro internacional **“El Estado frente al impacto ambiental en el manejo de insumos**

químicos y drogas incautadas” celebrado en la ciudad de Bogotá D.C., en septiembre 16 y 17 del año 2003, contando con gran aceptación por parte de las entidades asistentes a dicho evento.

Para el desarrollo de este estudio se ha contado con el apoyo y asesoría de la Fiscalía General de la Nación Seccional Bucaramanga, Dirección Nacional de Estupefacientes DNE, Centro de Estudios e Investigaciones Ambientales CEIAM y la Escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander.

1. DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO

1.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se plantean los principales fundamentos para la realización de este trabajo de investigación. En primer lugar se presenta la problemática a nivel nacional sobre el manejo y control de los insumos químicos controlados y a continuación se describe la finalidad de este trabajo de Tesis.

1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los insumos químicos utilizados en la obtención de sustancias ilícitas, luego de su ubicación y decomiso, deben almacenarse mientras se da curso a los procesos legales de rigor, esto genera un problema grave de salud y seguridad ya que las sustancias químicas incautadas son potencialmente peligrosas. La mayoría de las veces no existen sitios apropiados para el almacenamiento y manejo de las mismas, el personal encargado de estas operaciones carece de elementos de seguridad, las cantidades son grandes, los empaques que las contienen se encuentran deteriorados o se deterioran durante el almacenamiento, y no se tiene en cuenta el peligro potencial que implica su incompatibilidad al ser almacenadas juntas.

Figura 1. Destrucción de insumos químicos decomisados en campo.



A estos inconvenientes se suman los generados a nivel medioambiental, cuando por problemas de seguridad las entidades del estado encargadas del control de las sustancias ilícitas se ven obligadas a su destrucción por incineración a cielo abierto (Figura 1), vertimiento en los lugares de decomiso, o en los improvisados sitios de almacenamiento que han sido habilitados de manera precipitada. (Figura 2).

Por todas las razones expuestas se hace necesaria y urgente la búsqueda de métodos efectivos para el tratamiento de este problema. Una solución puede ser el uso de estas sustancias químicas, en las condiciones en que se encuentran al ser incautadas, en actividades legales y productivas que fortalezcan la economía nacional.

Figura 2 Destrucción de insumos químicos decomisados en sitios de almacenamiento.



1.3 JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO

La problemática del narcotráfico a nivel mundial posee muchas aristas, por eso la lucha contra el tráfico de drogas ilícitas en el territorio Colombiano ha sido compleja y difícil. Partiendo del concepto “SIN QUÍMICOS NO HAY DROGAS”, es importante destacar el valor de los insumos químicos, los cuales pueden simultáneamente ser utilizados en procesos industriales lícitos, que nada tienen que ver con el narcotráfico. Es por esto que se hace este estudio de factibilidad técnica, para transformar insumos químicos decomisados, como el ácido sulfúrico y el amoníaco, en sustancias lícitas con valor agregado (fertilizantes complejos). La

evaluación de las condiciones necesarias para la transformación de estos insumos químicos de la forma en que son incautados contribuye a la solución de problemas como el almacenamiento y destrucción de los mismos, así como también a la protección del medio ambiente y generación de sustancias lícitas útiles en el agro

Los altos índices de decomiso de sustancias químicas controladas, las crecientes necesidades nacionales de conservar recursos naturales como el suelo, hacen necesaria la búsqueda de soluciones que conlleven a un uso adecuado y productivo de todos los productos químicos a los que puedan acceder los entes que forman el aparato productivo de la nación.

2. SUSTANCIAS QUÍMICAS CONTROLADAS

2.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se presenta la normatividad vigente de las sustancias químicas controladas las generalidades sobre las sustancias químicas controladas por la Dirección Nacional de estupefacientes (DNE), y estadísticas de incautación durante el período de 1999-2002 en Colombia.

2.2 NORMATIVIDAD VIGENTE A 2002

La reseña normativa acerca de las sustancias químicas controladas ha tenido la siguiente evolución, desde 1986 hasta la fecha.

Ley 30 de Enero 31 de 1986

Por lo cual se adopta el Estatuto Nacional de Estupefacientes y se dictan otras disposiciones.

Adscribe al Ministerio de Justicia el funcionamiento del Consejo Nacional de Estupefacientes, designándole unas funciones muy precisas entre las que resaltan, la formulación de políticas, planes y programas que se deban adelantar en desarrollo de la lucha contra el narcotráfico. Estas funciones fueron adicionadas por los Decretos Legislativos 1856 de 1989, 2390 de 1989, 42 de 1990, adoptados como legislación permanente por el Decreto Extraordinario 2272 de 1991.

En la misma se establecían las funciones de la Oficina de Estupefacientes del entonces denominado Ministerio de Justicia, entre ellas, las de cumplir las labores de Secretaría Ejecutiva del Consejo Nacional de Estupefacientes y expedir el Certificado de Carencia de Informes por Tráfico de Estupefacientes con destino al Departamento

Administrativo de Aeronáutica Civil, Incómex y Ministerio de Salud para el consumo y distribución de nueve sustancias químicas.

Decreto 3788 de diciembre 31 de 1986

Por el cual se reglamenta la Ley 30 de 1986, en cuanto a requisitos y trámite para la expedición del Certificado de Carencia de Informes por Tráfico de Estupefacientes, el cual a su vez fue adicionado por el Decreto-Ley 2894 de 1990.

Resolución 0009 de febrero 18 de 1987

Por la cual el Consejo Nacional de Estupefacientes reglamenta en el territorio nacional la importación, fabricación, distribución, transporte y consumo de las siguientes sustancias químicas: acetona, ácido clorhídrico, cloroformo, éter etílico, ácido sulfúrico, amoniaco, permanganato de potasio, carbonato de sodio, metil etil cetona, disolventes alifáticos números 1 y 2, thinner, acetato de etilo, metanol, acetato de butilo, diacetona alcohol, hexano y butanol. Establece las cantidades mínimas mensuales a partir de las cuales se ejerce el control en: superiores a 5 kilos para sustancias sólidas y superiores a 5 litros para sustancias líquidas, dando una serie de instrucciones y exigencias para su adecuado manejo.

Resolución 0018 de mayo 14 de 1987

El Consejo Nacional de Estupefacientes adiciona la Resolución # 009 de febrero 18 de 1987, fijando la cantidad mínima para el control del thinner: en cantidad superior a ciento diez galones mensuales.

Decreto- ley 494 de febrero 27 de 1990

Para la eficaz ejecución de las decisiones del Consejo Nacional de Estupefacientes, creó la Dirección Nacional de Estupefacientes, como unidad administrativa especial, adscrita al ministerio de justicia.

Indica la norma: “La Dirección Nacional de Estupefacientes tendrá como objetivo fundamental determinar y ejecutar los procedimientos administrativos requeridos para coordinar el desarrollo y ejecución de las políticas del Gobierno Nacional en materia de control, prevención y represión de estupefacientes”.

Este Decreto además incorporó, a la estructura de la Dirección Nacional de Estupefacientes, la Oficina de Estupefacientes del Ministerio de Justicia, continuando con la función de tramitar la expedición del Certificado de Carencia de Informes por Tráfico de Estupefacientes.

Decreto 2894 del 3 de diciembre de 1990

Del cual algunas disposiciones fueron adoptadas como legislación permanente por el decreto 2272 de 1991. Establece el trámite de expedición del Certificado de Carencia de Informes por Tráfico de Estupefacientes.

Resolución 0031 de junio 13 de 1991

Por medio de la cual el Consejo Nacional de Estupefacientes regula el trámite de expedición del Certificado para las diferentes áreas (Sustancias, Aeronáutica, DIMAR), fija procedimientos y requisitos.

Resolución 0007 de diciembre de 1992

Adiciona como sustancias objeto de control por parte del Consejo Nacional de Estupefacientes el tolueno en cantidades superiores a 5 litros mensuales y el anhídrido acético a partir de cualquier cantidad.

Resolución 0001 de enero 30 de 1995

Incluye dentro de las sustancias sujetas a control el alcohol isopropílico, la metil-isobutil-cetona y el acetato de isopropilo, en cantidades superiores a cinco litros mensuales.

Decreto 2150 de diciembre 5 de 1995

Por el cual se suprimen y reforman regulaciones, procedimientos o trámites innecesarios existentes en la administración pública. Establece los fines para los cuales se expide un Certificado de Carencia de Informes por Tráfico de Estupefacientes, consagrando como excepciones las entidades estatales o a quienes lo soliciten sin fin específico. Señala además las vigencias de los certificados aspectos adicionales del trámite.

Decreto-Ley 365 de 1997

“ Por el cual se establecen normas tendientes a combatir la delincuencia organizada”; aumenta las penas por los delitos de violación a la Ley 30 de 1986.

Resolución 0006 de agosto 28 de 2000

Por medio de la cual el Consejo Nacional de Estupefacientes dicta medidas relacionadas con el Certificado de Carencia de Informes por Tráfico de Estupefacientes en cuanto al manejo de sustancias químicas controladas. Establece algunas definiciones, indica la forma correcta de llevar los libros de control, señala algunas causales de inmovilización, incluye las sustancias disolvente 1A como objeto de control y reglamenta los casos en los cuales se puede expedir la autorización extraordinaria hasta por 90 días.

Resoluciones 001 a 011 de noviembre 1 de 2002

Por medio de las cuales el Consejo Nacional de Estupefacientes somete a control especial el cemento gris, gasolina, urea amoniacal, aceite combustible para motor y Keroseno en los departamentos de Amazonas, Arauca, Sur de Bolívar (Municipios de Morales, San Pablo, Simití, Santa Rosa, Cantagallo), Caquetá, Guaviare, Meta, Nariño (municipios de Barbacoas, Tumaco, Ricaurte, Túquerres, Samaniego, Policarpa y Guapi), Norte de Santander (municipios de Tibú, el Tarra, San Calixto, Teorama, Sardinata), Putumayo, Vaupés y Vichada. El control se ejerce a través de la fuerza pública; esto es, las Fuerzas Militares y la Policía Nacional por intermedio

de las brigadas, batallones y comandos con jurisdicción en las regiones mencionadas en las resoluciones; quienes ejercerán control permanente sobre las actividades de venta, distribución, consumo, almacenamiento y transporte de los productos anteriormente indicados.

2.3 DEFINICIÓN

Los países productores, de tránsito y consumidores de sustancias químicas que pueden ser utilizadas en la producción de estupefacientes, se han comprometido a apoyar el control al desvío de éstas.

Tabla 1. Clasificación de las sustancias químicas

CLASIFICACIÓN 1	CLASIFICACIÓN 2
Ácido N-acetiltranfílico	Acetona
Ácido Lisérgico	Ácido antranfílico
Efedrina	Ácido Clorhídrico
Ergometrina	Ácido fenilacético
Ergotamina	Ácido Sulfúrico
1-Fenil-2-Propanona	Anhídrido Acético
Isosadrol	Éter Etfílico
3,4-metilendioxfel-2-propanona	Metiletiketona
Piperonal	Permanganato Potásico
Safrol	Piperidina
Seudofedrina	Tolueno
Las sales de las sustancias enumeradas en el presente cuadro, siempre que la existencia que dichas sales sea posible.	Las sales de las sustancias enumeradas en el presente cuadro, siempre que la existencia que dichas sales sea posible. A excepción de las sales del ácido clorhídrico y Sulfúrico.

Fuente: Manual de trámite-Segunda Versión, Sustancias Químicas Controladas. 2 002

En la tabla 1 se hace la clasificación de las sustancias químicas. Las sustancias que se muestran en esta tabla en la clasificación 1, son controladas por el Fondo Nacional de Estupefacientes y las de la clasificación 2, a excepción del ácido fenilacético, ácido antranfílico y piperidina son controladas por la Dirección Nacional de Estupefacientes. Cada país dependiendo de su desarrollo industrial, ingresa a control las sustancias que haya determinado como objeto de uso para la producción de estupefacientes. Es así como actualmente en Colombia se ejerce control sobre diversas sustancias químicas, que si bien son utilizadas en variedad de procesos industriales o como reactivos de

laboratorio, pueden ser utilizadas además para sintetizar, fabricar, procesar, u obtener drogas que producen dependencia física o síquica. [DNE, 2000].

Tabla 2. Sustancias químicas controladas en Colombia

RESOLUCIÓN 0009 DE FEBRERO 18 DE 1987

SUSTANCIA	DENSIDAD	ESTADO
Acetona	0.79	Líquido
Ácido Clorhídrico	1.18	Líquido
Éter etílico	0.71	Líquido
Cloroformo	1.48	Líquido
Ácido Sulfúrico	1.84	Líquido
Amoniaco	0.89	Líquido
Metil etil cetona	0.81	Líquido
Disolvente 1	0.67	Líquido
Disolvente 2	0.72	Líquido
Thinner	0.80	Líquido
Acetato de Etilo	0.90	Líquido
Metanol	0.79	Líquido
Acetato de Butilo	0.88	Líquido
Diacetona Alcohol	0.92	Líquido
Hexano	0.66	Líquido
Butanol	0.81	Líquido
Permanganato de Potasio	Sólo en Kilos	Sólido
Carbonato de sodio	Sólo en Kilos	Sólido

RESOLUCIÓN 0007 DE DICIEMBRE 1 DE 1992

Tolueno	0.87	Líquido
Anhídrido Acético	1.08	Líquido

RESOLUCIÓN 0001 DE ENERO 30 DE 1995

Alcohol Isopropílico	0.78	Líquido
Metil Isobutil cetona	0.80	Líquido
Acetato de Isopropilo	0.86	Líquido

RESOLUCIÓN 0003 DE OCTUBRE 24 DE 1997

Urea Amoniacal	-	Sólido-Líquido
----------------	---	----------------

RESOLUCIÓN 0006 DE AGOSTO 28 DE 2000

Disolvente 1ª	0.67	Líquido
---------------	------	---------

Fuente: Manual de trámite-Segunda Versión, Sustancias Químicas Controladas. 2 002

2.3.1 DESCRIPCIÓN DE LAS SUSTANCIAS QUÍMICAS CONTROLADAS (BASE DE ESTUDIO)

- **Ácido sulfúrico: (H₂SO₄)**

En el proceso de elaboración de sustancias ilícitas el ácido sulfúrico es utilizado para la producción de sulfato de cocaína (pasta de coca). [DNE,2003] En este tipo de procesos el ácido sulfúrico utilizado generalmente es de tipo comercial por ser más económico, su concentración se encuentra entre el 80-85% dependiendo de las condiciones en las cuales se encuentre. Al momento de ser decomisado esta sustancia presenta una coloración negra (figura 3), producto de las malas condiciones de acumulación y uso.

Cuando se dismantela un laboratorio clandestino en campo esta sustancia química es destruida a cielo abierto (figura 1), cuando se hace en zonas urbanas esta sustancia es almacenada en bodegas proporcionadas por la Dirección Nacional de Estupefacientes (DNE) mientras se da lugar a los procesos legales de rigor, para finalmente ser destruida o donada en pequeñas proporciones a entidades del estado (figura 2).

Características: Peso molecular: 98.08 g/mol, fórmula: H₂SO₄. Composición: H: 2.06 %; O: 65.25% y S: 32.69 %

Figura 3. Ácido sulfúrico incautado.



Toxicidad:

- Niveles de toxicidad: concentración en el aire bajo la cual hay serios efectos a la salud o incluso la muerte por una sola exposición en un cierto tiempo: 0.008 g/m^3 .

Riesgos:

- *Riesgos de fuego o explosión:* este compuesto no es inflamable, sin embargo es muy reactivo y capaz de prender material combustible que se encuentre finamente dividido. Al calentarlo emite vapores tóxicos.

- *Riesgos a la salud:* el H_2SO_4 es extremadamente irritante y corrosivo para los tejidos. Rápidamente causa destrucción y quemaduras, la acción tóxica general del ácido sulfúrico es una pérdida de alcalinidad en el cuerpo. La inhalación de vapores de este ácido causa aumento de la velocidad de respiración, irritación de la nariz y traquea, estornudos, tos y secreción nasal. La exposición a concentraciones altas causa edema traqueobronquial, pulmonar y en laringe, ulceración de mucosas de nariz y boca, bronquitis crónica, hematemesis, gastritis, dolor en el pecho e incluso, neumonía. Si los vapores son desprendidos por ácido caliente o por oleum, puede producir una rápida pérdida de la conciencia y daños severos en los pulmones. La exposición constante de vapores de este ácido provoca traqueobronquitis, estomatitis, inflamación de la parte superior del tracto respiratorio, frecuentes infecciones respiratorias, enfisema y problemas digestivos.

- El contacto con los ojos: el ácido sulfúrico es un irritante severo de los ojos. Salpicaduras de este ácido produce ulceración y erosión de la córnea, queratoconjuntivitis e incluso ceguera.
- El contacto con la piel: en este caso, las quemaduras químicas son las lesiones más comunes. La acción deshidratante del ácido concentrado produce quemaduras similares a las producidas por el calor. El área de contacto inicialmente se blanquea, después se pone café y posteriormente, se producen úlceras en cuyo contorno la piel se enrojece. Las heridas sanan lentamente,

pueden dejar cicatrices apreciables. Las quemaduras grandes pueden causar shock, colapso, síntomas como los causados por otro tipo de quemaduras e incluso, pueden ser fatales.

Por otra parte, el ácido diluido es un irritante de la piel y un contacto constante puede causar dermatitis, ulceración de manos e inflamación purulenta alrededor de las uñas.

- Ingestión: este ácido por ingestión causa quemaduras serias en la boca, perforación del esófago y estómago, peritonitis y colapso circulatorio. Estos últimos son, generalmente, los causantes inmediatos de muerte. Los síntomas son: salivación, sed, dificultad para tragar, dolor, shock y vómito café.
- Almacenamiento: debe mantenerse alejado de agua, carburos, cloratos, fulminatos, nitratos, picratos, metales en polvo y materiales combustibles, y protegido de daños físicos.

Los tipos de ácido sulfúrico usados en la producción de superfosfatos son:

- ácido nuevo o virgen,
- ácido proveniente de otros procesos industriales

El ácido virgen o nuevo se obtiene del azufre elemental, de piritas y de gases industriales. En otros países el ácido es producido del yeso. El ácido gastado es derivado de los productos de desecho en diversas industrias que usan grandes cantidades de ácido sulfúrico al procesar gran variedad de productos. En algunos casos el ácido gastado esta suficientemente limpio y tiene fuerza apropiada para la acidulación de la roca fosfática. [JOYA,1981]

Generalmente se escoge el ácido sulfúrico por las siguientes razones:

- Es económico.
- Permite separar el calcio en forma de sulfato insoluble, lo que no ocurre con el ácido nítrico.

- **Hidróxido de Amonio: (NH₄OH)**

El hidróxido de amonio es otra de las sustancias químicas que se incauta en mayor proporción en nuestro país. Este insumo generalmente se encuentra a una concentración del 15-20 % dependiendo de las condiciones de incautación. El amoniaco es utilizado en el proceso de extracción de alcaloides. Generalmente se incauta en buenas condiciones. [DNE,2003]

Propiedades físicas:

- Densidad: 0.682 g/cm³
- Presión de vapor: 8750 Hpa a 20°C
- Solubilidad en agua: 517 g/L
- L.D 50 350 mg/Kg

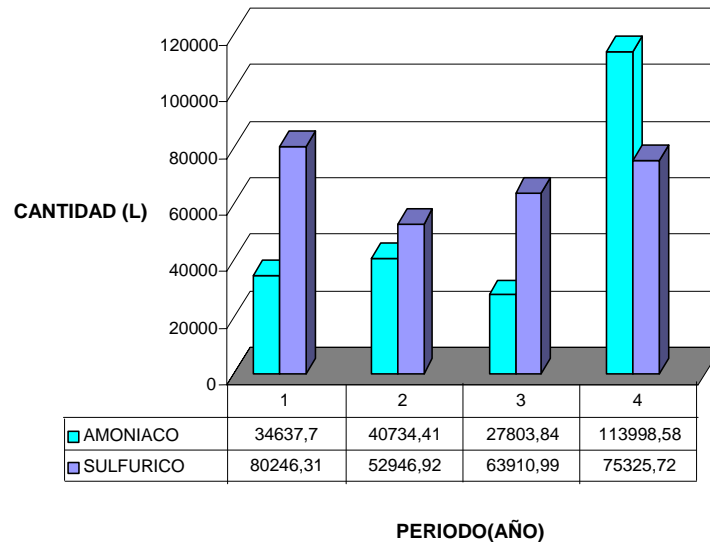
El amoniaco se forma continuamente en la naturaleza a partir de las putrefacciones de las sustancias nitrogenadas de procedencia animal o vegetal y pasa a los suelos o al aire. Se le obtiene como subproducto de la destilación seca de hulla y lignito. Más frecuente que el amoníaco libre son algunas combinaciones que se derivan de él, como las sales de amonio, las aminas y las amidas. A temperatura ambiente el amoníaco puro es un gas incoloro, de olor desagradable y picante. Condensa a -33°C en un líquido incoloro y fácilmente movable y a -78°C se solidifica para dar cristales incoloros y transparentes. La disolución acuosa, hidróxido de amonio, tiene carácter ácido y al calentarla desprende amoníaco.

Figura 4. Amoniacado incautado.



2.3.2 Estadísticas a nivel nacional de los insumos químicos controlados (base de estudio) en el periodo 1999-2002

Figura 5. Análisis gráfico de las estadísticas de las sustancias químicas decomisadas en el período 1999/2002.



Las sustancias químicas que se muestran en la figura 5 se escogieron con base en los siguientes parámetros:

- Las cantidades de estas sustancias incautadas son altas.
- Son materias primas para la elaboración de productos útiles en el agro
- Necesidad de encontrar un uso de estas sustancias químicas dentro de la industria lícita adquiriendo de esta manera valor agregado.

3. FERTILIZANTES

3.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se analiza la información recopilada sobre fertilizantes y nutrientes indispensables para el desarrollo y crecimiento de las plantas. A continuación se hace una clasificación breve de los fertilizantes, presentando un análisis del mercado en el mundo y en Colombia de los mismos, haciendo énfasis en el superfosfato.

3.2 DEFINICIÓN

Se define como fertilizante cualquier material orgánico o inorgánico, natural o sintético que se añade al suelo para que suministre a las plantas uno o más elementos químicos, nutrientes necesarios para su normal crecimiento.

3.3 ELEMENTOS PRINCIPALES PARA EL CRECIMIENTO VEGETAL

Las plantas, para su normal crecimiento y desarrollo necesitan de los siguientes elementos básicos:

- Nitrógeno:

Papel fisiológico en la planta: promover el desarrollo de tallos y hojas.

- Fósforo:

Papel fisiológico en la planta: estimula el crecimiento y acelera la formación de frutos y semillas.

- Potasio:

Papel fisiológico en la planta: esencial para el desarrollo de almidones, azúcares y fibras y para ayudar a prevenir enfermedades, disminuir los efectos de aplicaciones excesivas de nitrógeno.

3.4 ELEMENTOS SECUNDARIOS PARA EL CRECIMIENTO VEGETAL

- Calcio:

Funciones en la planta:

- Mejora el desarrollo vegetal.
- Neutraliza los ácidos orgánicos.
- Estabiliza la pectina de las paredes celulares.

Extracciones: 40-600 kg de CaO/ha al año (por los cultivos).

- Magnesio:

Funciones en la planta:

- Forma parte del núcleo de la clorofila.
- Incide en la formación de lípidos, xantofilas y proteínas.

- Hierro:

Funciones en la planta

- Interviene en la formación de la clorofila.
- Interviene en la síntesis de proteínas.
- Activa diferentes enzimas.

3.5 FERTILIZANTES QUÍMICOS

Se define como fertilizantes químicos (inorgánicos o minerales) aquellos que se obtienen en procesos industriales mediante reacciones químicas, los cuales difieren en sus propiedades físicas como color, forma, tamaño, higroscopicidad, solubilidad etc.; pueden presentarse en estado sólido, líquido o gaseoso. Los fertilizantes químicos contienen uno o más nutrimentos de las plantas.

3.5.1 Fertilizante simple o primario

Es aquel que contiene uno solo de los elementos mayores: Nitrógeno, fósforo o potasio. Por ejemplo: la urea contiene solamente nitrógeno, el superfosfato simple

contiene fósforo y el cloruro de potasio es la fuente de mayor concentración de potasio. Los fertilizantes químicos más comunes en el mercado nacional son:

Fertilizantes nitrogenados: Urea $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, sulfato de amonio $(\text{NH}_4)\text{SO}_4$, nitrato de amonio NH_4NO_3 , cloruro de amonio NH_4Cl , nitrato de sodio NaNO_3 , etc.

Fertilizantes fosfatados: Superfosfato simple (SSS) o $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + \text{CaSO}_4$, superfosfato triple (SST) o $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, fosfato diamónico $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, fosfato monoamónico $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, calfos, fosforita Huila, fosfacid-S, roca fosfórica Carolina del Norte.

Fertilizantes potásicos: Cloruro de potasio KCl , sulfato de potasio K_2SO_4 , nitrato de potasio KNO_3 , sulfato de potasio y magnesio $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{MgSO}_4$.

3.5.2 Fertilizante compuesto o complejo

Es aquel que contiene más de uno de los elementos mayores por ejemplo el 10-30-10 o el fosfato de amonio que contiene nitrógeno y fósforo.

Los fertilizantes compuestos se obtienen por reacciones químicas en procesos industriales o por mezclas mecánicas de fertilizantes simples como urea, superfosfatos y cloruro de potasio. Aquellos abonos que se obtienen por simple mezcla de dos o más abonos simples se les llama abonos compuestos o de mezcla, en este caso los elementos nutritivos están juntos, pero en partículas diferentes, independientes unas de otras.

Por otra parte, aquellos en los cuales en el mismo abono se pueden reunir dos o tres de los elementos mayores por medio de la combinación o reacción química de varios de ellos, se les denomina abonos complejos, los componentes están ligados entre sí en cada partícula del abono, por fina que esta sea.

El análisis de un fertilizante compuesto que contenga uno o más de los elementos nutritivos primarios se expresa por un sistema numérico que indica los porcentajes de cada uno en la mezcla o composición y siempre en el orden N-P-K. A cada análisis así expresado se le da el nombre de grado.

El grado de un fertilizante compuesto se designa con tres números que siempre va en el empaque relacionando el porcentaje de nutrientes que contiene.

El porcentaje de nitrógeno se expresa en término de su forma elemental (N). Fósforo asimilable (P_2O_5) es el término usado para designar el pentóxido de fósforo. El fósforo presente, consiste principalmente de fósforo soluble en agua y una parte soluble en citrato de amonio.

Algunos fertilizantes compuestos pueden incorporar en la mezcla convencional de N- P_2O_5 - K_2O , elementos menores como boro y zinc o elementos secundarios como magnesio. En los grados se expresa su concentración como un cuarto número, por ejemplo: 12-12-17-2 (2% de Mg como MgO).

o **Superfosfatos**

Los superfosfatos son fabricados por acidulación de la roca fosfórica con ácido sulfúrico. Esta consta aproximadamente de un 30% de fosfato monocálcico, $CaH_4(PO_4)_2 \cdot H_2O$; 10% de fosfato dicálcico $CaHPO_4$; 45% de sulfato de calcio $CaSO_4$; 10% de hierro Fe; óxidos de Aluminio; sílica, etc.; y 5% de humedad.

El ácido fosfórico se obtiene durante la reacción de la roca fosfórica y el ácido sulfúrico en la obtención de superfosfatos. Este ácido usualmente contiene entre un 18-21% de P_2O_5 aprovechable.

Para acidular la roca fosfórica se utiliza ácido sulfúrico de alta concentración y así se obtiene un superfosfato con buenas propiedades físicas y químicas. Para cumplir con esto es necesario controlar varios factores. Por ejemplo, en lugar de la acidulación en

un paso, dos o más pasos pueden dar ventajas adicionales, particularmente con ácido sulfúrico de alta concentración.

Los productores de superfosfato usualmente calculan la proporción de roca fosfórica y el ácido sulfúrico de manera que no haya excedente de reactivos sin reaccionar. Sin embargo hay condiciones las cuales hacen deseable alterar la proporción de roca fosfórica – ácido. Cuando el tiempo de curado es corto, sería deseable incrementar la cantidad de ácido sulfúrico usado para acelerar la descomposición de la roca fosfórica. Sin embargo el producto resultante es para ser tratado con soluciones amoniacales.

Superfosfato simple (TSS)

Es también conocido como superfosfato normal, es aquel fabricado haciendo reaccionar la roca fosfórica con ácido sulfúrico, para producir el fosfato monocálcico y sulfato de calcio.

Superfosfato triple (TSP)

El superfosfato triple, que también se conoce en el mercado como superfosfato doble o como concentrado, es producido tratando la roca fosfórica con ácido fosfórico o con una mezcla de ácido sulfúrico y fosfórico, la cual contiene mas ácido fosfórico .

El superfosfato triple usualmente contiene un 43-50% de P_2O_5 aprovechable. [JOYA,1981]

3.6 ESTADO FÍSICO Y PROPIEDADES QUÍMICAS DE LOS FERTILIZANTES

El estado físico en que se presenta un abono, que puede ser sólido, líquido o gaseoso, juega un papel importante en las condiciones de utilización y la eficacia del

fertilizante; ya que tanto la homogeneidad de la distribución como su integración más completa en el suelo van a depender de dicha presentación.

Las propiedades químicas de los fertilizantes determinan tanto su comportamiento en el suelo, como su manipulación y conservación.

3.6.1 Poder de acidificación o basicidad residual

El uso de fertilizantes en agricultura tiende con frecuencia a cambiar el pH del suelo. La acidez o basicidad de un fertilizante es una medida del grado en el que el pH del suelo cambia cuando el material se aplica a él.

Los fertilizantes que dejan residuo ácido en el suelo son: urea, nitrato de amonio, sulfato de amonio, fosfato monoamónico, fosfato diamónico y azufre elemental.

Los fertilizantes de residualidad neutra son el superfosfato triple, el cloruro de potasio, el sulfato de potasio, el sulfato doble de potasio y magnesio, el nitrato de potasio y el sulfato de calcio (yeso). Los fertilizantes de residualidad básica son las cales calcéticas y las cales dolomíticas.

3.6.2 Solubilidad

Esta es una propiedad fundamental de los fertilizantes químicos, la cual está relacionada directamente con el nivel de solubilidad del nutriente portador (formas de nitrógeno, fósforo, potasio, etc.). Los fertilizantes dejan disponibles los nutrientes para las plantas cuando estos se solubilizan en la solución acuosa del suelo y quedan libres a disposición de las raíces.

Los fertilizantes que exhiben una alta solubilidad en agua se denominan hidrosolubles y su aprovechabilidad es inmediata. Dentro de los fertilizantes de alta solubilidad en agua figuran la urea, el nitrato de amonio, el sulfato de amonio, el fosfato diamónico y el fosfato monoamónico. Los fertilizantes potásicos tienen una moderada solubilidad en agua.

Los fertilizantes con baja o nula solubilidad en agua, pero con alta solubilidad en citrato de amonio o ácido cítrico, se denominan citrosolubles; los ejemplos más conocidos son: el *calfos* y las rocas fosfóricas, que aportan el fósforo lenta y gradualmente a la planta.

3.7 EFECTOS DE LOS FERTILIZANTES

Hay muchas clases de abonos y fertilizantes que al ser aplicados al suelo, le devuelven su capacidad productiva. Pero como la necesidad de nutrientes no es la misma para todas las plantas, es indispensable saber que clases de productos es recomendable utilizar. De ahí la importancia de conocer muy bien las propiedades de los fertilizantes para lograr de esta forma un empleo más eficiente. Los fertilizantes bien empleados, pueden lograr doblar o triplicar la producción agrícola.

El aprovechamiento eficaz de los abonos es importante, no solo para evitar un gasto inútil sino también porque su exceso puede provocar situaciones de desequilibrio en el suelo o una exagerada pérdida de nutrientes a través de las aguas de drenaje.

Cuando el suelo contiene cantidades moderadas de nutrientes se recomienda dosis de mantenimiento y cantidades inferiores a éstas, si existen en el suelo reservas abundantes que puedan ser aprovechadas por la planta.

Un buen estudio al suelo antes del abonado y la elección correcta del fertilizante adecuado puede conllevar a un alto nivel de productividad, de no hacerse de esta forma se pueden obtener efectos indeseables tales como: el aumento de la acidez y basicidad de los suelos y a su vez la eliminación de las bacterias que se encargan de hacer asimilable los diferentes elementos para la nutrición de las plantas.

3.8 ANÁLISIS DE MERCADO

3.8.1 Comportamiento de los fertilizantes en el mundo

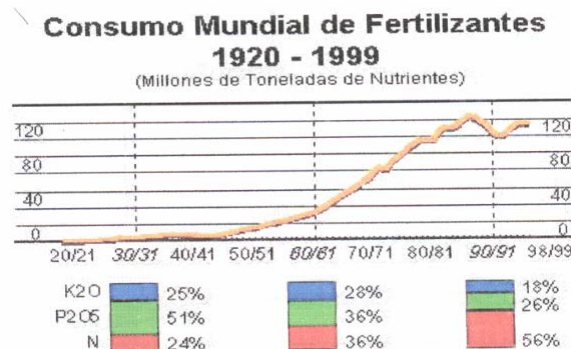
1950-1989: Durante este período, y aún con altibajos temporales debido a la crisis petrolera en los años 70, hubo un incremento del consumo de fertilizantes en el mundo el cual paso de 14 a 144 millones de toneladas de fertilizante ($N+P_2O_5+K_2O$), es decir un incremento de aproximadamente 6% anual.

1989-1994: Durante estos 5 años el consumo de fertilizantes en el mundo cayó desde 144 a 120 millones de toneladas de fertilizante. El mayor descenso en el consumo se presento en países de Europa Central y la Ex-URSS.

1994-1998: Durante estos cuatro años, el consumo total de nutrientes en el mundo aumentó de 120 a 137 millones de toneladas, con un promedio de crecimiento de 3 % por año. El consumo en Asia socialista, el sur de Asia y América latina se incremento en 11,5 y 2 millones de toneladas respectivamente. En Europa Occidental la demanda se mantuvo constante, mientras que en la Ex-URSS decayó en más de 3 millones de toneladas.

1998-2000: Durante estos dos años, el consumo de fertilizantes se incrementó lentamente a 140 millones de toneladas.

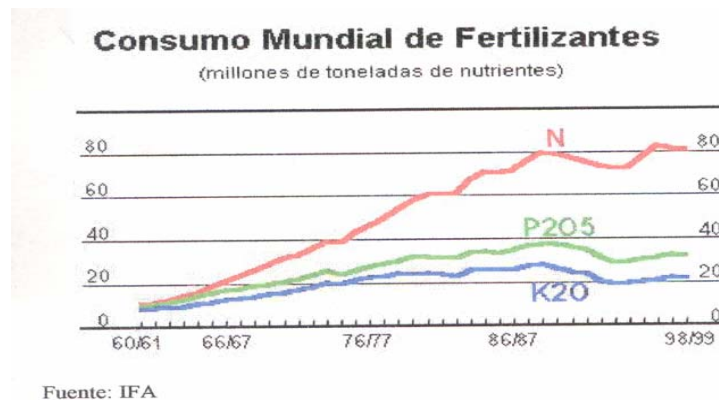
Figura 6. Consumo mundial de fertilizantes 1920-1999



Fuente: IFA

En la figura 6 se observa el comportamiento del consumo mundial de fertilizantes (1920-1999). Desde 1920 hasta aproximadamente el año de 1985 se presentó un crecimiento del consumo de fertilizantes, sin embargo a partir de 1985 y hasta 1993 se produjo un decrecimiento en el consumo mundial de fertilizantes, lo cual se atribuye al auge de los abonos orgánicos; por otro lado las estadísticas a nivel mundial para el período de 1993-1999 muestran un leve incremento en el mercado de fertilizantes, debido a que los fertilizantes inorgánicos aportan al suelo nutrientes que los orgánicos no. Se puede afirmar que los fertilizantes inorgánicos y los orgánicos son productos complementarios.

Figura 7. Consumo mundial de fertilizantes (1960-1999) fuente de N, P₂O₅ y K₂O.



En la figura 7 se presenta el comportamiento mundial del consumo de fertilizantes expresados como N, P₂O₅ y K₂O. El mayor consumo se presenta en los fertilizantes con base en nitrógeno; para 1999 el consumo fue aproximadamente 80 millones de toneladas, seguido por los fertilizantes fosfatados, 30 millones de toneladas y por último los fertilizantes potásicos, 20 millones de toneladas. El consumo de fertilizantes en Colombia tiene un comportamiento similar al que se presenta en el contexto mundial, ya que en nuestro país los fertilizantes nitrogenados (especialmente con base en urea ocupan el primer lugar de consumo, seguidos por los fosfatados (principalmente fosfato de amonio y superfosfato triple).

3.8.2 Comportamiento de los fertilizantes en Colombia

Los fertilizantes constituyen uno de los factores de producción que ayudan de manera sustancial en el rendimiento y la calidad de los cultivos. Luego de la revolución verde de los años 70, en la cual se obtenían altos rendimientos a costa de un elevado uso de insumos, el país realizó un viraje hacia nuevas escuelas tales como: “Manejo Integrado de cultivos, “Agricultura sostenible” o “Agricultura orgánica”. Parte de esta última lo constituye el aprovechamiento al máximo de los desechos de la finca y del reciclaje de materiales orgánicos de plazas de mercado, entre otros. Además de lo anterior, han venido apareciendo nuevos productos generados por biotecnología, y nuevos organismos promisorios para coadyuvar en la fertilización de los cultivos a bajo costo.

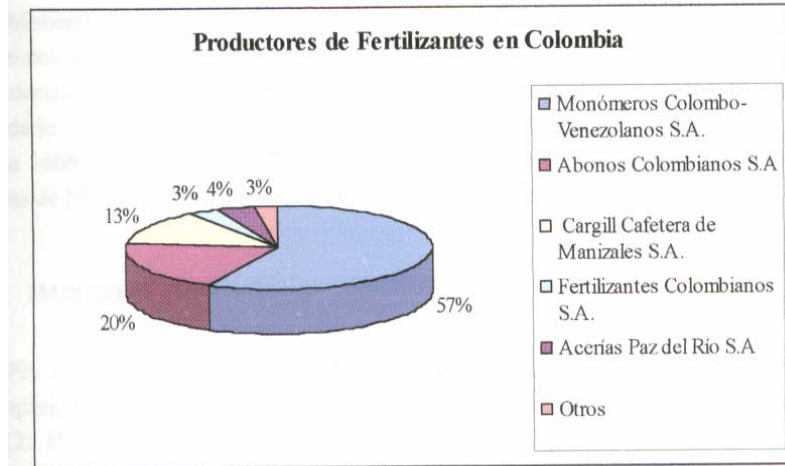
De otra parte y con el fin de disminuir costos, las empresas han incrementado la producción y comercialización de mezclas físicas de nitrógeno fósforo y potasio (NPK) con respecto a los fertilizantes químicos compuestos.

Producción y ventas

La producción de fertilizantes en 1994 fue de 698 millones de kilogramos. En 1995, se presentó una producción de 965 millones de kilogramos, que representó un incremento del 38.2% y para 1996 se presentó una reducción del 6.7% en relación con el año inmediatamente anterior.

Los mayores productores de fertilizantes en Colombia para el período de 1994-1996, fueron (figura 11): Monómeros Colombo-Venezolanos S.A. (57.6%), Abonos Colombianos S.A. (19.7%), Cargill Cafetera de Manizales S.A. (mezclas físicas) (12.9%), Fertilizantes Colombianos S.A. (3.4%) y Acerías Paz del Río S.A. (3.8%).

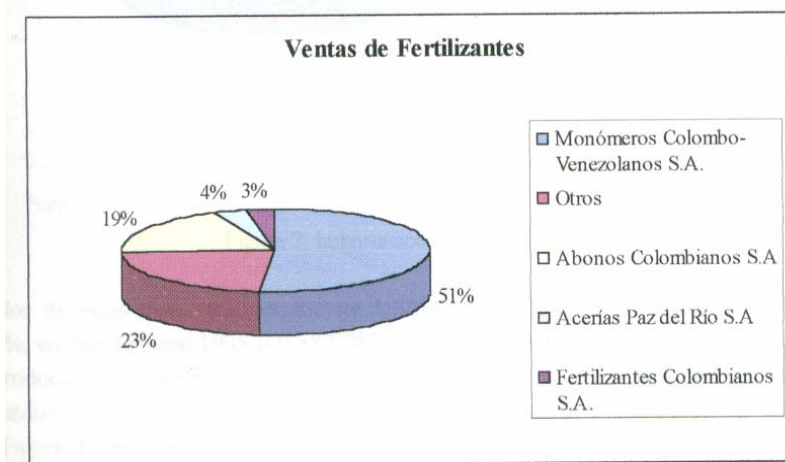
Figura 8. Productores de fertilizantes en Colombia.



Fuente: ICA

El total de fertilizantes vendidos en 1994 fue de 1038 millones de kilogramos; en 1995 fue de 1040 millones y en 1996 de 977 millones, presentándose un decrecimiento del 6% con respecto al año anterior. Las empresas con mayor participación en el mercado fueron (figura 12): Monómeros Colombo-Venezolanos S.A. (51.8%), Abonos Colombianos S.A. (19%), Acerías Paz del Río (3.5%) y fertilizantes Colombianos (3%).

Figura 9. Ventas de fertilizantes.



Fuente: ICA

Debido a un mejor conocimiento en el manejo nutricional de los cultivos, en los últimos años se ha incrementado la producción de fertilizantes para su aplicación al

suelo que además de contener los nutrientes mayores, vienen complementados con elementos secundarios y micronutrientes; es así como de 9052.1 toneladas producidas en 1994 se pasó a 14663.4 en 1995 y a 14401.8 en 1996. Las ventas fueron predominantemente de mezclas de NPK, con elementos secundarios como magnesio.

En 1996 se registró la importación de 596708.7 toneladas de fertilizantes. Se destaca la participación de Monómeros Colombo-Venezolanos S.A. (65.7%), seguida por Abocol S.A. (25.1%), Fedearroz (4.7%) y Colanta Ltda. (2.2%).

Importación

El valor de estas importaciones fue de US\$182.191.220, monto que se incrementó en 107.5%, en relación con 1995 (US\$87.782.535). De las importaciones en 1996, un 60% de los productos lo constituyeron las materias primas y el 40% restante los productos terminados. Los principales países proveedores de insumos en el campo de los fertilizantes son: Estados Unidos (47.3%), Alemania (20%), Venezuela (19.8%), Trinidad (5.7%) y Rusia (84.4%).

Exportación

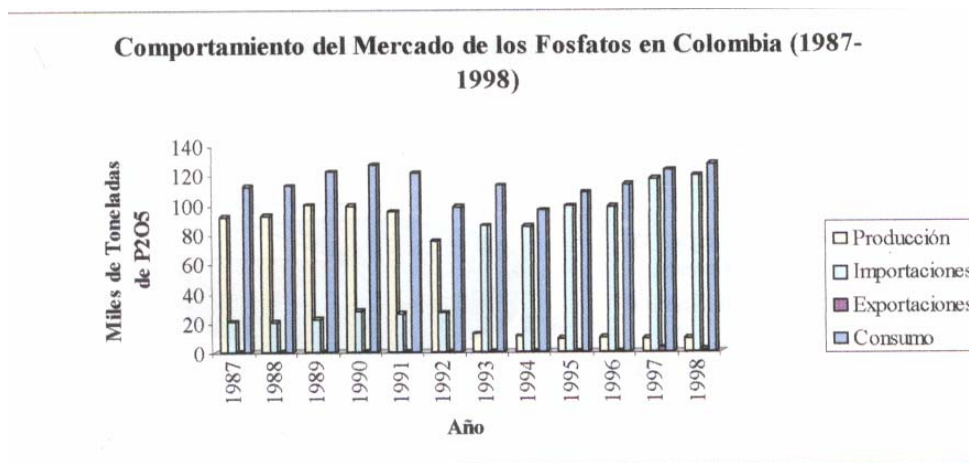
La exportación de fertilizantes fue realizada por 15 empresas, de las cuales 3 formulan fertilizantes compuestos, 9 fabrican fertilizantes foliares, 2 procesan enmiendas y 1 produce lombricompuestos. La mayor participación la tuvieron Monómeros Colombo-Venezolanos S.A. (56.8%), seguida por Abocol S.A. (40.1%).

El valor de las exportaciones en 1996, ascendió a US\$10.060.917, correspondiente a 49625.3 toneladas, lo cual significó un incremento del 33.7% en relación con el año anterior. No obstante, este valor es solamente el 5.5% del valor de las importaciones de fertilizantes del mismo año. Los fertilizantes son exportados a países de Centroamérica y Sudamérica, especialmente a Panamá (34.7%), Perú (32.8%), Costa Rica (15.9%) y Ecuador (10.3%).

Comercialización De Fertilizantes Fosfatados

En la figura 13, se presenta el comportamiento del mercado de los fertilizantes fosfatados en Colombia para el periodo 1987-1998. Se observa que el año de 1990, se presentó un nivel de producción bastante alto (99.000 toneladas/año), comparado con el de los años 1993-1998 en el que a causa de la apertura económica, el país pasó a producir entre 9.200 y 12.300 toneladas/año, es decir la producción cayó en cerca de 550.000 toneladas de fosfatos en 7 años y se llegaron a importar aproximadamente 90.000 toneladas/año. Después de un descenso en el consumo en el año 1992, la demanda de fosfatos en nuestro país se reactivó nuevamente en 127.000 toneladas para 1998. Cabe aclarar que en Colombia aproximadamente cerca del 94% de la demanda interna de fertilizantes fosfatados es suplida mediante importaciones.

Figura 10. Comportamiento del mercado de los fosfatos en Colombia (1987-1998)



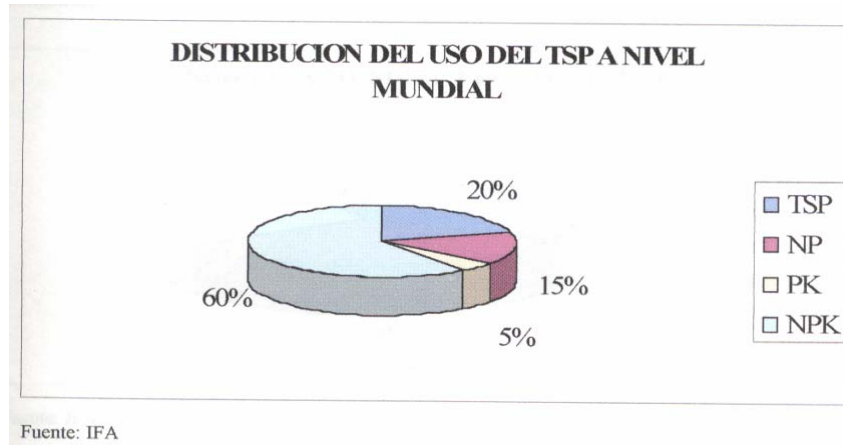
Fuente: IFA

3.8.3 Mercado del superfosfato triple en el mundo

Tendencias del uso del TSP en el mundo

El superfosfato triple es empleado como fertilizante; agregado directamente al suelo, o como materia prima para la fabricación de fertilizantes compuestos (NPK, NP, PK)

Figura 11. Distribución del uso del TSP a nivel mundial.

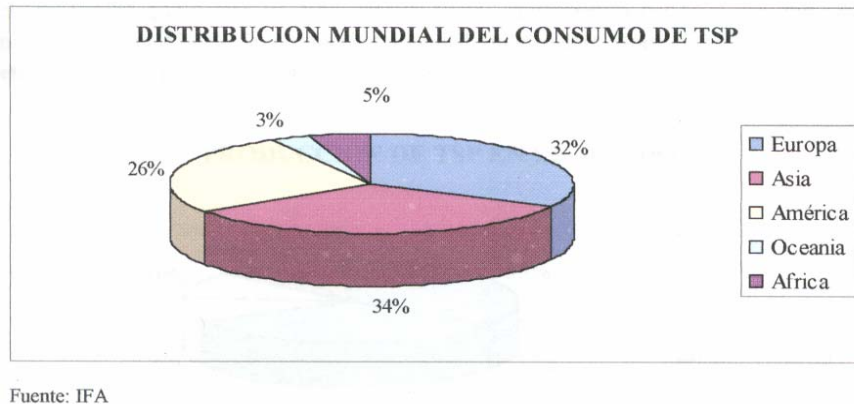


En la figura 11 se observa que la mayor cantidad de TSP a nivel mundial se utiliza en el proceso de producción de fertilizantes compuestos NPK y en segundo lugar se emplea como TSP de aplicación directa. Debido a que el superfosfato triple suministra un alto porcentaje de fósforo al fertilizante, las empresas productoras de fertilizante NPK lo emplean como materia prima. Dichos fertilizantes gozan de gran aceptación ya que proporcionan a la planta los tres componentes principales para su crecimiento.

Demanda mundial

A continuación se presenta la demanda mundial del consumo de TSP

Figura 12. Distribución mundial del consumo de TSP.

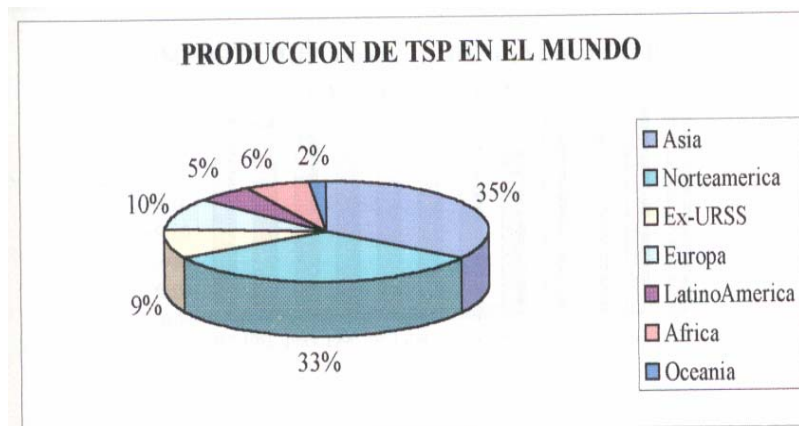


En la figura 12, se observa a nivel mundial, que los mayores consumidores de TSP en el mundo se encuentran en el continente Asiático en donde los países de China y Vietnam son los principales demandantes. En segundo lugar se encuentra Europa, en donde Francia y Alemania suman el 44% de la demanda. En tercer lugar encontramos a América, cuyo principal país consumidor es Estados Unidos. Por último se encuentra África y Oceanía que suman un 8% de la demanda mundial.

Oferta en el mundo

En la figura 13, se observa que a nivel mundial los mayores productores de TSP en el mundo se encuentran en el continente Asiático con un 35% de la producción mundial (5.11 millones de toneladas para 1998); China es el principal país productor. Muy cerca se encuentra Norteamérica con un 33% de la producción mundial, seguido por Europa y la Ex-URSS, que suman un 19%. Por su parte, Latinoamérica ocupa el penúltimo lugar con tan solo un 5% de la producción mundial (únicamente Brasil y México), cifra por debajo de África que produce el 6% del TSP en el mundo.

Figura 13. Distribución de la producción mundial de TSP.



Fuente: IFA

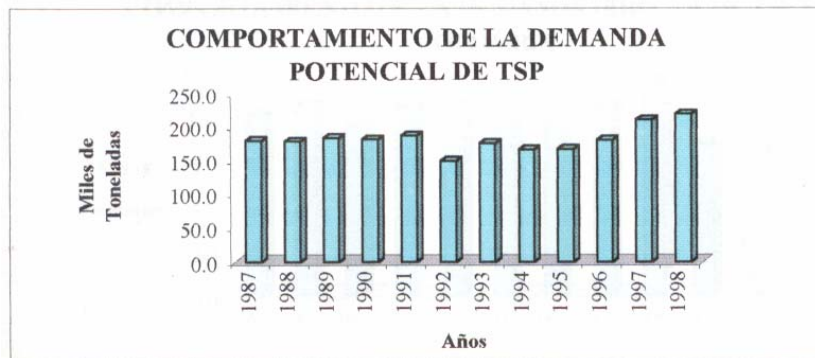
3.8.4 Análisis del comportamiento Comercial de TSP en Colombia.

Demanda

En nuestro país, los fertilizantes fosfatados de mayor uso son los fertilizantes NPK. A nivel mundial, en su preparación el fósforo se obtiene bien sea a partir de la roca fosfórica, del superfosfato simple o del superfosfato triple, este último es el más empleado por su mayor contenido de P_2O_5 y su menor contenido de impurezas lo cual incrementa la eficiencia del fertilizante y disminuye la generación de residuos.

En la figura 14, se presenta el comportamiento de la demanda potencial de TSP en Colombia entre 1987 y 1998; se observa que entre 1987 y 1991 el consumo potencial de TSP fue aproximadamente 180.000 toneladas por año; luego, en el año de 1992 ocurrió un ligero descenso de la demanda debido al inicio de la apertura económica; sin embargo, desde entonces, la demanda potencial de TSP ha venido incrementándose desde 150.000 toneladas en 1992 hasta 220.000 toneladas en 1998.

Figura 14. Comportamiento de la demanda en Colombia de TSP.



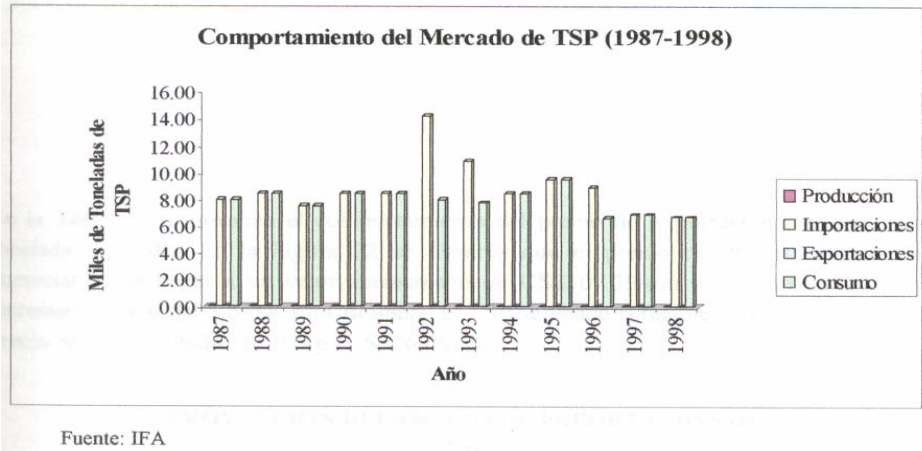
Fuente: IFA

Oferta

Colombia no produce superfosfato triple, por lo cual la totalidad de su demanda es suplida por importaciones principalmente de Estados Unidos y Alemania.

En la figura 15, se presenta el comportamiento del mercado de TSP en Colombia (producción, Importaciones, consumo). Una vez más, se observa que no se presenta producción, las importaciones en 1992 se incrementaron en cerca del 70% con respecto a las importaciones del año inmediatamente anterior; esto se debe notablemente al inicio de la apertura económica en nuestro país. En cuanto al consumo, éste decae en un 6% en el periodo de 1992-1993; mientras que para el periodo 1996-1998 hay un descenso en el consumo de aproximadamente el 30% con respecto al consumo en 1995.

Figura 15. Comportamiento del mercado de TSP en Colombia.



4. QUÍMICA DEL FERTILIZANTE

4.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se describe cada una de las reacciones químicas que tienen lugar en los procesos de transformación de las sustancias químicas decomisadas base de estudio en este trabajo de tesis. En primer lugar se presentan generalidades sobre la roca fosfórica, a continuación se hace un resumen de las reacciones que ocurren en la producción del superfosfato simple y el superfosfato triple usando el ácido sulfúrico y finalmente la posterior reacción con el amoníaco.

4.2 ROCA FOSFÓRICA

Con el nombre genérico de Roca fosfórica se conocen diferentes formas de mineral fosfatado.

Fluoroapatita	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaF}_2$
Hidroxiapatita	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2$
Carbonatoapatita	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaCO}_3$

En cuanto al aspecto físico, la roca varía desde una roca muy dura hasta una granular. Su color puede ser blanco, gris, caoba o negro dependiendo del depósito de donde provenga y de su composición.

La roca fosfórica generalmente proviene de depósitos de origen ígneo y sedimentario, siendo este último el de mayor importancia y subdividido en dos tipos: guano y pelotilla.

Los mayores yacimientos de roca fosfórica en Colombia se encuentran en Santander, Norte de Santander, Boyacá, Huila y Cundinamarca; presentándose desventajas en

estos yacimientos ante la calidad de la roca internacional, que tiene una norma internacional de 33% mínimo de contenido de P₂O₅ total, mientras que en nuestro país llega aproximadamente al 28%.

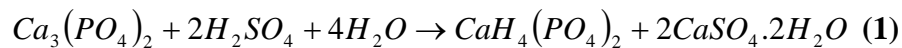
4.3 SUPERFOSFATO SIMPLE Y TRIPLE

La roca fosfórica es un fosfato natural que contiene fosfato tricálcico, fosfato de magnesio, carbonato de cal, diversos silicatos, óxidos de hierro, óxido de alúmina y fluoruros.

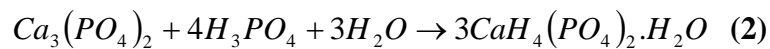
Las siguientes reacciones son las que ocurren durante el proceso de transformación entre el ácido sulfúrico y los diversos compuestos presentes en la roca:

4.3.1 Fosfato tricálcico

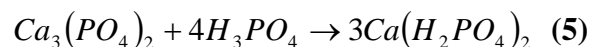
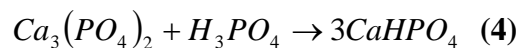
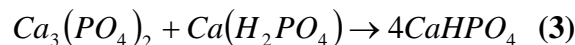
El ácido sulfúrico transforma el fosfato tricálcico en fosfato monocálcico, ácido fosfórico y sulfato de calcio según la reacción (1):



El ácido sulfúrico empleado debe por tanto diluirse en cierta cantidad de agua: los productos obtenidos, fosfato monocálcico y sulfato de cal, son hidratados; el agua permite la cristalización de estas dos sales. A su vez el ácido fosfórico formado actúa sobre la roca fosfórica formando el fosfato monocálcico, conocido como superfosfato triple por su alto porcentaje de fósforo; como se muestra en la reacción (2):

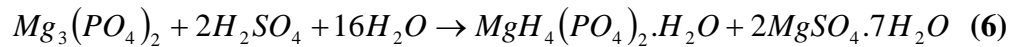


La primera reacción es más rápida que la segunda, pues el ácido fosfórico es más débil que el sulfúrico. La posterior reacción de la roca con el fosfato monocálcico forma el fosfato dicálcico (3), la roca restante reacciona con el ácido fosfórico para formar más fosfato (mono y dical). (4 y 5)

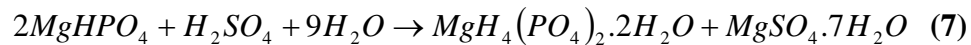


4.3.2 Fosfatos de magnesio

El magnesio se encuentra en los fosfatos naturales generalmente en forma de fosfato básico o neutro. El ácido sulfúrico da, con el fosfato básico, fosfato monomagnésico:



Con el fosfato bimagnésico se obtiene:



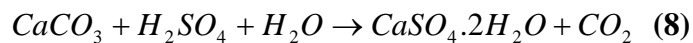
El fosfato monomagnésico no es descompuesto por el agua.

La presencia de magnesio en la roca tiene como ventaja el potencial valor de éste como nutriente.

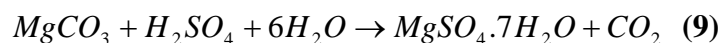
Como desventajas se puede resaltar la formación de complejos de fosfatos que aumentan la formación de lodo en el producto.

4.3.3 Carbonatos de cal y de magnesio

Muchos fosfatos contienen carbonato de cal, cuando estos son atacados por el ácido sulfúrico, el carbonato de cal se disuelve primero; se forma yeso y se desprende ácido carbónico:



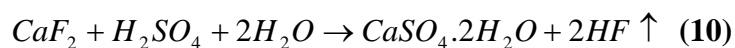
Con carbonato de magnesio se obtiene sulfato de magnesio y ácido carbónico

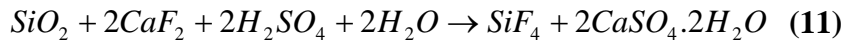


Las dos reacciones anteriores son enérgicas y desarrollan mucho calor, que recalienta la masa y produce ácido carbónico, facilitando de esta manera las demás reacciones y su desecación.

4.3.4 Fluoruros

La mayor parte de los fosfatos contienen fluoruro de calcio. El ácido sulfúrico descompone esta sal y da fluoruro de hidrógeno gaseoso (10), al mismo tiempo reacciona con la sílice para dar tetrafluoruro de silicio.(11)



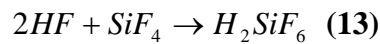


El tetrafluoruro de silicio se descompone en presencia del agua para dar ácido hidrofliuosilícico y sílice.



El ácido hidrofliuosilícico obra en los silicatos de cal y de alúmina, para dar fluoruros de aluminio o de calcio y ácido silícico.

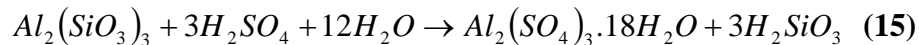
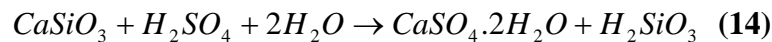
El ácido fluorhídrico da:



La presencia de flúor en la roca trae como ventaja, el poder de ser recuperado como subproducto. Como desventaja se tiene la liberación parcial como ácido fluorhídrico.

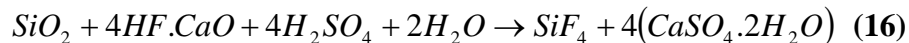
4.3.5 Silicatos

Los fosfatos naturales contienen silicatos de cal (14) y de alúmina. (15)



Los silicatos de alúmina no atacados absorben ácido y se descomponen poco a poco.

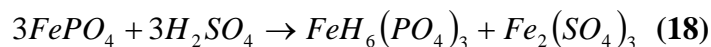
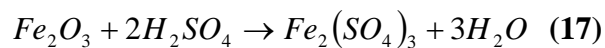
Los fosfatos que contienen fluoruro de calcio pueden dar:



La presencia de silicatos en la roca trae como ventaja la conversión del ácido fluorhídrico que es muy tóxico en ácido hidrofliuosilícico. Como desventaja se tiene que en altas proporciones causa problemas de erosión en los tanques de acidulación.

4.3.6 Óxidos de hierro

Los compuestos de hierro son atacados variablemente por el ácido sulfúrico, según la forma del fosfato y la concentración del ácido:

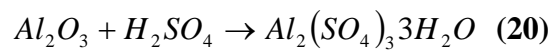




La presencia excesiva de hierro en la roca trae como ventaja la recuperación de este como óxidos de hierro. La principal desventaja es que forma complejos de fosfato aumentando la cantidad de lodo.

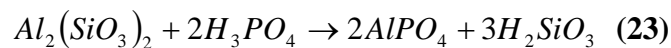
4.3.7 Alúmina

El fosfato de alúmina no ejerce influencia alguna en la retrogradación. La alúmina no es soluble en el ácido sino después de haber sido calcinada:



El sulfato de alúmina no reacciona tan rápidamente con el fosfato monocálcico como con una sal de hierro.

Los silicatos de alúmina pueden ser por el contrario, una fuente de retrogradación, cuando ya no hay descomposición por el ácido fosfórico.



La presencia de aluminio en la roca trae consigo la reducción de la corrosión causada por el ión fluoruro. La principal desventaja es que forma complejos de fosfatos en forma de gel los cuales incrementan la viscosidad.

4.4 SUPERFOSFATOS DE AMONIO

La amoniatación de los fosfatos de calcio, trae consigo la formación de los fosfatos de amonio.

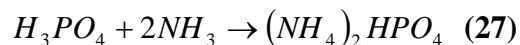
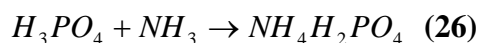
Para la obtención del fosfato monoamónico, se lleva a cabo la siguiente reacción:



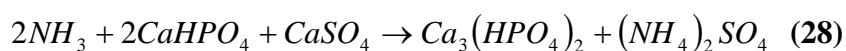
Para la obtención del fosfato diamónico, se lleva a cabo la siguiente reacción:



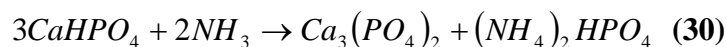
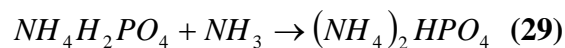
Con la amoniatación del ácido fosfórico libre al final del proceso, se forma también fosfato monoamónico y diamónico.



Si continúa la amoniatación hay una transformación del superfosfato a fosfato tricálcico no disponible, y una subsecuente formación de fosfato amónico, como se indica en la siguiente reacción:



Las siguientes ecuaciones representan las reacciones que ocurren cuando continúa la amoniatación del superfosfato concentrado:



5. DESCRIPCIÓN DE PRUEBAS

5.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se describen cada una de las pruebas que se realizaron a nivel de laboratorio para la ejecución de este trabajo de investigación.

5.2 PRUEBAS PARA LA ROCA FOSFÓRICA

Las rocas fosfóricas que se utilizaron en este trabajo de tesis para la producción de los fertilizantes fueron proporcionadas por la compañía de Abonos Integrales Mi Granja ABIMGRA LTDA. A estas rocas se le hicieron los siguientes análisis:

Figura 16. Roca fosfórica proporcionada por ABIMGRA LTDA



5.2.1 Análisis físico

Se determinó el color, la forma, estado natural y la solubilidad en agua de cada una de las rocas fosfóricas a utilizar para la producción de los fertilizantes.

5.2.2 Análisis granulométrico

Este análisis se llevó a cabo en el departamento de Ingeniería Civil de la Universidad Industrial de Santander el cual consistió en pesar una cantidad de cada una de las

muestras de roca fosfórica y hacerla pasar por una serie de tamices ensamblados en orden decreciente de tamaño de abertura y mediante el empleo de un agitador mecánico se logró que la roca se mantuviera en movimiento permanente durante 5 minutos con el fin de retener el material en los diferentes tamices.

Finalizada la operación se pesó la cantidad de material que se retuvo en cada uno de ellos y finalmente se determinó el modulo de finura, el tamaño efectivo y el coeficiente de uniformidad de la roca fosfórica. (Anexo A).

5.2.3 Análisis elemental

A la roca fosfórica se le efectuaron los siguientes análisis para su caracterización:

- Contenido de P_2O_5 total, mediante un método volumétrico.(Anexo B)
- Contenido de SiO_2 , mediante un método gravimétrico.(Anexo C)
- Contenido de calcio, mediante un método volumétrico.(Anexo D)
- Determinación de calcio, Aluminio, hierro, plomo y magnesio, mediante absorción atómica.(Anexo F)

5.3 PROCESOS PARA LA OBTENCIÓN DEL SUPERFOSFATO DE AMONIO

Para la producción del superfosfato de amonio se realizaron pruebas mediante dos procesos:

- Bifásico (2 etapas)
- Monofásico (1 etapa)

Proceso bifásico:

Se llevaron a cabo dos pruebas para la obtención del superfosfato de amonio, mediante este método. Para la prueba 1, inicialmente se adicionaron 500 gramos de roca fosfórica a 1000ml de ácido sulfúrico incautado (Concentración 80-85% p/v) en un reactor (vaso de vidrio), con agitación constante y a temperatura ambiente (figura 20). En este proceso, se llevan a cabo las reacciones químicas que transforman la

roca fosfórica en ácido fosfórico y fosfato monocálcico, y los carbonatos en sulfatos.(1)

Para la prueba 2, se adicionaron también 500gramos de roca fosfórica a 1000ml de ácido sulfúrico incautado con concentración de 70-75%p/v; en un reactor de vidrio con agitación constante y a temperatura ambiente: (Figura 17).

Figura 17. Montaje para la producción de los superfosfatos



Cada prueba se realizó a diferentes tiempos de agitación de la mezcla. En primer lugar se obtuvo el superfosfato simple como se muestra en la siguiente tabla.

Tabla 3. Tiempos de reacción de la mezcla para la obtención del superfosfato simple. Proceso bifásico.

PRUEBA	TIEMPO DE AGITACIÓN DE LA MEZCLA (minutos)
1	15
2	120

Terminado el tiempo de agitación se realizó la separación de los componentes de la mezcla. La mezcla estaba constituida por una solución ácida (ácido fosfórico y ácido

sulfúrico) y el superfosfato simple formado. A cada uno de los productos obtenidos en esta etapa se les hizo el correspondiente análisis elemental.

Al superfosfato simple se le determinó el contenido de fósforo asimilable. A la solución ácida se le halló el porcentaje de P_2O_5 total y se le adicionó 655 gramos de roca fosfórica y se sometió nuevamente a agitación constante, cada prueba se efectuó a diferentes tiempos como se muestra en la tabla 4, con el fin de lograr la obtención del superfosfato triple. (2)

Los tiempos de reacción para esta etapa son más largos que los de la etapa anterior, ya que el ácido fosfórico es un ácido débil, a diferencia del ácido sulfúrico.

Tabla 4. Tiempos de reacción de la mezcla para la obtención del superfosfato triple. Proceso bifásico.

PRUEBA	TIEMPO DE AGITACIÓN DE LA MEZCLA (minutos)
1	30
2	240

Finalizada la reacción se sometió el producto a curado. En esta etapa los superfosfatos triples obtenidos fueron almacenados durante cuatro semanas con el fin de que la reacción química en los reactores se completara.

Terminado el tiempo de curado se midió el pH a cada uno de los productos obtenidos y dependiendo de este valor se adicionó amoníaco hasta llevar cada uno de ellos a un pH entre 5-6 y al mismo tiempo adicionar nitrógeno al producto final; esto se hizo con el objetivo de remediar el pH ácido del producto y obtener un fertilizante fuente de nitrógeno y fósforo.

Por último se realizó un análisis específico a cada uno de los fertilizantes obtenidos sobre el contenido de fósforo, silicio, nitrógeno, y metales tales como: hierro, magnesio, plomo, calcio y aluminio. (Anexos B, C, D, E y F)

Especificaciones del procedimiento:

Material del reactor: vidrio

Volumen del reactor: 5 litros

Agitación: 250rpm

Agitador: paleta de tres hélices de acero inoxidable

Peso de la roca para la producción del superfosfato simple: 500gramos

Peso de la roca para la producción del superfosfato triple: 655 gramos

Volumen de ácido: 1000ml

Proceso Monofásico:

Se llevaron a cabo cuatro pruebas para la obtención del superfosfato de amonio, mediante este método. Inicialmente se adicionó 500 gramos de roca fosfórica en una solución de 1000ml de ácido sulfúrico incautado (Concentración 70-75% p/p) en un reactor (vaso de vidrio), con agitación constante; donde se presentan reacciones químicas que transforman la roca fosfórica en ácido fosfórico y fosfato monocálcico y los carbonatos en sulfatos (1). Cada prueba se llevó a cabo a diferentes tiempos de agitación de la mezcla con el fin de buscar la relación existente entre el tiempo y el porcentaje de P_2O_5 asimilable. En primer lugar se obtuvo el superfosfato simple como se muestra en la tabla 5.

Tabla 5. Tiempos de reacción de la mezcla para la obtención del superfosfato simple. Proceso monofásico

PRUEBA	TIEMPO DE AGITACIÓN DE LA MEZCLA (minutos)
1	30
2	60
3	120
4	180

Terminado el tiempo de agitación no se realizó la separación de los componentes de la mezcla como se hizo en el proceso bifásico; sino que se agregaron 655 gramos más de roca fosfórica y agua. La mezcla se sometió nuevamente a agitación constante, a

diferentes tiempos para cada prueba como se muestra en la tabla 6, con el fin de lograr un producto con un alto contenido de fósforo asimilable

Tabla 6. Tiempos de reacción de la mezcla para la obtención de los superfosfatos. Proceso monofásico

PRUEBA	TIEMPO DE AGITACIÓN DE LA MEZCLA (minutos)
1	60
2	120
3	240
4	360

Finalizada la reacción se sometió el producto a curado. En esta etapa los fertilizantes obtenidos fueron almacenados durante cuatro semanas con el fin de que las reacciones químicas en los reactores se completaran.

Terminado el tiempo de curado se midió el pH a cada uno de los productos obtenidos y se adicionó amoniaco (22), (23), (24), (25), (26), (27), hasta llevar cada uno de ellos a un pH entre 5-6; esto se hizo con el objetivo de remediar el pH ácido del producto y obtener un fertilizante fuente de nitrógeno y fósforo.

Por último se realizó un análisis específico a cada uno de los productos sobre el contenido de fósforo, silicio, nitrógeno, y metales tales como: hierro, magnesio, plomo, calcio y aluminio. (Anexos B, C, D, E y F)

Especificaciones del procedimiento:

Material del reactor: vidrio

Volumen del reactor: 5 litros

Peso de la roca para la producción del superfosfato simple: 500gramos

Peso de la roca para la producción de la mezcla: 655 gramos

Volumen de ácido: 1000ml

Agitación: 250rpm

Agitador: paleta de tres hélices de acero inoxidable

5.4 ANÁLISIS DE LOS SUPERFOSFATOS

5.4.1 Análisis físico

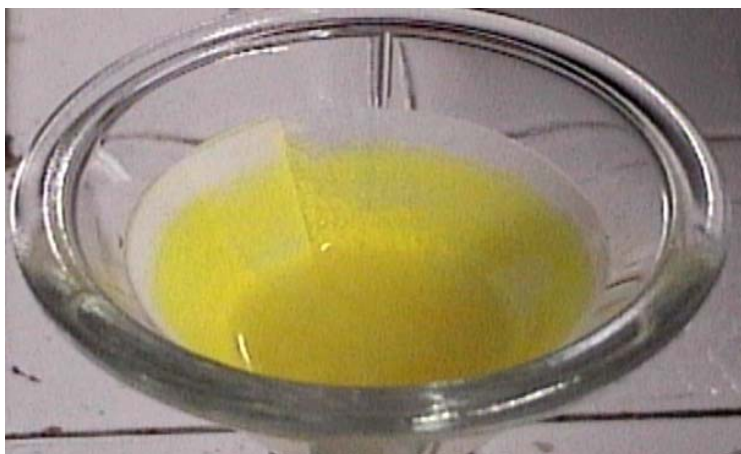
Se determinó el color, la forma, pH, consistencia de cada uno de los productos obtenidos.

5.4.2 Análisis elemental

- **Fósforo asimilable del producto, medido como %P₂O₅**

Se determinó el contenido de fósforo soluble en agua y soluble en solución de citrato de amonio, es decir el contenido de fósforo asimilable en los productos, conociéndose éste como la suma de los contenidos de fósforo soluble en agua y fósforo soluble en solución neutra de citrato de amonio. En la figura 18 se puede observar una fotografía sobre el precipitado obtenido de fósforo en solución neutra de citrato de amonio empleando un método volumétrico.

Figura 18. Determinación de fósforo mediante un método volumétrico



Los fosfatos monocálcico, monoamónico y diamónico son solubles en agua, mientras que el fosfato dicálcico es soluble en solución de citrato de amonio.

Las solubilidades en agua y citrato están determinadas por técnicas establecidas por la Asociación Oficial de Químicos Agrícolas (AOAC) y aprobadas por ICONTEC.

Para determinar el contenido de fósforo soluble en agua y en solución de citrato de amonio; se tomó una cantidad conocida del producto y se solubilizó en agua, al igual que con citrato de amonio, se dejó decantar la parte no soluble y a la soluble se le determinó el contenido de fósforo mediante un método volumétrico. (Anexo B)

- **Contenido de nitrógeno, medido como %N**

Para determinar el porcentaje de nitrógeno presente en los productos se pesó una cantidad exacta de ellos y se utilizó el método Kjeldah. (Anexo E)

- **Contenido de Silicio, medido como %SiO₂**

Para determinar el porcentaje de Silicio presente en las muestras, se pesó una cantidad exacta de ellas y se utilizó un método gravimétrico. (Anexo C)

- **Contenido de calcio, medido como %CaO**

Para determinar el porcentaje de calcio presente en las muestras, se utilizó un método volumétrico. (Anexo D)

- **Contenido de metales tales como: hierro, aluminio, plomo, magnesio y calcio**

Para determinar el contenido de cada uno de estos metales presentes en los productos, se utilizó el método de absorción atómica. Para ello se realizaron las correspondientes curvas de calibración con los patrones de cada metal y en base a esto se calcularon los porcentajes de cada uno de ellos presentes. (Anexo F)

6. ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE DATOS

6.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se muestran los resultados obtenidos de las pruebas descritas en el capítulo anterior y se presentan los análisis respectivos tanto para las rocas fosfóricas como para los fertilizantes fuentes de nitrógeno y fósforo producidos.

6.2 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LAS ROCAS FOSFÓRICAS

Para la realización de este trabajo de investigación; se trabajó con dos rocas fosfóricas proporcionadas por la compañía de Abonos Integrales Mi Granja ABIMGRA LTDA. A cada una de ellas se le hicieron los análisis respectivos para su caracterización química.

6.2.1 Análisis físico

En la tabla 7 se observan algunas de las propiedades físicas determinadas para las rocas fosfóricas proporcionadas.

Tabla 7. Análisis físico de las rocas fosfóricas suministradas por ABIMGRA LTDA.

MUESTRA	COLOR	ESTADO NATURAL	FORMA	SOLUBILIDAD EN AGUA
Roca 1	Gris	Sólido	Granulométrica	Poco Soluble
Roca 2	Gris	Sólido	Granulométrica	Poco Soluble

Físicamente las características de estas dos rocas son prácticamente las mismas. Sin embargo, esto no implica que sus propiedades y comportamiento químico sean similares.

6.2.2 Análisis granulométrico

El análisis reportado por el departamento de Ingeniería Civil de la Universidad Industrial de Santander se encuentra descrito en la tabla 8. (Anexo A)

Tabla 8. Análisis granulométrico de las rocas fosfóricas.

MUESTRA	MODULO DE FINURA	TAMAÑO EFECTIVO (mm)	COEFICIENTE DE UNIFORMIDAD
Roca 1	1.75	0.164	2.44
Roca 2	1.50	0.164	2.11

Cuando el modulo de finura se encuentra entre 1 y 2, el material se clasifica como fino; entre 2 y 2.5, medio; y de 2.5 en adelante, grueso. Con base en esto podemos observar que nuestras rocas fosfóricas se encuentran clasificadas como finas; lo cual es una propiedad que es favorable en el momento de la acidulación pues permite que el ácido penetre con mayor facilidad en el grano.

6.2.3 Análisis elemental

A cada una de las rocas fosfóricas se le efectuaron los siguientes análisis para su caracterización:

- **Contenido de P_2O_5 total, mediante un método volumétrico. (Anexo B)**

Este análisis se realizó por duplicado para cada una de las rocas fosfóricas proporcionadas. En la tabla 9 se pueden observar los resultados obtenidos para cada una de ellas:

Tabla 9. Determinación de fósforo en las rocas fosfóricas expresado como $\%P_2O_5$

ROCA 1		ROCA 2	
27	29	36	36
Promedio: 28		Promedio: 36	

Comparando los datos obtenidos sobre el contenido de fósforo total en las dos rocas, esperaríamos que los porcentajes fuesen los mismos ya que ambas fueron suministradas por el mismo proveedor. Sin embargo, la Roca 2 posee un porcentaje

de fósforo total mayor que la Roca 1, con lo que se supone que ha sido alimentada con algún aditivo especial como polvo de huesos, lo cual resulta una práctica corriente.

- **Contenido de SiO₂, mediante un método gravimétrico. (Anexo C)**

Este análisis se llevó a cabo por duplicado, obteniéndose los resultados que se muestran en la tabla 10:

Tabla 10. Determinación de silicio en las rocas fosfóricas expresado como %SiO₂

ROCA 1		ROCA 2	
5	8	6	8
Promedio: 6.5		Promedio: 7	

Los porcentajes de SiO₂ encontrados en las dos muestras son similares entre ellos y corresponden según la literatura a los porcentajes característicos de la roca fosfórica de Sardinata, Norte de Santander (5-10%). [JOYA, 1981]

- **Determinación de calcio, mediante un método volumétrico. (Anexo D)**

Este análisis se llevó a cabo por duplicado, obteniéndose los resultados de la tabla 11:

Tabla 11. Determinación volumétrica de calcio en las rocas fosfóricas expresado como %CaO

ROCA 1		ROCA 2	
45	43	52	48
Promedio: 44		Promedio: 50	

Por literatura los porcentajes de calcio para la roca de Sardinata se encuentra entre 40-50%, es de esperarse que en la Roca 2 este porcentaje sea mayor, ya que se presume que ha sido alimentada con polvo de huesos aumentando de esta manera el valor. [JOYA, 1981]

- **Determinación de Calcio, Aluminio, hierro, plomo y magnesio, mediante absorción atómica. (Anexo F).**

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 12.

Tabla 12. Determinación de metales en las rocas fosfóricas mediante absorción atómica

MUESTRA	%Fe	%Mg	%Pb	%Al	%Ca
Roca 1	0.05	0.2	ND	0.1	12
Roca 2	0.07	0.1	ND	0.3	18

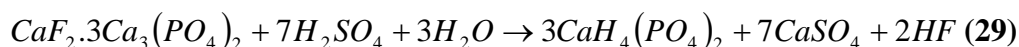
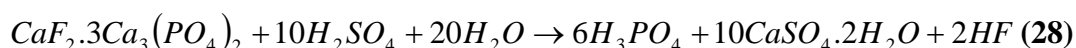
Estos análisis se llevaron a cabo en la Escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander, en el espectrofotómetro de absorción atómica marca Perkin-Elmer modelo 372. Para cada uno de estos elementos se prepararon los patrones respectivos para realizar la curva de calibración (Anexo F). Usando la ecuación de cada curva de calibración se determinaron las concentraciones de estos elementos presentes en las muestras. Para el Fe, Mg y Al se obtuvieron porcentajes relativamente bajos; en el caso del Pb no se logró detectar la presencia de este elemento por encima de 2ppm. Para el calcio los porcentajes obtenidos son altos comparados con los porcentajes de los otros metales presentes en la muestra; sin embargo, estos datos no alcanzan valores cercanos a los revisados por literatura y obtenidos mediante el análisis volumétrico. Se considera que la principal razón de estas diferencias radica en que el Ca en la prueba de absorción atómica presenta interferencia con otros metales como el magnesio, el aluminio y los fosfatos. Para eliminar estas interferencias se recomienda precipitar todo el fósforo inicialmente con molibdato de amonio y adicionar unos 5ml de óxido de lantano a las muestras para ser sometidas finalmente a absorción atómica

6.3 PROCESOS PARA LA OBTENCIÓN DEL SUPERFOSFATO DE AMONIO

Para la producción del superfosfato de amonio se realizaron pruebas mediante dos procesos:

- **Bifásico (2 etapas)**

En la tabla 13 se observan las especificaciones para cada una de las dos pruebas realizadas en el proceso bifásico usando la Roca 1. Los 500g de roca utilizados en las dos pruebas, se emplearon en la producción del superfosfato simple (SSS o SSP) y el ácido fosfórico. Durante esta primera etapa se pueden presentar dos reacciones generales dependiendo de la relación estequiométrica así:



En la ecuación (28) se presenta la reacción de producción de ácido fosfórico y sulfato de calcio dihidratado y a su vez vapores de ácido fluorhídrico que escapan del reactor. En la ecuación (29) se presenta la reacción de producción del superfosfato simple y sulfato de calcio. La relación ácido – roca fosfórica es de 7 : 1 y 10 : 1 para la producción de SSS y H₃PO₄ respectivamente. Es necesario que la relación ácido – roca sea suficiente para que se lleve a cabo la reacción (28) y seguidamente la reacción (29).

La fluoroapatita está compuesta fundamentalmente por fluoruro de calcio (CaF₂), óxido de calcio (CaO) y pentóxido de fósforo (P₂O₅). Además de lo anterior también puede contener carbonato de calcio (CaCO₃), sílice (SiO₂), óxido de magnesio, hierro y aluminio (MgO, Fe₂O₃, Al₂O₃), todos estos compuestos a su vez reaccionan con el ácido sulfúrico por lo cual es necesario que el ácido que entra se presente en exceso. Ver reacciones (6),(7),(8),(9),(10),(11),(12),(13),(15),(16),(17),(18),(19),(20).

Se puede observar también que cada prueba se llevó a cabo a diferentes tiempos de agitación de la mezcla. Generalmente este parámetro se define mediante evaluación experimental, ya que depende del tipo de roca (sustancias que la componen) y el

ácido sulfúrico que reacciona (estado en el cual se encuentra). En lo que se refiere al tipo de roca, ésta varía dependiendo del yacimiento del que es extraída y el tratamiento posterior a la extracción, en este caso se prevee que esta materia prima ha sido sometida a tratamiento; es decir ha sido enriquecida con polvo de huesos.

La temperatura para la producción del superfosfato simple alcanzó un valor de 105°C, producto de la reacción de los carbonatos de calcio y de magnesio presentes en la roca con el ácido sulfúrico (7) y (8). Las dos reacciones son exotérmicas y desarrollan calor, recalentando la masa.

Tabla 13. Especificaciones para las dos pruebas realizadas en el proceso bifásico.

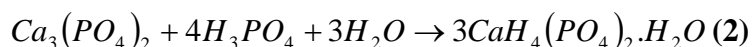
PRUEBA	PESO DE LA ROCA (g)	TIEMPO DE AGITACIÓN (min.)	VOLUMEN DE ACIDO SULFURICO (ml)	PESO DE LA SOLUCIÓN ÁCIDA (H ₃ PO ₄ Y H ₂ SO ₄) (g)	PRODUCTOS OBTENIDOS
1	500	15	1000	785,3	SSS
	655	30			SST
2	500	120	1000	780	SSS
	655	240			SST

Para ambas pruebas el peso de la solución ácida obtenida estuvo por el mismo orden, aproximadamente 780g. El ácido fosfórico extraído posee como propiedades principales aquellas que se muestran en la tabla 22:

Tabla 14. Propiedades del ácido fosfórico extraído.

PROPIEDAD	DESCRIPCIÓN
Estado natural	Líquido brillante
Color	Amarillo tenue

Con el ácido fosfórico extraído se produjo la reacción para la obtención del superfosfato triple (TSP) con las especificaciones que se muestran en la tabla 13. La reacción que ocurre en esta etapa es la que se muestra a continuación:



En esta reacción se alcanzaron temperaturas cercanas a los 40°C, su bajo valor es debido principalmente a que en esta etapa no hay formación de sulfato de calcio el cual se ha precipitado en la primera etapa.

Los tiempos de reacción para esta etapa son más largos que los de la etapa anterior, ya que el ácido fosfórico es un ácido débil, a diferencia del ácido sulfúrico.

Terminado el tiempo de reacción los productos se sometieron a curado durante 4 semanas con el fin de que las reacciones químicas se completaran en los reactores. Finalizada esta etapa se midieron los pH a cada uno de los superfosfatos y dependiendo de este valor se adicionó amoniaco incautado a la mezcla obteniéndose los resultados que se muestran en la tabla 15.

Tabla 15. Adición de amoniaco a los superfosfatos triples. Proceso bifásico

PRUEBA	pH INICIAL	PESO DE LA MUESTRA (g)	VOLUMEN DE AMONIACO AGREGADO (mL)	pH FINAL
1	1	8,9908	1.8	5 – 6
2	3	6,4016	0.3	5 – 6

- **Monofásico (1 etapa)**

Se realizaron cuatro pruebas utilizando este procedimiento para la obtención de los fertilizantes en una sola etapa.

En la tabla 16 se observan las especificaciones para cada una de las cuatro pruebas realizadas en el proceso monofásico usando la Roca 1 y 2. La primera parte del proceso hasta la obtención del ácido fosfórico y superfosfato simple (SSS o SSP) se lleva a cabo de igual forma que la primera etapa del proceso bifásico, y las reacciones que allí ocurren son las mismas.(28)(29)

Tabla 16. Especificaciones para las cuatro pruebas realizadas en el proceso monofásico.

PRUEBA	PESO DE LA ROCA (g)	TIEMPO DE AGITACIÓN (min.)	VOLUMEN DE ACIDO SULFURICO (ml)	PRODUCTOS OBTENIDOS
1	500	30	1000	SSS + SST
	655	60		
2	500	60	1000	SSS + SST
	655	120		
3	500	120	1000	SSS + SST
	655	240		
4	500	180	1000	SSS + SST
	655	360		

En las cuatro pruebas se usaron tiempos de agitación diferentes con el fin de encontrar el mejor producto en cuanto a propiedades físicas y porcentaje de P_2O_5 asimilable.

Terminada la primera parte del proceso no se separó el ácido fosfórico y el superfosfato simple formado de la mezcla; sino que se agregaron 655 gramos más de roca fosfórica y se sometió de nuevo a agitación para que ella reaccionara con el ácido fosfórico. Las especificaciones de este proceso se muestran en la tabla 16. Finalizada esta operación se llevaron los productos a curado durante cuatro semanas.

Después del curado a cada muestra se le midió el pH inicial y dependiendo de su valor se agregó amoníaco incautado hasta llevar a un pH aproximado entre 5 y 6 como se muestra en la tabla 17. Las reacciones que ocurren durante este proceso son aquellas que se muestran en el capítulo 4. (22)(23)(24)(25).

Tabla 17. Adición de amoníaco a los superfosfatos. Proceso monofásico.

PRUEBA	pH INICIAL	PESO DE LA MUESTRA (g)	VOLUMEN DE AMONIACO AGREGADO (mL)	pH FINAL
1	< 1	10.7314	7.1	5 – 6
2	< 1	8.9218	9.5	5 – 6
3	< 1	8.7721	9.1	5 – 6
4	1	8.5810	1.3	5 – 6

El producto obtenido en el proceso monofásico, es una mezcla de diversos compuestos: fosfato monocálcico y monoamónico, en mayor porcentaje que en el proceso bifásico, ya que en él se encuentra el superfosfato simple inicial (29) y el que se obtiene al agregar a la reacción más roca fosfórica (2), que actúa con el ácido fosfórico. Además se encuentra fosfato dicálcico y diamónico y todos los demás compuestos formados en las reacciones que se aprecian en el capítulo 4, ya que ha diferencia del proceso bifásico en donde se separa el ácido fosfórico de la torta residual; en el proceso monofásico, nada se retira, y todos los productos solubles e insolubles están presentes a excepción de aquellos gases que escapan.

6.4 DESCRIPCION DE LOS PRODUCTOS

6.4.1 Superfosfatos simples

En el proceso bifásico el superfosfato simple obtenido de la prueba #1, presenta una coloración gris oscura. Su textura es de un lodo y su pH es menor a uno. Se recomienda su uso en mezclas con urea para elevar el pH y evitar la solubilización del aluminio.

Se puede pensar que lo ocurrido es debido a la concentración alta de ácido sulfúrico (80-85% p/v), puesto que este reacciona mejor a concentraciones menores (aprox.70%) ya que los iones son quienes se encargan del ataque a la roca. A concentraciones mayores, la roca es atacada superficialmente, quedando parte interna sin reaccionar. Cabe resaltar que el tiempo de reacción para esta prueba fue corto comparado con la segunda prueba, pudiendo quedar parte de los componentes sin reaccionar dando un producto de no muy buena calidad.

El superfosfato simple obtenido de la prueba #2 en el proceso bifásico, es de color café. Su pH es de aproximadamente 3. Este fertilizante posee un buen aspecto; en cuanto a color, consistencia y humedad.

6.4.2 Superfosfatos triples

El superfosfato triple obtenido de la prueba #1 proceso bifásico, tiene una coloración marrón, presenta una forma granular fina, buena consistencia y su pH es menor a 1. Se recomienda su uso en mezclas con urea para elevar el pH y evitar la solubilización del aluminio.

El superfosfato triple obtenido de la prueba #2 proceso bifásico, tiene una coloración café clara, presenta forma granular fina, se observa seco y su pH es de 3.

6.4.3 Mezcla de superfosfatos

El superfosfato obtenido de la prueba #1 proceso monofásico, presenta una coloración gris oscura. Su textura es prácticamente de un lodo y su pH es menor a uno. No presenta buenas propiedades de consistencia y color. Se recomienda su uso en mezclas con urea para elevar el pH y evitar solubilización de aluminio. Se puede pensar que lo ocurrido es debido a que durante la reacción se agregó agua al proceso (200 ml) para mejorar la mezcla que se encontraba aparentemente muy seca, dificultando la agitación en el reactor. Esto pudo ocasionar la formación en exceso de ácido libre. Además cabe resaltar que el tiempo de reacción en esta etapa fue corto, pudiendo quedar parte de los componentes sin reaccionar dando un producto de no muy buena calidad. (Figura 19).

Figura 19. Superfosfato prueba #1 proceso monofásico



El superfosfato obtenido de la prueba #2 proceso monofásico, presenta una coloración gris, aspecto lodoso y su pH es menor a 1. Durante el proceso se agregó aproximadamente 250 ml de agua a la reacción para facilitar las condiciones de agitación. Esto pudo ocasionar la formación de ácido libre en exceso.

El superfosfato obtenido de la prueba #3 proceso monofásico, presenta una coloración café. Su textura es de un lodo y su pH es menor a uno. Se puede pensar que lo ocurrido es debido a que durante la reacción se agregó agua al proceso (350 ml) para mejorar la mezcla que se encontraba aparentemente muy seca, dificultando la agitación en el reactor. Esto pudo ocasionar la formación de ácido libre en exceso.

El superfosfato obtenido de la prueba #4 proceso monofásico, presenta una coloración café oscuro, posee buena textura se observa un poco húmedo y su pH es menor a uno, (Figura 20). Durante la reacción se agregó agua para ayudar a las condiciones del proceso (150 ml).

Figura 20. Superfosfato prueba #4 proceso monofásico.



6.4.4 Superfosfatos de amonio

El superfosfato de amonio obtenido de la prueba #1 proceso bifásico, tiene una coloración café claro y buena textura, su forma es granular fina y su pH se ha sido ajustado entre 5-6.

El superfosfato de amonio obtenido de la prueba #2 proceso bifásico, tiene una coloración café claro y buena contextura, su forma es granular fina y su pH ha sido ajustado entre 5-6.

El superfosfato de amonio obtenido de la prueba #1 proceso monofásico, tiene una coloración gris oscuro, su forma es granular gruesa y su pH ha sido ajustado entre 5-6.

El superfosfato de amonio obtenido de la prueba #2 proceso monofásico, tiene una coloración gris, su forma es granular posee buena contextura y su pH ha sido ajustado entre 5-6.

El superfosfato de amonio obtenido de la prueba #3 proceso monofásico, tiene una coloración café, su forma es granular y su pH ha sido ajustado entre 5-6.

El superfosfato de amonio obtenido de la prueba #4 proceso monofásico, tiene una coloración café, su forma es granular, posee buena contextura y su pH se encuentra entre 5-6.

El fertilizante que presenta mejores propiedades y aspecto (color, textura, granulometría) es el fertilizante #4 proceso monofásico, tanto la mezcla de superfosfatos como el superfosfato de amonio por haber sido sometido a mayor tiempo de agitación (360minutos).

Finalmente se determinó el contenido de fósforo asimilable, silicio, nitrógeno, metales presentes en los productos obtenidos tanto en el proceso monofásico como en el bifásico.

- **Análisis del contenido de fósforo en los productos.**

Los fosfatos monocálcico, monoamónico y diamónico son solubles en agua, mientras que el fosfato dicálcico es soluble en solución de citrato de amonio.

Cada análisis se realizó por duplicado, obteniéndose los resultados que se muestran en las tablas 18 y 19.

Tabla 18. Porcentaje de fósforo asimilable en los superfosfatos de amonio. Proceso bifásico.

PRUEBA	% P ₂ O ₅ soluble en agua	% P ₂ O ₅ soluble en citrato de amonio
1	4.5	5.5
2	9	15

Se puede observar en la tabla 26, que los porcentajes de P₂O₅ solubles en agua y solución de citrato de amonio son mayores para la muestra 2 que la 1, lo cual nos indica que fue mejor allí la reacción donde el tiempo de agitación fue mayor. Para ambas muestras se utilizó roca fosfórica 1 donde el % de P₂O₅ es del 28%.

Tabla 19. Porcentaje de fósforo asimilable en los superfosfatos de amonio. Proceso monofásico

PRUEBA	% P ₂ O ₅ soluble en agua	% P ₂ O ₅ soluble en citrato de amonio
1	6	14.5
2	12	12
3	12	12.2
4	12	21

De la tabla 19 podemos concluir que el porcentaje de P₂O₅ soluble en solución de citrato de amonio es mayor para la muestra 4 que para las demás, lo cual nos indica que fue mejor la reacción donde el tiempo de agitación es más alto. Para la muestra 1 se utilizó roca fosfórica 1 donde el % de P₂O₅ es del 28%, para las demás muestras se utilizó roca fosfórica 2 donde el % de P₂O₅ es del 36%.

- **Análisis del contenido de nitrógeno en los productos**

Estos análisis se llevaron a cabo por medio del método Kjeldah para la identificación de nitrógeno, en el laboratorio de consultas industriales de la Universidad Industrial de Santander. Los resultados obtenidos se muestran en las tablas 20 y 21.

Tabla 20. Porcentaje de nitrógeno en los superfosfatos de amonio. Proceso bifásico.

PRUEBA	% N
1	2
2	0.5

Tabla 21. Porcentaje de nitrógeno en los superfosfatos de amonio. Proceso monofásico.

PRUEBA	% N
1	3
2	4
3	6
4	3

En la tabla 21 se puede observar que los resultados obtenidos para el contenido de nitrógeno en los productos, son relativamente bajos, ya que fuentes bibliográficas, indican que los superfosfatos de amonio, aportan aproximadamente un 11% de nitrógeno.[OCHOA,2001]

Aún así no se puede considerar perdida la amonización en este proceso ya que ésta es importante porque proporciona al producto una forma económica de fijación de nitrógeno, además contribuyó a mejorar las condiciones físicas de los fertilizantes (menor humedad y pH entre 5-6) y finalmente neutralizó el ácido libre en el superfosfato. Es necesario resaltar que la amonización en este proceso aporta una solución a la problemática del amoniaco incautado, transformándolo en un producto lícito necesario, como lo es el superfosfato de amonio.

Se observa que el menor porcentaje de nitrógeno fue para la prueba 2 proceso bifásico, lo cual era de esperarse, ya que el pH de este producto antes de la adición del amoniaco se encontraba en 3.

- **Análisis del contenido de SiO₂ en los productos.**

Para cada uno de los productos obtenidos tanto por proceso monofásico como bifásico, se determinó el porcentaje de silicio presente mediante un método gravimétrico. (Anexo C)

Este análisis se llevó a cabo por duplicado, obteniéndose los resultados que se muestran en las tablas 22 y 23:

Tabla 22. Determinación de silicio en los productos proceso bifásico, expresado como %SiO₂

PRUEBA	%SiO ₂
1	2
2	2.5

Tabla 23. Determinación de silicio en los productos proceso monofásico, expresado como %SiO₂

PRUEBA	% SiO ₂
1	2
2	2
3	2
4	2

Los porcentajes de silicio presentes en cada uno de los productos obtenidos tanto en el proceso bifásico como en el monofásico fue prácticamente similar para todas las pruebas.

- **Determinación de calcio mediante un método volumétrico**

Este análisis se llevó a cabo por duplicado, obteniéndose los resultados que se muestran en las tablas 24 y 25:

Tabla 24. Determinación de calcio en los productos, proceso bifásico, expresado como %CaO

PRUEBA	%CaO
1	32
2	38

Tabla 25. Determinación de calcio en los productos proceso monofásico, expresado como %CaO

PRUEBA	% CaO
1	33
2	39
3	41
4	38

Los porcentajes de calcio en las muestras son altos, lo cual era de esperarse por el contenido de calcio inicial en la roca fosfórica.

- **Determinación de Calcio, Aluminio, hierro, plomo y magnesio mediante absorción atómica.**

Los resultados obtenidos en este análisis se muestran en las tablas 26 y 27. (Anexo E).

Tabla 26. Determinación de metales en los productos, proceso bifásico mediante absorción atómica

PRUEBA	%Fe	%Mg	%Pb	%Al	%Ca
1	0.1	0.1	ND	0.3	8
2	0.2	0.1	ND	0.3	17

Tabla 27. Determinación de metales en los productos, proceso monofásico mediante absorción atómica

PRUEBA	%Fe	%Mg	%Pb	%Al	%Ca
1	0.1	0.07	ND	0.2	7
2	0.2	0.1	ND	0.2	4
3	0.2	0.1	ND	0.3	3
4	0.04	0.05	ND	0.1	6

Estos análisis se llevaron a cabo en la Escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander, en el espectrofotómetro de absorción atómica marca Perkin-Elmer modelo 372. Para cada uno de estos elementos se prepararon los patrones respectivos para realizar la curva de calibración (Anexo F). Usando la ecuación de cada curva se determinaron las concentraciones de cada uno de estos elementos presentes en las muestras. Para el Fe, Mg y Al se obtuvieron porcentajes relativamente bajos; en el caso del Pb no se logró detectar la presencia de este elemento por encima de 2ppm. Para el calcio los porcentajes obtenidos son altos comparados con los porcentajes de los otros metales presentes en la muestra, sin embargo, estos datos no alcanzan valores cercanos a los revisados por literatura y obtenidos mediante el análisis volumétrico. Se considera que la principal razón de estas diferencias radica en que el Ca en la prueba de absorción atómica presenta interferencia con otros metales como el Mg y el Al.

Al comparar los porcentajes de hierro, podemos observar que estas cantidades son mayores al contenido de hierro que posee la roca, por lo cual se puede predecir que los insumos químicos incautados más específicamente el ácido sulfúrico, se encuentra contaminado con este metal.

Aún así el porcentaje de este metal en los productos no es alto, lo cual no lo hace un factor negativo. Muy al contrario estos porcentajes son permisibles ya que el hierro es un micronutriente necesario para las plantas.

TABLA 28. Especificaciones del proceso bifásico.

ESPECIFICACIONES	PRUEBA 1	PRUEBA 2
Peso inicial de la roca fosfórica adicionado (g)	500	500
Peso final de la roca fosfórica adicionado (g)	655	655
Tiempo inicial de agitación de la mezcla (min.)	15	120
Tiempo final de agitación de la mezcla (min.)	30	240
Productos obtenidos	Superfosfato simple Superfosfato triple	Superfosfato simple Superfosfato triple
PH inicial del superfosfato triple	1	3
Peso de la muestra a adicionar amoniaco	8.9908	6.4016
Volumen de amoniaco agregado	1.8	0.3
PH final	5-6	5-6
% P ₂ O ₅ soluble en agua	4.5	9
% P ₂ O ₅ soluble en solución de citrato de amonio	5.5	15
% Nitrógeno	2	0.5
% Silicio, expresado como SiO ₂	2	2.5
% Calcio, expresado como CaO	32	38
% Hierro	0.1	0.2
% Magnesio	0.1	0.1
% Plomo	ND	ND
% Aluminio	0.3	0.3
% Calcio, absorción atómica	8	17

TABLA 29. Especificaciones del proceso monofásico.

ESPECIFICACIONES	PRUEBA 1	PRUEBA 2	PRUEBA 3	PRUEBA 4
Peso inicial de la roca fosfórica adicionado (g)	500	500	500	500
Peso final de la roca fosfórica adicionado (g)	655	655	655	655
Tiempo inicial de agitación de la mezcla (min.)	30	60	120	180
Tiempo final de agitación de la mezcla (min.)	60	120	240	360
Productos obtenidos	Mezcla de superfosfatos	Mezcla de superfosfatos	Mezcla de superfosfatos	Mezcla de superfosfatos
pH inicial de la mezcla del superfosfato	< 1	< 1	< 1	1
Peso de la muestra a adicionar amoniaco (g)	10.7314	8.9218	8.7721	8.5810
Volumen de amoniaco agregado (mL)	7.1	9.5	9.1	1.3
pH final	5-6	5-6	5-6	5-6
% P ₂ O ₅ soluble en agua	6	12	12	12
% P ₂ O ₅ soluble en solución de citrato de amonio	14.5	12	12.2	21
% Nitrógeno	3	4	6	3
% Silicio, expresado como SiO ₂	2	2	2	2
% Calcio, expresado como CaO	33	39	41	38
% Hierro	0.1	0.2	0.2	0.04
% Magnesio	0.07	0.1	0.1	0.05
% Plomo	ND	ND	ND	ND
% Aluminio	0.2	0.2	0.3	0.1
% Calcio, absorción atómica	7	4	3	6

7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

7.1 CONCLUSIONES

1. El ácido sulfúrico y amoniaco utilizados en el país para la producción de sustancias ilícitas, constituyen una buena fuente para la elaboración de superfosfatos, ya que los productos obtenidos, no contienen elementos nocivos aportados por estos insumos químicos.
2. El proceso monofásico para la obtención de superfosfatos amoniacales constituye una buena herramienta para la obtención de este tipo de fertilizantes, a menor tiempo y costos de producción.
3. El producto generado en el proceso monofásico en la prueba 4 es el que posee mejores propiedades físicas (color, textura etc.) y contenido de P_2O_5 soluble en solución de citrato de amonio 21% y agua 12%, lo cual nos indica que para el tipo de roca fosfórica empleada, y las características del ácido sulfúrico incautado utilizado, el mejor tiempo de agitación de la roca es de 3 horas.
4. No se encontró plomo en concentraciones mayores a 2 ppm en los productos, lo cual nos indica, que contrario a lo que se esperaba, el ácido sulfúrico, poco o nada es contaminado por este metal principalmente por la presencia de armas ubicadas en los sitios de almacenamiento.
5. La amoniatación es una forma económica de proporcionar nitrógeno a los productos, mejorando de esta manera las condiciones físicas del fertilizante, ayuda a neutralizar el ácido libre y es una solución a la problemática de la destrucción del amoniaco incautado vinculándolo a procesos lícitos.

6. De acuerdo al trabajo de investigación realizado se puede concluir que el ácido sulfúrico incautado posee hierro que es aportado al fertilizante, en cantidades permisibles que no perjudican al suelo (0.1-0.2%) por lo contrario realiza de esta manera un aporte significativo de este micronutriente necesario para las plantas.

7. Con base en los resultados obtenidos en el análisis químico del producto, se puede concluir que es factible la utilización del ácido sulfúrico y del amoníaco en la producción de superfosfatos de amonio.

7.2 RECOMENDACIONES

1. Se recomienda realizar pruebas para flúor, las cuales no se hicieron en nuestro producto final, aunque se prevee que este no puede ser mayor a un 5% analizando los porcentajes de los demás elementos presentes, aún así es bueno tener el % real. Además cabe la pena resaltar que durante la reacción se observó el desprendimiento de ácido fluorhídrico.
2. Se debe tener en cuenta el tiempo de reacción mediante evaluación experimental, ya que este depende del tipo de roca y del ácido sulfúrico que reacciona, para nuestro producto el tiempo de agitación que se recomienda es de 3 horas, ya que allí se observó la formación de un producto con mejores propiedades.
3. Se recomienda no utilizar agua en grandes cantidades, ya que se presenta formación de ácido libre en exceso en el producto y éste adquiere consistencia lodosa, la adición de agua debe definirse experimentalmente buscando mejorar las propiedades del producto.
4. Se aconseja realizar un diseño más favorable para la adición de amoníaco al producto con el fin de aprovechar esta sustancia de una manera más significativa; ya que en nuestro caso se observó la pérdida de pequeñas cantidades de amoníaco por evaporación.
5. Se puede pensar en la utilización de urea (sustancia química controlada) para la adición de nitrógeno al fertilizante compuesto; con el fin de aportar nitrógeno.
6. Este proyecto debe tenerse en cuenta entre las alternativas para solucionar en parte la problemática de los insumos químicos decomisados en el país aportando de esta manera disminución a los problemas de contaminación ambiental que ocasionan la destrucción de estas sustancias.

7. Vincular entidades del estado relacionadas con la problemática del narcotráfico como lo es PLANTE con el fin de utilizar un producto obtenido a partir de las sustancias químicas controladas, en la adecuación de los suelos agrícolas deteriorados por los cultivos ilícitos.

BIBLIOGRAFÍA

- BRICEÑO B., Carlos y RODRÍGUEZ DE CÁCERES, Lilia. Química. Bogotá, 1993. 672p.
- CASTILLO, Nelson. Una introducción al estudio del suelo y de los fertilizantes. Venezuela, 1987. 173p
- DIRECCIÓN NACIONAL DE ESTUPEFACIENTES. La lucha de Colombia contra las drogas ilícitas. Acciones y resultados 2002. Bogotá, 2003. 374p.
- DIRECCIÓN NACIONAL DE ESTUPEFACIENTES. Certificado de Carencia por Tráfico de Drogas. 2002.
- GESSNER G, Hawley. Diccionario de química y productos químicos. Barcelona, 1992.
- INSTITUTO COLOMBIANO AGROPECUARIO. Comercialización de fertilizantes. 1994-1996. Bogotá, 1998.
- INSTITUTO GEOGRÁFICO AGUSTÍN CODAZZI. Suelos de Colombia. Bogotá, 1995.
- INTERNATIONAL FERTILIZER INDUSTRY ASSOCIATION, Ifadata Statistics (Nitrogen-Phosphate-Potash). París, 2000.
- JOYA, Isaías y SIERRA, Nury. Estudio Técnico-Económico para una planta de abonos compuestos a partir de fosfatos de los Santanderes. Bucaramanga,

- 1981.255p. Trabajo de Grado (Ingeniero Químico) Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisico-Químicas.
- KIRK-OTHMER, Enciclopedia of chemical Technology. Vol 9, 1966.
 - KOLTHOFF, I. M. y SANDELL, E. B. Tratado de Química analítica cuantitativa general e inorgánica. 2 ed. Estados Unidos, 1943. 914p
 - LANCHEROS CHAPARRO, Edilse. Evaluación de efectos ambientales de los fertilizantes químicos y orgánicos. Bucaramanga, 2001. 131p. Trabajo de Grado (Especialista en Química Ambiental) Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias.
 - LOZANO, E. y NIÑO E. Determinación del rendimiento de la roca fosfórica con tratamiento térmico como fertilizantes por aplicación directa. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 1993.
 - OCHOA CÁCERES, Silvia Mercedes. Estudio técnico-económico para el montaje de una planta de producción de superfosfatos en Barrancabermeja. Bucaramanga, 2001. 144p. Trabajo de Grado. (Ingeniera Química) Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisico-Químicas.
 - ORDÓÑEZ, J. Fertilizantes y abonos. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 1986.
 - PEDRAZA, Juan Francisco y CAMARGO, Jaime. Prácticas de química analítica cuantitativa. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, 1986.

- PLUVINAGE, Ch. Industria y comercio de los abonos de los criptogámicos e insecticidas. Barcelona, 1923. 552p

ANEXO A



RESULTADO DE ENSAYOS

SOLICITANTE JULIANA ORDOÑEZ BIBIANA RAMIREZ	FECHA D. 14 M. 05 A. 03
---	--------------------------------

MATERIAL, PROCEDENCIA, DESCRIPCION
Muestra 1 Roca fosforica Abonos Mi Granjita

GRAVEDADES ESPECIFICAS			A. FINO	A. GRUESO
	A. FINO	A. GRUESO		
REAL	_____	_____	PESO UNITARIO SUELTO	_____
APARENTE	_____	_____	PESO UNITARIO COMPACTADO	_____
APARENTE S S S	_____	_____	ABSORCION %	_____
			PORCENTAJE DE VACIOS %	_____

MATERIA ORGANICA : FINO GRUESO ICONTEC

ANALISIS GRANULOMETRICO :

	TAMIZ	PESO RETENIDO	% RETENIDO	% RETENIDO ACUMULADO	% QUE PASA	
A. FINO	4	_____	_____	_____	_____	
	8	0.09 g	0.028	0.028	99.97	
	16	19 g	6	6.028	93.97	
	30	45.7 g	14.4	20.43	79.57	
	50	114.2 g	36.1	56.52	43.48	
	100	112.6 g	35.5	92.03	7.97	
	FONDO	24.8 g	7.8			
TOTAL	316.3 g		PESO MUESTRA	_____		
MODULO DE FINURA		1.75	TAMAÑO EFECTIVO	0.164	COEFICIENTE DE UNIFORMIDAD	2.44
A. GRUESO	_____	_____	_____	_____	_____	
	_____	_____	_____	_____	_____	
	_____	_____	_____	_____	_____	
	_____	_____	_____	_____	_____	
	_____	_____	_____	_____	_____	
	_____	_____	_____	_____	_____	
	FONDO	_____	_____			
TOTAL	_____		PESO MUESTRA	_____		
TAMAÑO MAXIMO		_____	TAMAÑO EFECTIVO	_____	COEFICIENTE DE UNIFORMIDAD	_____

OBSERVACIONES :

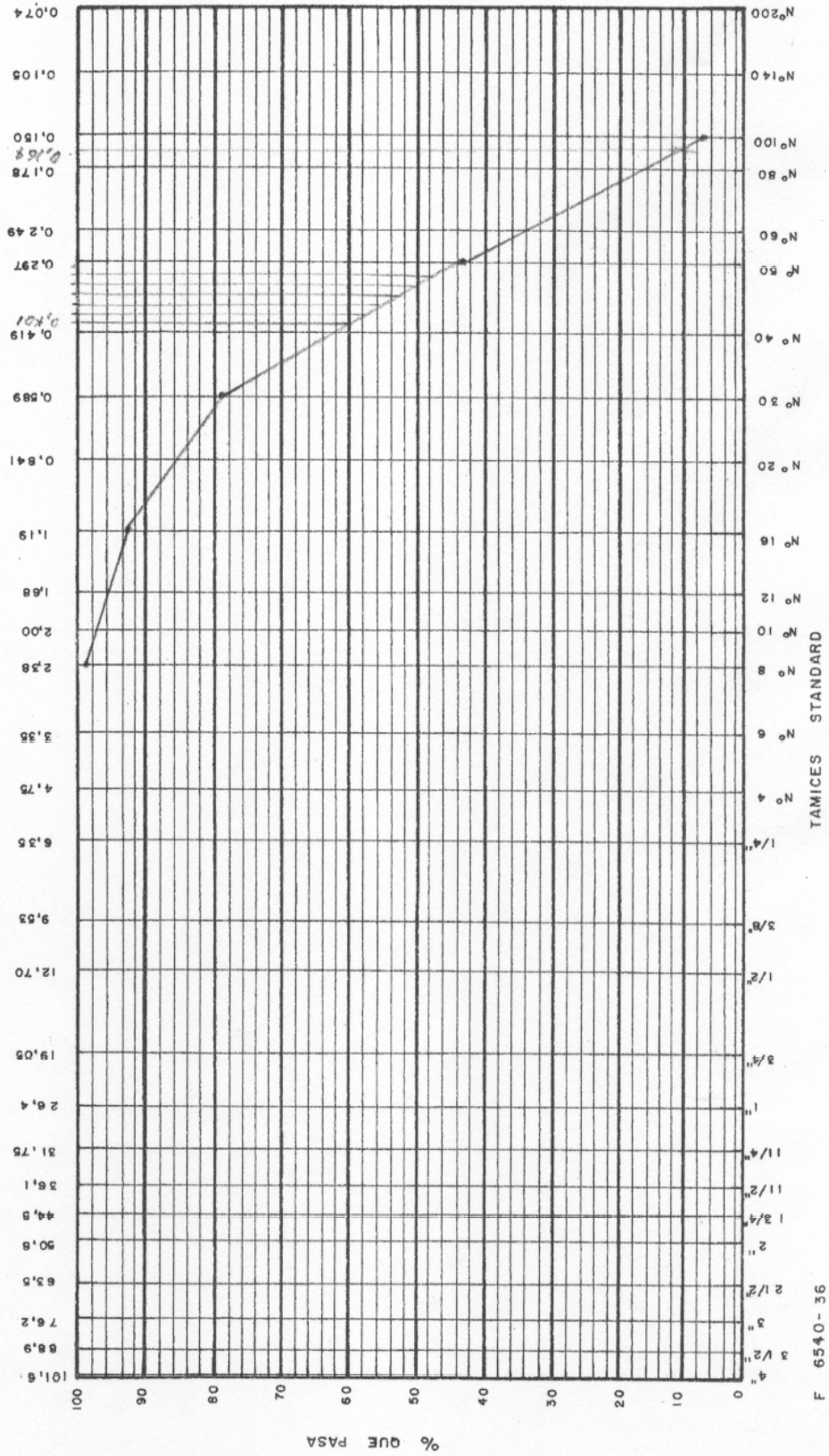
ENSAYO	V° B°
JEFE LABORATORIO HORMIGON SIMPLE	



GRANULOMETRIA DE AGREGADOS

SOLICITANTE : Juliana Ordoñez Bibiana Ramirez	FECHA : A 03 M 05 D 14
MATERIAL : Roca fosfórica	MUESTRA N° 1
PROCEDENCIA : Abonos Mi Granilita	DIAMETRO EFECTIVO = D ₁₀ 0,167mm
DESCRIPCION :	COEFICIENTE UNIFORMIDAD D ₆₀ / D ₁₀ = 0,401 / 0,167 = 2,40
NORMA ICONTEC :	ENSAYO COLORIMETRICO =
OBSERVACIONES :	
ENSAYO	V° B°

DIAMETRO DE LAS PARTICULAS EN m.m.





RESULTADO DE ENSAYOS

SOLICITANTE <u>Juliana Ordoñez Bibiana Ramirez</u>	FECHA D M A <u>14</u> <u>05</u> <u>03</u>
---	---

MATERIAL, PROCEDENCIA, DESCRIPCION <p style="text-align: center;"><u>Muestra 2 Roca fosfórica Abonos mi granjita</u></p>

GRAVEDADES ESPECIFICAS	A. FINO	A. GRUESO	A. FINO	A. GRUESO
REAL	_____	_____	PESO UNITARIO SUELTO	_____
APARENTE	_____	_____	PESO UNITARIO COMPACTADO	_____
APARENTE S S S	_____	_____	ABSORCION %	_____
			PORCENTAJE DE VACIOS %	_____

MATERIA ORGANICA :	FINO	GRUESO	ICONTEC
--------------------	------	--------	---------

ANALISIS GRANULOMETRICO :					
	TAMIZ	PESO RETENIDO	% RETENIDO	% RETENIDO ACUMULADO	% QUE PASA
A. FINO	4	_____	_____	_____	_____
	8	0.3 g	0.36	0.36	99.64
	16	4 g	4.88	5.24	94.76
	30	5.5 g	6.71	11.95	88.05
	50	26.9 g	32.84	44.79	55.21
	100	35.2 g	42.97	87.79	12.21
	FONDO	10 g	_____	_____	_____
TOTAL	81.9	_____	_____	PESO MUESTRA	_____
MODULO DE FINURA <u>1.50</u> TAMAÑO EFECTIVO <u>0.164</u> COEFICIENTE DE UNIFORMIDAD <u>2.11</u>					
A. GRUESO	_____	_____	_____	_____	_____
	_____	_____	_____	_____	_____
	_____	_____	_____	_____	_____
	_____	_____	_____	_____	_____
	_____	_____	_____	_____	_____
	_____	_____	_____	_____	_____
	FONDO	_____	_____	_____	_____
TOTAL	_____	_____	_____	PESO MUESTRA	_____
TAMAÑO MAXIMO _____ TAMAÑO EFECTIVO _____ COEFICIENTE DE UNIFORMIDAD _____					

OBSERVACIONES :

ENSAYO	Vº Bº
JEFE LABORATORIO HORMIGON SIMPLE	

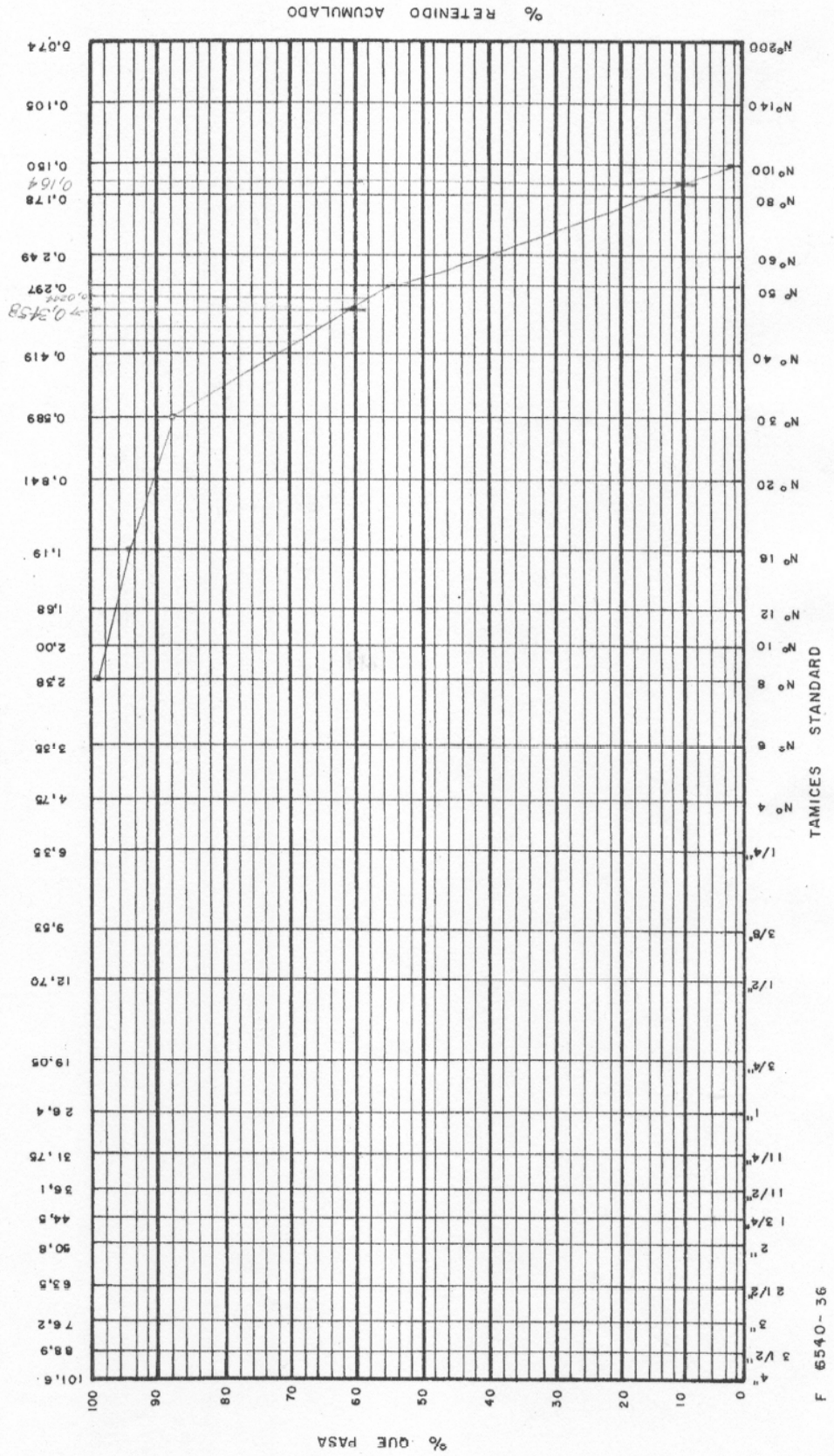


UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
ESUELA DE INGENIERIA CIVIL

GRANULOMETRIA DE AGREGADOS

SOLICITANTE : Juliana Ordoñez Bibiana Ramirez	FECHA : A 03 M 05 D 14
MATERIAL : Roca fosfórica	MUESTRA N° 2
PROCEDENCIA Abonos Mi Granjita	DIAMETRO EFECTIVO = $D_{90} = 0,164$
DESCRIPCION :	COEFICIENTE UNIFORMIDAD $\frac{D_{60}}{D_{30}} = \frac{0,3458}{0,164} = 2,11$
NORMA ICONTEC :	ENSAYO COLORIMETRICO =
OBSERVACIONES :	
ENSAYO	V° B°

DIAMETRO DE LAS PARTICULAS EN m.m.



ANEXO B

DETERMINACIÓN VOLUMETRICA DE P₂O₅ EN ROCA FOSFÓRICA

1. Reactivos:

Molibdato de Amonio.

Ácido Nítrico concentrado.

Ácido clorhídrico concentrado.

Hidróxido de Sodio 0.25 N.

Ácido clorhídrico 0.25 N.

Fenolftaleína 0.1%.

2. Preparación de la muestra:

Triturar y pulverizar la muestra en un mortero hasta que todo pase por un tamiz # 80.

3. Disolución de la muestra:

Pesar exactamente una muestra entre 0.4-0.5 gramos, tratarla en un vaso de precipitados con 15 ml de HNO₃ concentrado y 2 ml de HCl concentrado, hervir cuidadosamente hasta casi sequedad; enfriar, agregar 1 ml de HNO₃ concentrado y 20 ml de agua destilada, filtrar y lavar con agua destilada recogiendo el filtrado y las aguas de lavado en un matraz aforado de 250 ml, completar el volumen y mezclar bien.

4. Determinación:

Tomar exactamente una alícuota de 50 ml de la solución anterior en un erlenmeyer de 400 ml y agregar 10 ml de ácido nítrico concentrado. Calentar a 45 C y agregar lentamente desde una bureta de 30 ml de solución de molibdato de amonio al mismo tiempo que se agita. Dejar reposar por 30 minutos en baño María, filtrar en papel franja azul, lavar el precipitado y el papel con agua destilada hasta que el agua de

lavado tenga un pH de 5. Transferir el papel de filtro con el precipitado al vaso donde se hizo la precipitación; agregar 100 ml de H₂O, 3 gotas de fenolftaleína y NaOH 0.25 N hasta que la solución sea incolora o con un tinte azul.

ANEXO C

DETERMINACIÓN GRAVIMETRICA DE SiO₂

1. Reactivos:

Ácido clorhídrico concentrado.

Ácido clorhídrico 1:1

2. Preparación de la muestra:

Pesar exactamente una muestra entre 0.45-0.55 gramos, transferirla cuantitativamente a un vaso de precipitados, agregar 20 ml de solución de ácido clorhídrico 1:1 y evaporar lentamente hasta sequedad.

3. Filtración:

Al residuo seco se le agrega 1.5 ml de ácido clorhídrico concentrado y luego 20 ml de agua destilada se agita de tal forma que se moje todo el sólido luego se añaden 20 ml de agua destilada y se agita; después de 5 minutos de reposo se filtra en papel franja negra y luego se lava bien con agua caliente unas 6 veces o más hasta que el filtrado que se desprende del embudo no tenga cloruros. El filtrado y el agua de lavado se recogen en un vaso de 400 ml y todo se reserva para la determinación de R₂O₃:

4. Calcinación:

Lavar y secar un crisol de porcelana, luego calcinarlo en una mufla a 900C durante media hora, dejarlo enfriar en un desecador y pesarlo.

Pasar el residuo obtenido junto con el papel al crisol pesado anteriormente y colocarlo en un calentador eléctrico hasta carbonizar el papel, evitar la formación de llama. Luego calcinar en una mufla a 900C durante una hora dejar enfriar en un desecador y pesar.

ANEXO D

DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE CAO

1. Reactivos

Rojo de metilo al 0.1%

Oxalato de Amonio

Permanganato de Potasio 0.2N

Hidróxido de amonio (1:1)

Ácido sulfúrico (1:1)

Ácido clorhídrico concentrado

2. Precipitación

El filtrado reservado en la determinación del R_2O_3 se diluye con agua destilada hasta un volumen de 250 ml. Se toma una alícuota de 100 ml, se le agregan 2ml de ácido clorhídrico concentrado y 3 gotas de rojo de metilo, luego se calienta la solución entre 70 y 80°C e inmediatamente se agrega lentamente y con agitación 30ml de solución de oxalato de amonio al 5%. Sin dejar bajar la temperatura, se agrega hidróxido de amonio (1:1), gota a gota, agitando continuamente la solución, hasta que cambie de color rojo a amarillo. Se deja reposar una hora, agitando varias veces durante los primeros 30 minutos. Después se comprueba si la precipitación ha sido completa, agregando por las paredes del vaso una gota de solución de oxalato de amonio al 5% si de nuevo se forma precipitado, se debe agregar más oxalato de amonio y se deja otra vez en reposo cuidando que la solución tenga un color amarillo.

3. Filtración

Se filtra el precipitado formado en papel franja azul y se lava 10 veces con agua caliente, se recoge el filtrado y el agua de lavado en un balón volumétrico de 250ml.

Cuando se termina el proceso de filtración toda la solución resultante se acidifica con ácido clorhídrico concentrado y se reserva para la determinación de MgO.

4. Valoración

Se coloca el vaso donde se hizo la precipitación debajo del embudo que contiene el oxalato de calcio y se perfora el papel filtro con una varilla de vidrio y se arrastra el precipitado al vaso usando agua destilada. Se agregan 10ml de ácido sulfúrico (1:1) en el borde superior del papel filtro, procurando distribuirlos simétricamente e inmediatamente se lava cinco veces con agua caliente. Se diluye con agua aproximadamente 200ml. Se calienta la solución de 80 a 90°C inmediatamente se titula con permanganato de potasio 0.2N hasta que aparezca un color rosado que persista 10 segundos. Se agrega a la solución que se está titulando el papel de filtro que contiene el precipitado original. Se continúa la titulación hasta que de nuevo aparezca el color rosado y persista por lo menos 30 segundos. Se debe tener en cuenta que la temperatura de la solución durante la valoración nunca debe estar por debajo de 55°C.

ANEXO E

DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO MÉTODO KJELDAHL

1. Reactivos

Mezcla aceleradora de la digestión

Hidróxido de sodio al 50%

Ácido bórico al 5%

Rojo de metilo al 0.2%

Ácido sulfúrico concentrado

Ácido clorhídrico 0.25N

Piedra pómez

2. Preparación de la muestra

Pulverizar la muestra en un mortero y almacenarla en un frasco bien tapado.

3. Digestión

Pesar una muestra de aproximadamente 0.5 gramos, colocarla en un papel de filtro, doblar el papel teniendo cuidado de no perder absolutamente nada de la muestra y colocarlo dentro de un matraz Kjeldahl. Agregar 3 gramos de la mezcla aceleradora de la digestión y 20ml de ácido sulfúrico concentrado. Calentar el matraz en el aparato Kjeldahl, hasta que termine la reacción y la solución sea transparente, dejar enfriar y agregar 130ml de agua.

4. Destilación

Colocar el matraz con el residuo que queda después de la digestión en un aparato de destilación de Kjeldahl, sumergir el extremo inferior del refrigerante en un erlenmeyer que contenga 50ml de solución de ácido bórico y 2-3 gotas de rojo de metilo. Agregar al matraz piedra pómez o algunos trozos de vidrio y añadir

rápidamente 80ml de solución de Hidróxido de sodio al 50 %. Comprobar que la solución es alcalina y que todas las uniones estén bien hechas.

Destilar hasta que pasen aproximadamente 150ml de destilado al erlenmeyer que contiene ácido bórico. Titular todo el destilado que hay en el erlenmeyer con HCl de concentración conocida; ejemplo: 0.25N, hasta que el color pase de amarillo a rosado.

Nota: Cuando se termine la destilación se debe retirar el erlenmeyer donde se recogió el destilado y luego se apaga el calentador eléctrico o el mechero. De otra forma el matraz Kjeldahl al enfriarse absorberá líquido destilado.

ANEXO F

CURVAS DE CALIBRACIÓN PARA ABSORCIÓN ATÓMICA

