

**EVALUACIÓN DE MÉTODOS DE CONCENTRACIÓN DE PENTÓXIDO DE  
FÓSFORO A PARTIR DE LA ROCA FOSFÓRICA DE LA AZUFRA  
(SANTANDER)**

**LUZ STELLA GAONA GALINDO  
JANETH PEÑUELA ARDILA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2006**

**EVALUACIÓN DE MÉTODOS DE CONCENTRACIÓN DE PENTÓXIDO DE  
FÓSFORO A PARTIR DE LA ROCA FOSFÓRICA DE LA AZUFRA  
(SANTANDER)**

**LUZ STELLA GAONA GALINDO  
JANETH PEÑUELA ARDILA**

**Trabajo presentado como requisito para optar al título de  
Ingeniero Químico**

**Director**

**WALTER PARDAVE**

**Ingeniero Metalúrgico, MSc**

**Codirector**

**LUIS ALBINO LEÓN SILVESTRE, MSc**

**Geólogo**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2006**

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradecemos a INGEMINERA LTDA. Especialmente al Doctor Albino León y a Jorge Luis León por la oportunidad que nos dieron al confiarnos este trabajo y hacernos parte de su empresa; además de su disposición permanente e incondicional en aclarar nuestras dudas y por sus substanciales sugerencias durante la redacción de la Tesis, siempre de una manera constructiva y con gran entusiasmo.

Agradecemos también a nuestro Director de proyecto el profesor Walter Pardave quien compartió muy amablemente sus conocimientos con nosotras, por las críticas nacidas de su nutrida experiencia y su seguimiento en nuestro trabajo, sus consejos y su permanente estímulo para seguir creciendo intelectualmente.

A nuestros amigos que de alguna manera siempre estuvieron involucrados en cada una de las etapas de este proyecto, por su paciencia y amable colaboración.

Y a los laboratoristas de Ingeniería Metalúrgica e ingeniería química por la prestación de sus servicios, su gran ayuda con el manejo de los equipos y colaboración constante.

Infinitas gracias doy a Dios que no me dejó desfallecer a pesar de todas las adversidades, que me dio la salud, la fe y fortaleza desde que tome la decisión de estudiar esta maravillosa carrera.

A mis queridos padres les dedico este logro, ya que fueron participes activos en mi formación y en mis valores, quienes me enseñaron siempre a luchar para alcanzar mis metas, les doy infinitas gracias por su amor y dedicación incomparable.

A mi abuelita y mi tía Rosario que ha sido tan especiales a lo largo de mi vida.

A mis queridas hermanas que siempre han sido mi apoyo incondicional y un ejemplo en todos los aspectos de mi vida y la fuerza necesaria en los proyectos que emprendo.

A mis sobrinitos Andrés y Jerónimo, por ser mis grandes amores y la motivación para todos los días de mi vida.

A mi familia por tenerme siempre presente en sus oraciones.

A David quien me ha brindado desinteresadamente su amor, cariño, estímulo y apoyo constante, a quien espero retribuirle de igual manera toda la felicidad que me ha regalado.

A Janeth por compartir esta experiencia tan enriquecedora conmigo y además por ser mi gran amiga.

**LUZ STELLA GAONA GALINDO**

A Dios por que gracias a él lo tengo todo, y su ayuda es la que me ha llevado a cumplir esta meta, en sus manos pongo mi futuro para que así como hoy agradezco esta oportunidad, mañana le agradezca todas las que él me tiene preparadas.

A mis padres quienes me infundieron la ética y el rigor que guían mi transitar por la vida, por que gracias a su cariño y apoyo he llegado a realizar uno de los anhelos más grandes de mi vida, fruto de su inmenso apoyo, amor y confianza.

A mi hermana por ser mi apoyo y amiga.

De todo corazón a July por su gran amor, confianza, incondicional apoyo, estímulo y motivación durante no solamente la realización de este proyecto, sino en todos estos años a su lado.

Y a mi gran amiga Lucy por vivir esta experiencia conmigo y ser mi apoyo incondicional en cada momento de mi vida.

**JANETH PEÑUELA ARDILA**

## CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
MARCO TEÓRICO	4
1.1 GENERALIDADES DEL FÓSFORO	4
1.2 FUENTES DE ROCA FOSFÓRICA EN COLOMBIA	4
1.3 CARACTERIZACIÓN	5
1.4 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO POR TAMIZADO	6
1.5 METODOS DE CONCENTRACIÓN	6
1.5.1 Calcinación	6
1.5.2 Flotación por espumas	7
1.5.3 Concentración gravimétrica	8
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	11
2.1 CARACTERIZACION DE LA ROCA FOSFÓRICA	11
2.1.1 Preparación de muestras: trituración y molienda	11
2.1.2 Análisis granulométrico por tamizado	12
2.2 CONCENTRACIÓN O ENRIQUECIMIENTO DEL $P_2O_5$	13
2.2.1 Concentración por calcinación	13
2.2.2 Concentración por flotación de espumas	16
2.2.3 Concentración gravimétrica	21
3. RESULTADOS Y ANALISIS	24
3.1 CARACTERIZACIÓN DE LA ROCA FOSFÓRICA	24
3.1.1 Análisis granulométrico por tamizado	24
3.2 CONCENTRACIÓN POR CALCINACIÓN	26
3.3 CONCENTRACIÓN POR FLOTACIÓN POR ESPUMAS	28
3.4 CONCENTRACIÓN GRAVIMÉTRICA	29
CONCLUSIONES	32
RECOMENDACIONES	34
BIBLIOGRAFÍA	35
ANEXOS	37

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Análisis elemental de roca fosfórica de la Azufrada (Santander)	5
Tabla 2. Ensayos de calcinación	15
Tabla 3. Condiciones de pruebas de flotación de Roca Fosfórica Malla 60 Tyler	18
Tabla 4. Condiciones de pruebas de flotación de Roca Fosfórica Malla 150 Tyler	18
Tabla 5. Condiciones de pruebas de flotación de Roca Fosfórica Malla 100 Tyler	20
Tabla 6. Condiciones de pruebas de flotacion de Roca Fosfórica Malla 30 Tyler	19
Tabla 7. Condiciones de concentracion gravimétrica de Roca Fosfórica con hidrociclón	21
Tabla 8. Condiciones de concentracion gravimétrica de Roca Fosfórica con Espiral Humphreys	22
Tabla 9. Análisis Granulométrico de Roca Fosfórica de la azufrada	23
Tabla 10. Análisis Químico de Roca Fosfórica en mallas representativas	24
Tabla 11. Resultados de ensayos de calcinación de Roca Fosfórica	26
Tabla 12. Resultados de porcentajes de Pérdidas de peso en calcinación	26
Tabla 13. Análisis Químico de concentrado de flotación de espumas	27
Tabla 14. Análisis Químico de colas de flotación de espumas	27
Tabla 15. Resultados de Porcentajes de Recuperación obtenidos en pruebas de flotación	28
Tabla 16. Análisis Químico de finos del Hidrociclón	29
Tabla 17. Análisis Químico de gruesos del Hidrociclón	29
Tabla 18. Resultados de pruebas con Espiral Humphreys	30

## LISTAS DE FIGURAS

		<b>Pág.</b>
Figura 1.	Esquema general del procedimiento realizado para concentración del $P_2O_5$ a partir de la Roca Fosfórica de la azufrada (Santander)	10
Figura 2.	Torre de tamices	12
Figura 3.	Proceso de briquetización	14
Figura 4.	Briqueteadoras utilizadas en las pruebas	15
Figura 5.	Apariencia de las briquetas utilizadas en las pruebas	16
Figura 6.	Vista del Espiral Humphreys utilizado en concentración gravimétrica	21
Figura 7.	Datos para función de distribución granulométrica	25
Figura 8.	Distribución de tamaño de partículas	25

## LISTA ANEXOS

	<b>Pág.</b>
Anexo A. Fuentes de Roca Fosfórica en Colombia	38
Anexo B. Reactividad Química de la Roca Fosfórica	41
Anexo C. Equipos utilizados	42
Anexo D. Determinación del P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> y el flúor	45
Anexo E. Resistencia a la compresión de las briquetas	57
Anexo F. Resultados de Análisis Químicos efectuados por los laboratorios contratados	60

## RESUMEN

**TITULO:** EVALUACIÓN DE MÉTODOS DE CONCENTRACIÓN DE PENTÓXIDO DE FÓSFORO A PARTIR DE LA ROCA FOSFÓRICA DE LA AZUFRADA (SANTANDER)\*

**Autores:**

LUZ STELLA GAONA GALINDO  
JANETH PEÑUELA ARDILA\*\*

**Palabras Claves:** Roca fosfórica, concentración, flotación, separación gravimétrica.

### CONTENIDO

El desarrollo de este proyecto se fundamentó en diversos procesos que lograran alcanzar la asimilabilidad del fósforo en la roca fosfórica de la Azufrada (Santander).

El objetivo principal de este estudio fue encontrar las mejores condiciones para concentrar esta roca por medios físicos, químicos, y físico-químicos tales como: molienda, tamizado, separación con hidroclasificadores, flotación y calcinación. Desafortunadamente los resultados en nuestro estudio, contradicen en parte algunas investigaciones previas realizadas en la Universidad Industrial de Santander y nos indican que los métodos físicos no favorecen en gran medida la concentración de minerales fosfatados, sin embargo, dejan el mineral mas limpio y apto para tratamientos posteriores como la flotación; los procesos térmicos tenían como finalidad desfluorizar la roca fosfórica a fin de lograr una mayor asimilabilidad del fósforo por parte de las plantas, encontrando que solo se alcanzó buenos resultados a temperaturas mayores de 1200°C.

Teniendo en cuenta los resultados logrados en este trabajo de grado, es recomendable utilizar la roca de la Azufrada para su aplicación directa al suelo con solo una previa molienda y tamizado, sin realizar ningún tipo de método complementario ya que no se justifica por sus elevados costos.

\* Trabajo de Grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Director: Walter Pardavé Livia M.Sc

## ABSTRACT

**TITLE: EVALUATION OF PHOSPHORUS PENTOXIDE CONCENTRATION METHODS FROM THE PHOSPHORIC ROCK OF LA AZUFRADA (SANTANDER)\***

**AUTHORS: LUZ STELLA GAONA GALINDO, JANETH PEÑUELA ARDILA.\*\***

**KEY WORDS:** Phosphoric rock, concentration, flotation, gravimetric separation.

**Abstract:** The development of this project is based on many processes to reach the solubility of phosphorous in the phosphoric rock of La Azufrada (Santander).

The principal object of this project is to find the best conditions to concentrate this rock by means of physical, chemical and physiochemical methods, such as: grind, sift, flotation and calcination.

Unfortunately the results in this study, disagree with some previous investigations developed at Universidad Industrial de Santander, and indicated us that physical methods does not help a lot in the concentration of mineral phosphorus, however that methods gives a material cleaner and ready to be used in futures treatments such as flotation; the thermal processes have to purpose flour diminish in the phosphoric rock to increase solubility of phosphorus in plants finding only good results over 1200 °C.

Keeping in mind the results of this research project, is recommendable to use Azufrada's rock to apply directly in the ground, only with a previously grind and sift, without carry out any complementary methods because is not necessary and expensive.

\* Thesis of Degree

\*\* Faculty of Physicochemical Engineerings, School of Chemical Engineering. Director: Walter Pardavé Livia

## INTRODUCCION

El Fósforo es un elemento básico para la nutrición de plantas, ya que desempeña un papel directo en el metabolismo vegetal como conductor de energía y constituyente de compuestos orgánicos indispensables para la síntesis de proteínas, grasas y almidón.

Por esto se hace necesaria la aplicación de altas cantidades de fertilizante fosfórico para suplir las necesidades de los cultivos, puesto que se presenta una baja disponibilidad de este elemento en algunos suelos del país.

Se ha encontrado que la fuente principal de fósforo es la roca fosfórica <sup>(1)</sup>, pero su estructura no es asimilable para las plantas, ya que el Flúor es uno de los componentes principales, siendo responsable de la baja solubilidad y eficiencia de los fertilizantes fosfatados; es por esto; que se crea la necesidad de tratar esta roca con procedimientos que efectúen transformaciones físicas, químicas y fisicoquímicas para obtener asimilabilidad de este componente en el suelo.

El presente estudio, trata de encontrar soluciones al problema de la concentración de la roca fosfórica, para ello se realizan diversos ensayos y se sugieren alternativas para la obtención de mejores resultados, en base en los estudios hechos aquí y a los realizados en proyectos anteriores.

Estudios realizados en la Universidad Industrial de Santander, para el tratamiento de la roca fosfórica, recomiendan observar la eficiencia obtenida en procesos donde se utiliza la trituración, molienda, tamizado, calcinación, flotación y concentración por clasificadores.

Héctor Mosquera <sup>(2)</sup> concluyó que las condiciones de molienda influyen en la concentración de fosfatos, puesto que el porcentaje de  $P_2O_5$  incrementa con la finura

---

<sup>1</sup> Análisis químico (% en peso) de rocas fosfóricas nacionales. (Anexo A, Tabla A.2).

<sup>2</sup> Tesis de grado: "Determinación del grado de molienda de la roca fosfórica para concentrar fosfatos por tamizado". Universidad Industrial de Santander. 1969.

de la molienda hasta un cierto límite y luego decrece a medida que el tamaño de partículas aumenta. Esto se debe posiblemente al apatito, que es mas duro que los carbonatos, al aumentar el tamaño de la molienda se reduce, lo cual trae como consecuencia la disminución del porcentaje de  $P_2O_5$  en los productos finos.

Las compañías Western U.S. Phosphate for processing, La planta de tratamiento de recuperación de fosfatos de la Florida y La compañía Denver destacan la importancia de la realización del deslode del mineral, dando como justificación la facilitación de las etapas posteriores de concentración; igualmente proponen trabajar con un mineral entre – 35 y 150 Mesh, que es el ideal para una flotación eficiente.

Basados en estudios anteriores se realizaron una serie de ensayos a nivel de laboratorio, entre los que se encuentran molienda, tamizado, calcinación, flotación, clasificadores como: hidrociclón y espiral humphreys, para observar la eficiencia de la concentración en la roca fosfórica.

El proceso parte de la extracción de roca de la mina, situada en la azufrada; utilizando dinamita y equipos convencionales de minería. Esta parte del proceso no es necesario efectuarla, teniendo en cuenta que la entidad interesada en el presente proyecto, es una entidad dedicada a la minería y explotación, serán ellos entonces los que suministran la roca fosfórica en bolsas de 25 Kg.

El primer paso es realizar la trituración primaria, en una trituradora de mandíbula, o de cono, luego se hace pasar por un molino de martillo o de bolas para reducir el tamaño de las partículas, posteriormente se tamiza el material molido en una serie de tamices vibratorios, en donde se obtienen varias fracciones y se analizan para determinar los porcentajes de fosfato con lo cual se hace la curva de distribución, los tamices utilizados en esta práctica simulan las zarandas vibratorias que se usan en la industria.

Dependiendo del número de malla seleccionado, el material ya listo es utilizado en los procesos de: calcinación, donde se tienen en cuenta el tamaño de la briqueta,

tiempo de residencia y temperatura; en la operación de flotación, se considera el tamaño de partícula, la concentración de la pulpa, el rango de pH, eficacia, estabilidad y adición de los reactivos; por último se realizan pruebas en hidrociclones y espiral humphreys, cuyo principio es la separación por medio de fuerza centrífuga y gravedad, estas se realizan con diferentes porcentajes en sólidos y tamaño de partícula. Los resultados obtenidos en los ensayos son llevados para efectuar su análisis elemental.

A partir de este planteamiento se exponen cada uno de los pasos del proceso, los diferentes equipos utilizados y a su vez los diversos resultados obtenidos.

La mayor concentración de fosfatos y disminución del fluor, se logró utilizando como método de concentración la calcinación, como se puede apreciar en el ensayo 1; concluyendo que solo a temperaturas superiores a los 1100°C y efectuando choque térmico es posible lograr el objetivo del presente estudio.

## 1. MARCO TEORICO

### 1.1. GENERALIDADES DEL FOSFORO

El fósforo (P) es considerado como un elemento esencial para el desarrollo de las plantas, ya que desempeña un papel directo en el metabolismo vegetal como conductor de energía y constituyente de compuestos orgánicos indispensables. Este nutriente ingresa a la planta a través de las raíces del vegetal en forma de aniones derivados del ácido fosfórico como son el  $H_3PO_4$  y el  $HPO_4^{-2}$ .

Pequeñas cantidades de fósforo se encuentran disponibles a partir de huesos molidos y en los depósitos de guano, principalmente en regiones áridas en América Latina (Costa Sur del Perú). Sin embargo, comercialmente, la roca fosfórica es la fuente principal de todos los productos químicos fosforados. Se denomina roca fosfórica a las unidades litológicas y compuestos químicos que presentan alta concentración de minerales fosfatados por procesos naturales, usualmente de la serie apatito - francolita. Sedimentos o rocas con menos del 10% volumétricamente de fosfato reciben el adjetivo de fosfático y si el porcentaje de ( $P_2O_5$ ) es superior al 20% recibe el nombre de fosforita.

Los fosfatos son altamente insolubles y deben ser convertidos a una forma disponible para las plantas. Cerca del 90% de los fosfatos producidos comercialmente van a la elaboración de fertilizantes, en forma simple o combinado con otros nutrientes primarios como potasio y nitrógeno.

### 1.2. FUENTES DE ROCA FOSFORICA EN COLOMBIA

Los depósitos más grandes y representativos corresponden a fosforitas marinas del Cretácico Superior, localizados en la Cordillera Oriental y parte sur de la Cordillera Central, y son: Tesalia, Aipe, Baraya en el Huila, Pesca e isa en Boyacá, Sardinata, Tibú y Mercedes en Norte de Santander y la Azufrada, Conchal Vanegas y San Vicente de Chucurí en el Departamento de Santander<sup>3</sup>.

---

<sup>3</sup> Reservas de Roca Fosfórica en Colombia (Anexo A, tabla A.1)

El empleo de rocas fosfóricas como fertilizante, en cualquiera de sus formas de aplicación, es una de las alternativas viables que tiene el país para resolver el problema de la deficiencia de P en los suelos ácidos, característica que predomina en el 80% de los suelos de la nación. Los depósitos existentes son accesibles y tienen suficiente RF, de calidad aceptable como para permitir el desarrollo de la industria.

### 1.3. CARACTERIZACIÓN

El principal mineral fosfatado que se encuentra en la mayoría de las rocas fosfóricas es el apatito, pero éste varía en sus propiedades físicas, químicas y cristalográficas. Actualmente se puede caracterizar una roca fosfórica mediante análisis químico <sup>(4)</sup>, difracción en polvo por rayos X, microscopía petrográfica, espectroscopia infrarroja y microscopía de electrones. La siguiente tabla corresponde al análisis elemental de la roca utilizada en este estudio.

**Tabla 1. Análisis elemental de roca fosfórica de la Azufrada (Santander)**

ELEMENTO	EXPRESION	RESULTADOS
Fósforo Total	P2O5	19.3 %
Fósforo Asimilable	P2O5	2.66%
Calcio Total	CaO	40.6%
Carbonatos	CO3=	13.8%
Sílice Total	SiO2	14.9%
Fluor	F	1.97%

**P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Soluble en citrato medido en citrato neutro de amonio.**

**Fuente: Laboratorio de análisis para insumos agrícolas (AGRILAB)**

En <sup>(5)</sup> se muestra la escala de reactividad de algunas rocas fosfóricas medida por tres de los extractores químicos más comúnmente usados en el mundo (citrato de amonio neutro, ácido cítrico al 2% y ácido fórmico al 2%). De acuerdo a consideraciones teóricas, en general la solubilidad aumenta cuando la substitución de fosfatos por carbonatos en la estructura del apatito aumenta. Por esto, el grado de substituciones isomorfitas en la estructura del apatito es un factor clave para

<sup>4</sup> Análisis químico (% en peso) de Rocas Fosfóricas nacionales. (Anexo A, tabla A.2)

<sup>5</sup> Reactividad química de la Roca Fosfórica (Anexo B, tabla B.1)

determinar la reactividad química de las rocas fosfóricas que contienen carbonato apatita.

#### **1.4. ANALISIS GRANULOMETRICO POR TAMIZADO**

El tamizado o cribado es la separación por medio de Cribas o tamices de una mezcla de granos de diversos tamaños en dos o mas proporciones; las separaciones se efectúan de manera que los granos de cualquiera de las porciones sean de tamaño más uniformes que los de la mezcla original.

El material que queda sobre una criba es de tamaño mayor que las aberturas del mismo y se indica por (+) del tamiz, el que pasa es menor que las aberturas y se indica por (-) del tamiz. Una escala de tamices es una serie que van teniendo sucesivamente mayores o menores aberturas; en la escala normalizada de tamices de tyler, cada tamiz tiene aberturas de lado  $(2)^{1/2}$  mayor que el siguiente.

#### **1.5. METODOS DE CONCENTRACIÓN**

##### **1.5.1. CALCINACIÓN**

El flúor es uno de los constituyentes principales de la roca fosfórica. Esta en forma de fluoro-fosfato de calcio, de estructura cristalina idéntica a la fluoro-apatita  $\text{Ca}_{10}\text{F}_2(\text{PO}_4)_6$ . Se ha comprobado experimentalmente que la presencia de este fluoro-fosfato es el responsable de la baja solubilidad y eficiencia de los fertilizantes fosfatados, por lo tanto la conversión de la Roca Fosfórica a condiciones que permitan su pronta utilización depende principalmente, de la extensión en que se descomponga el fluoro-fosfato por el tratamiento empleado; no se obtiene un aumento de la solubilidad del fósforo en citratos hasta que el flúor en exceso como  $\text{CaF}_2$  y la mitad del fluoro-fosfato se halla volatilizado.

Durante el proceso térmico la estructura de la apatita se destruye y el flúor se convierte en  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  en equilibrio con los gases  $\text{HF} / \text{SiF}_4$ . El  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  se obtiene en forma inestable y la razón  $\text{HF} / \text{SiF}_4$  en la fase gaseosa es una función de la temperatura y la composición; por lo tanto en los procesos de temperaturas altas, el

flúor se desprende como HF. Después de la desfluorización el sistema esta constituido esencialmente por oxido de calcio, sílice,  $P_2O_5$ .

#### ❖ **Elaboración de briquetas**

Las briquetas son elaboradas con el fin de evitar que el flujo de polvo obstruya la calcinación; además de ser ventajosas en el proceso térmico, ya que el calor se distribuye homogéneamente en todos los puntos de la roca fosfórica, pues se incrementa la porosidad.

### **1.5.2. FLOTACIÓN POR ESPUMAS**

La flotación de un sólido depende de la relativa adsorción o mojado de sus superficies por un fluido. Cualquier superficie, tal como la que separa el agua y el aire, se opone a su ampliación y se comporta exactamente como si se hallara en tensión. Esta tensión superficial es la que induce a las pequeñas masas de agua en el aire a tomar forma esférica o de gota y a las pequeñas masas de aire en el agua a adquirir forma esferoidal y convertirse en burbujas.

Los componentes de un sistema de flotación son cuatro: el liquido, el gas, el material a tratar y los reactivos.

#### **a) Reactivos de flotación**

La selección de los reactivos depende de: su eficacia, especificidad, estabilidad, facilidad de manejo, adición y costo por unidad de masa. Se clasifican de acuerdo con su función en los siguientes tipos:

#### ❖ **Colectores**

Son los reactivos que siendo adsorbidos por la superficie de las partículas en forma de capas muy finas aumentan la flotabilidad de las mismas, esto se debe a que aumentan su hidropelencia y su adherencia al aire de modo que puedan adherirse a las burbujas y ascender con ellas hacia la superficie.

### ❖ **Modificadores**

Son varios tipos de productos químicos que adsorbidos sobre la superficie del mineral modifican la naturaleza de ésta y con ello su afinidad natural para la fijación del colector. Incluyen los siguientes tipos:

- **Depresores:** Estos reactivos ayudan a dar selectividad (agudeza de la separación) a la flotación pues retienen a los materiales no deseados.

- **Reguladores de pH:** Es un factor de gran importancia pues regula la facilidad de formación de las películas e influye en la carga superficial del mineral.

- **Espumantes:** Son necesarios para evitar la unión de las burbujas de aire cuando llegan a la superficie del agua, manteniendo una espuma persistente que luego permite la separación del mineral flotado.

### **1.5.3. CONCENTRACION GRAVIMETRICA**

#### ❖ **Hidrociclón**

Un hidrociclón es una herramienta que permite separar un material disperso en agua por medio de la acción centrífuga. Consiste en una sección cilíndrica cerrada en la parte superior por una placa plana fija con una boquilla en el centro llamada “buscador de remolino” o boquilla de rebosadero, el otro extremo esta fijo con un cono truncado cuyo vértice forma una salida llamada “boquilla de flujo por el vértice”.

La alimentación consiste en una suspensión de partículas sólidas en un líquido, que se introduce tangencialmente a la presión de alimentación, a través de una abertura colocada en la parte superior de la sección cilíndrica de diámetro. Esto provoca la rotación de la suspensión de tal manera que las partículas mas densas se muevan hacia la pared del ciclón por efecto de la fuerza centrífuga y desde allí se transportan hacia la boquilla de flujo por el vértice de diámetro, por un remolino en espiral a lo largo de la pared por donde salen en forma concentrada.

Las partículas más livianas se desplazan hacia el centro del ciclón donde un remolino en espiral ascendente las conduce hacia la boquilla del rebosadero y se

descargan junto con la mayor parte del líquido, los sólidos al ser separados pueden tener mayor o menor densidad que la fase líquida continua.

### ❖ **Espiral Humphreys**

El espiral humphreys hace parte de los clasificadores hidráulicos y es usado para retirar los finos del producto principal y para recuperar minerales de diferente índole con gravedades específicas altas, basándose en las distintas velocidades de asentamiento de la pulpa.

Se denomina generalmente espiral gemela porque esta conformado por dos conductos que descienden en forma helicoidal y paralelamente. El conducto principal, a través del cual se desplaza la pulpa y el conducto de agua de lavado que se encuentra a continuación del espiral principal. El enlace de los dos conductos se realiza por medio de brechas uniformemente distribuidas a lo largo de todo el espiral y a través de los cuales el agua de lavado se escapa del conducto secundario para entrar a formar parte de la corriente principal, lavando las partículas pesadas de las posibles lamas que con ella se encuentran.

## **2. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

En este capítulo se mostrara el procedimiento general de los métodos de concentración de fosfatos utilizados en este estudio.

Inicialmente se busca la concentración por medio de la reducción de tamaño, con ayuda de la trituración primaria y secundaria, para posterior tamizado, análisis granulométrico y elemental; como segunda medida se considera la concentración por medio de la calcinación, utilizando para este proceso la formación de briquetas, posteriormente se realizan pruebas con la Flotación de minerales, finalizando el estudio con la separación de materiales para concentración con el espiral humphreys y el hidrociclón.

### **2.1. CARACTERIZACIÓN DE ROCA FOSFÓRICA**

#### **2.1.1 PREPARACION DE MUESTRAS: TRITURACIÓN Y MOLIENDA**

La roca fosfórica esta constituida en parte por ciertos nódulos de fosfato, que tienen forma de huevecillos; para alcanzar estas dimensiones se hace necesario someter el material a equipos de desintegración mecánica, cuyo objetivo es producir partículas pequeñas a partir de otras mayores, además obtener tamaños manejables; las máquinas más apropiadas para la operación son las trituradoras y molinos.

La desintegración mecánica comienza con la trituración primaria, en donde se lleva el mineral a una trituradora de mandíbula; que se encarga de reducir el tamaño del mineral para ser sometido a molienda o trituración secundaria.

La operación se realiza en la trituradora de mandíbula tipo americana, con la cual cuenta la empresa Ingeminera Ltda.

**TRITURADORA:** Marca: Longuinotti de 8x15"

**MOTOR:** Marca: SIEMENS ; R. P. M: 1750 ; Potencia: 18 HP ; Trifásico

Con el material resultante de la trituración primaria se continúa con la trituración secundaria o molienda que se realiza en molinos de martillos, molinos de rodillos, molinos de disco o molinos de bolas, siendo los dos últimos los usados en esta etapa; para realizar la molienda del mineral se contó con un molino de bolas perteneciente a la planta de aceros de la Universidad Industrial de Santander con las siguientes especificaciones:

**MOLINO DE BOLAS:** Marca: General Electric ; R. P. M . 50 ; Diámetro externo: 36.3 cm ; Espesor: 1.43 cm ; Longitud: 32 cm ; Diámetro de salida: 17.78 cm .

**MOTOR:** Potencia: 0.745 Kw/h (1HP) ; Voltaje: 220 V ; Marca: General Electric

El producto de la molienda es recogido para posterior análisis, tamizado y briqueteado.

### 2.1.2. ANALISIS GRANULOMÉTRICO POR TAMIZADO

Con el fin de alcanzar el tamaño de los nódulos de fosfato y además obtener una mezcla más uniforme a la original, parte del material resultante de la molienda es recogido para realizar la separación por medio de tamices vibratorios, donde se obtienen varias fracciones; en las que se analizan todos los porcentajes en peso, para determinar el grado de molienda óptimo, considerando la mayor concentración en la distribución granulométrica.

El tamizado consiste en hacer pasar el mineral molido a través de tamices de diferentes números de mallas, colocadas en serie de menor a mayor.



Figura 2. Torre de tamices  
Fuente: Las autoras

Para realizar el proceso se toman 3 Kg de roca fosfórica molida y se pasan por una torre de 8 tamices vibratorios, organizados en orden ascendente en cuanto a número de aberturas en una pulgada, el orden de las mallas es 10, 16, 20, 30, 40, 60, 80, 100, 200 + bandeja, de las cuales el pasante de cada una de ellas así como la roca original es recogido para posterior análisis de fosfato.

Con los pesos, retenidos y pasantes, obtenidos en cada malla se obtienen los datos registrados en la tabla 9 y se procede a hacer el respectivo análisis granulométrico.

Se recogen las muestras de las mallas más representativas, la 16, 30, 60, 80, 100 y 200 además de la roca molida original y se analizan en el Laboratorio Químico de Consultas Industriales de la Universidad Industrial de Santander, para determinar en cual malla se encuentra el mayor porcentaje de fosfato. Los resultados obtenidos por el laboratorio se muestran en la tabla 10.

## **2.2. CONCENTRACIÓN O ENRIQUECIMIENTO DEL $P_2O_5$**

En la concentración de fosfatos se pueden encontrar diferentes procesos o métodos para lograr este fin: concentración en hidrociclones, flotación, espiral y calcinación. Estos métodos van desde los puramente mecánicos o físicos, hasta los químicos, pasando por los físico-químicos. Estudiaremos aquí la posibilidad de utilizar los medios físicos Y fisicoquímicos en la concentración de roca fosfórica, extraída de la azufrada.

### **2.2.1. CONCENTRACIÓN POR CALCINACIÓN:**

La roca fosfórica es la principal fuente de fosfato en el mundo, pero posee altos niveles de Flúor, haciendo que el fósforo sea menos soluble y asimilable para plantas y animales, reduciendo con esto la eficiencia de los fertilizantes fosfatados, por ésta razón se crea la necesidad de tratar esta roca con procedimientos que efectúen transformaciones para obtener asimilabilidad de este componente en el suelo (3).

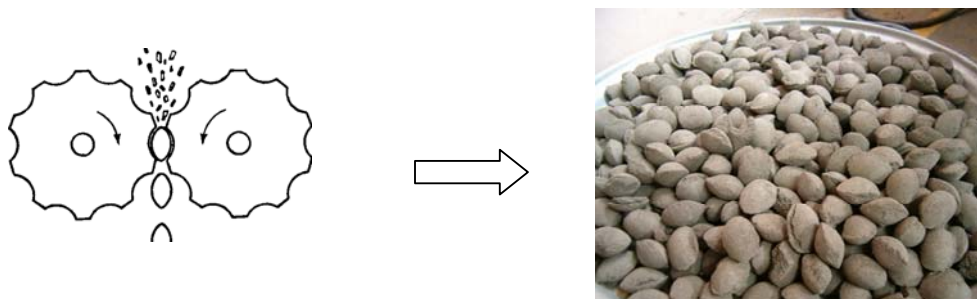
Lo que se busca con este tratamiento es romper la estructura rígida de la roca que

corresponde a la disociación del flúor como fluosilicato para formar el gas de  $\text{SiF}_4$  y sal normal de fluoruro a altas temperaturas, ya que según la literatura de referencia la asimilabilidad del fosfato aumenta en proporción al flúor desprendido en la etapa anterior (3).

Al realizar la transformación de la materia prima por procesos térmicos se requiere un proceso de briqueteado ya que los tamaños muy pequeños serían arrastrados por los gases que se generan en la combustión o se perderían durante la manipulación y el transporte.

Conociendo los tipos de aglomerantes existentes; en este estudio se utiliza la goma arábica y el almidón, los cuales hacen parte de los aglutinantes orgánicos siendo estos los más adecuados, ya que no aportan sustancias tóxicas a las briquetas, teniendo en cuenta que el fin de este tratamiento es obtener materia prima para comida animal y fertilizantes, además de considerar su disponibilidad en el mercado, sus bajos precios y su alta capacidad de aglomeración.

El proceso comienza con la conversión de la roca fosfórica en un polvo fino, mediante su molienda en un molino de bolas o un molino de discos y posterior tamizado a una malla 30 (Tyler), se mezclan 6 Kilos de roca con 500 mL de agua y 10gr de goma arábica, que es la sustancia aglomerante, la mezcla pastosa formada es puesta en una prensa briqueteadora. Finalmente la briqueta necesita ser secada para reducir el contenido de agua, proceso que puede realizarse al aire libre o en un secador eléctrico.



**Figura 3. Proceso de Briquetización**  
Fuente: Las autoras



a) Briqueteadora Industrias San Felipe



b) Briqueteadora Planta de aceros. UIS

Figura 4. Briqueteadoras utilizadas en las pruebas

Fuente: Las autoras

Se obtienen briquetas en forma óvalos de 4cm (1.57in) de largo por 2.5cm (0.98in) de ancho y de 6cm (2.4in) de largo por 5cm (1.96in) de ancho. Su apariencia inicial es de color grisáceo y presenta cierta porosidad.

En la calcinación de las briquetas se tuvieron en cuenta tres variables, como son: el tamaño de la briqueta, el tiempo de residencia y la temperatura.

Las briquetas de roca fosfórica fueron sometidas a rangos de temperaturas entre 900 - 1200 °C a diferentes tiempos de residencia, en una mufla del laboratorio de procesamiento de minerales de la Universidad Industrial de Santander con las siguientes características:

**MODELO:** D-8, Terrígena ; serie 1335 ; 220 Voltios ; 2000 Vatios

**TEMPERATURA MÁXIMA:** 1200°C.

Una vez transcurrido el tiempo respectivo a cada tratamiento, se seleccionaron ciertas muestras para ser sometidas a un shock térmico, con agua fría y así disminuir con esto la relación Calcio/Fósforo por medio del apagado de la cal.

El color final de las briquetas calcinadas es amarillento, y presenta más porosidad que las briquetas originales, conservando sus dimensiones iniciales, pero presentando pérdidas al fuego, tal como se registran en la tabla 12.



a) Briquetas sin calcinar



b) Briquetas calcinadas

**Figura 5. Apariencia de las Briquetas utilizadas en las pruebas**  
Fuente: Las autoras

A continuación se muestra el orden en que se realizó cada ensayo y el manejo de las variables antes mencionadas.

**Tabla 2. Ensayos de calcinación**

ENSAYO	TAMAÑO ( in)	PESO INICIAL	TIEMPO RESIDENCIA	TEMPERATURA (°C)	APAGADO
Ensayo 1	1.57x 0.98	14.8	2 horas	1200	Si
Ensayo 2	1.57x 0.98	15.4	2 horas	1200	NO
Ensayo 3	2.4 x 1.96	109.04	2 horas	1100	NO
Ensayo 4	2.4 x 1.96	111.14	4 horas	900	SI
Ensayo 5	2.4 x 1.96	101.77	6 horas	900	Si
Ensayo 6	Triturada	350	5 horas	900	Si

Fuente: Las autoras

El análisis elemental de la roca en su estado natural realizado por AGRILAB, Laboratorio de análisis para insumos agrícolas, se consignó en la tabla 1 con el fin de comparar el efecto de la temperatura sobre la roca. Los resultados de los tratamientos térmicos se consignaron en (la tabla 11).

## 2.2.2. CONCENTRACIÓN POR FLOTACIÓN DE ESPUMAS

Con el fin de obtener un porcentaje de fósforo mayor, se procedió a efectuar la flotación como método de concentración.

Los componentes de un sistema de flotación son cuatro: el líquido, el gas, el material a

tratar y los reactivos:

- a. **Líquido:** Se deben usar líquidos en los que la fase sólida a flotar tenga escasa o ninguna afinidad y la fase retenida la tenga. Además considerando el factor económico, polaridad y abundancia; *el agua*, es el líquido escogido para formar la suspensión de las partículas que van a separarse por flotación.
  
- b. **Gas:** Como gas se utiliza invariablemente el aire, pues ningún otro gas puede competir con él, en cuanto a abundancia y costo.
  
- c. **Material a tratar :** La Roca Fosfórica fue sometida con anterioridad a una reducción de tamaño debido a varias causas:
  - ❖ Para la liberación (separación) casi completa de las partículas a flotar.
  - ❖ Dado el difícil mezclado y suspensión que presenta una alimentación gruesa.
  - ❖ Debido a la importancia de las condiciones superficiales de las partículas (superficie específica).
  - ❖ Por la necesidad de que las burbujas de aire sostengan a las partículas en la espuma.
  
- d. **Reactivos:** Se deben seleccionar los reactivos adecuados teniendo en cuenta: su eficacia, especificidad, estabilidad, facilidad de manejo, adición y costo por unidad de masa, de los cuales se agregan pequeñas cantidades, para realizar el proceso.
  - ❖ *Agente Colector:* La función de los colectores es aumentar la flotabilidad (ángulo de contacto) al ser adsorbido por la superficie de las partículas, ya que aumentan su hidrofobicidad y su adherencia a las burbujas de aire, ascendiendo con ellas a la superficie. Para tal fin, con ayuda de la información que se tiene acerca de la concentración de la roca fosfórica, se encontró que el ácido oleico es un buen colector de fosfato (1) ya que es un ácido graso insaturado, hace parte de los reactivos aniónicos de la flotación, insoluble en agua, y muy utilizado en la flotación de menas.

- ❖ *Agente depresor:* El Depresor se usa para dificultar la acción del colector sobre algunos materiales de la roca, de esta forma se le da más selectividad al ácido oleico sobre el fosfato. Para tal fin son muy utilizados los silicatos, en este estudio utilizamos el silicato de Sodio como Depresor.(1)
  
- ❖ *Reguladores de pH:* La importancia de este reactivo radica en que es un factor importante en la facilidad de formación de las películas y la carga superficial del mineral. En este caso, encontramos que la flotación sólo es posible en una estrecha zona de valores de pH entre 7 y 9 (4) de modo que el ajuste de este parámetro es de importancia, se utilizó NaOH como regulador.
  
- ❖ *Espumantes:* Con el fin de mantener una espuma persistente y evitar la destrucción de ésta, cuando llega a la superficie del agua, utilizamos el aceite de pino como espumante, pues es una sustancia poco soluble y no ionizable para que en las interfases aire-agua reduzca la tensión superficial del agua, y debido a su fácil adsorción en las partículas se requieren pequeñas cantidades sobre los materiales, además de evitar la formación de una espuma pegajosa y grasosa difícil de romper, que son dos de las desventajas de los demás espumantes que nos ofrece el mercado.

El proceso se realizó en la Celda Denver para Flotación del laboratorio de Procesamientos de minerales de la Universidad Industrial de Santander <sup>(6)</sup> con las siguientes características:

**MARCA:** Denver ; 0.5 HP ; 220 Voltios ; 2.5 Amperios ; Bifásico.

Para encontrar las mejores condiciones y la cantidad necesaria de reactivos para ser eficiente el proceso, se tienen que realizar múltiples análisis. A continuación se describen los procedimientos usados en cada una de las pruebas.

En el desarrollo del proceso de Flotación, se tienen en cuenta variables como: tamaño de partícula (entre malla 30 y 150 Tyler), concentración de la pulpa (entre 25 y 30% de

---

<sup>6</sup> Celda de Flotación (Anexo C. Figura C.2)

sólidos disueltos), rango de pH (entre 7 y 9), cantidad de ácido oleico utilizado ( entre 0 y 0.5 mL), cantidad de Silicato de Sodio ( entre 0 y 0.5 mL), cantidad de espumante (entre 0 y 0.5 mL) y revoluciones por minuto que utilizaría la celda de flotación por ensayo; el manejo de todas estas variables en cada ensayo se consignaron en las siguientes tablas:

**Tabla 3. Condiciones de pruebas de flotación de Roca Fosfórica (Malla 60 Tyler)**

<b>Malla 60 a 1100 rpm</b>	<b>Ensayo #1</b>	<b>Ensayo #2</b>	<b>Ensayo #3</b>
Peso de la muestra	334 g.	334g	334 g
Volumen de agua	1000 ml	1000 ml	1000 ml
Porcentaje en peso de muestra sólida	25%	25%	25%
Colector: ácido oleico	0.2ml	0.2ml	0.2ml
Depresante: silicato de sodio	0.2ml	0.2ml	0
Espumante	0.2ml	0.2ml	0.2ml
Reactivos utilizados para aumentar el ph	Ninguno	NaOH	Ninguno
PH inicial	8	8	8
PH con reactivos	8	9	8
Peso de espuma húmeda	63 g	58 g	65 g
Peso de espuma seca	7g	11 g	10 g
Peso de decantado húmedo	397g	287 g	339 g
Peso de decantado seco	286g	275 g	255 g

**Tabla 4. Condiciones de pruebas de Flotación de Roca Fosfóricas (Malla 150 Tyler)**

<b>Malla 150 a 1100 rpm</b>	<b>Ensayo # 4</b>	<b>Ensayo # 5</b>
Peso de la muestra	334 g	334 g
Volumen de agua	1000 ml	1000 ml
Porcentaje en peso de sólidos en muestra	25 %	25 %
Colector: ácido oleico	5 gotas (0.5ml)	0
Depresante: Silicato de sodio	0.2ml	0.2ml
Espumante	0.2ml	0.4ml
PH	8	8
Peso de espuma húmeda	110.6	70
Peso de espuma seca	24	42
Peso de decantado húmedo	420	410
Peso de decantado seco	267	278

**Tabla 5. Condiciones de pruebas de Flotación Roca Fosfórica (Malla 100 Tyler)**

Malla 100 a 1500 rpm	Ensayo 6
Peso de la muestra	1 Kg
Volumen de agua	2300 ml
Porcentaje en peso de sólidos en muestra	30 %
Colector: ácido oleico	6 gotas (0.6ml)
Depresante: Silicato de sodio	0.4ml
Espumante	0.4ml
PH	7.6
Ph + NaOH	8.2
Peso de espuma seca	152g
Peso de decantado seco	821g

**Tabla 6. Condiciones de pruebas de Flotación de Roca Fosfórica (Malla 30 Tyler)**

Agua –sal Malla 30 a 1300 rpm	Ensayo 7
Peso de la muestra	536g.
Volumen de agua	1233 ml
Porcentaje en peso de muestra sólida	30%
Colector: ninguno	AGUA - SAL
Depresante: ninguno	N
Espumante	N
PH inicial	7.6
PH final	7.6
Peso de espuma seca	42g
Peso de decantado seco	440g

Fuente: Las autoras

Para un total de 7 ensayos de Flotación a diferentes condiciones.

El procedimiento realizado para cada ensayo es el siguiente:

1. Se prepara la ganga, considerando la concentración de sólidos disueltos.
2. Se deja acondicionar la ganga en la celda de flotación por 4 minutos, tiempo en el cual se lee el pH inicial.
3. En los ensayos en los que se quiso variar el pH se agregó NaOH, y en este momento se vuelve a leer el pH.
4. Se inicia la celda de flotación ajustando las revoluciones definidas.
5. Se deja estabilizar la mezcla por 20 minutos, tiempo ideal en la concentración de fosfatos. (1)
6. Se agregan los reactivos de Flotación en las cantidades respectivas con un lapso de 4 minutos entre cada uno.
7. Se abre la boquilla del aire de la celda y se espera la formación de espuma y su rebose para su posterior recolección en la bandeja por un tiempo de 45 minutos.
8. La espuma húmeda y el decantado se pesan y posteriormente se secan.

Las muestras se llevan al Laboratorio de consultas industriales de la UIS para ser analizadas en sus respectivos contenidos de fosfato. Los resultados de estos análisis químicos se muestran en las Tablas 13 – 15.

### 2.2.3. CONCENTRACIÓN GRAVIMÉTRICA

Con el fin de obtener una concentración de fosfato, se sometió la roca a una separación de finos y gruesos debida a la diferencia de densidades, estos procedimientos se realizaron en el HIDROCICLON y en el ESPIRAL HUMPHREYS cuyo principio es la separación por medio de fuerza centrífuga y gravedad, obteniendo así un deslame de la roca en los que se espera encontrar los minerales menos densos que el fosfato, obteniendo de esta forma un concentrado de éste compuesto en los tamaños mas gruesos.



Figura 6. Vista del Espiral Humphreys utilizado en la concentración gravimétrica

Fuente: Las autoras

- a. **EL HIDRICICLÓN:** La separación se produce gracias a la velocidad de rotación que se genera al ser inyectada la ganga de forma tangencial en el interior del cuerpo del hidrociclón, en este momento se deja recircular por unos 20 minutos que es un tiempo justo de acondicionamiento (2). Como consecuencia de la fuerza

centrífuga, las partículas sólidas se desplazan hacia la pared del cono de hidrociclón, en función de la mayor densidad, donde prosiguen una trayectoria espiral descendente debido a la fuerza de gravedad, y son arrastradas a la parte inferior donde se almacenan en un depósito colector, y es aquí donde se recogen las partículas más gruesas.

El campo centrífugo generado por las velocidades altas de circulación crea un cono de aire en el eje que se extiende hasta el rebosadero en la parte superior donde se recolectan las partículas mas finas, que son las que pueden ser arrastradas por el aire. La presión es importante pues genera variación en las fuerza centrífuga, por esto se trabajó con presiones de 10 Psi y 40 Psi para observar los contrastes.

Se trabajó con el hidrociclón del laboratorio de Procesamiento de minerales de la Universidad de Santander con las siguientes especificaciones:

**MARCA:** BAUER Centri – cleaner.

**BOMBA:** 3 HP ; 230 Voltios ; 11 Amperios ; R.P.M : 2630 máx - 650 min.

Las condiciones de trabajo se muestran a continuación:

**Tabla 7. Condiciones de concentración gravimétrica de Roca Fosfórica con Hidrociclón**

Hidrociclón Malla 30	Ensayo # 1	Ensayo # 2
Peso de la muestra	2500g.	2500g
Volumen de agua	9300 ml	16300 ml
Presión utilizada	10Psi	40Psi
Tiempo recolección de muestras	10seg	17seg

Fuente: Las autoras

- b. EL ESPIRAL HUMPHREYS:** basa su principio de operación en la diferencia de pesos específicos de los diferentes minerales, la pulpa debe ingresar con un 15 a 45% de sólidos disueltos, en este caso se utiliza un 18% sólidos disueltos, a 30 y 60 mallas Tyler; esta pulpa se alimenta por la parte superior del equipo, las

partículas livianas de mineral flotan en película de agua impedidas de esta forma a tocar la pared inclinada del espiral fluyendo con mas facilidad, todo lo contrario a lo que sucede con las partículas gruesas que no flotan y tocan la pared produciéndose así una fricción de las partículas con la pared y haciéndolas fluir mas lentamente ocasionando de esta forma la separación entre las partículas mas gruesas de las mas finas. Se recogen tres tipos de muestras, las partículas gruesas (concentrado), las partículas finas, y el agua separada.

Para este procedimiento se utilizó el espiral del laboratorio de Metalúrgica de la Universidad de marca DENVER el cual utiliza como sistema de recirculación el hidrociclón mencionado anteriormente.

Las condiciones a las que se trabajó el espiral son las siguientes:

**Tabla 8. Condiciones de concentración gravimétrica de Roca Fosfórica con Espiral Humphreys**

Condiciones	Ensayo # 1 Malla 30	Ensayo # 2 Malla 65
Peso de muestra	5000 g.	5000 g.
Volumen de Agua	30 L.	30 L.
Caudal Finos (Promedio)	$6.5 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$	$7 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$
Caudal de Gruesos (Promedio)	$2.7 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$	$2.5 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$

Fuente: Las autoras

Las muestras recogidas de estos dos procesos se llevan a un filtro prensa donde se elimina el exceso de agua y son posteriormente analizadas en el Laboratorio de Consultas Industriales de la Universidad Industrial de Santander y en Nutriánálisis, laboratorio de de Análisis y ensayos, en Bogotá de donde se obtienen los datos registrados en las tablas 16 a 18.

### 3. RESULTADOS Y ANALISIS

En el capítulo anterior se mostró la metodología empleada para el desarrollo de la parte experimental, ahora se expondrán los resultados obtenidos, teniendo en cuenta que los análisis respectivos fueron analizados en los laboratorios de consultas Industriales de la UIS, por AGRILAB, Laboratorio de análisis para insumos agrícolas y en Nutriánálisis, Laboratorio de Análisis y ensayos, en Bogotá D.C. utilizando los métodos de gravimetría <sup>(7)</sup> y espectrofotometría con Molibdato-Vanadato <sup>(8)</sup> (Norma NTC 4981) para los análisis de Fosfato y el método del electrodo del ión específico <sup>(9)</sup> (Norma NTC 625-B) para el análisis de Fluor.

#### 3.1. CARACTERIZACIÓN DE ROCA FOSFÓRICA

##### 3.1.1. ANALISIS GRANULOMÉTRICO POR TAMIZADO

Realizando el procedimiento de tamizado de la Roca Fosfórica, se obtuvieron las siguientes tablas producto del análisis granulométrico.

**Tabla 9. Análisis Granulométrico de Roca Fosfórica de la azufrada**

# Malla Tyler	D <sub>p</sub> (μm)	Peso (gr)	% Peso	Acumulado (+)	Acumulado (-)	F(x) *	Δ
10	1680	145,7	4,8567	4,8567	95,1433	137.657539	44.6844272
16	1000	456,7	15,2233	20,0800	79,9200	78.8049885	1.39515953
20	841	187,5	6,2500	26,3300	73,6700	60.4208777	17.9844201
30	547	733,2	24,4400	50,7700	49,2300	37.3705948	24.0897933
40	373	642,8	21,4267	72,1967	27,8033	26.5635552	4.45898425
60	250	359	11,9667	84,1633	15,8367	16.416218	3.65933543
80	177	81	2,7000	86,8633	13,1367	11.6656948	11.1976768
100	149	143	4,7667	91,6300	8,3700	8.95158624	6.94846164
200	74	152,5	5,0833	96,7133	3,2867	3.93226792	19.6418267
bandeja		98,6	3,2867	100,0000	0,0000		
		3000	100,0000				

Fuente: Las autoras

<sup>7</sup> Análisis de fosfatos por gravimetría y volumetría (Anexo D.2)

<sup>8</sup> Método de gravimetría y espectrofotometría con Molibdato-Vanadato (Anexo D.1)

<sup>9</sup> Método del electrodo del ión específico (Anexo D.3)

Con los datos consignados en la tabla anterior se realizaron las siguientes curvas de distribución.

$$*F(x) = \left(\frac{X}{K}\right)^m$$

Linealización

$$\log F(x) = m(\log(X - K))$$

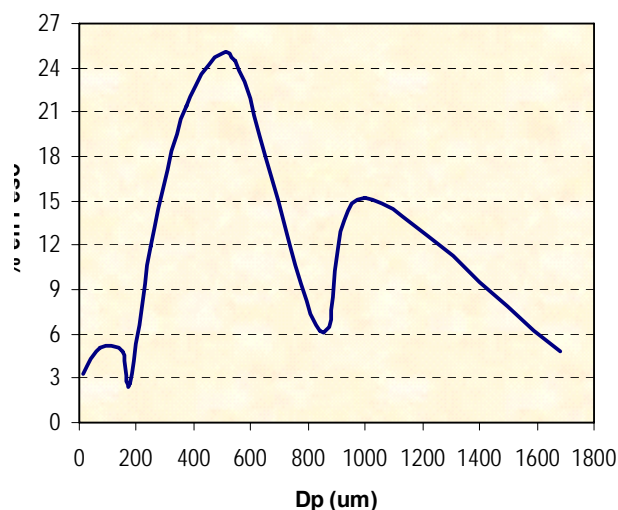
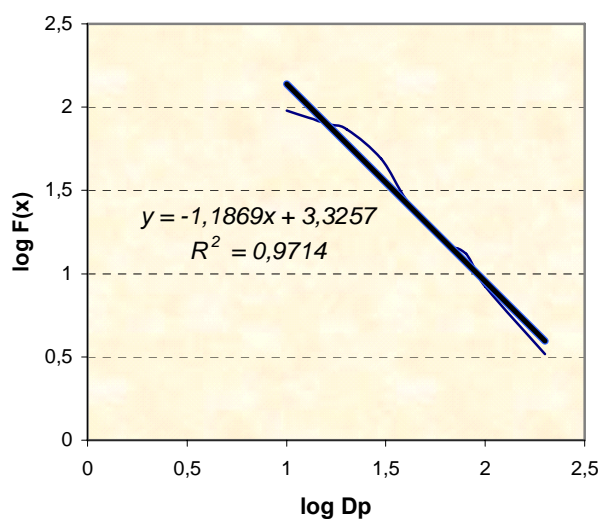


Figura 7. Datos para función de distribución granulométrica

Figura 8. Distribución de tamaño de partículas

Posterior al análisis granulométrico se tomaron muestras de las mallas más representativas y se obtuvieron los siguientes resultados en análisis de fosfato.

Tabla 10. Análisis químico de Roca Fosfórica en mallas representativas

Parámetro	MALLAS (Tyler)						
	Roca Molida	# 16	# 30	# 60	# 80	# 100	# 200
Fósforo (%P)	7.93	7.97	10.12	9.79	7.94	7.55	8.53
Fósforo (%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	18.17	18.25	23.18	22.43	18.19	17.29	19.53

Fuente: Laboratorios de consultas Industriales de la UIS

En los resultados del procedimiento anterior puede apreciarse que el 24.4% de las partículas se retienen en una abertura de 547 micras que corresponden a la malla 30, además si se observa el mayor pico en la curva de distribución normal (Figura 7) y el acumulado pasante (-) en la tabla 9, hasta este tamiz se ha retenido casi el 50% del material tamizado; lo cual según el análisis de fosfato, es la malla que presenta mayor incremento en la concentración, hasta de 5 puntos respecto de la roca en su estado natural, como se puede observar al comparar la tabla 1 y 10.

### **3.2. CONCENTRACIÓN POR CALCINACIÓN**

Para este proceso se hizo necesaria la elaboración de briquetas, que como ya se mencionó anteriormente son necesarias para evitar pérdidas por volatilización y comparar la efectividad de su elaboración con la roca triturada; para analizar la resistencia de las briquetas a la hora de ser alimentadas a un horno, se realizó la prueba de resistencia a la compresión para almidón y goma arábica como aglutinantes.

De los resultados obtenidos <sup>(10)</sup>, se puede concluir que la Goma Arábica como aglutinante presenta excelentes propiedades de aglomeración, con mínimas cantidades de concentración, las resistencias obtenidas fueron superiores, comparadas con las brindadas por el almidón, que a pesar de ser económico necesita concentraciones elevadas para proporcionar algún tipo de resistencia importante.

Los ensayos más significativos realizados en este tratamiento se consignaron en la siguiente tabla, en la cual se muestra el manejo de las variables tenidas en cuenta para cada ensayo; estos datos son resultados de los análisis hechos a muestras representativas de cada procedimiento.

---

<sup>10</sup> Resistencia a la compresión de las briquetas (Anexo F).

**Tabla 11. Resultados de ensayos de calcinación de Roca Fosfórica**

ENSAYO	TAMAÑO ( in)	TIEMPO RESIDENCIA	TEMP. (°C)	APAGADO	RESULTADOS		
					P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	P	F-
Ensayo 1	1.57x 0.98	2 horas	1200	Si	27.43	11.93	0.20
Ensayo 2	1.57x 0.98	2 horas	1200	NO	24	10.49	1.38
Ensayo 3	2.4 x 1.96	2 horas	1100	NO	24.8	10.78	0.17
Ensayo 4	2.4 x 1.96	4 horas	900	Si	21.66	9.46	1.97
Ensayo 5	2.4 x 1.96	6 horas	900	Si	19.69	8.60	1.80
Ensayo 6	Triturada	3 horas	900	Si	20.98	9.16	2.07

Fuente: Laboratorio de análisis para insumos agrícolas (AGRILAB) y Nutriánálisis, Laboratorio de Análisis y ensayos.

**Tabla 12. Resultados de porcentajes de perdidas de peso en la calcinación**

ENSAYO	PESO INICIAL	PESO FINAL	% PERDIDAS AL FUEGO
Ensayo 1	14.8	12.08	13.51
Ensayo 2	15.4	13.42	12.85
Ensayo 3	109.04	93.52	14.23
Ensayo 4	111.14	95.15	14.38
Ensayo 5	101.77	86.60	14.90
Ensayo 6	350	290	17.14

Fuente: Las autoras

En la determinación química realizada a los fosfatos térmicos obtenidos, se observó que la aplicación de altas temperaturas, produjo un incremento significativo en el contenido de fósforo soluble en Citrato de Amonio (como P), con respecto a la roca fosfórica en su estado natural Tabla 1, ya que estas temperaturas permiten romper la estructura cristalina e incrementar la solubilidad del material, aumentando así el contenido de fósforo asimilable para las plantas. (3). Es por esto que los fosfatos térmicos podrían constituir una alternativa para solucionar los problemas de solubilidad.

Igualmente se puede observar, que se logra una concentración significativa en las briquetas sometidas a temperaturas superiores a los 1100°C, como lo muestran los tres primeros ensayos en la tabla 11, de los cuales el mas relevante fue el efectuado

con choque térmico logrando disminuir la relación Calcio/Fósforo, pues esta afecta la reactividad de la roca y en la medida que se alcance reducir esta relación mayor podrá ser la solubilidad, así como la concentración del fosfato en ella (3). En el ensayo 1 se consiguió disminuir el contenido de flúor considerablemente; ya que las altas temperaturas rompen la estructura cristalina de la roca ocasionando pérdida del flúor y otras impurezas en forma gaseosa (3). Por lo tanto se puede concluir que el parámetro más importante en el tratamiento del flúor indiscutiblemente es la temperatura.

En cuanto al tratamiento de la roca fosfórica triturada observamos que el incremento en el contenido de fosfato es mínimo, debido a que la superficie de la roca triturada es menos porosa que en las briquetas, impidiendo de esta forma que el calor llegue directamente al centro, y es así como se observa en el ensayo 6 que los niveles de flúor en la roca se conservan muy altos, con esto observamos la importancia del briqueteado en el momento de desarrollar el montaje de una planta concentradora de fosfatos.

### 3.3. CONCENTRACIÓN POR FLOTACIÓN DE ESPUMAS

A continuación se muestran los análisis elementales de los diferentes ensayos realizados por Flotación como proceso de concentración.

**Tabla 13. Análisis Químico de concentrado de la flotación de espumas**

Parámetro	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4	Ensayo 5	Ensayo 6	Ensayo 7
Fósforo (%P)	9.10	8.36	7.69	7.21	8.27	10.06	8.44
Fósforo (%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	20.84	19.15	17.62	16.52	18.94	23.05	19.33

Fuente: Laboratorio de consultas Industriales de la UIS

**Tabla 14. Análisis Químico de colas de la flotación de espumas**

Parámetro	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4	Ensayo 5	Ensayo 6	Ensayo 7
Fósforo (%P)	7.71	8.05	7.48	8.54	7.80	7.50	7.73
Fósforo (%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	19.7	21.15	19.19	19.56	17.86	24.42	23.3

Fuente: Laboratorio de consultas Industriales de la UIS

Para el cálculo del % recuperación de estos ensayos se siguió la siguiente ecuación:

$$\% \text{RECUPERACION} : \left( \frac{\text{Peso}_{\text{espuma seca}} * \% P_2O_5}{\text{Peso}_{\text{muestrainicial}} * \% P_2O_5} \right) * 100 \quad \text{Tabulando estos datos:}$$

**Tabla 15. Resultados de Porcentaje de Recuperación obtenido en las pruebas de Flotación**

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4	Ensayo 5	Ensayo 6	Ensayo 7
<b>% Recuperación</b>	1.8883	2.7208	2.2758	5.1210	10.27	20.65	6.54

Fuente: Las autoras

Teniendo como referencia la (Tabla 1) se observa que en las pruebas de flotación realizadas, el porcentaje de fósforo asimilable aumentó considerablemente, pero se lograron resultados muy pobres en el % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

En el ensayo 6, realizado a la malla 100 se presenta una concentración de fosfato significativa, teniendo en cuenta que la roca fosfórica sin tratamiento a esa malla tiene un porcentaje de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 17.333 y realizando la flotación se logro aumentar a 24.42, además de un aumento también en el fósforo asimilable. Pero en este punto hay que tener en cuenta que la concentración obtenida equivale a la concentración que la roca presenta con un simple tratamiento de tamizado a malla 30.

Lo mismo se observa a la hora de analizar el porcentaje de recuperación donde cada ensayo evidencia que la flotación a cada una de las condiciones indicadas, es un procedimiento deficiente, por este motivo es que la flotación como procedimiento de concentración en cuanto a infraestructura y utilización de reactivos se convierte en un método no recomendado

### 3.4. CONCENTRACIÓN GRAVIMÉTRICA

Este tipo de separación se realizó por medio de dos métodos como son el Hidrociclón y el Espiral Humphreys, los resultados de estos métodos se presentan en las siguientes tablas:

## ❖ Hidrociclón

**Tabla 16. Análisis Químico de finos del Hidrociclón**

<b>Parámetro</b>	<b>Ensayo 1 10Psi</b>	<b>Ensayo 2 40Psi</b>
Fósforo (%P)	5.99	6.99
Fósforo (%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	13.72	16.02

Fuente: Laboratorio de consultas Industriales de la UIS

**Tabla 17. Análisis Químico de gruesos del Hidrociclón**

<b>Parámetro</b>	<b>Ensayo 1</b>	<b>Ensayo 2</b>
Fósforo (%P)	10.52	9.25
Fósforo (%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	24.10	21.18

Fuente: Laboratorio de consultas Industriales de la UIS

En el tratamiento realizado a la roca fosfórica con hidrociclones se procedió de diferentes maneras; una de ellas tenía por objeto deslodar la Roca, después de haberla sometido a molienda y la otra, obtener una concentración de fósforo y fosfatos.

Aunque se observó que la roca fosfórica obtenida por el vortice del aparato presentaba un aspecto mas limpio (sin lamas), el análisis químico no reporto un incremento apreciable en la concentración de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> para los diferentes flujos utilizados, obsérvese las tablas 8 y 9.

Se efectuaron los ensayos con un amplio rango en las presiones del hidrociclón para que la diferencia en éstos fuera visible; pero como se puede apreciar no se produjo una discrepancia significativa en los análisis, sin embargo, el porcentaje de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> aumento un punto en los gruesos a menor presión estando en desacuerdo con la literatura (2), en la que señala que los mayores porcentajes estuvieron en rebosadero.

La no presencia de lamas conduce a pensar, que este es un método apto como paso previo en la flotación, ya que las lamas dificultan notoriamente este proceso (4); pero no tiene como objetivo la concentración de fosfatos.

## ❖ Espiral Humphreys

**Tabla 18. Resultados de pruebas con el Espiral Humphreys**

ENSAYO	MUESTRA	FOSFORO	FOSFATO	FLUOR
Ensayo 1	Gruesos Malla 30	7.13	16.32	1.37
	Finos Malla 30	7.26	16.63	1.64
Ensayo 2	Gruesos Malla 65	7.42	16.99	1.65
	Finos Malla 65	6.94	15.89	1.55

Fuente: Nutriánálisis, Laboratorio de Análisis y ensayos.

Utilizando el Espiral Humphreys se buscaron las mejores condiciones que propiciaran la concentración de  $P_2O_5$ , trabajando con diferentes flujos y densidades de alimentación.

Por los resultados obtenidos se puede concluir que no se presenta ningún tipo de concentración apreciable, lo cual no concuerda con la información (5) encontrada en la literatura, quienes reportan altas concentraciones de la roca fosfórica en su paso por el espiral. A pesar de que en el desarrollo del proceso se pudo observar la separación de la pulpa en finos y gruesos.

## CONCLUSIONES

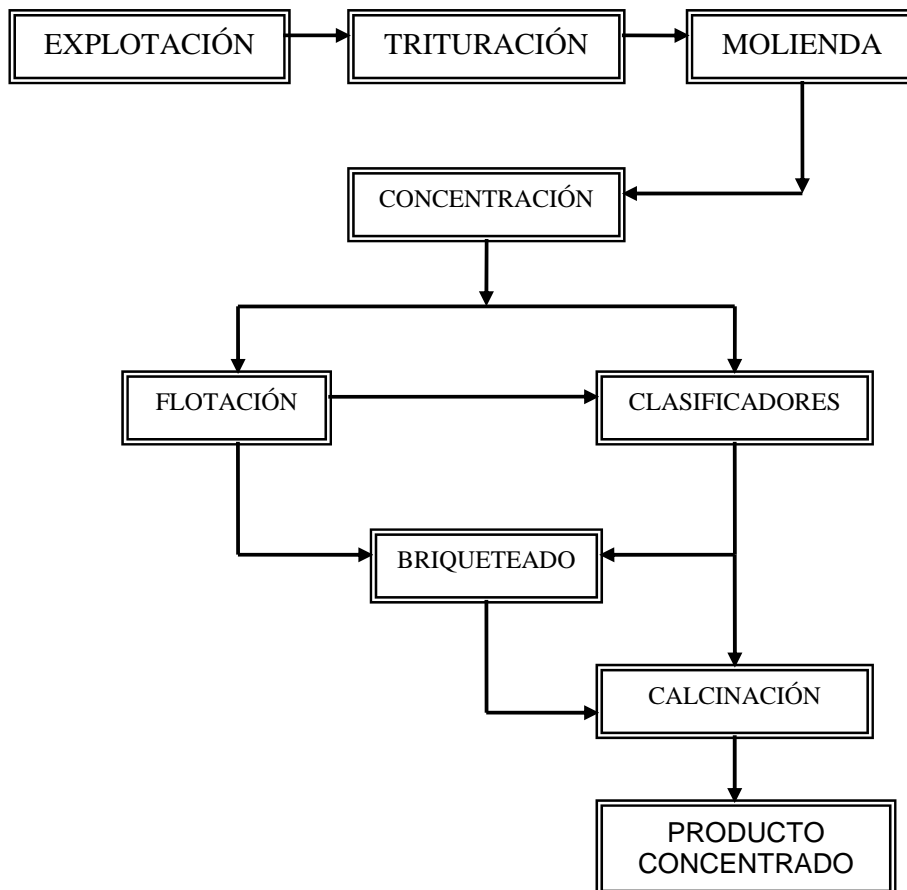
1. Se observó que solo utilizando procesos de reducción de tamaño tales como: trituración, molienda, tamizado y clasificación por mallas, se logra aumentar la concentración de fosfatos en un 23.18%, ya que entre las mallas 16 y 30 (Tyler) se consigue la liberación de los pellets de apatito de la matriz calcárea que los compacta, siendo la malla 30 (Tyler) la que posee un contenido máximo de fosfatos además de que retiene el 50% del mineral tamizado.
2. Utilizando como método de concentración la calcinación, se concluye que solo a temperaturas mayores a los 1100°C se consigue reducir el flúor y aumentar el contenido de fosfatos en la roca fosfórica original, ya que a estas temperaturas la estructura cristalina se rompe, consiguiendo de esta manera incrementar la solubilidad del fosfato en el mineral.
3. En cuanto al tratamiento térmico con la roca fosfórica triturada, no se presentó una concentración significativa, debido a que la superficie de la roca triturada es menos porosa que en las briquetas, impidiendo de esta forma que el calor llegue directamente al centro, de aquí la importancia del briqueteado en el momento de desarrollar el montaje de una planta concentradora de fosfatos.
4. Con respecto a la flotación, la concentración de fosfatos solo produjo resultados con el procedimiento realizado a malla 100 (Tyler), sin embargo, si se tiene en cuenta la infraestructura y reactivos que son necesarios para realizar dicho proceso, este método no se justifica puesto que la concentración obtenida equivale a la concentración que la roca presenta con un simple tratamiento de tamizado a malla 30 (Tyler).
5. Los resultados obtenidos de los clasificadores como el hidrociclón %P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de (24.10) a malla 30 (Tyler) y el espiral Humphreys % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de (16.99) a

malla 65 (Tyler), demuestran que no son métodos para concentrar fosfatos, simplemente tendrían como función limpiar la roca para posteriores tratamientos.

6. No se cumplieron las expectativas que se esperaban en el presente estudio, ya que la concentración de la roca fosfórica fue pobre, en comparación con las dificultades que se presentan al realizar estos procedimientos. El flúor solo logro disminuir con tratamientos térmicos a temperaturas demasiado altas que son muy difíciles de alcanzar; sin embargo se encontró que con una preparación de la roca fosfórica que incluye solo reducción de tamaño y separación por tamaños se puede llegar a un producto económico apto para uso en la agricultura.

## RECOMENDACIONES

1. Tratar con vinazas el material molido sin calcinar y calcinado a 900°C y a 1100°C para saber cual es la concentración de  $P_2O_5$  y cual el porcentaje de P asimilable.
2. Efectuar la Flotación de espumas con reactivos específicos para Roca Fosfórica con características biodegradables.
3. Realizar pruebas de concentración de Roca Fosfórica de la azufrada (Santander) mezclando con otras Rocas Fosfóricas de diferente fuente.
4. Con base en la siguiente propuesta de flujograma, realizar pruebas experimentales para la determinación de  $P_2O_5$  y flúor.



## BIBLIOGRAFIA

1. RODRIGUEZ, Javier. Estudio sobre la concentración de fosfatos por flotación. BUCARAMANGA, p. 52-69,1969. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander.
2. TELLO Myriam. y DELGADO Jacob. Estudio sobre las condiciones óptimas de la concentración de fosfatos. BUCARAMANGA, p. 21- 39, 1982. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander.
3. GUANZA Arcelio. Calcinación de la roca fosfórica. BUCARAMANGA, p. 3- 43, 1971. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander.
4. DUARTE Andrés. Y NIÑO Fabio. Flotación de minerales no metálicos (roca fosfórica colombiana). p 175. Avances en flotación Vol. 3 escuela de ingeniería. , Universidad de Concepción Chile 1977.
5. SANCHEZ Enrique. Y ORTIZ Julio. Estudio del concentrador de espiral Humphreys y su aplicación en la industria mineral nacional. BUCARAMANGA, p. 23- 62,1966. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander.
6. DENVER EQUIPMENT COMPANY. Recovery of phosphate. , Mineral Processing Flowshets. p. 162-163. Denver. , Colorado. , USA.
7. LOZANO Eladio. Y NIÑO Eduardo. Determinación del rendimiento de la roca fosfórica con tratamiento térmico como fertilizante por aplicación directa. BUCARAMANGA, p. 3- 18, 1993. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander.

8. MOSQUERA Héctor. Determinación del grado de molienda optimo de la roca fosfórica. BUCARAMNAGA, p. 15-26,1993. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander.
9. SOTO Andrés. Obtención de fertilizantes fosfatados (S.F.T.) a partir de roca Fosfórica importada y acido sulfúrico nacional, anteproyecto de una factibilidad técnico económica. CHILE, 2000, p. 2-38. Facultad ciencias físicas y matemáticas, Departamento de ingeniería química, Universidad de Chile.
10. FERNÁNDEZ Shirley y NOGUERA Rómulo. Producción de fosfatos térmicos a partir de rocas fosfóricas nacionales. VENEZUELA, p. 1-6, 2003. Decanato de agronomía, Departamento de química y suelo, Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado.
11. FERNANDEZ Shiley y MEZA Carlos. Efecto residual de la roca Fosfórica Riecito modificada por calcinación o acidulación sobre las plantas de maíz en suelos con nivel variable de calcio. VENEZUELA, 2004, p. 1-6. Decanato de agronomía, Departamento de química y suelo, Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado.

# ANEXOS

## Anexo A. FUENTES DE ROCA FOSFÓRICA EN COLOMBIA

### A.1. Reservas de roca fosfórica en colombiana

Los estudios sobre reservas de Roca Fosfórica realizados permiten indicar que los principales yacimientos en Colombia se encuentran en la Cordillera Oriental, principalmente en los departamentos de Norte de Santander, Santander, Boyacá y Huila.

**Tabla A.1. Reserva de roca fosfórica colombiana (yacimientos principales - millones de toneladas métricas) .**

-	<i>Méridas</i>	<i>Indicadas</i>	<i>Inferidas</i>	<i>Total</i>	<i>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></i>	<i>Espesor (m)</i>
<b>Norte de Santander</b>	-	-	-	-	-	-
Sardinata	5.25	3.13	6.04	14.42	15-37	0.5-3.5
Lourdes-Sardinata	-	10.00	-	10.00	10-30	0.5-1.5
Gramalote	-	7.70	-	7.70	10-27	0.5-3.8
Tibú - Las Mercedes	-	13.00	-	13.00	8-19	1.5-5.4
totales	2.25	33.83	6.04	45.12	-	-
<b>Santander</b>	-	-	-	-	-	-
Conchal-La Azufrada	0.12	32.60	-	32.72	10-29	0.7 - 2.0
<b>Boyaca</b>	-	-	-	-	-	-
Pesca (Conejera)	7.44	7.60	15.60	30.64	17-25	1.0 - 4.2
Iza-Guítiva (total)	-	36.00	-	36.00	10-23	0.6-1.8
Mongua-Siscuensi	-	20.00	-	20.00	15-20	0.7-1.0
Sogamoso (El Pilar)	-	-	15.00	15.00	17-26	0.8-1.6
Tunja-Peña Negra	-	-	39.00	39.00	11-27	0.5-1.6
Totales	7.44	63.60	69.60	140.64	-	-
<b>Huila</b>	-	-	-	-	-	-
Palermo (Buenos aires)	-	35.00	-	35.00	15-25	0.6-2.0
Palermo (La Guagua)	-	-	12.00	12.00	19-28	0.5-1.6
Baraya (Los Pinos-Los Andes)	-	30.00	-	30.00	11-26	0.6-2.0
Aipe (Media Luna La Cañada)	-	-	25.00	25.00	18-31	0.6-1.2
Teruel (La Juanita)	-	-	15.00	15.00	15-24	0.9-2.2
Yaguará	-	-	15.00	15.00	13-31	0.7-2.4
Norte de Tesalia	-	-	6.00	6.00	20-31	0.8-1.2
Totales	-	64.00	73.00	138.00	-	-
<b>Otros</b>	-	-	-	-	-	-
Pandi-alpujarra	-	-	10.00	10.00	16-27	1.6-2.7

## A.2. CARACTERISTICAS DE LAS ROCAS FOSFORICAS COLOMBIANAS

La aplicación de RF molidas, parcialmente aciduladas, compactadas o mezcladas con fosfatos solubles, pueden ser la manera más barata de suministrar P a los cultivos y praderas en suelos ácidos de Colombia. Esa posibilidad se deduce, en primer lugar de sus características químicas y en segundo lugar, de su respuesta agronómica. Los análisis químicos de la Roca Fosfórica nacional mostrados en la tabla A.2. muestran que este mineral, usado en dosis moderadas, puede aportar suficiente P y Ca a los suelos y cultivos, dos de los nutrientes más deficitarios, en los suelos de la Nación.

**Tabla A.2. Análisis químico (% en peso) de rocas fosfóricas nacionales. Principales yacimientos.**

ROCA FOSFORICA	HUILA	M. LUNA	PESCA	SADINATA
CaO	39.1	45.4	28.1	48.6
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	19.4	30.1	19.4	35.4
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (s.c.) <sup>a</sup>	3.5	2.3	2.4	2.4 <sup>b</sup>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.7	0.5	1.1	1.2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.6	0.4	0.9	0.9
MgO	0.14	0.12	0.14	0.05
Na <sub>2</sub> O	0.19	0.12	0.14	0.06
K <sub>2</sub> O	0.09	0.07	0.15	0.04
F	2.7	3.6	2.0	3.6
S	0.54	0.03	0.06	0.09
CO <sub>2</sub>	9.0	4.6	1.3	1.8
SiO <sub>2</sub>	25.1	12.5	44.4	6.1

<sup>a/</sup> P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Soluble en citrato medido en citrato neutro de amonio.

<sup>b/</sup> P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> soluble en citrato de amonio neutro después de remover la calcita.

## A.3. VALOR AGRONOMICO DE LAS ROCAS FOSFORICAS

El valor agronómico o efectividad agronómica de las RF depende de varios factores, entre ellos se pueden mencionar los siguientes:

1. reactividad química de la roca
2. tamaño de partícula de la roca
3. propiedades del suelo y el clima de la región
4. tiempo y el método de aplicación
5. cultivo a sembrar
6. efecto residual de la roca

La efectividad agronómica relativa (EAR) de una Roca Fosfórica se puede calcular así:

$$\text{EAR} = \frac{\text{Rendimiento del producto ensayado-control}}{\text{Rendimiento del producto estándar-control}} \times 100$$

Las Rocas Fosfóricas se clasifican de acuerdo a EAR del siguiente modo:

**Tabla A.3. Calificación de la roca por su EAR**

EAR	CALIFICACION
85-100%	Alta
70-84%	Media
40-69%	Baja
< 39%	Muy Baja

Con base en este patrón, las Rocas Fosforicas de Huila y Pesca son de calificación media y la de Sardinata de baja. Esta calificación es muy importante cuando se utilizan en forma directa como fertilizante, ya que permite predecir la respuesta según el suelo y el cultivo.

## ANEXO B. REACTIVIDAD QUÍMICA DE LA ROCA FOSFÓRICA

De acuerdo a consideraciones teóricas, en general la solubilidad aumenta cuando la sustitución de fosfatos por carbonatos en la estructura del apatito aumenta.

**Cuadro 3. Escala de reactividad de algunas rocas fosfóricas representativas, medidas por varios métodos.**

-	P soluble, % de la roca		
	Citrato de amonio neutro	Acido cítrico 2%	Acido fórmico 2%
Huila, Colombia	1.5 <sup>a</sup>	2.3	2.7
Pesca, Colombia	0.8	3.0	2.3
Bayovar, Perú	2.3	6.6	9.5
Patos de Minas, Brasil	0.8	2.3	-
Carolina del Norte, EE.UU.	3.1	6.9	11.2
Florida Central, EE.UU.	1.3	3.7	3.6
Tennessee, EE.UU.	1.1	3.8	3.0

<sup>a</sup> Segunda extracción debida a su alto contenido de CaCO<sub>3</sub>

## ANEXO C. Equipos utilizados



Figura C.1. Tamizador vibratorio  
Planta de Aceros UIS



Figura C.2. Celda DENVER  
de flotación (Ing. Met. UIS)



Figura C.3. Briqueteadora de Carbón Industrias San Felipe (Manizales)



**Figura C.4. Filtro Prensa  
(Planta de Aceros, UIS)**



**Figura C.5. Hidrociclón  
(Planta de Aceros, UIS)**



**Figura C.6. Espiral Humpreys  
(Planta de Aceros, UIS)**



**Figura C.7. Trituradora de mandíbula  
(Laboratorio de Ing. Química, UIS)**



**Figura C.8. Molino de Bolas  
(Laboratorio Ing. Química, UIS)**



**Figura C.9. Torre de tamices Vibratorios  
(Laboratorio Ing. Química, UIS)**

## **ANEXO D. DETERMINACIÓN DEL P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Y FLÚOR**

### **D.1. ANALISIS DE FOSFATO POR ESPECTOFOTOMETRIA CON MOLIBDATO – VANADATO (Método Amarillo)**

La determinación de fósforo incluye dos pasos principales, conversión de las diferentes formas de fósforo a ortofosfato disuelto y detección colorimétrica. El presente método incluye tres métodos de digestión alternativos y la determinación colorimétrica en la cual el ortofosfato reacciona con molibdato de amonio bajo condiciones ácidas para formar el ácido molibdofosfórico que en presencia de vanadio genera el ácido vanadomolibatofosfórico. La intensidad del color desarrollado es proporcional a la concentración de fósforo.

#### **D.1.1. Aparatos y materiales**

##### **a) Reactivos**

- **Acido nítrico**, HNO<sub>3</sub>, 65% p.a.
- **Acido perclórico**, HClO<sub>4</sub>, 70-72% p.a.
- **Acido sulfúrico**, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 95-97% p.a.
- **Hidróxido de sodio**, NaOH p.a.
- **Anaranjado de metilo**, p.a.
- **Fenolftaleína sal disódica**, p.a.
- **Persulfato de amonio**, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, p.a.
- **Persulfato de potasio**, K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> p.a.
- **Molibdato de amonio**, (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>MO<sub>7</sub>O<sub>24</sub> - 4H<sub>2</sub>O, p. a.
- **Metavanadato de amonio**, NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> p.a.
- **Dihidrógeno fosfato de potasio**, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, p.a.
- **Agua reactiva**, grado 2, según NCh426/2.

##### **b) Soluciones**

- **Hidróxido de sodio 6 N**  
Disolver 240 g de NaOH p.a. en pellet, en agua reactiva y diluir a 1 L.

- **Hidróxido de sodio 1 N**

Disolver 40 g de NaOH en pellet en agua reactiva y diluir a 1 L.

- **Reactivo vanadato molibdato**

**Solución A**

Disolver 25 g de molibdato de amonio  $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en 300 ml de agua reactiva.

**Solución B**

Disolver 1,25 g de metavanadato de amonio,  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , por calentamiento a ebullición en 300 ml de agua reactiva. Enfriar la solución a temperatura ambiente.

**Solución final**

Vaciar la solución A sobre la solución B, mezclar y diluir a 1 L.

- **Solución patrón de fósforo 50,0 mg P/L**

Disolver en agua reactiva 219,5 mg de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  anhidro y diluir a 1 L.

- **Acido sulfúrico 30% V/V**

Añadir cuidadosamente 300 ml de ácido sulfúrico (95-97% d = 1,848 g/ml), a aproximadamente 600 ml de agua reactiva, enfriar y diluir a 1 L con agua reactiva.

- **Solución indicadora de anaranjado de metilo**

Disolver 500 mg de anaranjado de metilo en polvo en agua reactiva y diluir a 1L.

- **Solución indicadora de fenolftaleína**

Disolver 5 g de sal disódica de fenolftaleína en agua reactiva y diluir a 1 L.

**c) Aparatos y equipos**

- **Plancha calefactora** de superficie de 30 cm x 50 cm es adecuada.
- **Elementos de seguridad** (gafas, guantes, etc.).

- **Campana de extracción** para ácido perclórico.
- **Matraz Erlenmeyer de 125 ml** (Para digestión con ácido perclórico): Lavados con ácido y enjuagados con agua reactiva.
- **Rack de digestión** (Para digestión con ácido nítrico)  
Se recomienda un rack de digestión eléctrico o a gas provisto con salida de vapores; son adecuados los empleados para digestión Kjeldahl.
- **Matraz micro Kjeldahl**
- **Autoclave** (Para digestión con persulfato)  
Recipiente para operar bajo presión de 98 kPa a 137 kPa, puede usarse en lugar de plancha calefactora.
- **Equipo colorimétrico**  
Usar uno de los siguientes:

- **Espectrofotómetro** para ser usado en el rango de 400 nm a 490 nm.
- **Fotómetro de filtro** provisto con un filtro azul o violeta con un máximo de transmitancia entre 400 nm y 470 nm.

La longitud de onda a la cual se mide la intensidad del color depende de la sensibilidad deseada.

Elegir la longitud de onda de la medición de acuerdo a la concentración esperada de fósforo de la muestra.

P rango, mg/L	Longitud de onda, nm
1,0 – 5,0	400
2,0 – 10	420
4,0 - 18	470

- **Aparato de filtración**  
Incluye el papel filtro Whatman N°42 o equivalente.
- **Material de vidrio convencional**

Usar material de vidrio lavado con ácido para determinar bajas concentraciones de fósforo.

Contaminación por fosfato es común debido a la absorción en la superficie del vidrio. Evitar el uso de detergentes que contienen fosfato. Lavar todo el material de vidrio con HCl diluido, caliente y enjuagar bien con agua reactiva. Preferentemente, reservar material de vidrio sólo para determinación de fósforo.

### **D.1.2 Procedimiento**

#### **Digestión con ácido perclórico**

##### **Precaución**

La mezcla caliente de HClO<sub>4</sub> con materia orgánica puede explotar violentamente. Evitar este riesgo tomando las siguientes precauciones:

- a)** No agregar HClO<sub>4</sub> a una solución caliente que pueda contener materia orgánica.
- b)** Iniciar siempre la digestión de muestras que contengan materia orgánica con HNO<sub>3</sub>, y completarla con mezcla HNO<sub>3</sub> y HClO<sub>4</sub>.
- c)** No eliminar vapores de, HClO<sub>4</sub> en campanas comunes, utilizar campanas especialmente construidas para este fin.

- Tomar un volumen de muestra que contenga la cantidad deseada de fósforo y vaciarlo a un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- Acidificar con HNO<sub>3</sub>, concentrado hasta viraje del anaranjado de metilo.
- Añadir 5 ml más de HNO<sub>3</sub> concentrado y evaporar en baño María o plancha calefactora a 15 ó 20 ml.
- Añadir 10 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado y 10 ml de HClO<sub>4</sub> concentrado al matraz de 125 ml enfriando el matraz entre cada adición.
- Agregar algunas perlas de vidrio para regular la ebullición y calentar en una plancha calefactora evaporando suavemente hasta que aparezcan vapores blancos densos de HClO<sub>4</sub>
- Si la solución no está clara tapar el matraz con un vidrio reloj y mantener la ebullición suavemente hasta que aclare. Si es necesario, agregar 10 ml más de HNO<sub>3</sub> para ayudar a la oxidación.

- Enfriar la solución y añadir una gota de solución acuosa de fenoltaleína, y neutralizar con NaOH 6 N hasta que la solución se torne de color rosado.
- Si es necesario, filtrar y lavar el filtro con agua reactiva.
- Aforar a 100 ml con agua reactiva.
- Determinar fósforo total de la muestra tratada por el método colorimétrico preparando una serie de estándares que contengan diferentes concentraciones de fósforo tratados con el proceso de digestión en paralelo con la muestra.

### **Digestión con ácido sulfúrico-ácido nítrico**

- Tomar un volumen de muestra que contenga la cantidad deseada de fósforo a un matraz microKjeldahl y agregar 1 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, concentrado y 5 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado.
- Digerir hasta un volumen de 1 ml y continuar hasta que la solución sea incolora para remover el HNO<sub>3</sub>.
- Enfriar y añadir aproximadamente 20 ml de agua reactiva, una gota de indicador de fenoltaleína y tanta solución de NaOH 1 N como se requiera para producir un tinte rosado pálido.
- Transferir la solución neutralizada filtrando si es necesario para remover el material particulado o la turbiedad a un matraz volumétrico de 100 ml.
- Agregar los lavados del filtro al matraz y aforar a 100 ml con agua reactiva.
- Determinar fósforo total de la muestra tratada por el método colorimétrico preparando una serie de estándares que contengan diferentes concentraciones de fósforo y tratados con el proceso de digestión en paralelo con la muestra.

### **Digestión con persulfato**

- Vaciar un volumen de muestra que contenga la cantidad deseada de fósforo y vaciar. A un matraz, agregar una gota de solución indicadora de fenoltaleína, si se desarrolla un color rosado agregar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 30% V/V gota a gota para descartar el color.
- Agregar 1 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 30% V/V y alternativamente 0,4 g de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> sólido o 0,5 g de K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> sólido.

- Hervir suavemente sobre una plancha calefactora hasta alcanzar un volumen final aproximadamente 10 ml Alternativamente calentar en autoclave 30 min bajo presión 98 kPa a 137 kPa.
- Enfriar y diluir a 30 ml con agua reactiva, agregar una gota de solución indicadora de fenolftaleína y neutralizar a un color rosado pálido con NaOH 1 N.
- Aforar a 100 ml con agua reactiva. En esta etapa en algunas muestras puede formarse un precipitado que no debe filtrarse. Agitar bien en el caso que se requiera tomar una alícuota posterior.
- El precipitado posiblemente de fosfato de calcio se redisuelve bajo las condiciones es de la determinación colorimétrica.
- Determinar el fósforo total de la muestra tratada por el método colorimétrico una serie de estándares que contengan diferentes concentraciones de fósforo en el proceso de digestión en paralelo con la muestra.

### **D.1.3 Método colorimétrico vanadomolibdofosfórico**

#### **Desarrollo de color en la muestra**

- a) Colocar un volumen conocido de muestra que contenga entre 0,05 mg y 1,0 mg de fósforo en un matraz aforado de 50 ml. Agregar 10 ml de reactivo vanadato-molibdato y diluir a 50 ml con agua reactiva.
- b) Preparar un blanco en el cual el volumen de muestra se sustituye por agua reactiva.
- c) Después de 10 min o más, medir la absorbancia de la muestra versus el blanco, en el rango de longitud de onda entre 400 nm y 490 nm dependiendo de la sensibilidad deseada. El color es estable por días y su intensidad no se ve afectada por variaciones de la temperatura ambiente.

#### **Preparación de la curva de calibración**

Preparar una curva de calibración usando diferentes volúmenes de soluciones estándares de fósforo digeridas y proceder como en 10.4.1. Graficar una serie de curvas, con soluciones estándares de fósforo para diferentes longitudes de onda

Esto permite disponer de un amplio rango de concentraciones para una serie de determinaciones.

### **Expresión de resultados**

De la curva de calibración, leer los mg de P correspondientes a la medida de absorbancia de la muestra obtenida

$$\text{Fósforo, mg/L} = A/B \cdot 1000$$

En que:

A = mg de fósforo de la curva de calibración;

B = volumen original de muestra.

## **D.2. ANALISIS DE FOSFATO POR GRAVIMETRIA Y VOLUMETRIA**

### **D.2.1 Reactivos**

Molibdato de Amonio, preparado disolviendo 30gr de Heptamolibdato de Amonio, 100 gr de Nitrato de Amonio, 10 ml de Amoniaco en 300ml de agua y diluyendo a 500ml con agua.

HNO<sub>3</sub>

KNO<sub>3</sub> (10 gr por litro)

Fenofaleína

HCl (Solucion tipo 0.1 N)

NaOH (Solucion tipo 0.1 N)

### **D.2.2 Preparación de la muestra**

La roca se preparo mediante trituración, molienda y tamizado.

### **D.2.3 Digestión:**

Debido a que se trata de un fosfato insoluble se pesa una muestra entre 0.5 y 0.6 gr., se disuelve en agua regia, se lleva a digestión durante media hora, se adiciona 20 ml de HNO<sub>3</sub> (1:3) t por ultimo se afora en un matras diluyendo con agua.

#### D.2.4 Precipitación

Se toma una alícuota de 25 ml, se agrega agua hasta 100 ml, se añade molibdato de amonio (80ml) se calienta con agitación a 40° C, se filtra; se recoge el precipitado y se lava hasta el momento en que el filtrado tome coloración violeta al agregar una gota de Hidróxido de Sodio 0.1 Normal al producto de los dos lavados.

#### D.2.5 Valoración:

Se pesa el precipitado junto con el papel a un vaso precipitado, se añaden 50 ml de agua y 2 a 3 gotas de fenoftaleína, se adicionan volúmenes iguales de NaOH 0.1 N hasta que el precipitado se disuelva y se valora por retroceso con HCl 0.1 N.

#### D.2.6 Cálculos:

Los resultados se expresan en porcentajes de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, cuyo peso molecular es 141.95 gr.

Nº de meq = V<sub>1</sub>N<sub>1</sub>-V<sub>2</sub>N<sub>2</sub>  
V<sub>1</sub> = Volumen de NaOH  
N<sub>1</sub> = Normalidad del NaOH  
V<sub>2</sub> = Volumen de HCl  
N<sub>2</sub> = Normalidad del HCl

Nº de meq = Número de miliequivalentes

$$1 \text{ equivalente de P}_2\text{O}_5 \approx \frac{PM}{46} \approx \frac{141.95}{46}$$

P = Parte Alícuota

$$\%P_2O_5 \approx \frac{P(V_1N_1 - V_2N_2)141.95}{Pesomuestra \times 10 \times 46}$$

### **D.3. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE FLUOR, MEDIANTE POTENCIOMETRIA CON ELECTRODO SELECTIVO DE IONES.**

#### **D.3.1. POTENCIOMETRIA DIRECTA Y ELECTRODOS SELECTIVOS DE IONES:**

Como su nombre lo indica, un método potenciométrico de análisis no es nada más que la medida de un potencial con el fin de conocer la actividad (concentración) de una sustancia en disolución.

La técnica conocida con el nombre potenciometría directa, consiste en la medida de la actividad (o concentración) de una especie química, midiendo directamente el potencial con el que está directamente relacionada, mediante una conocida función logarítmica conocida como ecuación de Nernst.

La aplicación más conocida de las potenciometrías directas es la utilización de lo que se conoce con el nombre de Electrodo Selectivo de Iones (ISE). Podemos decir que un electrodo selectivo de iones, consiste en una membrana que responde más o menos selectivamente a un ion determinado, y que esta en contacto, por un parte, con la disolución del ion a determinar, y por otra, generalmente, con una disolución del mismo ion a una actividad fija, la cual está a su vez en contacto con un electrodo de referencia apropiada.

La modificación del transporte de materia debido a la presencia de la membrana puede dar lugar a diferencias de potencial electrostático, estos potenciales de membrana son función de la composición de las disoluciones y pueden por tanto relacionarse con las actividades de los iones de las mismas.

Una de las principales ventajas de este tipo de electrodos es que pueden construirse, en principio, para cualquier especie iónica, aunque las dificultades de la obtención de un electrodo específico provienen de las técnicas que se necesiten para su preparación. Constituyen una herramienta importante para la determinación de iones, debido a la capacidad que tienen para obtener selectiva y de forma continua la actividad de un ion en disolución.

Los electrodos selectivos de iones, se pueden clasificar de acuerdo con el estado físico de la sustancia (compuesto electroactivo) que forma la membrana del electrodo en:

- Electrodo selectivo de iones de membrana sólida.
- De membrana homogénea, monocristal de una sustancia muy insoluble como el  $\text{LaF}_3$  (electrodo selectivo de sustancia activa o mezcla de sustancias, se incorporan a un material inerte).
- Electrodos selectivos de iones de membrana líquida, en estos electrodos, un soporte inerte saturado con una especie ionica, o no cargada, separa una fase acuosa de otra no acuosa.
- Electrodos Selectivos de iones especiales
- Para gases
- Enzimáticos

### **D.3.2. ELECTRODO SELECTIVO DE FLUORUROS:**

Quizás sea el electrodo del ion selectivo mas común, está basado en la utilización de un cristal de fluoruro de lantano impurificado con europio (II). En este caso, la impurificación (o dopaje) consiste en añadir pequeñas cantidades de Eu (II) en vez de La(III). La solución de relleno interna del electrodo consiste en NaF y NaCl 0.1M. Su fundamento consiste en que el ion fluoruro en solución está selectivamente absorbido en las dos caras del cristal; por lo que los iones  $\text{F}^-$  pueden moverse a través del cristal de  $\text{LaF}_3$ . Al impurificar el  $\text{LaF}_3$  con  $\text{EuF}_2$  se producen lagunas reticulares de aniones en el cristal. Esto provoca que un ion  $\text{F}^-$  de sitio adyacente a un hueco puede saltar a este, dejando a su vez un nuevo hueco en el sitio que ocupaba. Así el fluoruro puede migrar de un lado a otro de la membrana y establecer una diferencia de potencial entre las caras del cristal, necesaria para el funcionamiento del electrodo.

La respuesta del electrodo del ion  $\text{F}^-$  viene dada por la ecuación:

$$E = K - 0.059 \log [F]$$

La respuesta del electrodo del ion  $F^-$  es casi Nernstiana (cumple la ecuación de Nernst) para un intervalo de concentración comprendido entre aproximadamente  $10^{-6}$  y 1M.

### D.3.3. REACTIVOS

- Disolución de NaOH 5M. Preparar la disolución pesando aproximadamente 100 g de NaOH, disolviendolos y llevandolos a un volumen final de 500 ml.
- TISAB (Total Ionic Strength Buffer). Que se prepara disolviendo: 58 gramos de NaCl y 4 gramos de AEDT (sal disódica) en aproximadamente 500ml de agua destilada, se añaden 57 ml de ácido acético glacial y se ajusta a pH 5.0 – 5.5 M y diluyendo finalente a un volumen a un volumen de 1 Litro.
- Disolución estándar de ion fluoruro 0.100 M. Secar próximamente unos 2 gramos de NaF a  $110^{\circ}C$  durante 1 hora enfriar en desecador. Pesar exactamente entre 1.1 y 1.2 gramos de NaF seco. Transferirlos una vez disueltos a un matraz volumétrico de 250 ml y enrazar con agua destilada. Una vez enraizado, una vez enraizado pasar la solución a un envase de polietileno (que se enjuagará con una pequeña porción de la disolución).
- Estandares de calibración: se diluye en serie la disolución anterior con agua destilada en matraz de 100 ml para preparar las siguientes concentraciones:  $10^{-2}$ ,  $5 \times 10^{-3}$ ,  $10^{-4}$ ,  $5 \times 10^{-5}$ ,  $10^{-5}$  y  $10^{-6}$  M de ion  $F^-$  ( las concentraciones deben conocerce con exactitud). Una vez preparadas se guardaran en envases de polietileno actuando igual que en el punto anterior.
- Tomar 2.0 ml del producto farmaceutico, Lister Kid®, y enrazar a 50.0 ml con agua destilada. La disolución es trasvasada a un frasco de poliestireno.

### D.3.4. MATERIAL Y APARATOS

- pHmetro (con electrodo de ion de vidrio)
- Potenciometro Orion
- Electrodo selectivo de ion Fluoruro
- Electrodo de referencia externo
- Matraces volumétricos de 250, 100 y 50 ml.

- Vasos de precipitados de 1000, 500, 100 y 50 ml.
- Probeta de 1000ml.
- Agitador magnético y barrita agitadora
- Pipetas de 25 MI (2)
- Frascos de polietileno.

### **D.3.5. PROCEDIMIENTO**

**1) Determinación del rango de respuesta y linealidad del electrodo selectivo:** conectar los terminales de los electrodos al potenciómetro. En un vaso de precipitados de 50 ml colocar 25 ml de TISAB. Situar los electrodos en el interior del vaso que contiene el TISAB y conectar el potenciómetro en lectura de mV. Mientras se realiza la lectura, constante de potencial, anotar el valor (es posible alcanzar una lectura constante de potencial en este primer caso, o de lo contrario tomar el potencial después de 5 minutos). Enjuagar y secar el electrodo. Repetir el procedimiento descrito para las disoluciones estándar de fluoruro, siempre empezando por la más diluida  $10^{-6}$  y terminando por la más concentrada  $10^{-2}$  M. De forma que se tomarán 25.0 ml de la disolución de concentración conocida de ion  $F^{-}$  y se enrasa a un volumen final de 50.0 ml con la disolución de TISAB. La disolución se colocará en un vaso de precipitados de 50 ml, hasta cubrir los electrodos. Una vez obtenidas las lecturas de potencial, representar una curva de calibrado: potencial (mV) frente al logaritmo de la concentración de ion  $F^{-}$ . Todas las medidas deben repetirse 3 veces en la misma disolución.

**2) Análisis de una muestra problema:** Se toman 25.0 ml de la disolución problema previamente preparada y se anrasan a 50.0 ml con disolución TISAB. Se realiza la medida de potencial de esa disolución de igual manera a como se ha descrito en el apartado anterior. Se tomará la lectura media de las tres realizadas y se llevará a la curva de calibrado anteriormente preparada, calculando la concentración de fluoruros en la muestra.

## **ANEXO E. RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE LAS BRIQUETAS**

La resistencia a la compresión tiene como objetivo cuantificar el desempeño de un material, el cual es sometido a resistir golpes y cargas sin sufrir roturas durante su uso y manipulación. La resistencia a la compresión se mide fracturando las probetas cilíndricas en una máquina universal de ensayos a la compresión. Se calcula a partir de la carga de ruptura dividida por el área de de la sección que resiste a la carga y se reporta en unidades de libra-fuerza/in<sup>2</sup> (psi) o en megapascales (Mpa).

El procedimiento seguido para este ensayo es el siguiente:

1. Se pesaron 3 Kg de roca pasante malla 30
2. Se añade el aglutinante
3. La mezcla se homogeniza en un mezclador de arenas durante 10 minutos.
4. Se pasa el material mezclado por una malla 40, con el fin de eliminar los posibles grumos formados en el mezclador.
5. Se hacen pruebas de diferentes pesos para conformar las probetas de 2 in de altura según la norma AFS.
6. Se hacen tres golpes a las probetas en la maquina aprisionadora de probetas, hasta llegar a una tolerancia 0.
7. se procede a hacer el análisis de resistencia a las probetas en la maquina universal de resistencia a la compresión ( inmediatamente armadas las probetas se hace la primera lectura de resistencia en verde)

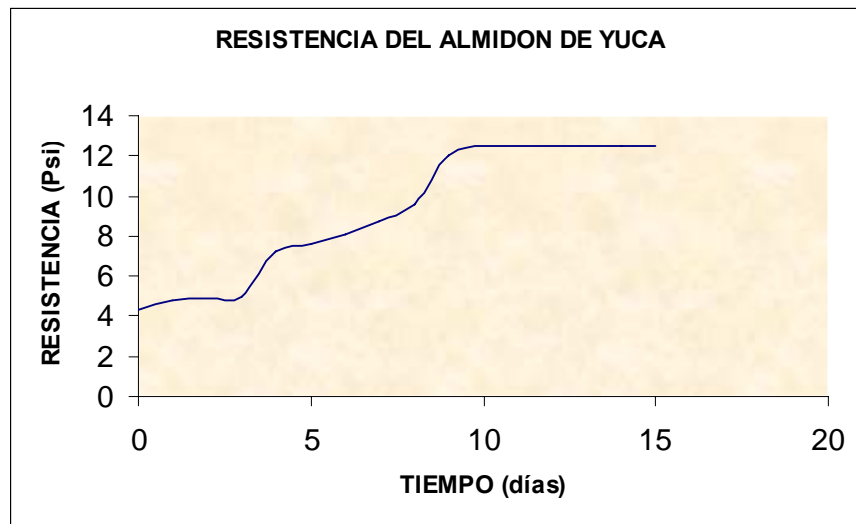
### **F.1. BRIQUETAS CON ALMIDON DE YUCA**

Las briquetas con almidón de yuca fueron realizadas con 3 Kg de roca pasante malla 30, 300 ml de agua y 300 gramos de Almidón de yuca.

Los resultados obtenidos de la prueba fueron representados en un grafico de tiempo (días) Vs resistencia (Lbf/in<sup>2</sup>).

**Tabla F.1. Resistencia del Almidón de yuca con el tiempo**

TIEMPO (DÍAS)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
RESITENCIA (Lbf/in <sup>2</sup> )	4.3	4.8	4.9	5.0	7.2	7.6	8.1	8.7	9.6	12	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5



**Figura F.1. Resistencia del almidón**

Se puede apreciar que la resistencia que ofrecen las briquetas de almidón son bajas para ser tenidas en cuenta en un proceso térmico, ya que al ser apiladas o alimentadas al horno se destruirán con facilidad; el tiempo no contribuyó con su resistencia ya que permaneció constante al pasar los 10 días.

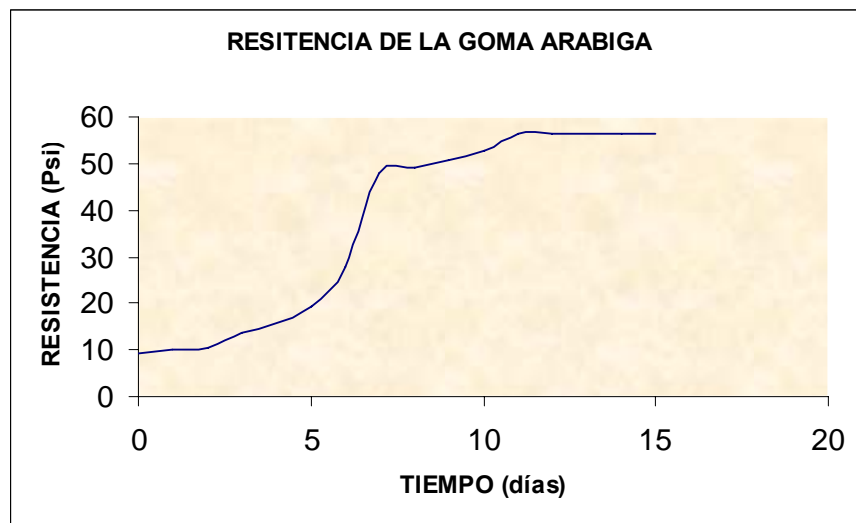
## **F.2. BRIQUETAS CON GOMA ARABIGA**

Las briquetas con goma arábica fueron realizadas con 3 Kg de roca pasante malla 30, 250 ml de agua y 5 gramos de Goma arábica como sustancia aglutinante.

Los resultados obtenidos de la prueba fueron representados en un gráfico de tiempo (días) Vs resistencia (Lbf/in<sup>2</sup>).

**Tabla F.2. Resistencia de la Goma arábica con el tiempo**

TIEMPO (DÍAS)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
RESISTENCIA (Lbf/in <sup>2</sup> )	9.1	10.1	10.3	13.6	15.8	19.4	27.6	47.8	49.3	50.8	58.9	56.5	56.5	56.5	56.5



**Figura F.2. Resistencia de la Goma Arábica**

Cómo se observa en la figura F.2. La resistencia de la Goma Arábica mejora a partir del séptimo día, donde a diferencia de las briquetas hechas con almidón de yuca a este tiempo todavía presentaban muy mala resistencia y además poca estabilidad, con la goma arábica se puede decir que a partir del séptimo día la resistencia no presenta grandes variaciones.

Las briquetas hechas con goma arábica necesitan menos concentración de aglutinante, se secan en menor tiempo y proporcionan más resistencia comparadas con la de Almidón de yuca, por esto la Goma Arábica fue el aglutinante escogido en nuestro estudio para hacer las briquetas que fueron sometidas a calcinación.

**ANEXO F. RESULTADOS DE ANALISIS QUIMICOS  
EFECTUADOS POR LOS LABORATORIOS CONTRATADOS**