

COMPOSICIÓN QUE COMPRENDE PARTÍCULAS A BASE DE NITRATO DE AMONIO Y UN AGENTE GELIFICANTE

DESCRIPCIÓN

5

Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición no explosiva, particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio, en particular una composición fertilizante a base de nitrato de amonio, en donde,
10 por un lado, se limita su posible uso indebido como precursor para una composición explosiva sin, por el otro, impedir su uso legítimo por parte de agricultores para la producción de alimentos.

Antecedentes de la invención

15 El nitrato de amonio (NA), con la fórmula química NH_4NO_3 , es un compuesto químico disponible en todo el mundo, producido en millones de toneladas cada año. Su principal uso es como fertilizante, y por tanto se encuentra ampliamente disponible y fácilmente accesible en muchos países alrededor del mundo. Su uso secundario principal es para la fabricación de
20 explosivos, el cual es por definición controlado muy de cerca.

Un uso indeseado es para la producción de explosivos caseros (HME) tales como una mezcla de nitrato de amonio y gasolina, también denominado 'ANFO', o una mezcla de nitrato de amonio y nitrometano, también denominado 'ANNM'. Las fórmulas de los HME están disponibles al público, por ejemplo en
25 Internet. En la práctica, la producción de un HME sobre la base de un fertilizante a base de nitrato de amonio es bastante sencilla, y el uso indebido de fertilizantes a base de nitrato de amonio en explosivos se produce con demasiada frecuencia, especialmente en el contexto de ataques terroristas, sin embargo también por parte de agricultores para diversos fines de voladura y por

porte de niños o estudiantes que experimentan con explosivos, por ejemplo en la producción de fuegos artificiales (ilegales).

Con el fin de limitar su uso indebido, muchos países han prohibido el uso de nitrato de amonio puro como fertilizante, al limitar el contenido de nitrógeno de fertilizante a base de nitrato de amonio. Una fórmula típica de fertilizante es el denominado nitrato de amonio de calcio (CAN), que es una mezcla de nitrato de amonio con un relleno carbonoso, tal como piedra caliza o dolomita, y con un contenido NA máximo de 80% en peso. Existen diferentes grados de CAN, que tienen una cantidad variable de nitrógeno.

10 Por otra parte, un fertilizante CAN de este tipo tiene la ventaja de que es un excelente fertilizante, el cual brinda nitrógeno a la planta en una forma fácilmente disponible. También brinda algo de calcio y/o magnesio valioso. Por otra parte, se encuentra bien equilibrado en cuanto el pH del suelo, evitando la acidificación natural del suelo causada por algunos fertilizantes nitrogenados como la urea, esto debido a la conversión del nitrógeno de amonio en nitrógeno
15 nítrico, para ser asimilado por las plantas. De hecho, el encalado ya está incluido en el producto.

Existen muchos otros fertilizantes a base de NA, no sólo fertilizantes con nitrógeno (N) directo (con diferentes grados de dilución-N mediante un relleno o
20 que contengan nutrientes secundarios, como por ejemplo, azufre), sino también NPK (indistintamente NPK, NP, NK) y, especialmente, fertilizantes N-NPK altos. Todos ellos pueden ser utilizados de forma indebida, pero por supuesto, la opción preferida para un posible uso indebido sería lógicamente optar por un fertilizante que tenga la mayor concentración en nitrato de amonio, es decir, una
25 fertilizante NA directo o un fertilizante CAN. Sin embargo, la presente invención puede aplicarse a todos los fertilizantes a base de NA, siempre que contengan una cierta cantidad de nitrato de amonio.

Básicamente, existen dos rutas para convertir un fertilizante a base de NA, tal como un fertilizante CAN a NA, adecuado para explosivos de fabricación artesanal, es decir:

- 5 (1) Una ruta seca (también denominada ruta de molienda), en donde los gránulos o prills del fertilizante a base de NA, como un fertilizante CAN, se trituran simplemente y luego se mezclan con otros compuestos tales como petróleo o polvo de aluminio;
- 10 (2) Una ruta húmeda (también denominada ruta de procesamiento de solución), en la que los gránulos opcionalmente molidos o los prills del fertilizante se disuelven primero en agua, la solución se deja reposar y los componentes insolubles tales como piedra caliza o dolomita pueden filtrarse (NA es altamente soluble en agua (1920 g/l a 20°C); el calcio y el magnesio carbonatos son poco solubles en agua). De esa manera, se
15 puede recuperar una solución acuosa de nitrato de amonio, la cual se puede evaporar para obtener un producto concentrado de nitrato de amonio. Este producto concentrado de nitrato de amonio es más concentrado que el producto de nitrato de amonio obtenido por medio de la ruta seca. La ruta húmeda requiere más etapas de proceso, pero definitivamente permitirá la obtención de un explosivo de fabricación
20 casera más potente.

Por lo tanto, existe una necesidad de limitar lo más posible el posible uso indebido de los fertilizantes a base de NA, en particular fertilizantes CAN, por un lado, como precursores de un explosivo y, por el otro, sin obstaculizar su uso legítimo por parte de los agricultores para la producción de alimentos,
25 especialmente cuando la ruta húmeda se utiliza para convertir un fertilizante a base de NA.

Arte previo

El uso de gomas en combinación con nitrato de amonio es conocido en composiciones explosivas a base de nitrato de amonio.

Una composición explosiva en suspensión o en forma de gel que comprende una proporción sustancial de nitrato de amonio y un espesante de goma se describe en US 3.660.182 (Intermountain Research and Engineering Co, Inc, 1972). Tal composición de chorro del tipo de suspensión se utiliza en las operaciones de minería de roca y excavación.

Una composición explosiva resistente al agua para su uso en agujeros de carga húmedos se da a conocer en US 4,693,763 (Les Explosifs Nordex Ltee/Nordex Explosives Ltd., 1987). La composición comprende prills de nitrato de amonio recubiertas con una emulsión de glicol y petróleo para hacer que las prills sean a prueba de agua. Los prills recubiertos se mezclan con hidratación rápida y gomas de guar auto-complejantes. La composición líquida se puede verter directamente en los agujeros de carga llenos de agua. Las gomas de guar en presencia de agente reticulante forman un gel en el agujero de perforación para dar estabilidad a la composición hasta que explote. La composición tiene excelentes propiedades de disparo.

Las composiciones explosivas a base de nitrato de amonio se excluyen del alcance de la presente solicitud de patente.

El documento US 3.105.754 (Phillips Petroleum Company, 1963) describe una composición para retardar la solubilidad de fertilizantes que contienen nitrógeno, en la que la urea, que es un compuesto que contiene nitrógeno soluble en agua, se funde y mezcla con 5% en peso de un agente de gelificación para formar grandes discos. No hay mención en el documento o en los ejemplos de composiciones fertilizantes no explosivas que comprenden un contenido máximo de carbono de 0,4% en peso.

El documento JP10101465 se refiere también a un fertilizante de liberación controlada mediante la combinación del componente de fertilizante y un componente mineral con un polímero biodegradable o un componente de

plástico. El polímero biodegradable puede ser una goma guar o de xantano (se ejemplifica un almidón acetilado), pero la función del polímero es la que impide la penetración de agua al llenar los vacíos en los minerales. Los minerales de silicato hidratados en polvo y los materiales silíceos se prefieren como el
5 componente mineral.

El documento US 2012/0138848 (Leavitt and Bergida, 2012) describe composiciones refrigerantes reciclables, no explosivas, no tóxicas, estables y seguras que comprenden compuestos de partículas sólidas íntimamente mezcladas con un tamaño de malla de al menos 100 de malla (menos de 149
10 μm) y preferiblemente más de 200 de malla (menos de 74 μm) que se someten a un proceso endotérmico cuando se mezcla con agua, de manera que la mezcla resultante es útil para superficies, líquidos y sólidos de refrigeración cuando se activa tras la mezcla con agua. Las composiciones siempre incluyen uno o más compuestos endotérmicos que contienen potasio, uno o más
15 compuestos endotérmicos que contienen nitrógeno y uno o más compuestos endotérmicos que contienen un fosfato de amonio. Se describe una composición que comprende 50 partes de nitrato de amonio y 1 parte de guar o polvo de xantano como un agente espesante, en forma de un polvo de malla 100. Después de que se ha disuelto la composición en agua, la solución saturada
20 puede formar un fertilizante líquido NPK.

El objeto de la presente invención es proporcionar una composición no explosiva, particulada y sólida, tal como prills y/o gránulos, que comprenden partículas a base de nitrato de amonio y un agente gelificante, en donde la composición tiene un contenido máximo de carbono de 0,4% en peso y un tamaño de partícula promedio de al menos 1
25 mm.

Descripción de la invención

De acuerdo con un aspecto de la invención, se proporciona una composición no explosiva, particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio, que comprende además un agente gelificante que es capaz de formar un hidrogel que no puede filtrarse y disolverse sustancialmente en agua después de que la composición sólida se pone en contacto con agua.

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición no explosiva, particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio, cuya composición no se convierte fácilmente en una composición concentrada y explosiva de nitrato de amonio.

El término “un hidrogel que no puede filtrarse y disolverse sustancialmente en agua” a la luz de la invención ha de interpretarse de dos maneras: en primer lugar, cuando se añade agua a una composición sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio y al agente gelificante de acuerdo con la invención para producir una solución, la viscosidad de la solución obtenida se aumenta considerablemente a medida que se gelifica el agua con el nitrato de amonio disuelto. De esta manera, la recuperación del nitrato de amonio de la solución gelificada altamente viscosa se ve seriamente obstaculizada. En segundo lugar, la solución gelificada altamente viscosa evita eficazmente la filtración de dicha solución viscosa para eliminar los sólidos de la composición de nitrato de amonio, tales como piedra caliza o dolomita. La adición de agua a la composición sólida dará lugar a un hidrogel que es difícil o que de ninguna manera puede disolverse en agua y que es difícil o que de ninguna manera puede filtrarse, en lugar de obtener un líquido acuoso que tiene una viscosidad baja y es fácil de filtrar para eliminar la componentes insolubles del mismo. Todo esto hace que el reprocesamiento de la composición en HME sea más complicado, lo que requiere más esfuerzos y, posiblemente, lo que lleva a una menor recuperación. Por la recuperación se entiende la fracción de nitrato de amonio que se recupera para la preparación HME de la composición original, expresada como rendimiento NA. Por ejemplo, si se recuperan 25 kg de nitrato

de amonio de 100 kg CAN, el rendimiento NA es de aproximadamente 33%, ya que hay cerca de 75 kg NA contenidos en el 100 kg CAN.

De acuerdo con una forma de realización de una composición no explosiva, particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio de acuerdo con la invención, el agente gelificante es un agente gelificante a base de carbono.

En una forma de realización favorable de una composición no explosiva, particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio de acuerdo con la invención, el agente gelificante se selecciona del grupo de agentes gelificantes a base de goma. En una forma de realización favorable de una composición no explosiva, particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio de acuerdo con la invención, el agente gelificante se selecciona del grupo de agentes gelificantes a base de goma de xantano y agentes gelificantes a base de goma guar, de mayor preferencia un agente gelificante a base de goma de xantano. La goma de xantano es un polisacárido que se secreta mediante la bacteria *Xanthomonas campestris*. Dichas gomas son naturalmente bien biodegradables y no impiden el uso agrícola de la composición cuando se utiliza como fertilizante.

En una forma de realización ventajosa de una composición no explosiva, particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio de acuerdo con la invención, el agente gelificante se selecciona del grupo de agentes gelificantes a base de goma guar. La goma guar es un polisacárido compuesto de los azúcares galactosa y manosa.

Debido a los límites legales vigentes sobre el contenido de carbono en composiciones fertilizantes (máximo 0,4% de sustancias orgánicas/combustibles, incluyendo cualquier sustancia orgánica, calculada como carbono con exclusión de cualquier otra sustancia, de la composición total), la cantidad de agente gelificante a base de carbono orgánico, en particular, agente gelificante a base de goma de xantano, puede seleccionarse

hasta un máximo de 0,7% en peso, con respecto al peso total de la composición. Sin embargo, las pruebas se realizaron también con cantidades más altas (1,25 y 2,50% en peso) para evaluar el potencial de los agentes gelificantes a base de goma (de xantano y guar).

5 Dentro del contexto de esta solicitud, la composición particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio es una composición no explosiva, es decir, una composición que no puede utilizarse como explosivo. En particular, la composición particulada y sólida que comprende partículas a base de nitrato de amonio tiene un contenido máximo de carbono de 0,4%, con
10 respecto al peso total de la composición, en donde el carbono se define tal y como se define anteriormente, en particular, tal y como se origina de sustancias orgánicas/combustibles. Una composición sólida de partículas de este tipo que comprende partículas a base de nitrato de amonio no es una composición sólida de partículas explosiva que comprende partículas a base de nitrato de
15 amonio. Las composiciones explosivas a base de nitrato de amonio se excluyen del alcance de la presente invención.

 En el contexto de esta solicitud, con composición que comprende partículas a base de nitrato de amonio, se entiende una composición que comprende al menos nitrato de amonio, en particular, nitrato de amonio de
20 calcio, tal como se discutió anteriormente. Para los propósitos de la presente invención, una composición que comprende nitrato de amonio, ya sea del arte previo o de la composición reivindicada que se define en la presente solicitud, se define como una composición que comprende al menos 50% en peso de nitrato de amonio, preferiblemente al menos 60% en peso, más preferiblemente
25 al menos 70% en peso, aún más preferiblemente al menos 80% en peso, de mayor preferencia al menos 90% en peso, con respecto al peso total de la composición. La composición también puede contener otros componentes, de manera que la composición se caracteriza como un fertilizante, seleccionados

del grupo de un fertilizante N, un fertilizante CAN, un fertilizante NPK, un fertilizante NP y/o un fertilizante N-NPK alto.

La composición sólida de acuerdo con la invención tiene la forma de una composición particulada. De acuerdo con la invención, la composición sólida, es
5 decir, las partículas que componen la composición sólida, tiene un tamaño de partícula promedio de al menos 1 mm, que va preferentemente de 1 a 25 mm o más preferiblemente de 2 a 8 mm. Preferiblemente, el tamaño de partícula promedio es un diámetro medio determinado por tamizado, que van de 1 a 25 mm, preferiblemente de 2 a 8 mm.

10 El diámetro medio, así como la distribución de tamaño, se determina utilizando una serie de tamices con tamaños de malla apropiados.

La composición no explosiva, particulada y sólida de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo fácilmente de acuerdo con procedimientos estándar. Con referencia a su uso como fertilizante, de acuerdo con una forma
15 de realización, el agente gelificante a base de goma es un material particulado sólido que se mezcla con los gránulos o los prills del fertilizante en una etapa de mezcla o de revestimiento, utilizando, por ejemplo, un tambor o similar. Es una práctica estándar para añadir un polvo superficial, por ejemplo talco, en los gránulos o prills del fertilizante para evitar, por ejemplo, el apelmazamiento. La
20 aplicación de dicho agente gelificante particulado a base de goma puede llevarse a cabo de una manera similar y en un tipo similar de equipamiento, de manera que los gránulos o prills del fertilizante, en particular, las partículas a base de nitrato de amonio, comprenden un recubrimiento del agente gelificante. De acuerdo con una forma de realización alternativa, el agente gelificante
25 particulado a base de goma puede suspenderse en un líquido y la suspensión resultante se pulveriza sobre los gránulos o prills del fertilizante, de manera que los gránulos o prills del fertilizante, en particular, las partículas a base de nitrato de amonio, comprenden un revestimiento del agente gelificante. De acuerdo con todavía otra forma de realización, el agente gelificante a base de goma se

introduce en la etapa de granulación en una mezcla en estado fundido y se integra dentro de las partículas de fertilizante, en particular, las partículas a base de nitrato de amonio. Según aún otra, pero menos preferida, forma de realización, se lleva a cabo una mezcla física de los gránulos del agente gelificante a base de goma con las partículas a base de NA, por supuesto asegurándose de que las partículas de agente gelificante a base de goma tengan una apariencia similar (al menos en tamaño, color y densidad) a la de las partículas a base de NA, con el fin de evitar la segregación durante la manipulación, así como una selección fácil.

10 La invención también se refiere al uso de un agente gelificante que es capaz de formar un hidrogel que no puede filtrarse y disolverse sustancialmente en agua, para la fabricación de una composición sólida no explosiva que comprende partículas a base de nitrato de amonio, para limitar su posible uso indebido como precursor para una composición explosiva. Según la invención,
15 la composición sólida no explosiva tiene un contenido máximo de carbono de 0,4% en peso.

Preferiblemente, el agente gelificante se selecciona del grupo de agentes gelificantes a base de goma, en particular agentes gelificantes a base de goma de xantano y agentes gelificantes a base de goma guar, de mayor preferencia
20 un agente gelificante a base de goma de xantano.

De acuerdo con un aspecto, la composición de acuerdo con la invención se utiliza como una composición fertilizante no explosiva para limitar su posible uso indebido como precursor para una composición explosiva. Preferiblemente, la composición fertilizante no explosiva se selecciona del grupo de un
25 fertilizante N directo, un fertilizante CAN, un fertilizante NPK, un fertilizante NP y/o un fertilizante N-NP alto.

De acuerdo con un aspecto adicional, la composición de acuerdo con la invención puede utilizarse como un fertilizante a base de nitrato de amonio de liberación lenta, de liberación sostenida o de liberación controlada.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra la viscosidad frente al % en peso del agente por CAN en el Experimento 1.3.

- 5 La Figura 2 ilustra el % del NA recuperado frente al % del agente añadido en el Ejemplo 4.

EJEMPLOS

10 **Ejemplo 1: Identificación del agente gelificante de acuerdo con la invención**

- Se realizó el screening de una matriz de los agentes gelificantes para identificar el agente gelificante de acuerdo con la invención, la cual forma rápidamente un gel altamente viscoso. Un agente gelificante de este tipo, cuando se añade al fertilizante CAN, impediría su disolución en exceso de agua o filtración de partículas insolubles con el fin de aislar el nitrato de amonio altamente concentrado. Se investigaron las propiedades gelificantes de seis agentes gelificantes en soluciones CAN de 20% en peso. Sólo dos agentes gelificantes demostraron ser eficaces, en donde el tipo de goma de los agentes gelificantes, y entre estos, el WB2 agua Block™ (identificado como goma de xantano) de Rantec Corporation (PO Box 729, Ranchester, WY 82839) demostró funcionar mejor en cargas más bajas. Por lo tanto, su rendimiento fue probado en condiciones exigentes de aumento de temperatura, tiempo prolongado y filtración al vacío. En general, el WB2 agua Block™ mostró resultados muy prometedores en la prevención del uso indebido de fertilizantes CAN para el aislamiento del nitrato de amonio. La selección del tipo de goma del agente gelificante fue sorprendente, probablemente debido a la interacción específica de nitrato de amonio con las moléculas de goma.
- 15
- 20
- 25

Material

Se utilizó CAN recubierto, suministrado por Rostock, con un tamaño de partícula promedio de al menos 1 mm. Los agentes gelificantes y sus proveedores figuran en la Tabla 1.

5

Técnicas

Preparación de muestra: se utilizó un vaso de precipitados Schott de 600 ml para la preparación de 500 ml de una solución de 1% en peso de un agente gelificante en agua. Se vertieron 5 g de polvo en 495 ml de agua y se agitó con una varilla de vidrio. El vaso de precipitados entonces se colocó en un jack y se agitó con un impulsor elevado ubicado cerca de, pero sin tocar, la parte inferior del vaso de precipitados.

La humidificación del etanol del polvo de agente gelificante antes de la disolución resultó ser más bien contra productiva, ya que llevó a la formación de grumos que luego llevaron más tiempo en disolverse. Por lo tanto, fue abandonado después de las dos primeras pruebas.

Para la medición de viscosidad en presencia de CAN, se pesaron 100 g de CAN y se añadieron 5 g de agente gelificante al CAN en un frasco de plástico. El polvo se dispersó por agitación vigorosa del frasco. El contenido del frasco se transfirió entonces a 400 ml de agua mientras se agitaba (20% en peso). Los sólidos se agitaron mecánicamente durante 10 minutos, después de lo cual se disolvió toda el CAN y la viscosidad se pudo medir. El mismo procedimiento se siguió para preparar el 20% en peso y el 40% en peso de soluciones CAN con diferentes cargas de agentes gelificantes.

Solubilidad: la solución acuosa se agitó a la configuración más baja del agitador durante 5 minuto. Después, la solución se inspeccionó visualmente en

busca de presencia de material no disuelto. Se tomaron fotografías de la solución. Para el 20% en peso y el 40% en peso de soluciones CAN, se utilizó una velocidad de agitación superior.

- 5 Viscosidad: se utilizó un viscosímetro Brookfield para medir la viscosidad de cada solución después de 5, 10 y 15 minutos durante la agitación. Se utilizó en lo posible un disco grande (S02) en el ajuste apropiado de velocidad de rotación. El uso de otros discos se menciona explícitamente en el texto a continuación. El disco no se limpió entre las mediciones de la misma muestra.

10

Sedimentación: La solución se dejó reposar durante 30 minutos. La sedimentación se evaluó visualmente y se tomó una foto.

- 15 Filtración: se utilizó un filtro de papel rugoso plegado (cinta negra) en un embudo PE ordinario para filtración. La solución se transfirió al filtro y se observó visualmente la filtrabilidad. Se midieron las cantidades de filtrado durante un período de tiempo específico. Se tomaron fotografías. Para la filtración al vacío, se utilizó papel de filtro de cinta negro 110 mm.

- 20 Sólidos: en el caso de las mezclas CAN, el filtrado se dejó evaporar en un gabinete caliente (105°C) durante la noche y el precipitado se pesó para determinar la cantidad de CAN filtrado.

- 25 Determinación del tamaño de partícula: El diámetro promedio de las partículas de fertilizante se determina utilizando una pila de tamices estandarizados DIN 4188 con un diámetro de 20 cm y una altura de 5 cm (hechos de acero inoxidable) que tienen tamaños de malla apropiados (tales como, por ejemplo, una pila de 9 tamices con mallas de 1,6, 2,0, 2,5, 3,15, 3,55, 4,0, 4,5, 5,0 y 6,3 mm), puestos sobre un vibrador de tamiz, tal como un Fritsch Analysette

(aproximadamente 3000 vibraciones por minuto). Se coloca una cantidad de material (de 200 a 300 gramos) en el tamiz superior y se le deja tamizar durante unos 5 minutos. Después de tamizar, cada fracción se pondera con una precisión de alrededor de 0,1 gramos. El diámetro promedio es el tamaño de malla en el que la suma acumulada de los porcentajes en peso de las respectivas fracciones de tamizado suma hasta 50% en peso.

CAN:

con el fin de preparar una solución CAN de 40% en peso, se añadieron 200 g de CAN a 300 g de agua bajo agitación continua. La solución se tornó gris oscuro. Las partículas se disuelven pero algunas quedaron también atrapadas entre el impulsador y el fondo y parcialmente aplastadas. Las partículas que no se disolvieron fueron visibles después de 5 minutos. La solución se agitó durante 10 minutos y luego se transfirió a un viscosímetro, en donde se determinó que la viscosidad (Disco S02, rpm 20) era 11,2 cP. La solución se dejó reposar entonces. Se produjo sedimentación clara. Después de 35 minutos, la solución se decantó y filtró cuidadosamente. Se recuperaron 390 ml de filtrado tenue (recuperación del 78%). Se secó el sedimento, el cual pesó 38,5 g y contenía algunas partículas CAN no disueltas que indicaban que una solución de 40% en peso es sobresaturada. Además, se recuperaron 17,8 g de sedimento como torta de filtración. Haciendo caso omiso de las partículas no disueltas, parecería que el CAN contenía aproximadamente 30% en peso de material insoluble. El filtrado se evaporó a 105°C hasta sequedad. De este modo se obtuvo 142 g de nitrato de amonio sólido (recuperación del 71%). Esta cantidad se utilizó como referencia para calcular la cantidad recuperable de CAN en presencia de agentes gelificantes.

Tabla 1

No.	Nombre de la muestra	Proveedor	Viscosidad a:			Sedimentación después de 30 min	Filtración (ml)
			5 min	10 min	15 min		
1	Goma guar	Sigma	112	520	1,048	Imperceptible	18
2	Bentonita, forma de sodio	Alfa Aesar	8	8	8	Imperceptible	300
3	Goma guar Water Block UFFHV	Rantex Corp.	6,280	7,704	9,200	Ninguna	6
4	Goma guar Water Block PPN4000	Rantex Corp.	5,920	7,264	7,592	Ninguna	6
5	Goma guar Water Block DIF	Rantex Corp.	2,888	3,592	3,880	Ninguna	8
6	Goma de xantano Water Block WB2	Rantex Corp.	40	152	344	Flotante	30/150
7	Goma guar GV23/2F	Chemcolloids Ltd.	3,912	4,464	5,216	Ninguna	6,5
8	Bentonita	Sigma Aldrich	0	0	4	Parcial	390
9	Nanoclay hydrophylic Bentonite	Aldrich	4	4	4	Parcial	350
10	Attagel 50	BASF	8	8	8	Completa	470
11	Attagel 350	BASF	8	8	8	Completa	470
12	Sal sódica de ácido algínico, baja viscosidad	Alfa Aesar	16	16	16	N/A	480
13	Sal sódica de ácido algínico, muy baja viscosidad	Alfa Aesar	8	8	8	Flotante	480
14	Alginato de sodio	VWR-Prolabo	32	16	32	Flotante	405
15	SAP: Sal sódica de poli(isobutileno-co-ácido maleico) (Sigma 424277)	Sigma	149,000	86,000	68,000	Ninguna	0
16	SAP: óxido de polietileno-injerto-sal sódica parcial, ácido poli(acrílico) (Sigma 432784)	Sigma	150,000	192,000	148,000	Ninguna	0
17	SAP: Sal de potasio parcial, ácido poli(acrílico) (Sigma 435325)	Sigma	40	136	480	Ninguna	11,5
18	SAP: Sal de potasio, poli(acrilamida-co-ácido acrílico)	Sigma	26,000	130,000	123,000	Ninguna	0

- 16 -

	(Sigma 432776)						
19	SAP: Poliacrilato de sodio, reticulado (Luquasorb 1161)	BTC Europe/BASF	434,000	350,000	378,000	Ninguna	0

Experimento 1.1 Agentes gelificantes en agua sin CAN

Todos los agentes gelificantes se disolvieron en agua y se midió la viscosidad de la solución agitada a 5, 10 y 15 minutos. La solución se dejó entonces reposar durante 30 minutos y se filtró de ser posible, donde se mide la cantidad
5 de filtrado. Los resultados se resumen en la Tabla 1.

A. Polímeros superabsorbentes

Los polímeros superabsorbentes (SAP) son polímeros que pueden absorber y retener cantidades extremadamente grandes de un líquido, en relación con su
10 propia masa. Los polímeros absorbentes de agua, que se clasifican como hidrogeles cuando son reticulados, absorben soluciones acuosas a través de enlaces de hidrógeno con moléculas de agua. La capacidad de los SAP para absorber el agua es un factor de la concentración iónica de la solución acuosa. En agua desionizada y destilada, un SAP puede absorber 500 veces su peso
15 (de 30 a 60 veces su propio volumen) y puede llegar a ser de hasta 99,9% de líquido, pero cuando se pone en una solución salina al 0,9%, la capacidad de absorción se reduce a quizás 50 veces su peso. La presencia de iones (o, más generalmente, el aumento de la fuerza iónica) en la solución impedirá la capacidad del polímero de vincularse con la molécula de agua.

20

Muestra 15: sal sódica de poli(isobutileno-co-ácido maleico)

La muestra 15 se presenta en forma de fibras esponjosas que hace que sea inadecuada para la aplicación del revestimiento. Sin embargo, se disolvió por completo y se gelificó de forma casi instantánea a un gel espeso. El disco
25 viscosímetro tuvo que ser cambiado a S06 y la rotación se redujo a 1 rpm para que fuera posible la medición de la viscosidad. El gel no se sedimentó o filtró.

Muestra 16: óxido de polietileno-injerto-sal sódica parcial, ácido poli(acrílico)

La muestra 16 es un polvo y formó una buena dispersión, a pesar de que no se disolvió completamente. En menos de 1 minuto, formó un gel muy espeso que no se sedimentó o filtró. Se utilizó el disco S06 con 1 rpm para la determinación de la viscosidad.

5 Muestra 17: sal de potasio parcial, ácido poliacrílico

La muestra 17 formó una buena dispersión, pero un gel pobre. El gel de baja viscosidad no se sedimentó, pero a diferencia de otros SAP, obtuvo 11,5 ml de filtrado.

10 Muestra 18: sal de potasio, poli(acrilamida-co-ácido acrílico)

Al introducirse en agua, el polvo cayó al fondo pero luego se dispersó en todo el volumen de líquido. Se produjo un “gel cristalino” después de 4-5 minutos de agitación. El gel sólido no se sedimentó o filtró. Se utilizó el disco S06 con 1 rpm para la determinación de la viscosidad.

15

Muestra 19: poliacrilato de sodio, reticulado (Luquasorb 1161)

Al introducirse en agua, el polvo cayó al fondo pero luego se dispersó en todo el volumen de líquido. Se produjo un “gel cristalino” increíblemente grueso después de 2 minutos de agitación. Partes del gel se perdieron debido a los trozos que caen fuera del vaso de precipitados durante la remoción del impulsor para las mediciones de viscosidad. El gel sólido no se sedimentó o filtró.

20

Resumen: los SAP (con la excepción de la Muestra 17) parecen candidatos ideales para el propósito de la aplicación, sin embargo, a diferencia de la goma de guar (ver más adelante) parece que los SAP se disuelven fácilmente en exceso de agua. Sin estar ligado por la teoría, los SAP pueden verse como “bolas” reticuladas que se hinchan. La adición de agua llena los vacíos entre las bolas y el gel SAP parece disolverse, pero en realidad las bolas se separan más en el agua. Por el contrario, las gomas de xantano/guar forman una red

25

continúa y su viscosidad disminuye después de la adición de agua por la dilución.

Por lo tanto, cuando se añade agua al papel de filtro que contiene un gel SAP, este último se disuelve y el agua corre a través del papel de filtro hasta que el gel SAP se forma de nuevo a medida que el agua entre las “bolas” pasa a través del filtro y las “bolas” se ponen en contacto de nuevo. Puede esperarse que el nitrato de amonio pueda lavarse de este modo a partir del gel en el filtrado. Si ese es el caso, el gel representará una molestia para el usuario que busque un uso indebido y añada costos adicionales en forma de agua extra, pero no lo detendrá de obtener nitrato de amonio. Por otra parte, el comportamiento de los SAP en presencia de CAN tiene que ser investigado a fondo, ya que la presencia de iones (calcio, nitrato, amonio) supone la supresión de la capacidad de gelificación.

15 **B. Goma guar**

La goma guar es un polisacárido compuesto de los azúcares galactosa y manosa. La goma guar muestra una viscosidad alta de baja cizalladura, pero es una reductora fuerte de cizalla. Es muy tixotrópica por encima de la concentración de 1%, pero por debajo de 0,3% la tixotropía es moderada. Naturalmente, es también biodegradable, lo que es una ventaja en aplicaciones agrícolas.

Muestra 1: goma guar

Cuando se realizó un primer intento con 4% en peso de goma guar en agua, el polímero se gelificó rápidamente y la viscosidad (S06, 1 rpm) que se midió fue de 690 000 cP. El contenido del vaso de precipitados fue un *pudding* que no es filtrable. Por lo tanto, todos los ensayos posteriores se realizaron con soluciones de polímero al 1% en agua. La muestra 1 se disolvió rápidamente en el agua y formó un líquido viscoso que se hizo aún más viscoso con el tiempo. La

solución que se sedimentó de manera imperceptible y que permaneció homogénea en el tiempo de sedimentación de 30 min, resultó muy difícil de filtrar: después de 32 minutos y solo se obtuvo 18 ml de filtrado. El filtrado fue un líquido ligeramente viscoso claro.

5

Muestra 3: goma guar Water Block UFFHV

Se formaron algunos grumos al momento en el que se depositó agua. Estos grumos no se disolvieron durante el proceso de mezcla, por lo que tal vez se indica que la dosis al 1% puede bajarse. El polvo se gelificó rápidamente y su viscosidad aumentó con el tiempo. Tuvo que utilizarse una baja velocidad de 4 rpm para medir la viscosidad a $t = 15$ min. La solución no se sedimentó y resultó casi imposible filtrar con sólo 6 ml de filtrado recogido después de 30 minutos.

15 Muestra 4: goma guar Water Block PPN4000

Se formaron algunos grumos al momento en el que se depositó agua. Estos grumos no se disolvieron durante el proceso de mezcla, por lo que tal vez se indica que la dosis al 1% puede bajarse. El polvo se gelificó rápidamente y su viscosidad aumentó con el tiempo. La solución no se sedimentó y resultó casi imposible filtrar con sólo 6 ml de filtrado recogido después de 30 minutos.

20 Muestra 5: Water Block DIF

Se formaron algunos grumos pardos al momento en el que se depositó agua. Estos grumos no se disolvieron durante el proceso de mezcla, por lo que tal vez se indica que la dosis al 1% puede bajarse. El polvo se gelificó rápidamente y su viscosidad aumentó con el tiempo. La solución no se sedimentó y resultó casi imposible filtrar con 8 ml de filtrado recogido después de 30 minutos.

Muestra 7: goma guar GV23/2F

Se formaron algunos grumos durante la disolución. El polvo se gelificó y no se sedimentó. Se obtuvieron 6,5 ml de filtrado después de 30 min de filtración.

5 Resumen: Todas las gomas guar demostraron propiedades gelificantes favorables, en donde el gel mantuvo su consistencia incluso cuando se añadió agua adicional. Se necesitó un gran exceso para descomponer el gel en grumos menores, pero incluso entonces, el gel no se disolvió por completo. Esta propiedad es deseable en lo que respecta a la protección del CAN contra el mal uso.

10

C. Goma de xantano

La goma de xantano es un polisacárido que se secreta mediante la bacteria *Xanthomonas campestris*. Se compone de unidades de repetición pentasacáridas, que comprende glucosa, manosa y ácido glucurónico en la relación molar 2.0:2.0:1.0. Se produce por la fermentación de glucosa, sacarosa o lactosa. Después de un período de fermentación, el polisacárido se precipita a partir de un medio de crecimiento con alcohol isopropílico, se seca y muele en un polvo fino. Luego, se añade a un medio líquido para formar la goma. El

15

20 Water Block WB2 es un polímero artificial desarrollado como una alternativa a la goma guar después de que se ha tomado en uso ampliamente por la industria del petróleo en aplicaciones de perforación. El Water Block WB2 contiene 44,4% en peso de carbono.

25 Muestra 6: Goma de xantano Water Block WB2

El polvo no se disolvió bien en el agua. Formó grumos gelificados que flotan sobre todo en el agua. Para aumentar la dispersión, se movió el impulsador desde la parte inferior a la parte superior de la solución entre la primera y la segunda medición de viscosidad. Sin embargo, incluso entonces, la viscosidad

era demasiado baja en comparación con las gomas guar. Durante la sedimentación, la mayor parte del polímero se recogió en la parte superior del vaso de precipitados. La fracción superior no se filtró con facilidad (30 ml/30 min), sin embargo pudo decantarse y luego, la parte líquida inferior filtró bien
5 (150 ml/30 min).

Resumen: Water block tiene propiedades gelificantes inferiores en agua, principalmente debido a su flotación.

Todavía puede ser interesante añadir el polvo de las partículas puede ver
10 cómo el polímero se comportará entonces.

D. Sales de ácido algínico

El ácido algínico, también denominado algina o alginato, es un polisacárido aniónico distribuido ampliamente en las paredes celulares de las algas pardas,
15 en las que, a través del agua de unión, se forma una composición viscosa. En forma extraída, absorbe el agua rápidamente; es capaz de absorber 200-300 veces su propio peso en agua. Su color va del blanco al amarillo-marrón. Se vende en forma filamentosa, granular o en polvo.

20 Muestra 12: sal sódica de ácido algínico, baja viscosidad

Al introducirse en agua, la muestra 12 formó grumos sólidos que cayeron al fondo, donde se atascaron al impulsor. El polvo mientras se gelificó y tenía un efecto imperceptible sobre la viscosidad de la solución a granel. Dado que los grumos se atascaron al impulsor, ya no había nada que dejarse en
25 sedimentación. A pesar de que la solución se filtró inicialmente a una velocidad más lenta que las soluciones de arcilla (véase más adelante), la mayor parte de la solución se filtró y se recuperó 480 ml de filtrado.

Muestra 13: sal sódica de ácido algínico, muy baja viscosidad

Al introducirse en agua, la muestra 12 formó grumos sólidos que en su mayoría flotaban en la superficie. La solución a granel no se hizo gel y no se sedimentó. Tras la filtración, se recuperaron 480 ml de filtrado.

5 Muestra 14: alginato de sodio

La muestra 14 formó grandes grumos gelatinosos que flotaban en la superficie de la solución. Era difícil medir el volumen de viscosidad de los grumos que tienden a pegarse al disco. Los grumos se mantuvieron a flote durante la sedimentación. Se recuperaron 405 ml de filtrado.

10

Resumen: El alginato de sodio no funcionó bien en la solución con agua.

E. Bentonita

- 15 La bentonita es un filosilicato de aluminio absorbente, esencialmente arcilla impura que consiste principalmente de montmorillonita. La bentonita es empleada por la industria para llevar a cabo una multitud de trabajos. La mayoría de las aplicaciones industriales implican la propiedad gelificante de la bentonita para formar suspensiones viscosas de agua. Dependiendo de las
- 20 proporciones relativas de arcilla y agua, estas mezclas se utilizan como unión, plastificante y agentes de suspensión. Las bentonitas se dispersan en partículas coloidales y, en consecuencia, proporcionan grandes áreas de superficie por unidad de peso de arcilla. Esta gran superficie es una razón importante del porqué las funciones de bentonita son tan buenas en la
- 25 estabilización de emulsiones o como medio para llevar a otros productos químicos. Las bentonitas reaccionan químicamente con muchos materiales orgánicos para formar compuestos que se utilizan principalmente como agentes gelificantes en una variedad de líquidos orgánicos.

Muestra 2: bentonita, forma de sodio

La muestra 2 no se disuelve fácilmente en agua. La mayor parte de la arcilla forma grumos que, o bien se hunden en el fondo o bien flotan en la parte superior de la solución. La viscosidad de la solución solo fue ligeramente mayor que la viscosidad del agua (3,2 cP) y no mejoró con el tiempo. La solución no
5 mostró sedimentación significativa, a parte de la arcilla que ya se había hundido hasta el fondo durante la agitación. La solución se filtró fácilmente hasta que la arcilla bloqueó los poros del papel de filtro, momento en el cual se recogieron 300 ml de filtrado.

10

Muestra 8: bentonita

La muestra 8 formó una dispersión de color gris con algunos grumos en la solución. La dispersión no formó un gel y se sedimentó parcialmente en el fondo durante el período de sedimentación. La solución se filtró bien hasta que el
15 sedimento de arcilla de la parte inferior obstruyó el filtro. Se recuperaron 390 ml de filtrado durante 30 min.

Muestra 9: Nanoclay hydrophylic Bentonite

20 La muestra 9 formó una dispersión de color rosa con alguno de la sedimentación del polvo en la parte inferior. No se desarrolló gel. Se sedimentó más material durante el periodo de sedimentación. La dispersión se filtró bien hasta que los poros de papel de filtro se obstruyó. Se recuperaron 350 ml de filtrado.

25

Resumen: en condiciones ensayadas, la bentonita no pudo formar un gel y por lo tanto no es adecuada para la invención.

F. Attagel 50 y 350

El Attagel es un agente gelificante mineral para su aplicación en la agricultura, desarrollado por BASF, y que tiene idealmente una composición química de: $3\text{MgO} - 1.5\text{Al}_2\text{O}_3 - 8\text{SiO}_2 - 9\text{H}_2\text{O}$ (Attapulgit). Los espesantes Attagel forman efectivamente geles coloidales tixotrópicos en soluciones acuosas iónicas y no iónicas. También desarrollan geles tixotrópicos en la mayoría de líquidos orgánicos para desarrollar propiedades espesantes y/o de suspensión cuando se dispersan con diversos agentes tensioactivos catiónicos o no iónicos.

10 **Muestra 10 y 11: Attagel 50 y 350**

Ambas muestras 10 y 11 formaron suspensiones lechosas de color gris con sedimentos en la parte inferior. Las suspensiones no se convirtieron en gel y se sedimentaron por completo cuando se dejaron en sedimento durante 30 min. La sobrecarga de líquido se decantó fácilmente y produjo 470 ml de filtrado.

15

Resumen: El Attagel no es adecuado para la invención.

Experimento 1.2 Agentes gelificantes en una solución CAN de 20% en peso

20 Con base en las mediciones de viscosidad y el aspecto del polvo, se seleccionaron 3 SAP (Muestras 16, 18 y 19) y la goma guar (Muestra 3) para pruebas adicionales en soluciones CAN. Además, se añadieron el alginato de sodio (Muestra 14) y la goma de xantano Water block (Muestra 6) con la expectativa de que su dispersión sobre partículas CAN mejoraría su dispersión en la solución. Los agentes gelificantes se añaden a 100 g de CAN y se dispersaron sobre las partículas mediante agitación. Los sólidos se disolvieron en 400 g de agua, formando así una solución CAN de 20%. La solución se agitó durante 10 min - tiempo suficiente para que se disolviera toda el CAN - y, luego, se midió la viscosidad. Después, la solución se sedimentó durante 30

min y se filtró durante 30 min. El filtrado se evaporó a sequedad y se pesaron los precipitados. Los resultados se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2

No.	Nombre de la muestra	Proveedor	Viscosidad (cP) después de 10 min	Sedimentación después de 30 min	Filtración (ml)	Precipitado (g)	Recuperación NA (%)
3	goma guar Water Block UFFHV	Rantex Corp.	898	Ninguna	15	1	1,4
6	Goma de xantano Water Block WB2	Rantex Corp.	168	Ninguna	13	1	1,4
14	Alginato de sodio	VWR-Prolabo	70,4	3 fase	200	34	47,9
16	SAP: óxido de polietileno-injerto-sal sódica parcial, ácido poli(acrílico) (Sigma 432784)	Sigma	16	Parcial	330	55	77,5
18	SAP: Sal de potasio, poli(acrilamida-co-ácido acrílico) (Sigma 432776)	Sigma	16	Parcial	330	54	76,1
19	SAP: Poliacrilato de sodio, reticulado (Luquasorb 1161)	BTC Europe/BASF	15,6	Parcial	330	50	70,4

Es a la vez evidente que la funcionalidad de los SAP, que parecían excelentes candidatos como agentes gelificantes, se reduce en gran medida por la presencia de iones en la solución. En la prueba, todos los SAP se gelificaron ligeramente y cayeron al fondo. Por lo tanto, la presencia de SAP redujo la recuperación de nitrato de amonio con 30%, pero no evitó la purificación del mismo. Además, es muy probable que el 30% restante pueda recuperarse mediante el lavado con agua de la torta de filtración.

El alginato de sodio se sedimentó en 3 fases, donde los sedimentos se encontraban en la parte inferior y la mayor parte del alginato de sodio flotaba en la parte superior de la fase líquida. El alginato flotante ayudó a obstruir los poros del filtro y ralentizó por lo tanto la filtración. El filtrado, cuando se secó a 104°C, no produjo nitrato de amonio cristalino blanco sino más bien una mezcla negra de nitrato de amonio con alginato incluido. Se recuperó así alrededor del 50% de nitrato de amonio. El alginato, a pesar de no haber impedido la recuperación de nitrato de amonio, hace que la purificación sea más difícil.

Tanto la goma de guar como la goma de xantano funcionaron muy bien en una solución CAN de 20% en peso. La goma de xantano se desempeñó en especial sorprendentemente bien, ya que, al principio, el polvo no se disolvió bien en el agua (véase más arriba, muestra 6). Las soluciones no se sedimentaron y fueron muy difíciles de filtrar. El filtrado solamente produjo unos pocos gramos de precipitado, que además no era un nitrato de amonio cristalino blanco claro, sino más bien una mezcla con el agente gelificante.

25

Experimento 1.3 Agentes gelificantes tipo goma en una solución CAN de 20% en peso

Se investigaron la carga mínima y el efecto de concentración de iones para ambos agentes gelificantes (Goma Guar Water Block UFFHV y Goma xantano

Water Block WB2) mediante la variación de la cantidad de agente gelificante y CAN en agua. Las soluciones se agitaron durante 10 minutos y se midió su viscosidad. La solución se dejó luego en sedimentación durante 30 minutos y se filtró en papel doblado durante 30 minutos. Se midió el volumen del filtrado y el filtrado se evaporó a sequedad a 104°C. Se pesó así el precipitado sólido. Los resultados se presentan en la Tabla 3 y en la Fig. 1.

Es evidente que:

1) Ambos agentes gelificantes tipo goma funcionan mejor en soluciones CAN más concentradas. La mejora probablemente se pueda atribuir a un efecto de sal, donde la alta concentración de sal conduce a la precipitación y la unión de la molécula orgánica del agente gelificante.

2) En las cargas bajas de agente gelificante, la goma de xantano proporciona resultados más satisfactorios que la goma guar.

3) Ni la goma guar ni la goma de xantano se pegan por completo a las partículas CAN y una fracción del polvo permanece en el recipiente de mezcla. Por lo tanto, si puede mejorarse el revestimiento, podría utilizarse incluso menos polímero. Con base en estos resultados, se eligió a la goma de xantano como el mejor candidato para la prueba adicional.

Tabla 3

Polímero	Concentraciones			Viscosidad (cP) después de 10 min	Sedimenta ción después de 30 min	Filtraci ón (ml)	Precipitad o (g)	Recuperació n NA (%)
	% agente/CAN	% agente/solución	% CAN/solución					
Goma de xantano	5	0,99	19,80	168	Ninguna	13	1	1,4
Goma de xantano	2,5	0,50	19,90	110	Ninguna	21	2,2	3,1
Goma de xantano	2,5	0,99	39,60	7,250	Ninguna	6,5	0	0
Goma de xantano	1,25	0,25	19,95	64	Ninguna	70	11	15,5
Goma de xantano	0,625	0,25	39,90	96	Ninguna	28	3	2,1
Goma de xantano	1,25	0,50	39,80	260	Ninguna	12	1,5	1,1
Goma guar	5	0,99	19,80	898	Ninguna	15	1	1,4
Goma guar	2,5	0,50	19,90	144	Ninguna	30	3	4,2
Goma guar	2,5	0,99	39,60	54.000	Ninguna	7	0	0
Goma guar	1,25	0,50	39,80	239,2	Ninguna	17	2,64	1,9
Goma guar	1,25	0,25	19,95	38	Completa	340	60	84,5

Goma guar	0,625	0,25	39,90	90,4	Parcial	140	48	33,8
-----------	-------	------	-------	------	---------	-----	----	------

Experimento 1.4 Agentes gelificantes a base de xantano en una solución CAN

El uso indebido del CAN por extracción de nitrato de amonio es frecuente en algunos países en guerra o bajo insurrección y donde está disponible como fertilizante, y también entre las células terroristas individuales en la sociedad occidental. El aislamiento del nitrato de amonio se realiza a menudo en equipos limitados, donde el tiempo puede jugar un papel importante, limitando así la producción de HME. Por lo tanto, más medios, más actividad y más tiempo necesario para la extracción, aumentará la probabilidad de ser detectados e identificados. Además, la solución CAN se prepara lo más concentrada posible, lo que es favorable para la aplicación deseada, ya que el nitrato de amonio es altamente soluble en agua y cualquier agua añadida por adelantado requerirá tiempo y energía para eliminarse (véase la sección anterior). La disolución de grandes cantidades de CAN podría acelerarse utilizando agua superficial previamente calentada. En esta sección, se investigará el efecto de la temperatura sobre viscosidad. Además, se investigó el comportamiento de la goma a base de xantano durante la disolución, la sedimentación y la filtración, llevada a cabo durante 24 horas. También se verificó el efecto de la filtración al vacío. Para todos los experimentos, se usó Goma de xantano Water Block WB2.

Temperatura

Se utilizó agua caliente de grifo ($T = 62^{\circ}\text{C}$) para la preparación de la solución CAN de 20% en peso y de 40% en peso. Se añadió 2,5 y 1,25% en peso a CAN de goma a base de xantano. A pesar de que la CAN se disuelve más rápidamente en agua caliente, la temperatura no tiene ningún efecto sobre la función de la goma a base de xantano, tal como puede observarse en los resultados presentados en la Tabla 4.

Tabla 4

Polímero	Concentraciones			Viscosidad (cP) después de 10 min	Sedimenta ción después de 30 min	Filtraci ón (ml)	Precipitad o (g)	Recuperació n NA (%) (%)
	% agente/CAN	% agente/solución	% CAN/solución					
Goma de xantano	1,25	0,50	39,80	260	Ninguna	12	1,5	1,1
Goma de xantano	2,5	0,50	19,90	110	Ninguna	22	2,2	3,1

Tiempo

Se prepararon soluciones de 2,5 g y 100 g o 200 g de CAN, disueltas en 400 g o 300 g de agua.

5 Mezcla

Las soluciones se agitaron vigorosamente con una varilla de vidrio y se dejaron a temperatura ambiente durante 24 horas. Mientras que el CAN en las soluciones de 20% en peso se disolvió completamente y formó una suspensión de 3 capas con goma de xantano sobre todo en la parte superior y la dolomita insoluble en el fondo, quedaron pequeñas partículas blancas en la solución de 40%, lo que indica que el CAN no se disolvió por completo. La separación de fases no fue tan pronunciada en solución de 40% en peso.

Sedimentación

15 Las soluciones se agitaron mecánicamente durante 10 min para disolver todo el CAN y se dejó sedimentar durante 24 horas. Mientras que la solución CAN de 20% en peso desarrolló un sistema de 3 fases con goma de xantano en la capa superior y material insoluble en la capa inferior, la solución de 40% en peso permaneció como una solución homogénea con un aparente aumento gradual de densidad desde la parte superior hasta la parte inferior.

Filtración prolongada

Las soluciones se agitaron mecánicamente durante 10 min y se filtraron inmediatamente sin ninguna sedimentación. La filtración duró 24 horas. Los resultados se presentan en la Tabla 5. Además del nitrato de amonio recuperado del filtrado, fue posible obtener aproximadamente 3 y aproximadamente 8 g de cristales NA puros de las soluciones CAN de 20% en peso y de 40% en peso, respectivamente, que se cristalizaron en el borde del papel de filtración. Las soluciones de los experimentos de mezcla que

contenían 2,5 g de goma de xantano se filtraron durante 67 horas a través de papel de filtración plegado. Los resultados también se muestran en la Tabla 5. Una vez más, el nitrato de amonio se cristalizó como una corteza en el borde del papel de filtración. Resulta evidente de los resultados que la cantidad de nitrato de amonio recuperable está limitada a aproximadamente 12% y 25% dependiendo de la concentración de CAN y no aumenta linealmente con el aumento del tiempo de filtración. Aunque es muy tedioso, es posible aumentar el rendimiento de nitrato de amonio mediante la eliminación continua de la corteza del papel de filtración y permitir así que se cristalice más nitrato.

10

Filtración al vacío

Las soluciones de CAN del experimento de sedimentación anterior se filtraron durante 30 min a través de un embudo, conectado a un aspirador. Los resultados iniciales presentados en la Tabla 6 mostraron un rendimiento 3 veces superior al de la filtración atmosférica. Por lo tanto, se llevó a cabo una prueba adicional, en la que las soluciones CAN de 20% en peso y de 40% en peso se filtraron durante aproximadamente 6 horas bajo vacío. La recuperación de nitrato de amonio alcanzó el 20% y el 40% respectivamente. Se podría recuperar nitrato de amonio adicional al verter la solución restante en el papel de filtración fresco. Por tanto, el agente gelificante no impedirá la obtención de nitrato de amonio purificado mediante filtración a vacío. Sin embargo, debe recordarse que tal filtración añade complejidad, requiere una bomba de vacío o una mayor cantidad de flujo de agua, y ambos retrasan el proceso de reprocesamiento y facilitan su identificación.

25

Tabla 5

Polímero	Concentraciones			Filtración después		Precipitado (g)	Recuperación NA (%)
	% agente/CAN	% agente/solución	% CAN/solución	24 horas	67 horas		
Goma de xantano	1,25	0,50	39,80	48	-	17,4	12,3
Goma de xantano	2,5	0,50	19,90	92,5	-	14,9	21,0
Goma de xantano	1,25	0,50	39,80	-	25	16,3	11,5
Goma de xantano	2,5	0,50	19,90	-	65	17,8	25,1

5

Tabla 6

Polímero	Concentraciones			Sedimentación después de 24 horas	Filtración al vacío		Precipitado (g)	Recuperación NA (%)
	% agente/CAN	% agente/solución	% CAN/solución		Tiempo (min)	Filtración (ml)		

- 37 -

Goma de xantano	1,25	0,50	39,80	Parcial	30	30	9,9	7,0
Goma de xantano	2,5	0,50	19,90	3 fase	30	40	6,7	9,4
Goma de xantano	1,25	0,50	39,80	N/A	400	54	28,6	20
Goma de xantano	2,5	0,50	19,90	N/A	370	158	31,1	44

Ejemplo 3: Comparación de diferentes tipos de goma de xantano

Se analizaron diferentes tipos de gomas de xantano de diferentes fabricantes y se compararon sus propiedades (Tabla 7).

Se utilizó CAN sin revestimiento, suministrado por Rostock. Los tipos de xantano y sus proveedores figuran a continuación.

Tabla 7: Diferentes tipos de gomas de xantano de diferentes fabricantes

Proveedor	País	Tipo xantano
Rantec Corp	USA	WB2
Sigma Aldrich	-	G1253-500g
Jungbunzlauer	Switzerland	XGT TFST
ADM	USA	Optixan 40
		Optixan D
CP Kelco	USA	Kelzan
Cargill	USA	Verxan S80
Vanderbilt	USA	Vanzan

Vanderbilt (http://www.vanderbiltminerals.com/ee_content/Documents/Technical/VANZAN_Brochure_English_Web.pdf) reivindicó un efecto sinérgico de la goma de xantano con arcillas de silicato de aluminio de magnesio en una proporción recomendada de 1:10 de xantano:arcilla. Por lo tanto, las pruebas correspondientes se realizaron también con Veegum y VanGel como muestras de arcilla.

15

Método de prueba

Se seleccionaron dos niveles de carga de CAN/xantano: solución concentrada de CAN/xantano y solución diluida de CAN/xantano.

La cantidad calculada de CAN se ponderó y se añadieron las cantidades requeridas de xantano (o xantano y arcilla) a la CAN en un frasco de plástico para conseguir una carga deseada.

- 5 El polvo se dispersó agitando vigorosamente el frasco. El contenido del frasco se transfirió entonces a cantidades calculadas (ml) de agua mientras se agitaba. La solución se agitó mecánicamente durante 10 min, tiempo durante el cual se disolvió todo el CAN y se pudo medir la viscosidad usando un viscosímetro Brookfield equipado con husillo S02.

10

Después de registrar la viscosidad, se dejó sedimentar la solución durante 30 minutos y se registró la observación visual.

15

Para la filtración se utilizó papel de filtro Schleicher & Schuell 520 B1/2 plegado en un embudo ordinario PE. Se midió la cantidad de filtrado después de 30 min. El filtrado se evaporó a sequedad en un gabinete calentado (100°C) durante la noche, se pesó el precipitado sólido y se calculó la cantidad de Na recuperada.

Resultados

20

Los resultados, mostrados en la Tabla 8, muestran que la adición de xantano evita muy bien la recuperación de nitrato de amonio en soluciones concentradas. Todas las gomas de xantano se desempeñaron bien. La prevención de la recuperación de soluciones diluidas es difícil y el producto Rantec Corp hace el mejor trabajo. Sin embargo, basándose en los mejores

25 secundarios y satisfactorios resultados obtenidos con xantano de Jungbunzlauer, puede concluirse, en general, que puede utilizarse una goma de xantano para impedir la recuperación de NA a partir de soluciones CAN. Por otra parte, la adición de arcilla a bajas tasas de cizallamiento específicas no mejoró aún más el rendimiento de la goma de xantano.

Tabla 8: Diferentes tipos de gomas de xantano probadas

Polímero	Concentración			Viscosidad (cP)	Sedimentación	Filtración (ml)	Precipitado	Recuperación NH ₄ NO ₃
				Tiempo (min)				
	%Polímero/CAN	%Polímero/solución	%CAN/solución	10	30	30	(g)	(%)
Rantec WB2	2,5	0,99	39,60	2192	Ninguna	15	1,52	1,1%
	1,25	0,25	19,95	44,4	Parcial	105	15,42	21,7%
Sigma Aldrich	2,5	0,99	39,60	1128	Ninguna	15	1,56	1,1%
	1,25	0,25	19,95	24,8	Parcial	205	32,94	46,4%
Jungbunzlauer	2,5	0,99	39,60	704	Ninguna	16	2,14	1,5%
	1,25	0,25	19,95	26,8	Parcial	130	20,41	28,7%
ADM Optixan D	2,5	0,99	39,60	1700-7960*	Ninguna	6	0,93	0,7%
	1,25	0,25	19,95	31,6	Sí	200	33,83	47,6%
ADM Optixan 40	2,5	0,99	39,60	1328	Ninguna	12	1,73	1,2%
	1,25	0,25	19,95	26,8	Sí	300	48,01	67,6%
CP Kelco Kelzan	2,5	0,99	39,60	1480	Ninguna	15	1,85	1,3%
	1,25	0,25	19,95	26	Sí	260	41,31	58,2%
Cargill Verxan S80	2,5	0,99	39,60	336	Ninguna	20,5	2,86	2,0%
	1,25	0,25	19,95	26,8	Sí	260	41,8	59 %
Vanderbilt Vanzan	2,5	0,99	39,60	464	Ninguna	20	2,69	1,9%
	1,25	0,25	19,95	23,2	Sí	260	40,57	57,1%
Vanzan + Veegum	2,5	0,99	39,60	88	Ninguna	38	7,99	5,6%
	1,25	0,25	19,95	20,8	Sí	320	53,5	75,4%
Vanzan + VanGel	2,5	0,99	39,60	128	Ninguna	33	6,98	4,9%
	1,25	0,25	19,95	22	Sí	310	52,18	73,5%

*La viscosidad aumento gradualmente y superó los límites del viscosímetro después de 20 min.

Ejemplo 4: N-lixiviación de CAN

- Se trató externamente una muestra de fertilizante CAN con diferentes cantidades de Water Block WB2. Se colocaron 10 g de fertilizante CAN tratado con respectivamente 0, 1, 2 y 5% en peso de Water Block WB2 en un Buchner
5 con filtro y se expusieron durante varios días a una temperatura de 20°C y una humedad relativa del aire del 80%, con el fin de simular condiciones atmosféricas superiores a la humedad relativa crítica (CRH) de la composición de fertilizante sólida. La CRH es un criterio que se utiliza a menudo en la industria de fertilizantes. Corresponde a la humedad relativa (HR) del aire
10 cuando un producto comienza a absorber la humedad exponencialmente. Se expresa en %. En este ejemplo, la HR del aire se fijó en 80%, lo que significa que la muestra de CAN absorbe agua exponencialmente y se convierte en líquido. El líquido puede pasar el filtro y se recupera en un recipiente inferior.
- 15 Se comparó el comportamiento de diferentes muestras de gránulos de fertilizante CAN sin y con 1% en peso de agente gelificante Water Block WB2 durante un par de días. Se observó lo siguiente:
- Después de 1 día, los gránulos de las muestras con y sin el agente gelificante Water Block WB2 parecían húmedos y brillantes.
 - 20 - Después de 3 días, el líquido estaba presente en los recipientes inferiores para las muestras sin y con 1% de agente gelificante.
 - Después de 5 días, el fertilizante CAN sin agente gelificante Water Block WB2 estaba completamente disuelto y el dolomito permaneció en el filtro. Las muestras de fertilizante CAN con 1, 2 y 5% en peso de agente
25 gelificante Water Block WB2 se convirtieron en una especie de barro gelificado. Algún de líquido pasó a través del filtro para la muestra con 1% en peso de agente gelificante. Nada de líquido pasó a través del filtro para las muestras con 2 y 5% en peso de agente gelificante.

Se analizó la solución recuperada (cantidad y concentración). Los resultados fueron los siguientes (véase Figura 2):

- Para la muestra de fertilizante CAN sin agente gelificante Water Block WB2, se recuperó el 88% de NA, permaneciendo el resto del NA en el dolomito mojado y el filtro húmedo.
- El fertilizante CAN tratado con 1% en peso de agente gelificante Water Block WB2 dio una recuperación de NA de 25%;
- para los fertilizantes CAN tratados con 2% en peso y 5% en peso, no se recuperó NA.

Ejemplo 5

Se prepararon diferentes soluciones de CAN en agua usando el agente gelificante a base de xantano Water Block WB2 de la firma Rantec Corporation a una concentración fija del 5% en peso frente a cantidades variables de CAN. Las diferentes cantidades de CAN en la solución fueron 10% en peso, 5% en peso y 1% en peso. Posteriormente, las soluciones se filtraron y se comparó el rendimiento de recuperación de NA, como se resume en la Tabla 9 a continuación.

Tabla 9. Rendimiento de recuperación de NA (en %) con diferentes % en peso de CAN en una solución acuosa de CAN

% en peso de CAN en la solución	10% en peso	5% en peso	1% en peso
Rendimiento de recuperación (%)	35%	44%	87%

Como puede verse en la Tabla 9 anterior, al utilizarse una composición de fertilizante de agente gelificante a base de xantano Water Block WB2, el

rendimiento de recuperación permanece muy bajo cuando la solución está en una concentración de algunos porcentajes (%). A 1% en peso de CAN en la solución acuosa, el rendimiento de recuperación es muy alto.

- 5 A partir de estos resultados, puede concluirse que, si alguien quisiera recuperar NA de una composición de fertilizante con WB2 como agente gelificante mediante disolución de agua, el producto tiene que ser sobrediluido. Como consecuencia, la solución recuperada es aproximadamente 10 veces más grande, lo que hace que cueste 10 veces más su reconcentración en términos
- 10 de tiempo, esfuerzo y energía, aumentando así la probabilidad de ser detectada debido a un reprocesamiento más complejo y retardado. La facilidad de uso indebido de los fertilizantes NA como base para los HME es de esta manera fuertemente obstaculizada.