



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



**DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN DONDE SE LOGRE LA
FORMA Y TAMAÑO DE CRISTAL DE YESO QUE PERMITA LA MÁXIMA
RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA PLANTA DE H_3PO_4 DEL
COMPLEJO PETROQUÍMICO MORÓN**

AUTOR:
HURTADO C. DESIREÉ R.

Valencia, Julio de 2007.



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



**DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN DONDE SE LOGRE LA
FORMA Y TAMAÑO DE CRISTAL DE YESO QUE PERMITA LA MÁXIMA
RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA PLANTA DE H_3PO_4 DEL
COMPLEJO PETROQUÍMICO MORÓN**

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO PRESENTADO ANTE LA ILUSTRE
UNIVERSIDAD DE CARABOBO PARA OPTAR AL TÍTULO
DE INGENIERO QUÍMICO

Tutor Industrial:

Ing. Deyvi Rivas

Tutor Académico:

Ing. Viky Mujica

Autor:

Desireé Hurtado

Valencia, Julio de 2007.



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



ACTA DE APROBACIÓN

Los abajo firmantes, miembros del jurado designado para estudiar el Trabajo Especial de Grado titulado: “**DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN DONDE SE LOGRE LA FORMA Y TAMAÑO DE CRISTAL DE YESO QUE PERMITA LA MÁXIMA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA PLANTA DE H_3PO_4 DEL COMPLEJO PETROQUÍMICO MORÓN**”, realizado por la bachiller Desiree Rosalía Hurtado Castro, hacemos constar que ha sido revisado y aprobado dicho trabajo y que no nos hacemos responsables de su contenido pero lo encontramos correcto en su calidad y forma de presentación.

Prof. Viky C, Mujica

Presidente

Prof. Vanessa Altomare

Jurado

Prof. Rafael Hernández

Jurado

Valencia, Julio de 2007.



DEDICATORIA

A Dios todopoderoso; por iluminarme el camino, creador del cielo y la tierra, siempre en mis pensamientos...

A mis padres Desi y Carlos fuente de existencia. Especialmente a mi mami quien ha sido mi apoyo y ejemplo de superación. Con amor y paciencia han esperado el logro de esta meta.

A mi abuela Polonia; mujer abnegada, valiente y perseverante quien ha mantenido en mí la fe y la esperanza.

A mis tíos: Carmen, María Leonor, Milvida, Arelys, Maria Eloisa, Alexander, Marino, Carlos, Leonel, y David, con su unión y entusiasmo han contribuido al logro de este triunfo.

A mis primos: Liset, Leonel, Leomar, Emilio, Leomarys, Carlitos, Darielito, Isabellita, Meysver, Meys, Meysfer y Otto; Un futuro prometedor está en sus manos. ¡Adelante!

A todos mis amigos; especialmente a Marjorie que a través de su amistad y cariño he logrado esta meta, compartiendo momentos difíciles pero con finales alegres.

A Gaby y a toda la familia Gómez Llovera; con cariño han estado pendientes de mí en todo momento, especialmente a Oswald, quién me brindó su apoyo y confianza para realizar este trabajo; de ustedes también es este triunfo.

A la familia Araujo; quienes me han brindado su amistad, cariño y confianza durante el desarrollo de mi carrera.

A la memoria de mis abuelitos: Carmen, Emiliano, José e Inocencia; mi tía Elba, Joseito y Alexis, desde el cielo me den su bendición y amor.

Es para ustedes el logro de esta meta.



AGRADECIMIENTOS

A Dios Todopoderoso, por darme fuerzas para seguir adelante y guiarme siempre.

A toda mi familia, quien siempre ha estado a mi lado dándome confianza y motivación para llegar felizmente al logro de esta meta.

A mi mami; quien siempre ha sido mi apoyo, a través de su amor y sabios consejos me ha dado valor para continuar en todo momento.

A mí casa de estudios: Universidad de Carabobo, por abrirme sus puertas y contribuir a mi formación profesional durante todo el tiempo que estuve en ella.

A la profesora Viky Mujica, por su apoyo y asesoría en el transcurso de mi carrera y en el desarrollo de mi trabajo especial de grado.

A todos mis compañeros y amigos, especialmente a Marjorie, Adita, Gerardo, Freddy, Patricia y Manuel, por estar conmigo y apoyarme en todo momento.

A la empresa PEQUIVEN, por darme la oportunidad de realizar mi trabajo dentro de ella.

A Deyvi Rivas, por brindarme su amistad y asesoría que hicieron posible la realización de mi trabajo especial de grado.

A Adolfo Madrigal, por toda su colaboración, confianza y amistad en todo el desarrollo de mi trabajo.

A Jhon Bello y Carlos Segura, por toda su colaboración y consejos para la realización de este trabajo.

A todo el grupo de analistas del Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, especialmente a Enna, Iraima, Yelitza y el señor Alberto por todo su apoyo y cariño.

Al grupo de operadores y analistas de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, de manera especial a Jesús Pérez y Wilfredo Martínez; por toda su colaboración en el desarrollo de la fase experimental de mi trabajo.



SUMARIO

El objetivo de esta investigación consistió en determinar las condiciones de operación de las variables críticas que intervienen en la sección de reacción, donde se logre la forma y tamaño de cristal de yeso que permita la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración del proceso de producción de H_3PO_4 del Complejo Petroquímico Morón.

Esto se logró por medio de la manipulación y análisis de variables críticas del proceso con la finalidad de obtener la forma y tamaño del cristal de yeso que proporcione la mayor recuperación del P_2O_5 contenido en la roca fosfática alimentada al reactor y de las características de filtrabilidad del cristal de yeso.

Para ello se realizó un seguimiento en planta de cada una de las variables de estudio, una descripción de las características del cristal de yeso formado en el lodo, un análisis de la cantidad de P_2O_5 contenido en la torta de yeso y se calculó el porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

Como resultado de esta investigación se tiene que la forma y tamaño del cristal de yeso obtenido en la sección de reacción de este proceso productivo, donde se logró la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración para el período de estudio, es la morfología tipo rómbica con aproximadamente $58\mu m$ de ancho y $75\mu m$ de longitud con un 93,65% de recuperación de P_2O_5 en el proceso, donde la composición de la roca fosfática procedente de las minas de Riecito presenta una relación CaO/P_2O_5 de 1,41; la acidez libre en el medio de reacción tiene un valor de 2,40% p/p, la temperatura de operación en el reactor se encuentra en $75^\circ C$, la composición de P_2O_5 en el lodo de 22,78% p/p y con una cantidad de sólidos presente en dicho lodo de 45% v/v.

Adicionalmente, se estimó un beneficio económico en el proceso productivo de implementarse las condiciones de operación recomendadas para las variables críticas del proceso, donde se obtuvo la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, de 451420,20US\$.



ÍNDICE GENERAL

	Pág.
DEDICATORIA.....	iv
AGRADECIMIENTOS.....	v
SUMARIO.....	vi
ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
INTRODUCCIÓN.....	1
 CAPÍTULO I: PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	
1.1 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA.....	2
1.2 FORMULACIÓN DEL PROBLEMA.....	6
1.2.1 Situación actual.....	6
1.2.2 Situación deseada.....	6
1.3 OBJETIVOS.....	7
1.3.1 Objetivo general.....	7
1.3.2 Objetivos específicos.....	7
1.4 JUSTIFICACIÓN.....	8
1.5 LIMITACIONES.....	8
 CAPÍTULO II: MARCO REERENCIAL TEÓRICO	
2.1 ANTECEDENTES.....	9
2.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO DEL COMPLEJO PETROQUÍMICO MORÓN.....	13
2.3 REACCIÓN Y CRISTALIZACIÓN DEL SULFATO DE CALCIO EN EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO VÍA HÚMEDA.....	22
2.3.1 Mecanismo de reacción del proceso de producción de ácido fosfórico vía húmeda.....	22



2.3.2	Cristalización del sulfato de calcio.....	23
2.3.3	Crecimiento de los cristales de yeso.....	24
2.3.4	Factores que afectan la cristalización del sulfato de calcio.....	25
2.4	PÉRDIDAS DE P_2O_5 EN EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO VÍA HÚMEDA.....	37
2.4.1	Pérdidas como H_3PO_4	37
2.4.2	Pérdidas como $CaHPO_4$	38
2.4.3	Pérdidas $Ca_3(PO_4)_2$	38

CAPÍTULO III: MARCO METODOLÓGICO

3.1	DEFINICIÓN LAS VARIABLES CRÍTICAS QUE INTERVIENEN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN.....	39
3.2	DIAGNÓSTICO LAS CONDICIONES ACTUALES DE OPERACIÓN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO	40
3.3	PRECISIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN QUE PERMITA OBTENER LA FORMA Y TAMAÑO DE CRISTAL DE YESO, DONDE EXISTA LA MÁXIMA RECUPERACIÓN DE P_2O_5	41
3.4	ANÁLISIS LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES CRÍTICAS QUE INTERVIENEN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN EN LA FORMA Y TAMAÑO DEL CRISTAL DE YESO.....	46
3.5	ESTIMACIÓN DEL BENEFICIO ECONÓMICO OBTENIDO CON LA IMPLEMENTACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN	



	RECOMENDADAS.....	47
3.6	PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS DE PRUEBAS REALIZADAS EN EL LABORATORIO CENTRAL DEL COMPLEJO PETROQUÍMICO MORÓN.....	50
		Pág.
3.6.1	PENTÓXIDO DE FÓSFORO.....	50
3.6.2	SULFATO LIBRE.....	51
3.6.3	PORCENTAJE DE SÓLIDOS.....	52
	CAPÍTULO IV: PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	53
	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	
	CONCLUSIONES.....	96
	RECOMENDACIONES.....	98
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	99
	APÉNDICES	
	APÉNDICE A (tablas de datos).....	101
	APÉNDICE B (cálculos típicos).....	132
	APÉNDICE C (fotografías de cristales de sulfato de calcio).....	138
	APÉNDICE D (datos).....	149
	APÉNDICE E (modelación de la red neuronal artificial).....	158



ÍNDICE DE TABLAS

Nº	DESCRIPCIÓN	Pág.
2.1	Clasificación de la roca fosfática respecto al contenido de P_2O_5	28
4.1	Composición de la roca fosfática procedente de las minas de Riecito.....	54
4.2	Rango de operación adecuado en la composición de las rocas fosfáticas empleadas en la producción de ácido fosfórico.....	55
4.3	Condiciones de operación de las variables críticas del proceso.....	66
4.4	Forma y tamaño del cristal de yeso obtenido en la sección de reacción para las condiciones de operación.....	71
4.5	Recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y contenido de P_2O_5 en la torta de yeso para las condiciones de operación.....	77
4.6	Condiciones de operación de las variables críticas de la sección de reacción donde se logra la mayor recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	80
4.7	Condiciones de operación recomendadas de las variables críticas para obtener una recuperación de P_2O_5 superior a 95% en el proceso.....	94
4.8	Beneficio económico en el proceso productivo al obtener la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	95
A.1	Análisis diarios sobre la composición de P_2O_5 en la torta de yeso que determinan el punto de partida de la investigación.....	101
A.2	Análisis diarios de P_2O_5 y CaO para determinar la composición de la roca fosfática procedente de las minas de Riecito.....	103
A.3	Análisis diarios sobre la cantidad de acidez libre presente en el medio de reacción.....	105
A.4	Valores de la temperatura de operación en el lodo del reactor.....	107
A.5	Porcentaje de sólidos presentes en el medio de reacción.....	109



A.6	Análisis diarios sobre la composición de P_2O_5 presente en el lodo del reactor.....	111
A.7	Datos diarios obtenidos experimentalmente en la planta de ácido fosfórico sobre las variables involucradas en la sección de reacción.....	113
		Pág.
A.8	Datos diarios obtenidos experimentalmente en la planta de ácido fosfórico sobre las variables involucradas en la sección de filtración.....	119
A.9	influencia de la composición de la roca fosfática alimentada al reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	122
A.10	Influencia de la acidez libre en el medio de reacción en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	124
A.11	Influencia de la temperatura de operación del medio de reacción en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	126
A.12	Influencia de la cantidad de sólidos presentes en el lodo en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	128
A.13	Influencia de la composición de P_2O_5 en el lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	130



ÍNDICE DE FIGURAS

Nº	DESCRIPCIÓN	Pág.
1.1	Diagrama de bloque del proceso de producción de ácido fosfórico vía húmeda del Complejo Petroquímico Morón.....	4
2.1	Diagrama de flujo de recepción de la roca fosfática proveniente de las minas de Riecito.....	14
2.2	Diagrama de flujo de la sección de secado del proceso de producción de ácido fosfórico.....	15
2.3	Diagrama de flujo de la sección de molienda del proceso de producción de ácido fosfórico.....	16
2.4	Diagrama de flujo de la sección de reacción del proceso de producción de ácido fosfórico.....	17
2.5	Diagrama de flujo de la sección de filtración del proceso de producción de ácido fosfórico.....	19
2.6	Diagrama de flujo de la sección de evaporación del proceso de producción de ácido fosfórico.....	20
2.7	Diagrama de flujo de la sección de almacenamiento del proceso de producción de ácido fosfórico.....	21
2.8	Tipos de cristales de sulfato de calcio formados en el medio de reacción.....	26
4.1	Comportamiento actual de la relación $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ en la roca fosfática alimentada al reactor.....	59
4.2	Comportamiento actual de la acidez libre en el medio de reacción.....	60
4.3	Comportamiento de la temperatura de operación actual en el medio de reacción...	61
4.4	Comportamiento actual de la cantidad de sólidos presentes en el lodo del medio de reacción.....	62
4.5	Comportamiento actual de la composición de P_2O_5 en lodo del reactor.....	63
4.6	Comportamiento de la cantidad de P_2O_5 contenida en los poros de la torta de	



	yeso formada en la sección de filtración.....	64
		Pág.
4.7	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 31-08-2006. Hora: 7:30am.....	68
4.8	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 18-09-2006. Hora: 11:00am.....	69
4.9	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 20-09-2006. Hora: 9:00am.....	70
4.10	Influencia de la cantidad de P_2O_5 contenido en la torta de yeso en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración de la planta de H_3PO_4	78
4.11	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 20-09-2006. Hora: 1:00pm.....	79
4.12	Influencia de la composición de la roca fosfática alimentada al reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	83
4.13	Influencia de la composición de la roca fosfática alimentada al reactor en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso.....	84
4.14	Influencia de la acidez libre en el medio de reacción en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	85
4.15	Influencia de la acidez libre en el medio de reacción en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso.....	86
4.16	Influencia de la temperatura de operación en el lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	87
4.17	Influencia de la temperatura de operación en el lodo del reactor en la relación	



	longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso.....	88
4.18	Influencia de la cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	89
4.19	Influencia de la cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso.....	90
4.20	Influencia de la cantidad de P_2O_5 en el lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.....	91
		Pág.
4.21	Influencia de la cantidad de P_2O_5 en el lodo del reactor en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso.....	92
B.1	Corrientes de entrada y salida al reactor de H_3PO_4	132
C.1	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 17-08-2006. Hora: 7:30am.....	138
C.2	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 24-08-2006. Hora: 7:30am.....	139
C.3	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 24-08-2006. Hora: 9:00am.....	140
C.4	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 31-08-2006. Hora: 9:00am.....	141
C.5	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 18-09-2006. Hora: 7:30am.....	142



C.6	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 18-09-2006. Hora: 9:00am.....	143
C.7	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 18-09-2006. Hora: 1:00pm.....	144
C.8	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 20-09-2006. Hora: 7:30am.....	145
C.9	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 20-09-2006. Hora: 11:00am.....	146
C.10	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 26-09-2006. Hora: 7:30am.....	147
C.11	Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 26-09-2006. Hora: 9:00am.....	148
D.1	Cantidad de CaO contenida en la torta de yeso. Período: Enero-Abril.....	149
D.2	Cantidad de CaO contenida en la torta de yeso. Período: Abril - Mayo.....	150
D.3	Cantidad de CaO contenida en la torta de yeso. Período: Mayo - Julio.....	151
D.4	Cantidad de CaO contenida en la torta de yeso. Período: Julio - Septiembre.....	152
D.5	Cantidad de CaO contenida en la roca fosfática de las minas de Riecito.....	153

Pág.



D.6	Cantidad de P_2O_5 contenida en la torta de yeso.....	154
D.7	Cantidad de P_2O_5 en el lodo del reactor.....	155
D.8	Control diario del proceso de producción de ácido fosfórico.....	156
D.9	Planilla de Control de Procesos de la Planta de Ácido Fosfórico.....	157



INTRODUCCIÓN

En el proceso de producción de H_3PO_4 del Complejo Petroquímico Morón, se emplea como materia prima la roca fosfática procedente de las minas y ácido sulfúrico al 98% p/p. Dicho proceso es llevado cabo bajo la tecnología Dorr Oliver y con un proceso dihidrato, el cual consta de ocho etapas: recepción de la roca fosfática, secado de la roca, molienda, reacción, filtración, clarificación, evaporación y almacenamiento.

En la sección de reacción intervienen variables importantes como lo son: composición de la roca fosfática alimentada al reactor, acidez libre en el medio de reacción, temperatura de operación, composición de P_2O_5 y cantidad de sólidos presentes en el lodo; entre otras. El comportamiento de estas variables en el medio de reacción, da lugar a la formación de cristales de yeso con determinadas características de filtrabilidad del P_2O_5 ocluido en los poros de la torta de yeso formada en la sección de filtración. Además, se desconocen las condiciones de operación de las variables de proceso en la sección de reacción, donde se logre obtener cristales de yeso con una forma y tamaño que permita la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

La finalidad de esta investigación es determinar las condiciones de operación de las variables críticas que intervienen en la sección de reacción, donde se logre la forma y tamaño de cristal de yeso que permita la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración de la planta de H_3PO_4 del Complejo Petroquímico Morón.

El cumplimiento de este objetivo involucra los siguientes aspectos: definición y diagnóstico de las condiciones de operación inicial de variables críticas del proceso; precisión de las condiciones de operación de las variables críticas que intervienen en la sección de reacción, donde exista la máxima recuperación del P_2O_5 contenido en la torta de yeso; análisis de la influencia que tienen las variables críticas, en la forma y tamaño del cristal de yeso obtenido y adicionalmente, se plantea la estimación del beneficio económico generado con la implementación de las condiciones de operación recomendadas para las variables críticas del proceso productivo.



CAPÍTULO I

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En esta sección se dará a conocer el problema en estudio, especificándose el propósito, su formulación que involucra la situación actual y la situación deseada, el objetivo general y los específicos que rigen la investigación; así como también, la justificación y las limitaciones del mismo.

1.1 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

LA CORPORACIÓN PETROQUÍMICA DE VENEZUELA, PEQUIVEN, está formada por tres unidades de negocios ubicados en diversos lugares del país: unidad de negocio de fertilizantes en Morón (Estado Carabobo), unidad de negocio de plásticos y olefinas en el Tablazo (Estado Zulia) y la unidad de negocio de servicios industriales en Jose (Estado Anzoátegui); también cuenta con cuatro terminales marítimos, doce empresas mixtas de producción, cuatro empresas comercializadoras y una empresa tecnológica y de conservación.

La investigación se realiza en el Complejo Petroquímico Morón. Entre una de las materias primas empleadas en el Complejo se encuentra el gas natural destinado a la producción de amoníaco; proceso del cual se obtiene dióxido de carbono (CO_2) como subproducto y donde ambos compuesto (dióxido de carbono y amoníaco) se utilizan para sintetizar la urea. La roca fosfática y el ácido sulfúrico (H_2SO_4) son materia prima en la producción de ácido fosfórico (H_3PO_4), el cual junto con el amoníaco y sales potásicas se usan para sintetizar fertilizantes granulados N.P.K (nitrógeno, fósforo y potasio). Por otra parte, con el ácido fosfórico y la roca fosfática se obtiene la producción de R.P.A (roca parcialmente acidulada). El azufre es materia prima para la producción de ácido sulfúrico, con este ácido y el amoníaco se sintetiza el sulfato de amonio.

El Complejo Petroquímico Morón se orienta a la producción de fertilizantes, destinados al sector agrícola nacional para suministrar a los cultivos los elementos requeridos para su desarrollo; básicamente nitrógeno, fósforo y potasio. El nitrógeno es imprescindible para el



crecimiento y floración, el fósforo para el desarrollo de las raíces y el potasio para la formación de flores y frutos.

La investigación se centra en la planta de ácido fosfórico (Instalación 370-A) del Complejo Petroquímico Morón, donde se lleva a cabo un proceso de ocho etapas; con una tecnología Dorr Oliver y con un proceso dihidrato vía húmeda, el cual consiste en la formación de sulfato de calcio dihidratado también llamado fosfoyeso, para la producción de ácido fosfórico.

Las etapas del proceso de producción del H_3PO_4 (ver figura 1.1) son: recepción de la roca fosfática, secado de la roca, molienda de la roca seca, reacción, filtración, clarificación, evaporación y almacenaje de H_3PO_4 .

En la sección de reacción; la roca fosfática micronizada reacciona con ácido fosfórico entre 16% p/p y 18% p/p P_2O_5 (pentóxido de fósforo), también llamado ácido fosfórico de recirculación y ácido sulfúrico al 98% p/p, se mezclan en un reactor de tecnología Dorr Oliver que consiste en un tanque cilíndrico de sección anular provisto de seis agitadores que permiten un mezclado rápido y completo en el medio, es una reacción exotérmica. La materia prima se alimenta continuamente al reactor para producir lodo, medio de reacción compuesto fundamentalmente por cristales de yeso en crecimiento, ácido fosfórico en fase líquida (entre 24% p/p y 26% p/p P_2O_5) cantidades controlada de iones sulfato en solución (1,5% p/p y 3% p/p), agua y otros compuestos procedentes de la roca fosfática.

La temperatura del lodo es controlada entre $76^\circ C$ y $82^\circ C$ mediante un sistema de vacío y recirculación de lodo frío. En el enfriador, los gases y vapores no condensables son arrastrados y lavados con agua a contracorriente en el condensador de contacto directo, el lodo enfriado retorna al reactor y los gases desprendidos del reactor son extraídos con agua en un lavador de tipo flujo cruzado; en esta etapa se produce una espuma que es controlada mediante la dosificación de antiespumantes.

En la sección de filtración: el lodo producido en la sección de reacción es enviado a un tanque con agitación continua que provee un volumen adicional para el crecimiento cristalino,

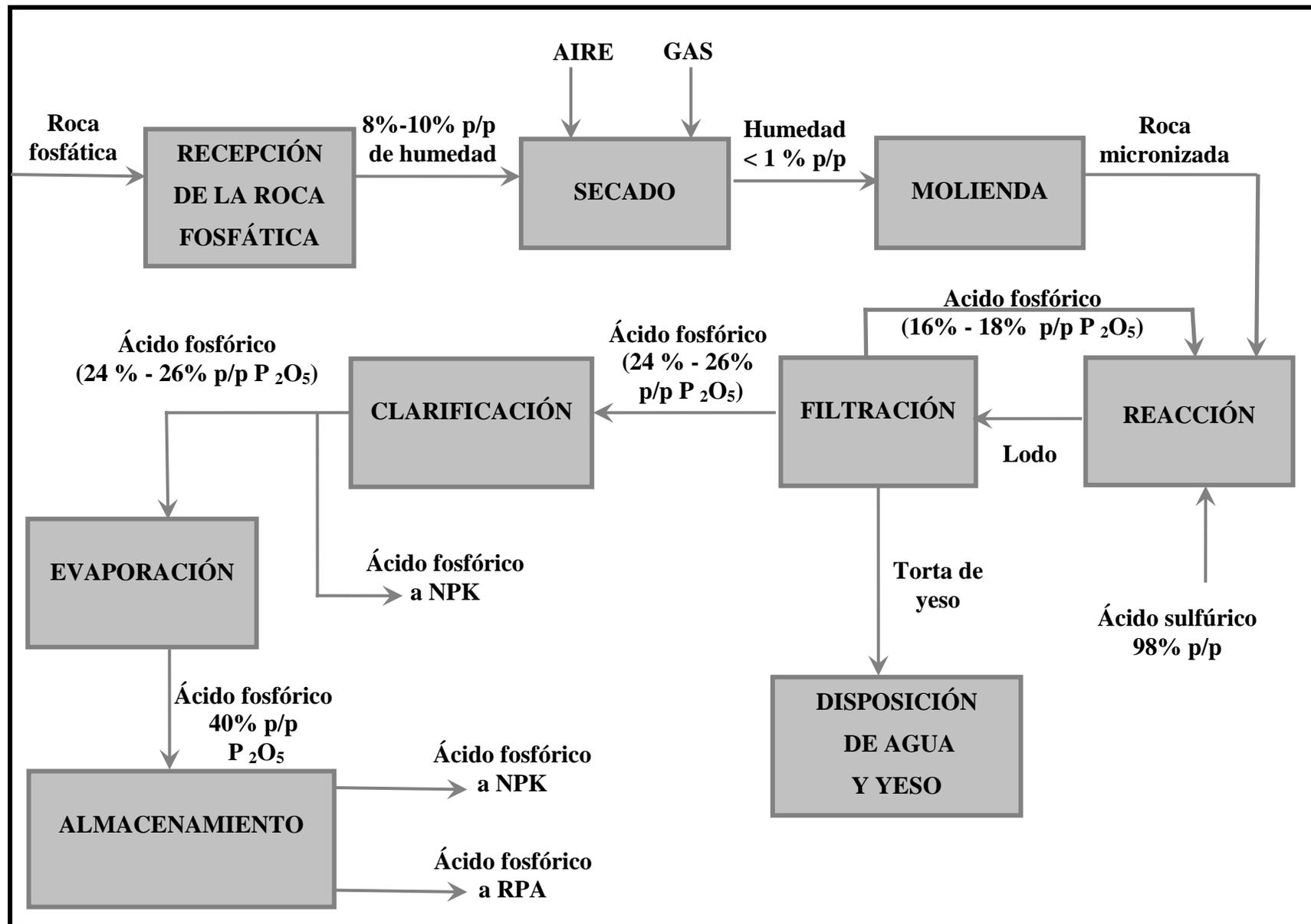


Figura 1.1: Diagrama de bloque del proceso de producción de ácido fosfórico vía húmeda del Complejo Petroquímico Morón



desde el tanque es enviado a una unidad de filtración consistente en un filtro de banda que utiliza el vacío para la mejor separación sólido-líquido, los sólidos son separados del ácido fosfórico y la torta de yeso remanente es sometida a dos lavados con ácidos diluidos (8% p/p y 5% p/p de P_2O_5 aproximadamente) y uno final con agua caliente para desplazar el P_2O_5 ocluido en los poros de la torta, el yeso libre de fosfato es mezclado con agua en otro tanque y bombeado al área de disposición de yeso.

El ácido fosfórico obtenido en la primera etapa de la sección de filtración (ácido débil entre 24% p/p y 26% p/p P_2O_5) es enviado a un tanque sedimentador con un sistema de clarificación, antes de ser enviado a las unidades de evaporación, con la finalidad de eliminar los sólidos presentes en dicho filtrado. En el evaporador, este ácido es concentrado a un 40% p/p de P_2O_5 aproximadamente; posteriormente, es almacenado para ser empleado como materia prima en la producción de los fertilizantes: N.P.K y R.P.A, principalmente.

Un segundo filtrado (ácido débil entre 16% p/p y 18% p/p P_2O_5 aproximadamente), producto del lavado del yeso con 8% p/p de P_2O_5 , es retornado al reactor continuamente y los filtrados producto del lavado de la torta de yeso con 5% p/p de P_2O_5 y agua caliente son recirculados como fluidos de lavado de torta, para extraer el P_2O_5 ocluidos en los poros de dicha torta de yeso.

Para el proceso de producción de ácido fosfórico, específicamente en la sección de reacción, influyen variables importantes como lo son: efecto en el tamaño de la roca micronizada que se alimenta al reactor, composición de la roca fosfática, los iones sulfatos presentes en el medio de reacción o también llamada acidez libre del proceso, la temperatura del lodo en el reactor, la cantidad los sólidos presentes en el lodo, la composición de P_2O_5 en el lodo de reacción y efectos del sistema de reacción.

En esta sección, es donde ocurre la cristalización del sulfato de calcio o formación del cristal de yeso, los cuales se obtienen de diferentes forma como por ejemplo: forma de estrella, rómbicas, agujas entre otras y de diferentes tamaños; donde la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración depende directamente de estas características de cristal de yeso obtenido. El propósito de esta investigación es determinar la forma y tamaño de cristal de yeso, donde se logre



la máxima recuperación de P_2O_5 contenida en la torta de yeso en la sección de filtración, mediante la manipulación de las variables que influyen en la sección de reacción, con la finalidad de obtener cristales fácilmente filtrables, en el proceso de producción de ácido fosfórico del Complejo petroquímico Morón.

1.2 FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

Actualmente en la planta de ácido fosfórico del Complejo Petroquímico Morón se obtiene en la sección de reacción, cristales de yeso con cierta forma y tamaño que inciden en la recuperación de P_2O_5 contenido en la torta de yeso, producida en la sección de filtración.

Tomando en cuenta esta situación se plantea la necesidad de evaluar las condiciones de operación de la sección de reacción, para llegar a la forma y tamaño de cristales de yeso que permita obtener la mayor recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

1.2.1 Situación actual

En el proceso de producción de ácido fosfórico vía húmeda del Complejo petroquímico Morón, la forma y tamaño del cristal de yeso, obtenido mediante el control de las variables involucradas en la sección de reacción, influyen significativamente en la filtrabilidad del P_2O_5 ocluido en los poros de la torta de yeso, y por ende; en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

Por otra parte; se desconocen las condiciones de operación del proceso en la sección de reacción, donde se logre obtener cristales de yeso con una forma y tamaño que permita la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

1.2.2 Situación deseada

Establecer las condiciones de operación de las variables de proceso que influyen en la sección de reacción; que permitan obtener cristales de yeso con la forma y tamaño más adecuado, que proporcione la mayor recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.



1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo general

Determinar las condiciones de operación donde se logre la forma y tamaño de cristal de yeso que permita la máxima recuperación de P_2O_5 en la planta de H_3PO_4 del Complejo Petroquímico Morón.

1.3.2 Objetivos específicos

- 1 Definir las variables críticas que intervienen en la sección de reacción, a fin de conocer que variables influyen significativamente en la forma y tamaño del cristal de yeso.
- 2 Diagnosticar las condiciones actuales de operación en la sección de reacción del proceso de producción de ácido fosfórico, para tener conocimiento del punto de partida de la investigación.
- 3 Precisar las condiciones de operación en la sección de reacción que permita obtener la forma y tamaño de cristal de yeso, donde exista la máxima recuperación de P_2O_5 contenido en la torta de yeso formada en la sección de filtración, para así; disminuir las pérdidas de P_2O_5 .
- 4 Analizar la influencia de las variables críticas que intervienen en la sección de reacción en la forma y tamaño del cristal de yeso, con la finalidad de lograr la mayor recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.
- 5 Estimar el beneficio económico obtenido con la implementación de las condiciones de operación recomendadas para lograr la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, con el propósito de justificar su posible aplicación.



1.4 JUSTIFICACIÓN

Esta investigación tiene gran relevancia a nivel social, ya que al aumentar la cantidad de ácido fosfórico recuperado se aumentaría la producción de fertilizantes, logrando satisfacer en mayor medida las demandas del sector agrícola nacional. En cuanto a la conveniencia y beneficios de la investigación, se tendrá una solución para disminuir las pérdidas de P_2O_5 en la torta de yeso en la sección de filtración del proceso de producción de ácido de fosfórico, del Complejo Petroquímico Morón.

En cuanto a las implicaciones prácticas; la investigación se orienta a dar una solución al problema planteado, dando como resultado la forma y tamaño más adecuado de cristal de yeso del proceso de producción de ácido fosfórico, la cual va en función de mejorar el proceso productivo de la planta. Desde el punto de vista teórico, es de gran importancia para la empresa PEQUIVEN porque le permite disminuir pérdidas en la planta de ácido fosfórico del Complejo Petroquímico Morón y aumentar la producción de fertilizantes, quedando un material en dicha empresa que sirve de guía para la solución de problemas similares en un futuro.

Por otra parte; la realización de este estudio, da la oportunidad de dejar documentado en la Universidad de Carabobo un trabajo sobre la evaluación de variables que influyen en la sección de reacción del proceso de producción de ácido fosfórico, donde se obtenga la mayor recuperación de P_2O_5 de la torta de yeso formada. También, se llevan a cabo trabajos en planta que permiten reforzar y poner en práctica los conocimientos y habilidades adquiridas a lo largo de la carrera de Ingeniería Química, además de ofrecer experiencia laboral.

1.5 LIMITACIONES

Las limitaciones que se pueden presentar en este trabajo es el tiempo de realización del estudio, ya que se deben realizar diversas pruebas para llegar a la solución del problema y cada prueba necesita de la toma de mediciones reiteradas para tener resultados confiables, donde el tiempo puede ser prolongado. Además en el lapso de la investigación lleva a cabo una parada de planta programada.



CAPÍTULO II

MARCO REFERENCIAL TEÓRICO

En esta sección se dará a conocer las bases teóricas que sirvieron de punto de partida para el desarrollo de esta investigación, así como, la información necesaria sobre estudios realizados anteriormente por expertos en el área.

2.1 ANTECEDENTES

En esta sección se dará a conocer los objetivos, conclusiones, semejanzas y diferencias de investigaciones y proyectos que presentan fines similares a los perseguidos en este trabajo.

Janikowski, S.M; Robinson, N y otros en 1964 realizaron un trabajo titulado: **Insoluble phosphate losses in phosphoric acid manufacture by the wet process: theory and experimental techniques**, en The fertilizer society. Londres.

El objetivo de esta investigación es discutir sobre aspectos relacionados a las pérdidas por P_2O_5 insoluble en la torta de yeso: pérdidas debido a la reacción incompleta de la roca fosfática y pérdidas ocasionadas por el P_2O_5 ocluido en los poros de la torta de yeso. Este estudio proporciona una metodología a nivel de laboratorio que permite determinar la reactividad de la roca fosfática bajo condiciones de estado continuo; además de estudiar la reactividad con respecto a su granulometría y origen. Adicionalmente, se obtiene una relación entre las pérdidas de P_2O_5 y el contenido de sulfato libre en fase líquida.

Esta investigación guarda similitud con la planteada, ya que es necesario estudiar ambos tipos de pérdidas por P_2O_5 insoluble en la torta de yeso, para poder determinar la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

Casillas, Juan en 1991 realizó una investigación sobre: **Fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda**, en Fesa, Fertilizantes Españoles, S. A. España.



La finalidad de este estudio es dar una explicación del proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda y como influyen las distintas variables involucradas en el mismo (materias primas, reacción y cristalización). Se llega a la conclusión de que el aumento de P_2O_5 en fase líquida aumenta la concentración de iones fosfato; un aumento en la viscosidad del lodo da lugar a la nucleación con deterioro de las condiciones de cristalización lo que hace difícil que crezcan cristales fácilmente filtrables; aumentar la temperatura mejora la cristalización pero la limitación radica en la formación de hemihidratos; el aumento de iones sulfato libre reduce la concentración de iones calcio; el aumento en el contenido de sólidos aumenta el crecimiento del cristal y disminuye la nucleación.

Este antecedente se asemeja a la investigación que se realiza, ya que algunas de las variables estudiadas influyen de manera directa y significativa en la formación del cristal de yeso. La diferencia que se presenta es que las investigaciones se llevan a cabo con materia prima distinta, es decir; otro tipo de roca y bajo condiciones de operación distinta.

Bermúdez, Julimar; Bernal, Pedro y otros en 1995 llevaron a cabo una investigación sobre: **Asistencia técnica integral al Complejo Morón, evaluación a escala banco de la roca fosfática de Riecito en la producción de H_3PO_4** , en INTEVEP, S. A. Filial de Petróleos de Venezuela, S. A. Los Teques.

El objetivo de estas pruebas es determinar las condiciones de operación óptimas (contenido de sólidos y sulfato libre) en el proceso de producción de H_3PO_4 a partir de la roca fosfática de Riecito. Se llega a la conclusión de que el contenido de sólidos debe mantenerse entre 29% p/p y 33% p/p y el contenido de sulfato libre entre 1,5% p/p y 3,5% p/p. Con estas condiciones la producción factible de P_2O_5 es de 200 TMD de P_2O_5 de manera estable y sostenida, respecto a la capacidad nominal de diseño que es de 250TMD.

Este antecedente tiene similitud con la investigación propuesta, debido a que la composición de la roca fosfática de Riecito y la cantidad de iones sulfato libre influyen directamente en la cristalización del sulfato de calcio.



Molero A, Aracelis del V en 1995 realizó un trabajo sobre la **Evaluación de la sección de filtración de la planta de ácido fosfórico Complejo Morón**. Estado Carabobo.

El objetivo de este trabajo consiste en evaluar el efecto de las variables: temperatura del lodo en el reactor y el espesor de la torta de yeso sobre el rendimiento de la sección de filtración. Se determinó que la mayor velocidad de filtración se obtiene a una temperatura entre 75°C y 78°C, un espesor óptimo de torta de yeso entre 7cm y 9cm, y por otra parte; los análisis de P_2O_5 en los poros de la torta de yeso demostraron que el filtro opera con una eficiencia de 98%.

Este trabajo tiene similitud con la investigación que se realiza; debido a que es importante evaluar las variables antes mencionadas, para lograr la máxima recuperación del P_2O_5 contenido en la torta de yeso. La diferencia que se presenta, radica en que se hará una evaluación de otras variables importantes como lo son: la acidez libre del medio de reacción, la cantidad de sólidos presente en el lodo del reactor, la composición de la roca fosfática y el porcentaje de P_2O_5 presentes en el lodo, en la sección de reacción.

Macedo, Sandra en 1997 hizo un estudio sobre: **Ayudantes de cristalización y filtración en la producción de ácido fosfórico**, en INTEVEP, S. A. Filial de Petróleos de Venezuela, S. A. Los Teques.

La finalidad de esta investigación es identificar que tipos de aditivos se utilizan para mejorar la filtración del P_2O_5 del cristal de yeso obtenido del proceso de producción de H_3PO_4 ; a partir de la roca fosfática de Riecito. Este estudio demuestra que los aditivos pueden estar enfocados a dos funciones: la primera es mejorar la cristalización, lo cual incrementa directamente la eficiencia en la operación de filtración y el segundo tipo son aquellos que sin intervenir en el proceso de reacción, son añadidos al filtro afectando las propiedades del lodo y por ende sus características de filtración.

La semejanza de esta investigación con el estudio que se realiza, es que se quiere obtener un cristal de yeso que logre la máxima de recuperación de P_2O_5 en la torta de yeso y con la ayuda de estos aditivos es posible mejorar la forma y tamaño del cristal.



Macedo, Sandra; De Faria, Núñez y otros en 1997 realizaron un trabajo sobre la **Evaluación de aditivos ayudantes de filtración comerciales en el proceso de producción de ácido fosfórico, vía DH a partir de roca Riecito**, en INTEVEP, S. A. Filial de Petróleos de Venezuela, S. A. Los Teques.

El objetivo de este trabajo es estudiar el efecto de seis aditivos ayudantes de filtración aportados por la empresa ARR-MAZ en la etapa de filtración, durante el proceso de producción de H_3PO_4 a partir de la roca fosfática de Riecito cuando se incrementa la cantidad de sólidos en el lodo a 37% p/p y 38% p/p. Como resultado, no es recomendable operar la roca de Riecito con un contenido de 38% p/p de sólidos y de procesarla bajo estas condiciones, la adición de aditivo ARR-MAZ A417 a una dosis de 60mg de aditivo entre litros de lodo incrementará la recuperación de P_2O_5 en el filtro desde 53% sin aditivo a 61%. Esta mejora no evita la retención de ácido en la primera etapa de filtrado ni la acumulación de P_2O_5 en el sistema, por lo cual no se recomienda el uso de aditivos para operar roca fosfática de Riecito a estas condiciones de operación. Este antecedente tiene analogía con la investigación que se lleva a cabo, ya que la cantidad de sólidos presentes en el lodo afecta el proceso de cristalización.

Abdel-Aal, E.A; B, Moudgil y otros en 1999 realizaron una investigación titulada: **Filtration efficiency and size distribution of phosphogypsum: effect of organic additives**, en la Society for Mining, metallurgy, and Exploration, Inc. Florida.

El objetivo de este trabajo es estudiar como afecta el hecho de agregar aditivos orgánicos al proceso de producción de ácido fosfórico, como agentes modificadores del proceso de cristalización; sabiendo que la forma y tamaño del cristal de yeso afecta directamente la eficiencia de la filtración del mismo. Con este estudio se puede concluir que los aditivos ayudantes de filtración, afectan la formación de los cristales; por lo que, un incremento en la rata de filtración se debe básicamente a modificaciones en la forma y distribución del tamaño del cristal de yeso. También, que la eficiencia en la filtración, esta influencia por el tipo y dosis de aditivo suministrada. La investigación de asemeja a la actual, ya que busca mejorar la recuperación de P_2O_5 en el filtrado.



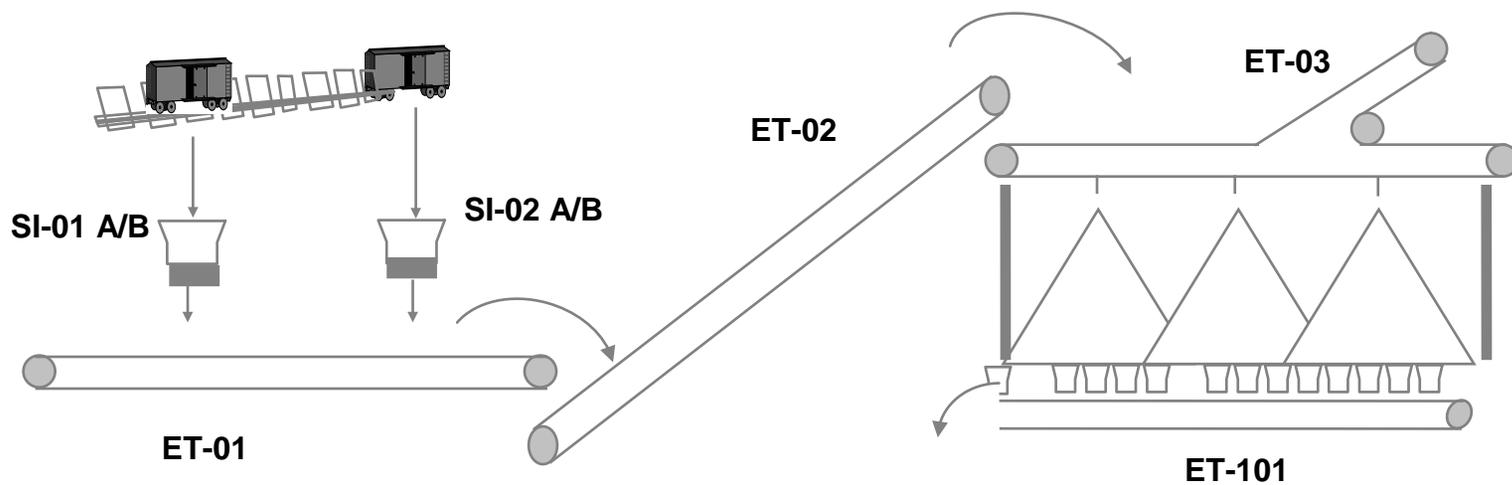
2.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO DEL COMPLEJO PETROQUÍMICO MORÓN

De acuerdo con el Manual de Operaciones de Planta del Complejo Petroquímico Morón, el primer paso para la producción de H_3PO_4 es la recepción de la roca fosfática (ver figura 2.1); dicha roca es explotada de la mina de Riecito (Estado Falcón) y es transportada en tren al Complejo para ser recibida y almacenada en la sección de recepción (ET-101), luego es depositada en tolvas que alimentan a una serie de cintas transportadoras para ser llevada a la sección de secado. La sección de secado de la roca (ver figura 2.2), consta de un secador rotatorio (TR-201) con la finalidad de disminuir su contenido de humedad y así facilitar la molienda; la roca ingresa al secador con un contenido de humedad entre 8% p/p y 10% p/p y sale con un máximo de 1% p/p de humedad. Posteriormente está la sección de molienda de la roca (ver figura 2.3); aquí la roca fosfática seca se microniza, el 60% de las partículas presentan un tamaño menor a 200 mesh tyler (0,074 mm), se emplea un molino de bolas, recipiente horizontal y cilíndrico, (MF-301) recubierto internamente con acero endurecido y cuya tercera parte del volumen está ocupado con bolas de acero entre 20mm y 40mm de tamaño, la roca micronizada es conducida hacia un clasificador para efectuar el control de granulometría donde las partículas con sobre medida son rechazadas y devueltas al molino, las aptas son almacenadas en silos.

En la sección de reacción (ver figura 2.4); la roca fosfática micronizada reacciona con H_3PO_4 entre 16% p/p y 18% p/p P_2O_5 y H_2SO_4 al 98% p/p, se mezclan en un reactor de tecnología Dorr Oliver (SR-402) que consiste en un tanque cilíndrico de sección anular provisto de seis agitadores que permiten un mezclado rápido y completo, es una reacción exotérmica la cual se describe de acuerdo a la reacción I. La materia prima se alimenta continuamente al reactor para producir lodo, medio de reacción compuesto fundamentalmente por cristales de yeso en crecimiento, H_3PO_4 en fase líquida (entre 24% p/p y 26% p/p P_2O_5), cantidades controlada de iones sulfato en solución (entre 1,5% p/p y 3% p/p), agua y otros compuestos procedentes de la roca. La temperatura del lodo es controlada entre 76°C y 82°C mediante un sistema de vacío y recirculación de lodo frío. En el enfriador, los gases y vapores no condensables son arrastrados y lavados con agua a contracorriente en el condensador de contacto directo, el lodo enfriado retorna al reactor como H_3PO_4 entre 16% p/p y 18% p/p P_2O_5 , los gases desprendidos del reactor son

ÁREA 100

Roca fosfática de las minas de Riecito



Roca fosfática a la sección de secado

Figura 2.1: Diagrama de flujo de recepción de la roca fosfática proveniente de las minas de Riecito

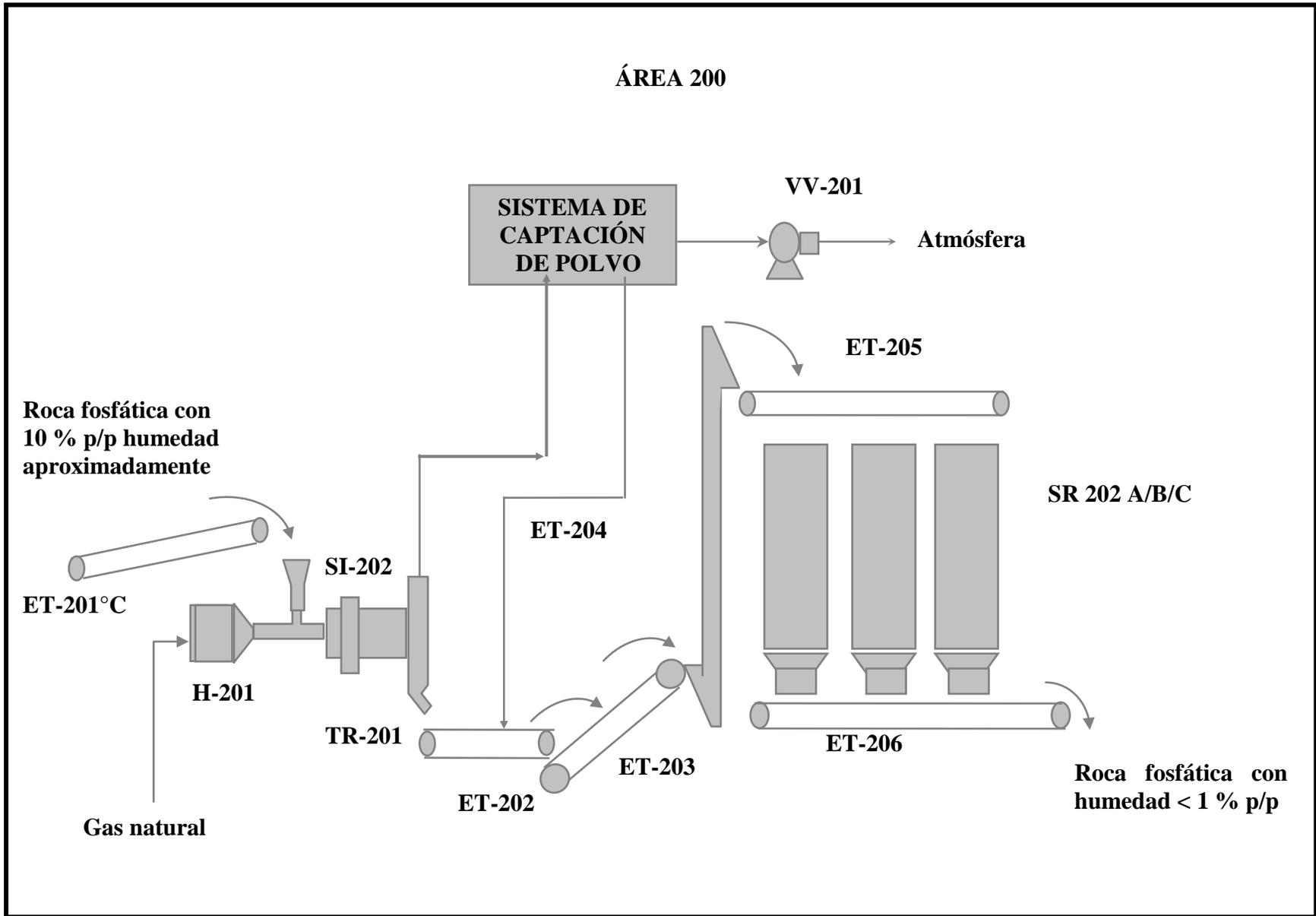


Figura 2.2: Diagrama de flujo de la sección de secado del proceso de producción de ácido fosfórico

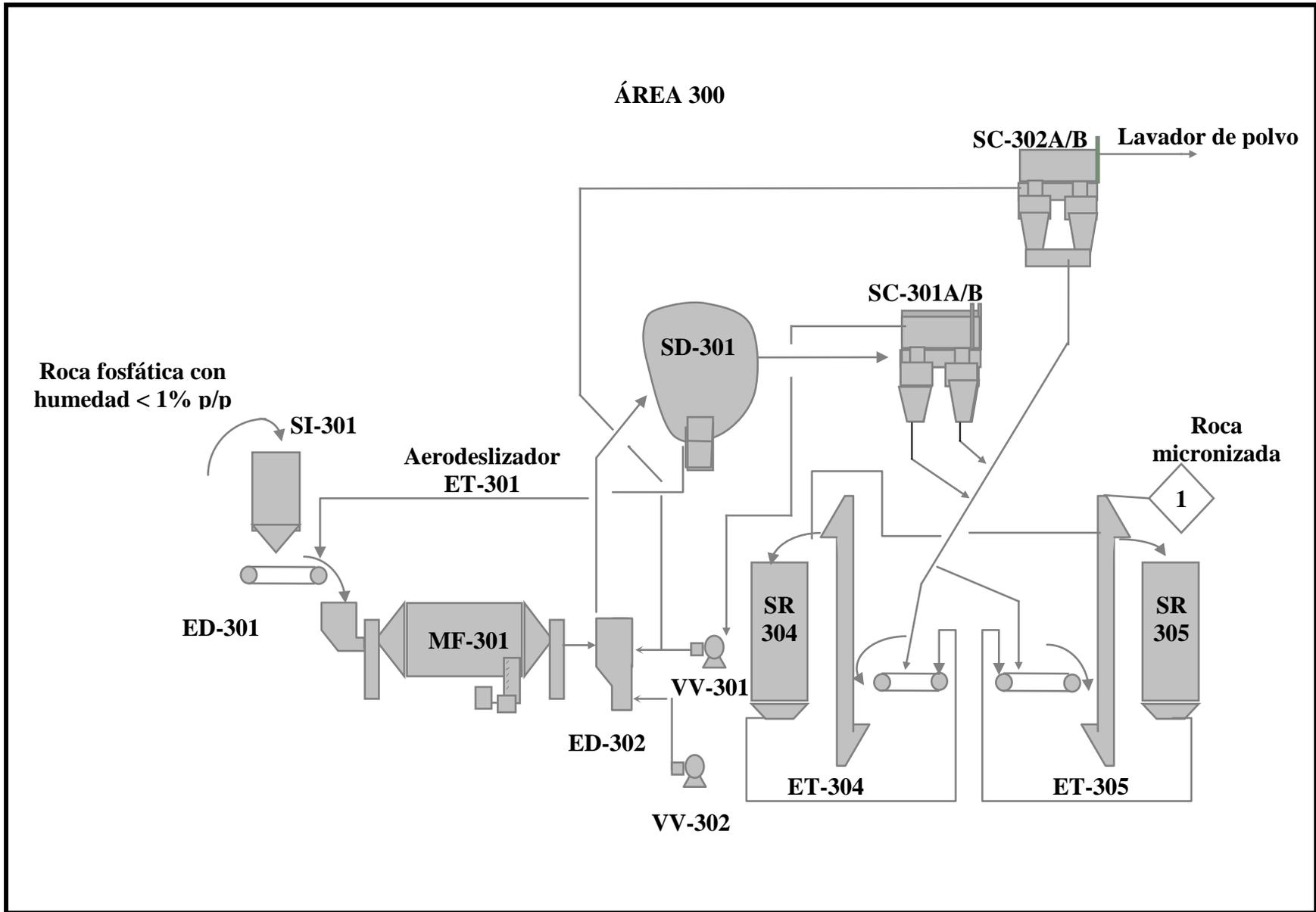


Figura 2.3: Diagrama de flujo de la sección de molienda del proceso de producción de ácido fosfórico

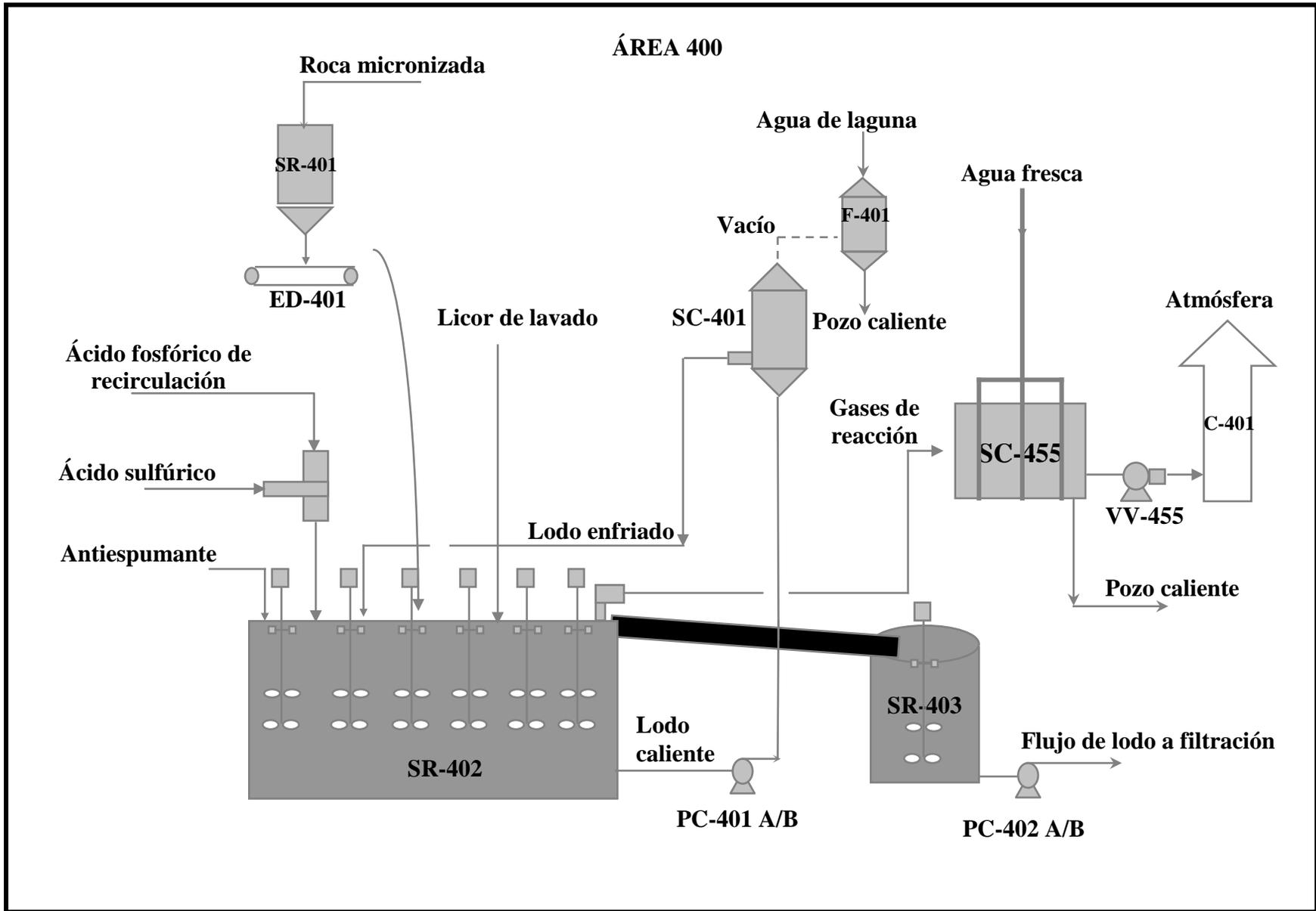


Figura 2.4: Diagrama de flujo de la sección de reacción del proceso de producción de ácido fosfórico



extraídos con agua en un lavador de tipo flujo cruzado, en esta etapa se produce una espuma que es controlada mediante la dosificación de antiespumantes.

El lodo producido en la sección de reacción es enviado a un tanque con agitación (SR-403) que provee volumen adicional para el crecimiento cristalino, desde el tanque es enviado a la sección de filtración (ver figura 2.5): consistente en un filtro de banda (FI-550) que utiliza el vacío para la mejor separación sólido-líquido, los sólidos son separados del H_3PO_4 y la torta de yeso remanente es sometida a dos lavados con ácidos diluidos (8 % p/p y 5% p/p de P_2O_5) además de uno final con agua caliente para desplazar el P_2O_5 ocluido en los poros de la torta, el yeso libre de fosfato es mezclado con agua en otro tanque y bombeado al área de disposición. El H_3PO_4 filtrado en la primera sección (P_2O_5 entre 24% p/p y 26% p/p) es enviado a un tanque sedimentador con un sistema de clarificación antes de ser enviado a las unidades de evaporación; un segundo filtrado entre un 16% p/p y 18% p/p P_2O_5 , producto del lavado del yeso con 8% p/p de P_2O_5 , es retornado al reactor y los filtrados producto del lavado de la torta con 5% p/p de P_2O_5 y agua caliente son recirculados como fluidos de lavado de torta.

La siguiente sección es la de clarificación (ver figura 2.5); es donde el ácido proveniente de la primera sección de filtrado es enviado a un sistema clarificador (SR-501), que consiste en un tanque decantador para remover el exceso de sólidos presentes en el ácido producido y ayudar al logro de una operación más eficiente en la sección de filtración. En la sección de evaporación del H_3PO_4 (ver figura 2.6); el ácido separado del primer filtrado es enviado a un sistema de evaporación al vacío con recirculación forzada (SC-601A, SC-601B, SC-601C), el cual tiene la finalidad de eliminar la mayor cantidad de agua posible para incrementar la concentración de dicho ácido, el P_2O_5 sale del evaporador con una composición de 40% p/p aproximadamente.

En la sección de almacenaje (ver figura 2.7); se dispone de un área para el almacenamiento del H_3PO_4 evaporado. La última sección que se tiene es la de disposición de agua y yeso donde la planta cuenta con dos lagunas: una de enfriamiento que recibe el agua de proceso caliente y contaminada para enfriarla y recircularla hacia la planta para su reutilización como agua de proceso y la laguna de disposición de yeso, la cual recibe la suspensión de yeso procedente del filtro, lo separa para almacenarlo y regresa el agua a la laguna de enfriamiento para emplearla nuevamente en el proceso productivo de la planta de H_3PO_4 .

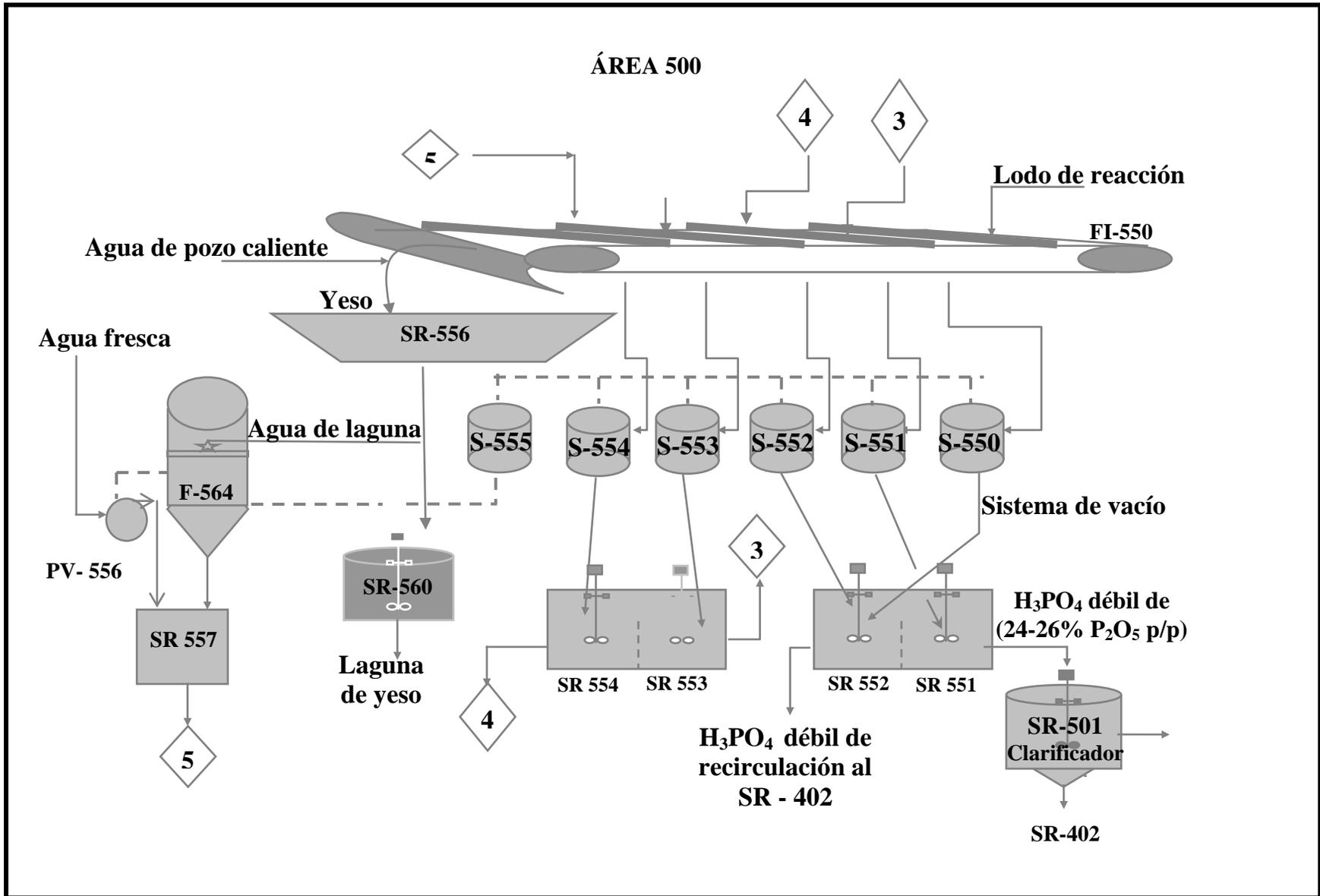


Figura 2.5: Diagrama de flujo de la sección de filtración del proceso de producción de ácido fosfórico

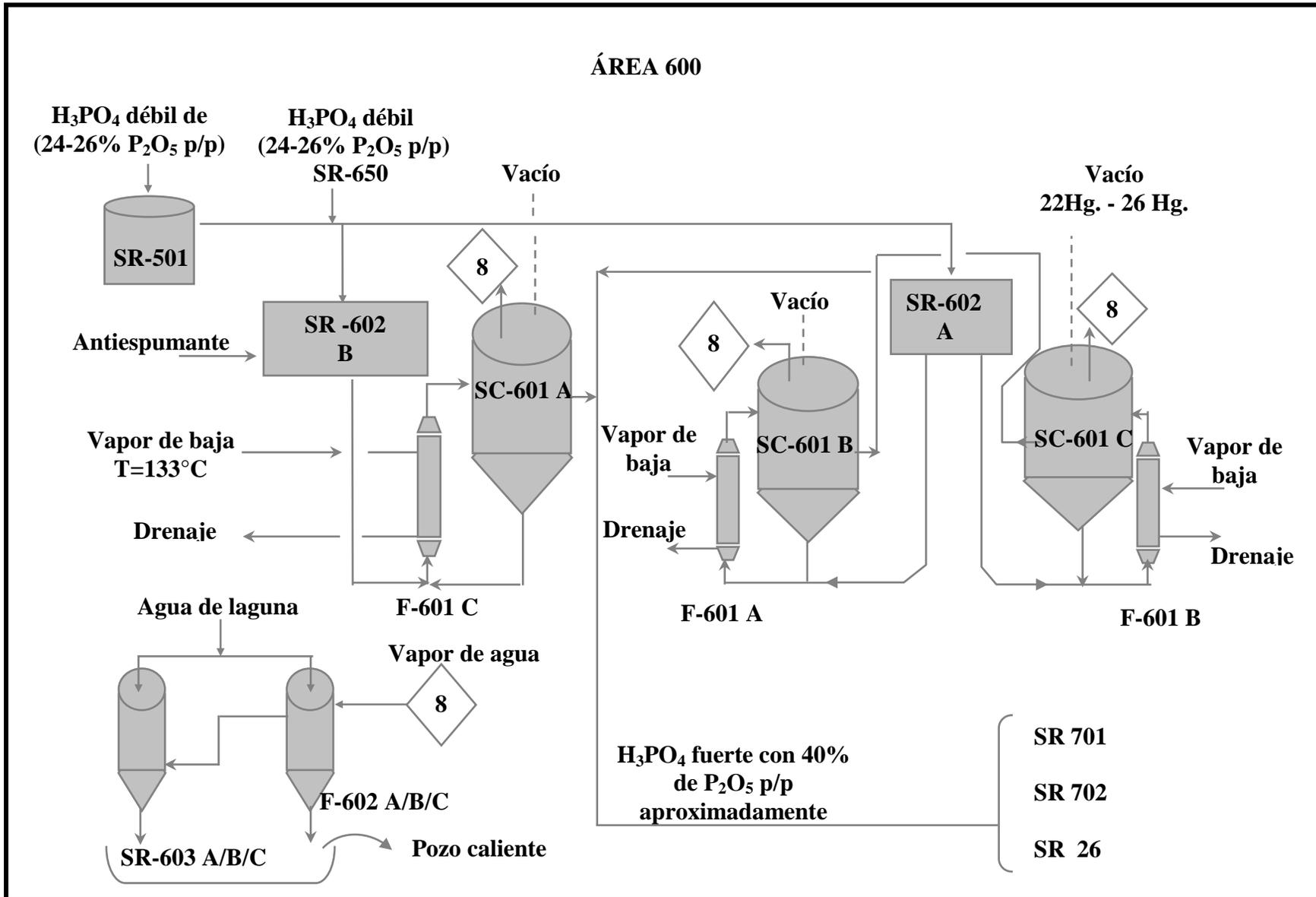


Figura 2.6: Diagrama de flujo de la sección de evaporación del proceso de producción de ácido fosfórico

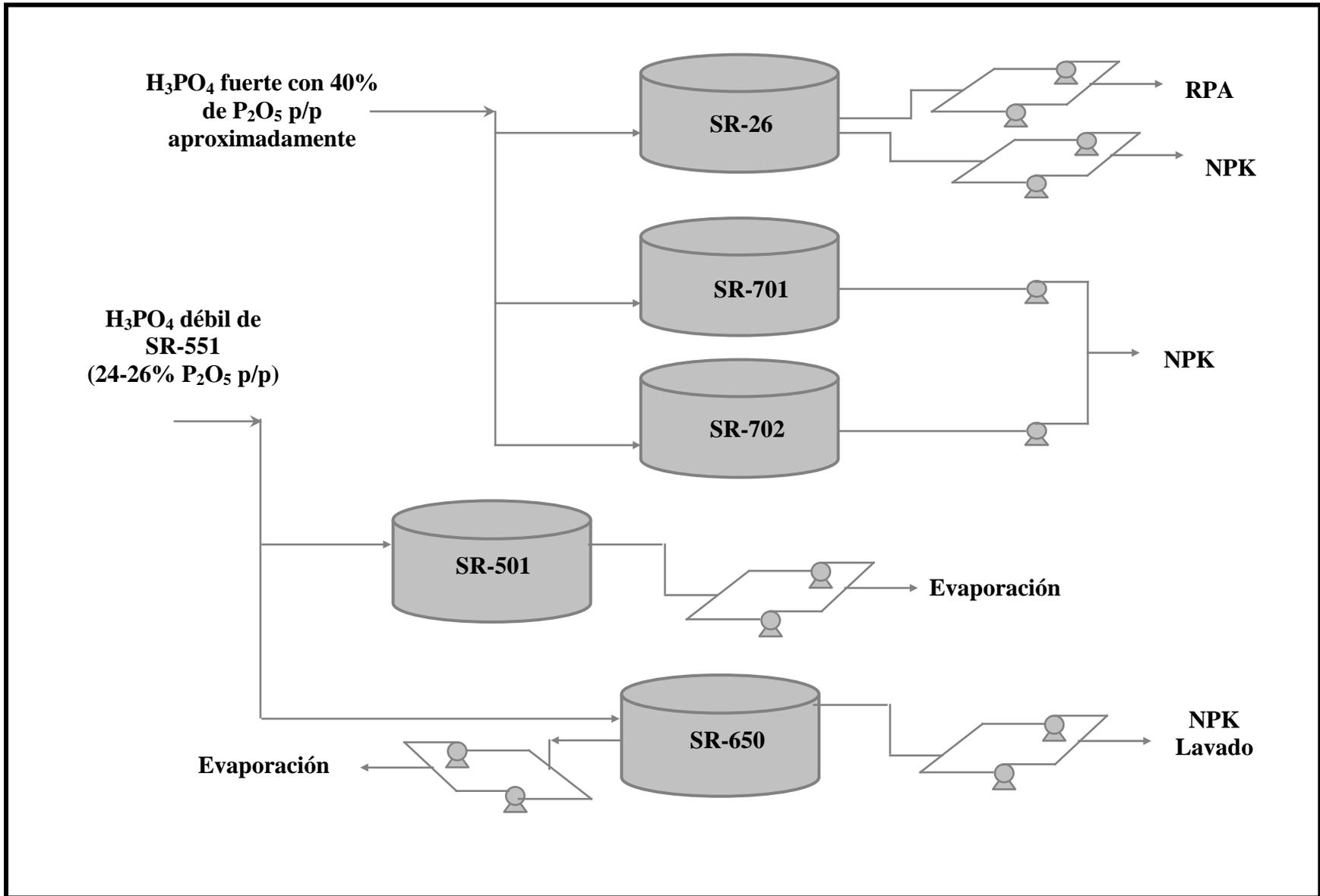


Figura 2.7: Diagrama de flujo de la sección de almacenamiento del proceso de producción de ácido fosfórico

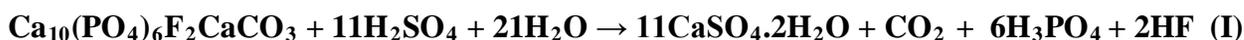


2.3 REACCIÓN Y CRISTALIZACIÓN DEL SULFATO DE CALCIO EN EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO VÍA HÚMEDA

2.3.1 Mecanismo de reacción del proceso de producción de ácido fosfórico vía húmeda

En este proceso la descomposición de la roca fosfática ocurre por medio del ataque de un ácido mineral; estos ácidos pueden ser: sulfúrico, nítrico y clorhídrico; los cuales son usados en los procesos comerciales. El ácido sulfúrico es el comúnmente empleado en la producción de ácido fosfórico destinado a la producción de fertilizantes. El ácido nítrico se usa generalmente cuando se desea obtener nitrofosfatos y el clorhídrico para la fabricación de fosfatos bicalcitos pero no es considerado competitivo para la producción de fertilizante (Fertilizer Manual, 1979).

La reacción global que describe el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda, empleando H_2SO_4 como mineral, para realizar el ataque a la roca fosfática; es el siguiente:



Fluorapatita
carbonada

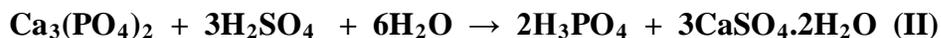
Sulfato de calcio
dihidratado

Dióxido
de
carbono

Ácido
fluorhídrico

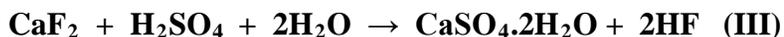
La reacción I, se puede dividir en tres etapas simultáneas y simplificadas, como sigue:

- El fosfato tricálcico se convierte en H_3PO_4 y sulfato de calcio dihidratado:



Fosfato
tricálcico

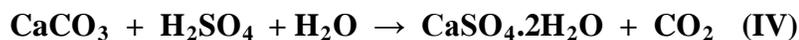
- El fluoruro de calcio presente en la roca fosfática reacciona en el medio, dando lugar a la obtención de ácido fluorhídrico y sulfato de calcio dihidratado:



Fluoruro de
calcio

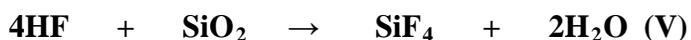


- El carbonato de calcio constituyente de la roca fosfática, se convierte en dióxido de carbono y sulfato de calcio dihidratado:



Carbonato de
calcio

Por otra parte; el ácido fluorhídrico producido, reacciona con la sílice presente en la roca fosfática obteniéndose tetrafluoruro de silicio el cual se hidroliza para formar ácido fluorosilícico:



Óxido de
silicio

Tetrafluoruro
de silicio



Ácido
fluosilícico

2.3.2 Cristalización del sulfato de calcio

En la reacción llevada a cabo en el proceso de producción de ácido fosfórico vía húmeda (reacción I), se combina el ion calcio de la roca fosfática con el ión sulfato presente en el H_2SO_4 y el resultante sulfato de calcio se separa del producto de reacción por precipitación. La reacción del proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda, ocurre en presencia de un exceso de H_3PO_4 y adicionalmente se puede dividir en tres reacciones simultáneas y paralelas:

- Dispersión del H_2SO_4 en el medio de reacción:



- Los iones H^+ atacan las partículas de roca fosfática que se introducen en el reactor y se dispersan en el lodo:



Los iones H^+ que participan en la reacción global del proceso pertenecen al ácido sulfúrico incorporado al medio de reacción; así como, al excesivo ácido fosfórico en el lodo. Hay aproximadamente 25 veces más moléculas de H_3PO_4 que de H_2SO_4 .



- La combinación de los iones Ca^{2+} con los iones SO_4^{2-} originan la consecuente cristalización:



El principal objetivo durante el proceso de reacción y cristalización es obtener un alto rendimiento en la extracción del P_2O_5 contenido en la roca fosfática y maximizar la recuperación del P_2O_5 en la etapa de filtración, optimizando las condiciones que conducen la formación de cristales fácilmente filtrables (Casillas J, 1991).

Adicionalmente, en el proceso de cristalización la mejor medida para el crecimiento es un sistema que permita la máxima dispersión de los iones Ca^{2+} y los iones SO_4^{2-} alimentados al medio de reacción (Manual de Operación de Planta, 1990).

2.3.3 Crecimiento de los cristales de yeso

De acuerdo con estudios realizados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda; se determina que las características del cristal de yeso que se desean obtener son: forma rómbica de cierto espesor y una longitud no superior a dos o tres veces su anchura. Los cristales de yeso que presentan estas características, proporcionan una velocidad de filtración razonable y pueden ser lavados con facilidad. Debido a que el tamaño de un cristal de yeso es inversamente proporcional a su número, es necesario limitar la formación de núcleos cristalinos; ya que se buscan cristales que filtren bien independientemente que presenten tamaños medio; esto se consigue manteniendo un bajo grado de sobresaturación en el sistema de ataque por medio de: control de las concentraciones de iones sulfato libre; manteniendo la recirculación de lodo elevada para proporcionar superficie de cristalización a los nuevos cristales formados.

Por otra parte; el grado de saturación del medio disminuye considerablemente manteniendo un exceso de H_2SO_4 en todos los puntos del sistema de reacción, de tal manera que no haya en ningún momento una gran concentración de iones Ca^{2+} en solución. La dilución del H_2SO_4 del 98% p/p al 70% p/p o 75% p/p; ayuda a mantener el contenido de sulfato libre en cualquier punto del sistema de ataque a un bajo nivel. Un factor importante que ayuda a la tasa



elevada de recirculación de lodo es la agitación, esta minimiza el grado de acidez libre en el reactor y reduce el nivel de sobresaturación; las áreas localizadas donde podrían aparecer altas concentraciones de acidez libre promueven un buen crecimiento del cristal, manteniendo un mejor contacto entre los cristales existentes y las nuevas superficies cristalinas en formaciones. Esto minimiza el número de núcleos cristalinos, originando la formación de cristales de mayor tamaño en lugar de cristales pequeños o de poco espesor (Casillas J, 1991).

2.3.4 Factores que afectan la cristalización del sulfato de calcio

En el proceso de producción de H_3PO_4 la operación más importante es la cristalización del sulfato de calcio ya que un buen funcionamiento en el proceso de cristalización proporciona: un alto rendimiento en la recuperación de P_2O_5 de la roca fosfática, la obtención de la máxima concentración de P_2O_5 en el proceso, con los subsecuentes ahorros de energía, y la formación de cristales fácil y eficientemente filtrables, minimizando las pérdidas de P_2O_5 soluble en la torta de yeso. Es importante saber que el funcionamiento eficiente en la sección de filtración, está correlacionada con la formación de cristales cuya relación superficie-volumen no sea muy elevada y con los cuales se construya una torta de yeso con una superficie lo suficientemente porosa que permita que el H_3PO_4 producido fluya fácilmente a través de ella. La distribución del tamaño de los cristales de yeso; así como su forma, rigen la relación superficie-volumen y porosidad de la torta de yeso. Cristales muy grandes en conjunto con otros muy pequeños, sin cristales con tamaños promedios, conducen a una baja eficiencia de operación en la sección de filtración. La mayoría de los fosfatos; luego de haber estado en contacto con el lodo en el medio de reacción, presentan diferentes formas (ver figura 2.8) como de tablas alargadas, donde los cristales planos presenten malas características de filtrado.

Adicionalmente, los cristales de yeso formados pueden presentar una mezcla de diferentes formas como por ejemplo: esferas cubiertas de pequeñas pirámides, comúnmente llamados de racimo; estos forman canales para coexistir entre el material plano, los cuales favorecen el flujo de líquido a filtrar. Una porción alta de cristales de tamaños intermedios o promedios, favorecen la eficiencia en la sección de filtración al formar una capa de recubrimiento en el tejido de la tela

de filtro; evitando que los cristales más pequeño se incrusten en dicha tela y perjudiquen el proceso de filtración (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

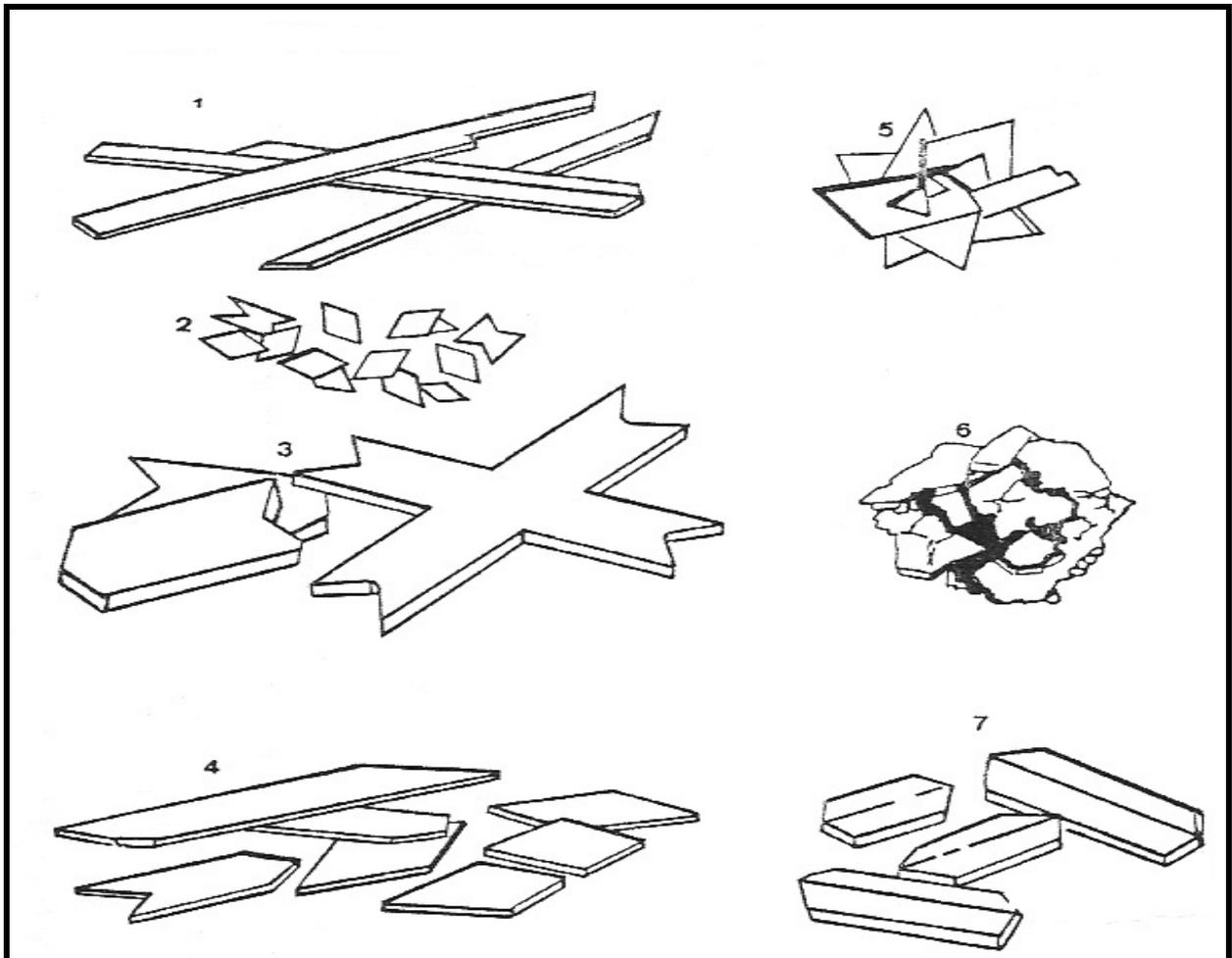


Figura 2.8: Tipos de cristales de sulfato de calcio formados en el medio de reacción

Fuente: Becker Pierre. *Acid phosphoric and phosphate. Raw materials, technology, and economics of the wet process.* 1989.

Donde:

- 1: cristales alargados o tipo aguja.
- 2: cristales pequeños y delgados.
- 3: cristales rómbico X-Y.
- 4: cristales tipo tabla.
- 5 y 6: cristales tipo clusters o aglomerado.
- 7: cristales tipo rómbico grueso.



Los factores que intervienen en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 e intervienen en la formación cristal de yeso, son los siguientes: tamaño de partícula de roca fosfática alimentada al reactor, composición de la roca fosfática empleada en el proceso, acidez libre en el lodo del reactor, temperatura del medio de reacción, cantidad de sólidos presentes en el lodo, composición de P_2O_5 en el lodo de reacción, comportamiento del sistema de reacción (Becker P, 1989).

1. Tamaño de partícula de roca fosfática que se alimenta al reactor

La distribución del tamaño de partícula de roca fosfática posee un rango óptimo de especificación basado en el origen de la roca y en el tipo de proceso o sistema utilizado debe ser regular o promedio cuanto sea posible, debido a que alimentar fracciones muy finas de roca conduce a una elevada velocidad de reacción y las partículas muy gruesas, por encima de $200\mu\text{m}$, tienen fuerte tendencia al recubrimiento. Así mismo el tamaño de partícula de roca fosfática introducida al reactor, determina la libertad de movimiento que presentan los iones Ca^{2+} y SO_4^{2-} para lograr la formación del cristal de yeso en el medio de reacción (Becker P, 1989).

2. Composición de la roca fosfática empleada en el proceso

La roca fosfática existe principalmente como mineral francolita, que es una fluorapatita carbonada combinada en menores cantidades con cloroapatita e hidroxiapatita. En el proceso de producción de H_3PO_4 es importante hacerle un análisis a la roca fosfática a emplear, con la finalidad de conocer su contenido de P_2O_5 e impurezas y así tener un criterio inicial respecto a la calidad de la roca (Casillas J, 1991).

En el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda los criterios principales a evaluar en la roca fosfática son:

- Cantidad de P_2O_5 : la roca fosfática de acuerdo a su composición de P_2O_5 se clasifica de la siguiente manera (ver tabla 2.1):

TABLA 2.1: CLASIFICACIÓN DE LA ROCA FOSFÁTICA RESPECTO AL CONTENIDO DE P_2O_5

Clasificación de la roca fosfática	P_2O_5 [% p/p]	Indicador de P_2O_5 en la roca fosfática [BPL]
Alto tenor	Mayor de 33	72
Tenor normal	30-32	65-72
Bajo tenor	26-30	57-65
No utilizable	Menor de 26	56

Fuente: Casillas Juan. *Fabricación de Ácido fosfórico Vía Húmeda*. 1991

Lo que significa que a mayor contenido de P_2O_5 en la roca fosfática, más puro será el H_3PO_4 obtenido en el proceso.

Con respecto a las impurezas presentes en la roca, se tiene:

- Iones calcio y sulfato: el contenido de este compuesto en la roca fosfática afecta solamente el consumo de H_2SO_4 en el medio de reacción y se expresa por medio de la siguiente correlación o factor de consumo:

$$1,750 * \frac{\%CaO}{\%P_2O_5} = \frac{kgH_2SO_4}{TonP_2O_5} \quad (\text{Casillas J, 1991})$$

- Cantidad de SO_3 : el trióxido de azufre existente en la roca fosfática es un compuesto inerte. Está combinado con el CaO y por lo tanto sólo afecta el consumo de ácido sulfúrico (Casillas J, 1991).
- Fluoruros y sílica: el fluor está presenta en la roca fosfática en proporciones de 2% p/p a 4% p/p aproximadamente, donde la relación $\frac{\%F}{\%P_2O_5}$ no debe ser superior a 0,12.

Durante el proceso de reacción se desprende el 5% p/p en forma de ácido fluorhídrico, el



50% p/p queda contenido en el sulfato de calcio en la tela de filtro y la cantidad de fluor restante pasa al lodo en forma de ácido fluorhídrico y ácido fluosilícico. Por otra parte, el HF libre aumenta las propiedades corrosivas del lodo, afecta el crecimiento de los cristales de sulfato de calcio (Casillas J, 1991).

La sílice contenida en las rocas comerciales varía de menos de 1% p/p hasta más de 10% p/p. Este compuesto se puede presentar como sílice activa o sílice total; la activa es una sílice reactiva que se presenta en arcillas, silicatos o ácidos solubles. Adicionalmente; el hecho de agregar arcilla a la roca fosfática y producir cambios en la relación SiO_2 : F superior a 0,53 presenta modificaciones en el hábito del cristal, de tipo aguja a tipo racimo (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

- Cantidad de iones cloruros: su contenido en la roca fosfática oscila entre 0% p/p y 0,05% p/p. Un contenido superior a 300 ppm ocasiona daños graves de corrosión al estar presente el ácido fluorhídrico. Pasa el 100% p/p al ácido de producción, desprendiéndose parte en el proceso de evaporación (Casillas J, 1991).
- Aluminio (Al^{3+}): este compuesto se encuentra en la roca aproximadamente entre 0,2% p/p y 3% p/p en forma de óxido de aluminio (Al_2O_3). Da lugar a la formación de lodos en el proceso de almacenamiento y concentración del ácido. Su presencia reduce la corrosión generada por el ion fluoruro al formar sales de fosfato de aluminio pero a su vez estas sales reducen la capacidad de filtración debido a un aumento en la viscosidad del lodo. Un contenido elevado de Al^{3+} conduce a la formación de cristales pequeños y una deficiencia de este, con bajos niveles de F y SiO_2 da lugar a la formación de cristales en forma de aguja (Casillas J, 1991).

Un nivel adecuado de Al^{3+} en el H_3PO_4 tiene una influencia positiva en los hábitos, el tamaño y en consecuencia en la filtrabilidad de los cristales. Se dice que el aluminio facilita el crecimiento regular de los cristales en todas las direcciones, obteniéndose cristales más gruesos; reduciendo así, la relación superficie volumen del sulfato de calcio y mejorando la tasa de filtración (Manual de Operaciones de Planta, 1990).



- Hierro (Fe^{3+}): se encuentra en la roca fosfática en una proporción que oscila entre el 0,1% p/p y 2% p/p % en forma de óxido de hierro (Fe_2O_3). De igual manera que el aluminio, forma fosfatos complejos que reducen la tasa de filtración del ácido por aumento en la viscosidad del lodo, también forma lodos en el almacenamiento de dicho ácido y sales insolubles al amonizarse. La cantidad admisible máxima de R_2O_3 ($\text{Fe}^{3+} + \text{Al}^{3+}$) en la roca es de 3,5% p/p y cuya relación $\text{R}_2\text{O}_3/\text{P}_2\text{O}_5 \leq 0,17$ (Casilla J, 1991).

Por otra parte, no se puede establecer ninguna conclusión acerca de la influencia del contenido de hierro en la roca fosfática sobre el hábito de cristalización del sulfato de calcio (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

- Magnesio (Mg^{2+}): Se presenta en la roca en cantidades que varían entre 0,2% p/p y 0,6% p/p en forma de MgO . Es completamente soluble, aumenta en gran medida la viscosidad del lodo, forma fosfatos complejos y fluosilicatos que interfieren en la rata de filtración. El límite admisible es 0,4% p/p de MgO (Casillas J, 1991).
- Carbonatos: está entre el 0,7% p/p y 8% p/p; aumenta el consumo de H_3PO_4 , incrementa la reactividad de la roca fosfática, ya que desintegra los granos de roca y aumenta la superficie de contacto de la misma. En presencia de materia orgánica promueve la formación de espuma que origina pérdidas de P_2O_5 (Casillas J, 1991).
- Materia orgánica: está presente en la roca fosfática entre un 0,1% p/p y 1,5% p/p. Da lugar a la formación de espuma en el lodo, produce obstrucciones en la tela de filtro y oscurece el ácido formado al quedar como partículas sólidas suspendidas en el lodo. Además, un exceso de esta impide el crecimiento de los cristales (Casillas J, 1991).

Se origina de la roca fosfática o de los aditivos agregados al lodo como agentes modificadores del hábito de cristalización, contribuye a estabilizar la espuma y las emulsiones impidiendo los efectos de la agitación con altas sobresaturaciones localizadas. En algunos casos se utiliza como agente modificador del hábito del cristal para algunos tipos específicos de roca (Manual de Operaciones de Planta, 1990).



- Na_2O y K_2O : en grandes cantidades dan lugar a la formación de precipitados de fluosilicatos en el ácido, originando incrustaciones en los equipos (Casillas J, 1991).
- Estroncio y lantánidos: su contenido es variable dependiendo del origen de la roca. Generalmente, inhibe la cristalización del hemihidrato a dihidrato y puede afectar la cristalización por adsorción sobre la superficie de los cristales. En ocasiones, forman compuestos insolubles en el ácido concentrado (Casillas J, 1991).
- Cadmio: se encuentra en cantidades muy variables desde 0,8 ppm a 2,55 ppm dependiendo del origen de la roca fosfática. Es un metal tóxico y se solubiliza el 70% p/p el cual pasa al ácido producido (Casillas J, 1991).
- Uranio: se encuentra en la roca entre 35 ppm y 400 ppm de U_3O_8 . Se solubiliza de un 75% p/p a 80% p/p y pasa al ácido producido (Casillas J, 1991).

De acuerdo a la composición de la roca fosfática, existen otros aspectos de gran importancia que influyen en la recuperación de P_2O_5 en la sección de reacción. Estos son los siguientes:

✓ **Molturabilidad de la roca fosfática**

El objetivo principal de la molienda de la roca fosfática es proporcionar suficiente área superficial, que permita la disolución completa de la roca en un periodo relativamente corto bajo las condiciones de operación existentes en el reactor. La molienda de los granos reduce la energía empleada por los agitadores del reactor en el proceso. Sin embargo, la micronización excesiva puede conducir a un aumento exagerado en la reactividad de la roca fosfática, creando puntos localizados donde existe un menor contenido de iones SO_4^{2-} y aumentar las pérdidas por cocrystalización. De la misma forma, da lugar a la formación de microcristales de yeso difíciles de filtrar (Casillas J, 1991).



✓ **Reactividad de la roca fosfática**

La reactividad se entiende como la capacidad que tienen los diversos fosfatos de descomponerse en presencia de un ácido mineral. Esta propiedad influye significativamente sobre el funcionamiento de los equipos de ataque y sobre el rendimiento de la reacción. Otro factor que influye; es la superficie exterior o la estructura de los poros de la roca. Por otro lado; el porcentaje de P_2O_5 soluble en la roca fosfática respecto a P_2O_5 total de la misma, se denomina “índice de reactividad”. Por lo general; las rocas que presentan este índice similar, tienen a tener un comportamiento similar en el medio de reacción, lo que hace posible una predicción de las condiciones operativas de la planta (Casillas J, 1991).

✓ **Influencia del tipo de roca fosfática**

Todas las rocas fosfáticas no necesariamente deben producir cristales de yeso tipo rómbico para alcanzar una buena tasa de filtración y lavado. Las tortas de yeso que tengan una superficie análoga a la formada por cristales rómbicos tendrán una buena velocidad de filtración y lavado aunque los cristales tengan forma de agua, esto ocurre si el tamaño de estos últimos es comparativamente mayor que los de tipo rómbico (Casillas J, 1991).

3. Acidez libre en el lodo del reactor

La deficiencia de los iones SO_4^{2-} y en consecuencia exceso de los iones Ca^{2+} en el medio de reacción; favorece la nucleación con bajas condiciones de sobresaturación, lo que conduce a la formación de cristales pequeños tipo agujas o platos delgado; donde los cristales más finos y más pequeños que se forman a medida que la concentración de iones Ca^{2+} aumenta son más difíciles de lavar y filtrar. Con la disminución de la concentración de iones Ca^{2+} y el aumento de la concentración de los iones SO_4^{2-} en la solución, se produce agregados de forma romboédrica con buenas propiedades de filtración y lavado. Incrementando aún más el contenido de iones SO_4^{2-} , los cristales formados crecen a lo ancho y aumentan de tamaño, obteniéndose cristales individuales romboédricos. Si la concentración de iones SO_4^{2-} sigue aumentando, normalmente



se alargan hasta formar núcleos de aguja. Los límites normales de operación se mantienen entre 1,5% p/p y 2,5% p/p de H_2SO_4 libre en el lodo del reactor.

Un contenido inferior al 1,5% p/p tiende a formar cristales pequeños difícilmente filtrables, con lo que se reduce la capacidad de filtración y un contenido superior al 2,5% p/p puede conducir al bloqueo de la reacción por cristalización de yeso en la superficie de partículas de roca con las consiguientes pérdidas insolubles, incrementándose las características corrosivas del lodo y del ácido producido. La presencia de un exceso de iones SO_4^{2-} , es decir; que el porcentaje de SO_4^{2-} sea superior a 2,5% p/p conduce a un bloqueo de la reacción. Durante la reacción ocurre la difusión de los iones Ca^{2+} contenido en las partículas de roca fosfática y al mismo tiempo hay una difusión de iones SO_4^{2-} hacia dichas partículas. Dependiendo de la concentración de los iones SO_4^{2-} en el lodo puede haber una nucleación dentro de la zona; específicamente, alrededor de las partículas de roca. Por incremento de la concentración de iones SO_4^{2-} , el frente de nucleación se mueve desde esta zona hasta la superficie misma de las partículas. Si se inactiva más de una cierta parte de la superficie de la roca fosfática por adherencia de los cristales, el transporte de materia por difusión desde la superficie libre remanente no puede tener lugar. Ocurre entonces un bloqueo de la reacción y la cantidad de roca sin atacar y H_2SO_4 libre aumenta continuamente a medida que dichos materiales se van alimentando a la reacción. Por tanto, la concentración de iones SO_4^{2-} debe mantenerse dentro de un límite que depende de la concentración de iones Ca^{2+} y de la energía de nucleación. También depende de la concentración de P_2O_5 y de la temperatura, que actúan sobre la viscosidad de la solución y por tanto de su difusión (Casillas J, 1991).

4. Temperatura del medio de reacción

La influencia de la temperatura en los hábitos de cristalización del sulfato de calcio es variada y tiene efectos directos e indirectos sobre los mismos. Algunos de estos efectos son los siguientes:

- Modifica las propiedades físicas del lodo; especialmente, la viscosidad. Un aumento en la temperatura del lodo de reacción, reduce la viscosidad del H_3PO_4 producido; mejorando la operación de la sección de filtración. Por el contrario; operar con temperaturas bajas da



lugar a la nucleación del yeso y ciertas impurezas contenidas en el lodo, disminuyendo así, la tasa de filtración; es decir; una elevada concentración en el lodo y baja temperatura de operación, disminuye la eficiencia en la sección de filtración y el tamaño del cristal.

Por otra parte; la temperatura en el lodo afecta la formación del cristal, debido a que cristalización depende las solubilidades de ciertas impurezas presentes y de las sobresaturaciones locales. La sobresaturación del medio; favorece la nucleación, limitando el crecimiento cristalino, a su vez un incremento en la temperatura, solubiliza algunas sustancias presentes y favorece la formación del cristal.

- Interviene en la solubilidad de los iones Ca^{2+} y SO_4^{2-} en la solución.
- Influye en la velocidad de reacción; a medida que aumenta la temperatura se incrementa de igual forma dicha velocidad; lo que trae como consecuencia, modificaciones en el ataque a la roca fosfática y en el hábito de cristalización del sulfato de calcio, entre otras.

Considerando todos estos efectos, no es posible actuar sobre la temperatura con el sólo propósito de regular los hábitos de cristalización. En el proceso dihidrato, el límite inferior para la temperatura de operación se establece con la finalidad de evitar la formación de espuma estable que se pudiera presentar en el sistema de reacción y resultar en una disminución abrupta de la tasa de filtración. Esto ocurre generalmente; cuando la temperatura de operación efectiva de la reacción disminuye entre 68°C y 70°C . El límite superior de temperatura de operación aceptable es 75°C aproximadamente y regularmente se establece para evitar el efecto de cubrimiento sobre las partículas de roca fosfática; adicionalmente, impedir la deshidratación a hemihidrato del cristal de yeso (Casillas J, 1991).

El efecto de la temperatura sobre la cristalización; se debe principalmente al hecho de que, elevar la temperatura de operación del sistema trae como consecuencia el aumento en la velocidad de reacción con sobresaturaciones locales. Como resultado, se observan cristales en forma de racimo o agujas alargadas (Manual de Operaciones de Planta, 1990).



5. Cantidad de sólidos presentes en el lodo

Se considera que a menor cantidad de sólidos presentes en el lodo mayor es la cantidad de P_2O_5 o producto de H_3PO_4 que debe ser recuperado en la sección de filtración. Con un contenido de sólidos reducido en el lodo, la superficie de los cristales por cm^3 de lodo que ofrece lugar para el establecimiento de los iones SO_4^{2-} y Ca^{2+} también disminuirá. Esto conduce a un aumento en los niveles del sobresaturación del medio porque bajará la reacción normal del crecimiento del cristal y en consecuencia aumentará la nucleación y a la formación de cristales pequeños donde la velocidad de cristalización es controlada por la transición de los iones SO_4^{2-} y Ca^{2+} de la fase sólida a la líquida. La cantidad de sólidos presentes en el medio influye de la siguiente manera: controlando el volumen de lodo a filtrar y la superficie de contacto libre de los cristales, la velocidad de reacción del crecimiento regular y el tamaño de los cristales formados. En general; un porcentaje de sólidos de 28% v/v aproximadamente, proporciona una buena cristalización; obteniéndose cristales gruesos y fáciles de filtrar sin modificar la viscosidad del lodo y un contenido inferior, alrededor de un 22% v/v, conduce a la formación de cristales tipo aguja (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

Por otro lado; aumentar la cantidad de sólidos en el lodo dentro de un rango apropiado conduce a un aumento en el crecimiento del cristal de yeso, disminuyendo de igual forma la sobresaturación del medio y la nucleación ya que estas impiden dicho crecimiento. Al mismo tiempo, un exceso de sólidos en el medio produce un incremento elevado en la densidad y viscosidad del lodo haciéndolo difícil de manipular y filtrar, esto trae como consecuencia el deterioro de las condiciones de cristalización, formando un gran número de cristales de poco tamaño, originado por la sobresaturación del medio que favorece la nucleación y una baja eficiencia en la operación en la sección de filtración (Casillas J, 1991).

6. Composición de P_2O_5 en el lodo del reactor

Regularmente; un incremento en la concentración de P_2O_5 en el lodo del reactor, una vez pasado cierto límite conduce a una cristalización irregular del sulfato de calcio ya que se forman cristales pequeños. La relación CaO/P_2O_5 denota las toneladas de cristales de sulfato de calcio por metro



cúbico de ácido fosfórico producido, y así; debido a los límites permisibles de porcentaje de sólidos en el lodo, se determina la cantidad de P_2O_5 que se debe recircular desde la sección de filtración hasta el reactor. A mayor relación CaO/P_2O_5 , mayor cantidad de agua que se necesita para el lavado de la torta de filtro y por ende, mayor es la cantidad de P_2O_5 recirculado al reactor. En consecuencia, una concentración baja de H_3PO_4 en el lodo del reactor facilita las condiciones de producción y en este caso la recuperación de P_2O_5 de la torta de filtro. La concentración de H_3PO_4 en el medio de reacción; empleada en la mayoría de los procesos dihidratos, oscila entre 28% p/p y 30% p/p de P_2O_5 usando rocas fosfáticas comerciales; pero en algunos casos se pueden encontrar concentraciones bajas, aproximadamente entre 25% p/p y 26% p/p de P_2O_5 empleando rocas fosfáticas de bajo grado, altas relación CaO/P_2O_5 y pobres cualidades de cristalización (Manual de Operación en Planta, 1990).

Además, un aumento de la cantidad de P_2O_5 en la fase líquida del proceso de producción de H_3PO_4 aumenta las concentraciones de iones fosfato (PO_4^{2-}) y la sustitución del ion SO_4^{2-} por los iones PO_4^{2-} presentes en el lodo durante la reacción, originando pérdidas de P_2O_5 en la torta de yeso debido a la precipitación del fosfato monocálcico ($CaHPO_4$) (Casillas J, 1991).

7. Sistema de reacción

El sistema de reacción de este proceso, comprende una serie de aspectos que deben ser controlados para lograr una buena cristalización; algunos de estos son los siguientes:

- La roca fosfática, el ácido sulfúrico y el ácido fosfórico de reciclaje; deben ser alimentados regularmente en el tanque de reacción, manteniendo el orden de la alimentación y las condiciones del sistema constantes, tanto como sea posible. Por otra parte; variaciones en la alimentación de la materia prima pueden producir perturbaciones en crecimiento regular de los cristales de yeso.
- El lodo del reactor es la base fundamental en las unidades de producción de ácido fosfórico; ya que sus características influyen principalmente en el crecimiento regular de los cristales y en consecuencia en el rendimiento de la sección de filtración.



- La agitación del medio de reacción, proporciona un buen mezclado del lodo y una dispersión eficiente de la materia prima para lograr las condiciones de reacción requeridas por el sistema y evitar la supersaturación en algunos puntos del lodo, además; ayuda a liberar los gases producidos en el medio de reacción y a desintegrar la espuma formada.
- El calor generado por la dilución del ácido sulfúrico y la descomposición de la roca fosfática en el reactor; debe ser removido del lodo para mantener la temperatura de operación óptima del sistema. La cantidad de ácido sulfúrico alimentada al reactor por tonelada de roca fosfática, varía de acuerdo al origen de la roca y de la liberación de calor por tonelada de P_2O_5 producido, entre otros (Becker P, 1989).

2.4 PÉRDIDAS DE P_2O_5 EN EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO VÍA HÚMEDA

2.4.1 Pérdidas como H_3PO_4

Se deben a la impregnación del H_3PO_4 en la torta de yeso producida en la sección de filtración y a las pérdidas mecánicas del sistema. Generalmente; estas pérdidas oscilan entre el 0,5% p/p y 2,0% p/p del P_2O_5 producido, en ocasiones pueden estar entre 3,0% p/p y 6,0% p/p durante arranques de la planta o cambios en la composición de la roca fosfática (Casillas J, 1991).

La impregnación de la torta de yeso es el resultado de una inadecuada operación en la sección de filtración. Generalmente; se deben a un descontrol en las mediciones de los niveles de fosfatos, suministro de H_2SO_4 y ácido de retorno al sistema de reacción; así como también, a variaciones en la composición de la roca fosfática.

Las pérdidas por efecto mecánico involucran una serie de aspectos, como lo son: fugas de P_2O_5 en la planta de producción de H_3PO_4 , limpieza de tanques de almacenamiento, períodos de arranque y parada de la plantas ya que en estos períodos pueden ocurrir derrames de lodo, también por arrastre de lodo de manera irregular a través del sistema de enfriamiento, entre otras (Manual de Operaciones de Planta, 1990).



2.4.2 Pérdidas como CaHPO_4

Se representan como todo el P_2O_5 en forma de CaHPO_4 contenido en las mallas de la tela de filtro. Normalmente; estas pérdidas oscilan entre el 3,0% p/p y 3,5% p/p del P_2O_5 total que se pierde en el sistema. Generalmente; en los procesos dihidrato se trabaja con tanques de reacción sencilla sobrediseñados o altas tasas de recirculación de lodo; también manipulan el factor relación alimentación de roca fosfática con el volumen del medio de reacción para disminuir la cantidad de P_2O_5 cocrystalizado (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

Algunos procesos trabajan con un alto nivel de SO_4^{2-} ya que se ha comprobado que en el proceso de reacción, el ion PO_4^{2-} tiene la propiedad de sustituir al ion SO_4^{2-} (Casillas J, 1990).

2.4.3 Pérdidas como $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

Estas pérdidas son originadas por las partículas de roca fosfática no atacada en el medio de reacción. Generalmente se encuentran en 0,1% p/p y 0,5% p/p del P_2O_5 obtenido en el proceso productivo. Se representan en forma de $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ y se deben a un bloqueo de la reacción. Esto se origina cuando la roca fosfática introducida al medio de reacción, es recubierta por los cristales de yeso en crecimiento; impidiendo así, que la superficie específica de dicha roca quede libre para reaccionar. Los factores responsables de la no reactividad de la roca fosfática, son los siguientes: la granulometría y la calidad de la roca fosfática, donde las partículas de más gruesas tienen mayor tendencia al recubrimiento, el aumento del flujo y la concentración de H_2SO_4 , la temperatura del medio de reacción.

Este tipo de pérdidas de P_2O_5 por tratarse de roca fosfática sin reaccionar, son las menos costosas ya que no implican el empleo de otra materia prima o consumo de energía en el proceso. Sin embargo; cuando se usa roca reactiva con alta superficie específica, el recubrimiento puede bloquear gran cantidad roca y el sistema tendría un requerimiento mayor en el consumo y en la concentración de H_2SO_4 . Esto trae como consecuencia la formación de cristales difíciles de filtrar y por ende mayores pérdidas de P_2O_5 en el proceso (Manual de Operaciones de Planta, 1990).





CAPÍTULO III

MARCO METODOLÓGICO

En este capítulo se explican en forma detallada los procedimientos empleados en el desarrollo de los objetivos específicos propuestos en la investigación

3.1 DEFINICIÓN DE LAS VARIABLES CRÍTICAS QUE INTERVIENEN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN

Haciendo uso de la revisión bibliográfica adecuada se comparó el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda estudiado en otras partes del mundo, con el proceso productivo del Complejo Petroquímico Morón, para lograr definir las variables críticas que intervienen en la sección de reacción de este proceso.

Se realizó una distinción general de las variables que intervienen en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda; para esto se efectuó una revisión bibliográfica del proceso y de investigaciones realizadas por expertos en el área, de esta forma determinar qué variables influyen en la sección de reacción y por ende en la forma y tamaño del cristal de yeso formado en el medio de reacción.

Posteriormente, se estudió el rango de operación de la composición de las rocas fosfáticas consideradas apta para ser empleadas en el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda; mediante la revisión de estudios sobre la composición de rocas fosfáticas empleadas en la industria de la producción de H_3PO_4 en diferentes partes del mundo y así delimitar la cantidad de los diversos compuestos que las constituyen, considerando estos valores como satisfactorios para incorporar dicha roca al sistema de reacción.

Luego, se analizó la composición de la roca fosfática procedente de las minas de Riecito; por medio de estudios realizados en el Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón y de esta forma lograr conocer la composición de dicha roca. Estos análisis son los siguientes: determinación de la composición de aluminio (ácidos y sólidos), calcio, dióxido de carbono



condensado, hierro, magnesio, potasio total, sílice, sodio en sólidos, fluoruros, cloruros, fósforo total.

Adicionalmente, se estudió el proceso de producción de H_3PO_4 del Complejo Petroquímico Morón; por medio de la revisión del Manual de Operaciones de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo, de esta manera conocer en forma detallada su funcionamiento.

3.2 DIAGNÓSTICO DE LAS CONDICIONES ACTUALES DE OPERACIÓN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO

Haciendo uso de la Planilla de Control de Procesos de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, se pudo conocer las condiciones actuales de operación de las variables críticas del proceso que influyen en la sección de reacción.

Se realizó un estudio de la sección de reacción de la planta de ácido fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, esto requiere de: una revisión a las investigaciones realizadas anteriormente donde se explique el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda haciendo énfasis en la sección de reacción; también, visitando de forma programada la planta para tener un conocimiento claro de su funcionamiento y adicionalmente de una revisión detallada de la sección de reacción ya que aquí es donde tuvo lugar el desarrollo de la investigación.

Posteriormente, se estudiaron las variables críticas involucradas en la sección de reacción de la planta de ácido fosfórico del Complejo Petroquímico Morón; para esto se hizo una revisión a la Planilla de Control de Procesos de la Planta de Ácido fosfórico del Complejo con la finalidad de conocer el comportamiento actual de las variables críticas del proceso y el rango de operación de dichas variables donde se considera que existe un funcionamiento adecuado en la planta.

También, se construyeron gráficos de control para detectar las desviaciones actuales entre el porcentaje de P_2O_5 contenido en la torta de yeso y los valores de especificaciones. Esto se logró mediante los análisis de P_2O_5 realizados en el Laboratorio Central del Complejo



Petroquímico Morón con la finalidad de determinar los datos necesarios para la construcción de los gráficos y el límite permisible de cantidad de P_2O_5 retenido en los poros de la torta.

Así mismo, se construyeron gráficos de control para comparar el comportamiento experimental actual de las variables críticas del proceso con el rango de operación permisible en planta; para esto se hizo uso de la Planilla de Control de Procesos de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón y así obtener la data histórica necesaria para la construcción de los gráficos, donde su análisis permitió conocer el comportamiento actual de las variables críticas del proceso.

3.3 CONDICIONES DE OPERACIÓN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN QUE PERMITA OBTENER LA FORMA Y TAMAÑO DE CRISTAL DE YESO DONDE EXISTA LA MÁXIMA RECUPERACIÓN DE P_2O_5

Por medio de una observación microscópica del lodo para cada uno de los valores de las variables críticas del proceso establecido experimentalmente en planta, se caracterizó la forma y tamaño del cristal de yeso formado. Analizando a nivel de laboratorio la torta de yeso se determinó la cantidad de P_2O_5 retenida en la torta, adicionalmente; por medio de un balance de masa en las secciones de reacción y filtración se determinó el porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

Se establecieron las condiciones de operación de las variables críticas del proceso de acuerdo a los requerimientos de la planta, en el Panel de Control de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón.

Posteriormente, se realizó la toma de datos experimentales en la sección de reacción de la planta para el período de estudio, mediante la manipulación de las variables críticas del proceso con la finalidad de recopilar la información necesaria para determinar las condiciones de operación donde se logre la forma y tamaño del cristal de yeso que permita la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.



Los datos experimentales que se recopilaban diariamente son los siguientes: análisis de la composición de la roca fosfática proveniente de las minas de Riecito, específicamente de P_2O_5 y CaO ; acidez libre, composición de P_2O_5 en el lodo del reactor y cantidad de P_2O_5 contenido en la torta de yeso, estos análisis realizarán en el Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón. La toma de la temperatura en el medio de reacción se hizo en el Panel de Control de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón a través de un sensor de temperatura inmerso en el lodo y la cantidad de sólidos presentes en el lodo se midió por centrifugación, en el Laboratorio de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo.

Luego, se efectuó la medición de la forma y tamaño de cada uno de los cristales observados en el microscopio para los valores de cada una de las variables críticas del proceso establecidas anteriormente, de la siguiente manera: se recogió una muestra de lodo del reactor para los instantes en que se establecieron las condiciones de operación de las variables críticas y se tomó la data experimental. Se observó en el microscopio del Panel de Control de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo la muestra de lodo del reactor y se le tomó una fotografía a los cristales formados en el medio de reacción, con la finalidad de conocer sus características y la influencia que tiene el comportamiento de las variables críticas en la forma y tamaño de los cristales de yeso obtenidos.

También, se analizó la cantidad de P_2O_5 contenido en los poros de la torta de yeso con el propósito de saber que cantidad de este se pierde en dicha torta. Para realizar este análisis se hizo lo siguiente: se tomó una muestra de la torta de yeso directamente de la tela del filtro para las condiciones de operación establecidas en el proceso, luego se analizó en el Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón la cantidad de P_2O_5 que queda retenido en los poros de la torta para determinar el porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

Adicionalmente, se calculó el porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración. Este cálculo se efectuó de la siguiente forma:

1. Realizando un balance de masa en el reactor (ver figura B.1), se tiene :



- Cálculo del flujo de ácido de recirculación al reactor (ácido del segundo filtrado).

$$F3 = F4 - F1 - F2 \quad (1)$$

Donde:

F1: flujo de roca micronizada al reactor, Ton/H

F2: flujo de H_3PO_4 al reactor, Ton/H

F3: flujo de H_3PO_4 de recirculación al reactor (H_3PO_4 del segundo filtrado), Ton/H

F4: flujo del lodo de alimentación a la tela de filtro, Ton/H

- Cálculo de la masa de P_2O_5 en el H_3PO_4 del segundo filtrado.

$$MP_{2O_5}3 = \%P_{2O_5}3 * F3 \quad (2)$$

Donde:

$MP_{2O_5}3$: masa de P_2O_5 en el H_3PO_4 del segundo filtrado, Ton/H

$\%P_{2O_5}3$: porcentaje de P_2O_5 en el H_3PO_4 del segundo filtrado, %

- Cálculo del flujo de agua empleado para el lavado de la torta de yeso.

$$FAL = F3 - MP_{2O_5}3 \quad (3)$$

Donde:

FAL: flujo de agua de lavado de la torta de yeso, Ton/H

- Cálculo de la masa de P_2O_5 que ingresa al reactor.

$$MP_{2O_5}1 = \frac{\%P_{2O_5}1}{100} * F1 \quad (4)$$



Donde:

$MP_{2O_5}1$: masa de P_2O_5 en la roca que alimentación al reactor, Ton/H

$\%P_{2O_5}1$: porcentaje de P_2O_5 en la roca que se alimenta al reactor, %

2. Realizando un balance de masa en CaO tomando como volumen de control las secciones de reacción y filtración (ver figura B.2), se tiene:

- Cálculo de la masa de CaO que ingresa al reactor:

$$M_{CaO1} = \frac{\%CaO1}{100} * F1 \quad (5)$$

Donde:

M_{CaO1} : masa de CaO en la roca fosfática alimentada al reactor, Ton/H

$\%CaO1$: porcentaje CaO en el roca que se alimenta al reactor, %

- Cálculo de la masa de CaO que sale en la torta de yeso.

$$M_{CaO6} = \frac{\%RCaO6}{100} * M_{CaO1} \quad (6)$$

Donde:

M_{CaO6} : masa de CaO que contiene la torta de yeso, Ton/H

$\%RCaO6$: porcentaje de recuperación de CaO en la torta de yeso, %

- Cálculo de las toneladas de yeso que se producen en la sección de filtración.

$$F6 = \frac{M_{CaO6}}{\frac{\%CaO6}{100}} \quad (7)$$



Donde:

F6: toneladas de CaO en la torta de yeso, Ton/H

%CaO6: porcentaje CaO que contiene la torta de yeso, %

- Cálculo de la masa de P_2O_5 que sale en la torta de yeso.

$$MP_{2O_56} = \frac{\%P_{2O_56}}{100} * F6 \quad (8)$$

Donde:

MP_{2O_56} : masa de P_2O_5 en la torta de yeso, Ton/H

% P_2O_56 : porcentaje de P_2O_5 en la torta de yeso, %

- Cálculo de la masa de P_2O_5 proveniente del H_3PO_4 de primer filtrado.

$$MP_{2O_55} = MP_{2O_51} - MP_{2O_56} \quad (9)$$

Donde:

MP_{2O_55} : masa de P_2O_5 en el primer filtrado, Ton/H

- Cálculo del porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

$$\%RP_{2O_5} = \frac{MP_{2O_55}}{MP_{2O_51}} * 100 \quad (10)$$

Donde:

% RP_{2O_5} : porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, %



3.4 ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES CRÍTICAS QUE INTERVIENEN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN EN LA FORMA Y TAMAÑO DEL CRISTAL DE YESO

Conocer la influencia de las variables críticas que intervienen en la sección de reacción e influyen en la forma y tamaño del cristal de yeso, se logró: haciendo una revisión a las investigaciones realizadas anteriormente sobre la influencia de las variables que intervienen en la sección de reacción y analizando gráficos de control que reflejan la incidencia de las variables críticas del proceso en la recuperación de P_2O_5 en la torta de yeso y en el crecimiento del cristal.

Se realizó una revisión bibliográfica sobre el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda con la finalidad de conocer: el comportamiento de las variables críticas que intervienen en la sección de reacción del proceso y su influencia en la formación del cristal de yeso.

Posteriormente, se construyeron gráficos de control relacionando cada una de las variables críticas con la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y la formación del cristal de yeso, por medio de la modelación de redes neuronales artificiales (RNA) empleando el programa MATLAB. Con la data obtenida experimentalmente en la sección de reacción se obtuvieron los valores necesarios para la modelación de la RNA donde esta proporcionó los datos a utilizar en la construcción de los gráficos de control. En el anexo E se presenta la modelación de la RNA.

El procedimiento experimental realizado para la construcción de los gráficos de control una vez modelada la RNA es el siguiente:

Se seleccionó una variable crítica del proceso y se escogieron aproximadamente 30 valores comprendidos en su rango de operación, tomando en cuenta los datos recopilados en la fase experimental para tener una data representativa; luego en la RNA diseñada se dejaron fijas las demás variables críticas del proceso en el valor donde se logre la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración. Posteriormente, para cada valor seleccionado dentro del rango de operación de las variables de estudio, por medio de la RNA se construyeron los valores de:



recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso. Una vez obtenidos estos valores se construyeron los gráficos de control que relacionan cada variable crítica del proceso con: la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y el crecimiento del cristal de yeso.

3.5 ESTIMACIÓN DEL BENEFICIO ECONÓMICO OBTENIDO CON LA IMPLEMENTACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN RECOMENDADAS

Empleando los datos suministrados por el Departamento de Finanzas del Complejo Petroquímico Morón se calcularon los costos por contenido de P_2O_5 en la torta de yeso para los siguientes casos: donde existe la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y para el contenido de P_2O_5 en la torta de yeso actualmente.

Se calculó el promedio ponderado de las pérdidas de P_2O_5 actuales en la torta de yeso, por medio de un balance de masa de CaO en la secciones de reacción y filtración para las condiciones actuales de operación, de la siguiente manera:

- Se calculó la masa de CaO que ingresa al reactor, por medio de la ecuación 5.
- Se calculó la masa de CaO que sale en la torta de yeso por medio de la ecuación 6.
- Se calculó la masa de yeso que se producen en la sección de filtración por medio de la ecuación 7.
- Cálculo del promedio ponderado de masa de yeso.

$$F6_{ip} = \frac{\sum \left[\frac{MCaO6}{\%CaO6} \right]}{n} \quad (11)$$



Donde:

$F6_{ip}$: promedio ponderado de masa de yeso para las condiciones actuales de operación, Ton/día

- Se calculó la masa de P_2O_5 que sale en la torta de yeso por medio de la ecuación 8.
- Cálculo del promedio ponderado de masa de P_2O_5 que sale en la torta de yeso.

$$MP_{2O_5}6_{ip} = \frac{\sum \left[\frac{\% P_2O_5 6}{100} * F6 \right]}{n} \quad (12)$$

Donde:

$MP_{2O_5}6_{ip}$: promedio ponderado de masa de P_2O_5 que sale en la torta de yeso para las condiciones actuales de operación, Ton/día

- Cálculo del promedio ponderado de la cantidad de P_2O_5 contenido en la torta de yeso actualmente.

$$\% P_2O_5 6_{ip} = \frac{MP_{2O_5}6_{ip}}{F6_{ip}} * 100 \quad (13)$$

Donde:

$\%P_2O_5 6_{ip}$: promedio ponderado de la cantidad de P_2O_5 contenido en la torta de yeso producida actualmente, %

Posteriormente, se realizó la transformación de las pérdidas actuales de P_2O_5 en la torta de yeso a pérdidas monetarias, mediante el uso de los datos suministrados por el Departamento de Finanzas del Complejo Petroquímico Morón, donde se obtuvo el costo de producción de P_2O_5 por tonelada. Dicha transformación se hizo de la siguiente forma:

- Cálculo de las pérdidas monetarias de P_2O_5 contenido en la torta de yeso.



$$VPM_i = MP_{2O_5} 6_{ip} * C \quad (14)$$

Donde:

C: costo en el mercado de la tonelada de P_2O_5 producida, \$

VPM_i : pérdidas monetarias actuales por contenido de P_2O_5 en la torta de yeso, \$*Ton/mes

Luego, se calculó las pérdidas monetarias por concepto de P_2O_5 contenido en la torta de yeso, donde existe la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración. Estas pérdidas se obtienen mediante la siguiente ecuación:

$$VPM_{mr} = MP_{2O_5} 6_{mr} * C \quad (15)$$

Donde:

VPM_{mr} : pérdidas monetarias por concepto de P_2O_5 contenido en la torta de yeso donde existe la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, \$*Ton/mes

$MP_{2O_5} 6_{mr}$: masa de P_2O_5 en la torta de yeso donde existe la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, Ton/H

Adicionalmente se hizo una estimación del beneficio económico del proceso de producción de H_3PO_4 obtenido con la implementación de las condiciones de operación recomendadas, mediante la diferencia que existe entre: el valor del costo de producción con las pérdidas actuales de P_2O_5 en la torta de yeso y el valor del costo de producción si dichas pérdidas disminuyen el contenido de P_2O_5 en la torta de yeso donde existe la máxima recuperación de P_2O_5 en sección de filtración.

$$EBE = VPM_i - VPM_{mr} \quad (16)$$

Donde:

EBE: estimación de beneficio económico, \$*Ton/mes



3.6 PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS DE PRUEBAS REALIZADAS EN EL LABORATORIO CENTRAL DEL COMPLEJO PETROQUÍMICO MORÓN.

1. ANÁLISIS DE PENTÓXIDO DE FÓSFORO

Alcance y aplicación

Este método describe la determinación de fósforo total en fertilizantes, roca fosfática y ácido fosfórico en un rango de 1% p/p a 50% p/p, expresado como porcentaje de P_2O_5 .

Equipos y materiales

Espectrofotómetro UV visible, celdas de vidrio de 10mm, balanza analítica, plancha de calentamiento, balones volumétricos de 100mL y 250mL, pipetas volumétricas de 5mL, papel de filtro Whatman N° 42 o su equivalente, embudo de vidrio de 125mL.

Reactivos

Ácido clorhídrico concentrado (g.e 1,18), ácido nítrico 1:1 (g.e 1,42), solución digestora: mezcla de 100mL de HNO_3 1:1 con 25mL de HCl concentrado, ácido sulfúrico concentrado (g.e 1,84), solución de ácido molibdato de amonio, solución ácida de metavanadato de amonio, solución patrón de fosfato, solución de trabajo de fosfato.

Procedimiento

1. Calibración del espectrofotómetro: Medir cuantitativamente volúmenes de 0, 2, 4, 8, 12 y 16mL de la solución de trabajo de fosfato y transferirlos a balones volumétricos de 100mL para preparar una serie de patrones de 0, 2, 4, 8, 12 y 16mg/L de P_2O_5 . Añadir a cada balón 10mL de solución ácida de molibdato de amonio y 10mL de solución ácida de metavanadato de amonio. Aforar cada balón con agua destilada, tapar y mezclar fuertemente. Dejar en reposo durante 10 minutos. Medir absorbancia de cada patrón contra un blanco en un espectrofotómetro a 400nm, en celdas de 10mm y anotar los



resultados obtenidos. Elaborar la curva de calibración: absorbancia respecto a la concentración de P_2O_5 .

2. Análisis de muestra: Pesar de 0,5g a 1,0g de muestra y transferirlo a un balón volumétrico de 500mL. Añadir 20mL de la solución ácida digestora y calentar entre 250°C y 350°C. Hervir la mezcla durante 20min. Enfriar y diluir hasta el aforo con agua destilada; agitar bien. Medir cuantitativamente del filtrado una alícuota de 2mL o una apropiada para contener entre 0,2mg a 1,6mg de P_2O_5 . Transferir a un balón volumétrico de 100mL y continuar con el procedimiento (Fertilizer Sampling and Analytical Methods, 1990).

2. ANÁLISIS DE SULFATO LIBRE

Alcance y aplicación

Este método permite la determinación de azufre en fertilizantes sólidos, líquidos y roca fosfática en un rango de 0,5% p/p a 15 % p/p. Muestras con mayor concentración pueden ser determinadas haciendo diluciones apropiadas de las mismas.

Equipos y materiales

Papel de filtro Whatman N° 42, beaker 400mL, pipetas volumétricas 5mL y 10mL, baño de María, plancha de calentamiento, vidrio reloj, mufla ajustable de 100°C a 250°C, desecador y filtro Gooch.

Reactivos

Ácido clorhídrico concentrado (g.e 1.19), hidróxido de sodio 50% p/p NaOH, cloruro de bario en solución al 10 % p/p, sulfuro de carbono CS_2 , acetona saturada de azufre S, peróxido de hidrógeno al 30% p/p H_2O_2 .

Procedimiento

Pesar 2g de muestra aproximadamente y colocarla en un beaker de 400mL. Añadir 200mL de agua, 15mL de ácido clorhídrico concentrado; calentar a punto de ebullición. Hervir suavemente



durante 10 minutos y dejar enfriar. Filtrar a través de un crisol Gooch con papel y fibra de vidrio. Lavar con agua caliente y asegurar un buen lavado del filtro. Cuantitativamente transferir el filtrado al beaker y calentar hasta cerca del punto de ebullición. Añadir lentamente y con agitación constante 10mL de solución de BaCl_2 al 10 % p/p. Cubrir con un vidrio reloj y calentar suavemente en el baño de vapor durante una hora sin dejar hervir. Adicionalmente, permitir el reposo a temperatura ambiente por aproximadamente 12 horas. Preparar un papel filtro y secarlo a 250°C , enfriarlo, pesarlo y filtrar la solución a través de él. Lavar el beaker con 10 porciones de agua caliente y verter en el filtro el agua del lavado. Enjuagar el precipitado hasta que el agua resultante no tenga acidez. Transferir el papel filtro con el precipitado a una cápsula de aluminio. Secar a 250°C durante una hora y enfriar a temperatura ambiente para luego pesarlo (Official Methods of Análisis, 1990).

3. ANÁLISIS DE PORCENTAJE DE SÓLIDOS

Alcance y aplicación

Este método describe la determinación de la cantidad de sólidos presentes en el ácido fosfórico. El método ha sido desarrollado para ser aplicado al H_3PO_4 producido mediante el proceso húmedo y no debe ser aplicado a otros materiales. El rango de aplicación de este método es de 0,5% p/p a 50% p/p de sólidos insolubles.

Equipos y materiales

Tubos graduados para centrifugación de 10mL, centrifuga con capacidad para desarrollar 3000rpm, cinta métrica.

Procedimiento

Se toma una muestra del lodo del reactor, Se toma una alícuota de 10mL mediante la utilización de un cilindro graduado, Se vierte dicha muestra en un tubo graduado para centrifuga de 10mL, Se introduce a la centrifuga y se deja agitar durante 20min, para asegurar que todo el sólido haya decantado, Se mide el porcentaje de sólidos volumétricos en la solución.



CAPÍTULO IV

PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En esta sección se presentan los resultados y la discusión de resultados obtenidos en el desarrollo de la investigación para dar respuesta al objetivo general propuesto

4.1 DEFINICIÓN DE LAS VARIABLES CRÍTICAS QUE INTERVIENEN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN

De estudios realizados sobre el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda se determinó que las variables que intervienen en la sección de reacción e influyen en el proceso de cristalización del sulfato de calcio dihidratado, son las siguientes: tamaño de partícula de roca fosfática alimentada al reactor, acidez libre en el lodo del reactor, temperatura del medio de reacción, composición de la roca fosfática empleada en el proceso, cantidad de sólidos presentes en el lodo, composición de P_2O_5 en el lodo de reacción, comportamiento del sistema de reacción (Becker P, 1989).

Por otra parte, en la tabla 4.1 se presentan la composición de la roca fosfática proveniente de las minas de Riecito y en la tabla 4.2 se presenta el rango de composición adecuada de algunos de los diversos componentes, que deben tener los distintos tipos de rocas fosfáticas en el mundo para ser incorporada al proceso productivo. Al comparar las tablas 4.1 y 4.2 se pudo observar que la composición de la roca fosfática proveniente de las minas de Riecito presenta una composición que está dentro del rango de operación de los componentes que la constituyen, de acuerdo con la composición de las rocas fosfáticas estudiadas en otras partes del mundo y por ende es una roca fosfática comercial apta para la producción de H_3PO_4 vía húmeda.

Esta comparación se realizó porque es importante explicar que el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda, operando con rocas fosfáticas comerciales empleadas en otras partes del mundo es similar al proceso de producción que se tiene en el Complejo petroquímico Morón, de acuerdo con el Manual de Operaciones de la Planta, operando con roca fosfática provenientes de las minas de Riecito y por tanto las variables de proceso que están involucradas en este proceso



son las mismas. Es por esto que las variables que intervienen en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 del Complejo son de igual forma: tamaño de partícula de roca fosfática alimentada al reactor, acidez libre en el lodo del reactor, temperatura del medio de reacción, composición de la roca fosfática empleada en el proceso, cantidad de sólidos presentes en el lodo, composición de P_2O_5 en el lodo de reacción, comportamiento del sistema de reacción.

TABLA 4.1: COMPOSICIÓN DE LA ROCA FOSFÁTICA PROCEDENTE DE LAS MINAS DE RIECITO

COMPOSICIÓN DE LA ROCA	FORMULA MOLECULAR	MÉTODO DE ANÁLISIS	RESULTADO	UNIDAD
Pentóxido de fósforo (fósforo total)	P_2O_5	PQM-3200	27,31	%p/p
Aluminio	Al^{3+}	PQM-203	0,74	%p/p
Hierro	Fe^{3+}	PQM-250	0,93	%p/p
Óxido de hierro más óxido de aluminio	$Al_2O_3 + Fe_2O_3$		1,67	%p/p
Calcio	Ca^{2+}	PQM-223	39,23	%p/p
Sílice	SiO_2	PQM-301	19,77	%p/p
Magnesio	Mg^{2+}	PQM-250	0,51	%p/p
Sodio en sólidos	Na_2O	PQM-301	0,21	%p/p
Dióxido de carbono condensado	CO_2	PQM-407	2,26	%p/p
Fluoruros	F	PQM-301	2,84	%p/p
Relación Oxido de calcio – P_2O_5	$CaO:P_2O_5$		1,44	adim



Fuente: Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, 2007.

TABLA 4.2: RANGO DE OPERACIÓN ADECUADO EN LA COMPOSICIÓN DE LAS ROCAS FOSFÁTICAS EMPLEADAS EN LA PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO

COMPOSICIÓN DE LA ROCA	FORMULA MOLECULAR	RANGO DE OPERACIÓN (%p/p)
Pentóxido de fósforo (fósforo total)	P_2O_5	(29 – 38)
Óxido de aluminio y óxido de hierro	$Al_2O_3 + Fe_2O_3$	(0,4 – 3,4)
Óxido de calcio (calcio presente)	CaO	(46 – 54)
Óxido de silicio	SiO_2	(0,2 – 8,7)
Óxido de magnesio	MgO	(0,1 – 0,8)
Óxido de sodio	Na_2O	(0,1 – 0,8)
Dióxido de carbono	CO_2	(0,2 – 7,5)
Fluoruros	F	(2,2 – 4,0)
Cloruros	Cl	(0,0 – 0,5)
Trióxido de azufre	SO_3	(0,0 – 2,9)
Relación Oxido de calcio – P_2O_5	CaO: P_2O_5	(1,35 – 1,70)

Fuente: Fertilizer Manual, 1979.



Adicionalmente, en la Planta de H_3PO_4 del Complejo Petroquímico Morón se tiene que las variables del proceso cuyo comportamiento varía constantemente en el tiempo son consideradas variables críticas del proceso.

El control de las variables críticas dentro del proceso de producción de H_3PO_4 la operación más importante es la cristalización del sulfato de calcio, esto se debe a que un buen funcionamiento en el proceso de cristalización proporciona un alto rendimiento en la recuperación de P_2O_5 de la roca fosfática, la obtención de la máxima concentración de P_2O_5 en el proceso y la formación de cristales fácil y eficientemente filtrables minimizando las pérdidas solubles de P_2O_5 (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

Tomando en cuenta esta situación se tiene que las variables críticas de estudio en esta investigación son las siguientes: composición de la roca fosfática empleada en el proceso, acidez libre en el lodo del reactor, temperatura del medio de reacción, cantidad de sólidos presentes en el lodo y la composición de P_2O_5 en el lodo de reacción; debido a que el tamaño de partícula de roca fosfática que se alimenta al reactor es 0,074mm y el comportamiento del sistema de reacción son variables consideradas constante en el proceso de producción de H_3PO_4 del Complejo y por tanto no son motivo de estudio en esta investigación, de acuerdo con estudios realizados por el Departamento Técnico del Complejo Petroquímico Morón.

Por otra parte, con respecto a los diversos componentes presentes en la roca fosfática, en esta investigación son motivo de estudio la composición del CaO y del P_2O_5 en la roca fosfática alimentada al reactor, específicamente la relación CaO/ P_2O_5 . Esto se debe a que la cantidad de P_2O_5 presente en la roca fosfática es un indicador de la pureza o calidad del H_3PO_4 obtenido en el proceso y su concentración en el lodo del reactor influye en la cristalización del sulfato de calcio; adicionalmente, la cantidad de CaO afecta el consumo del H_2SO_4 en el medio de reacción lo que determina su influencia en la formación del cristal de yeso en el proceso. El estudio de la relación CaO/ P_2O_5 se plantea ya que denota la cantidad de cristales de sulfato de calcio por metro cúbico de H_3PO_4 producido, donde a mayor valor en esta relación significa que existe un número elevado de cristales de sulfato de calcio y por tanto se necesita una mayor cantidad de agua de lavado para la torta de yeso formada en la tela de filtro, trayendo como consecuencia el



aumento de la cantidad de H_3PO_4 de recirculación y mejorando las condiciones de operación del proceso y la recuperación del P_2O_5 de la torta de yeso (Casillas J, 1991).

El comportamiento de los demás componentes presentes en la roca fosfática proveniente de las minas de Riecito no fue motivo de estudio en esta investigación debido a que en las proporciones presentes no afectan la cristalización del sulfato de calcio. Como se puede observar en las tablas 4.1 y 4.2 anteriormente presentadas, estos componentes operan dentro del rango establecido e influyen en este proceso de la siguiente forma: la composición del $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ no genera problemas durante el proceso de producción, pero da lugar a la formación sales de fosfato y a su vez estas sales reducen la capacidad de filtración debido a un aumento en la viscosidad del lodo, el SiO_2 presente influye en la formación de compuestos con fluor afectando las propiedades corrosivas del lodo, el Mg^{2+} por ser completamente soluble en este proceso pasa por completo al H_3PO_4 de producción, aumentando la viscosidad del lodo, el Na_2O da lugar a la formación de precipitados de fluorosilicatos que en grandes proporciones causan incrustaciones en los equipos, el CO_2 aumenta la reactividad de la roca al estar en grande proporciones; el cloruro influye en las propiedades corrosivas del lodo y el SO_3 es un compuesto inerte en la roca fosfática que se combina con el calcio y sólo afecta el consumo de H_2SO_4 (Casillas J, 1991).

4.2 DIAGNÓSTICO DE LAS CONDICIONES ACTUALES DE OPERACIÓN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO

En el desarrollo de esta investigación fue necesario hacer una revisión bibliográfica sobre el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda, para tener conocimientos claros de este proceso y del comportamiento de las variables críticas involucradas en la sección de reacción. Antes del inicio de la fase experimental, se realizó una visita programada al sitio donde tuvo lugar el estudio, específicamente la planta de ácido fosfórico del Complejo Petroquímico Morón con la finalidad de conocer detalladamente el funcionamiento de las etapas que la conforman y así tener un reconocimiento visual de la planta; también se realizó una revisión a la sección de reacción porque es donde se lleva a cabo el estudio; es decir, donde tiene lugar la formación del cristal de yeso a través de la manipulación de las variables que influyen en la sección de reacción.



Con la revisión de la Planilla de Control de Procesos de la Planta de Ácido Fosfórico, se recopilaron los datos necesarios para la construcción de los gráficos de control que permiten analizar el comportamiento actual de cada una de las variables críticas del proceso. En el apéndice A se reportan los datos para un período de tiempo determinado, específicamente desde enero 2006 hasta agosto del mismo año.

La data histórica se escogió tomando como punto de referencia el porcentaje de P_2O_5 contenido en la torta de yeso donde su comportamiento no cumple con los límites de control de procesos establecidos en la planta, debido a que la recuperación de P_2O_5 en dicha torta y por tanto en la sección de filtración dependen de las características de filtrabilidad de los cristales de yeso formados en la sección de reacción (Casillas J, 1991).

El porcentaje de P_2O_5 retenido en la torta de yeso en el proceso de producción de H_3PO_4 del Complejo, actualmente supera el 1,5% p/p de P_2O_5 establecido como límite máximo de pérdidas por concepto de retención de P_2O_5 en los poros de la torta de yeso; es decir, esta fuera de los parámetros de control, de acuerdo con análisis realizados en el Laboratorio Central del Complejo. Este comportamiento se puede observar figura 4.1 (ver datos en la tabla A.1).

Al presentar la torta de yeso un contenido de P_2O_5 superior al establecido como límite máximo en el control de proceso, se estudió el comportamiento de las variables críticas que intervienen en la sección de reacción como lo son: la composición de la roca fosfática alimentada al reactor, acidez libre en el medio de reacción, temperatura de operación en el lodo del reactor, cantidad de sólidos en el lodo y la composición de P_2O_5 en el lodo de reacción porque estas son los factores causantes de la cristalización del sulfato de calcio (Becker P, 1989).

En este proceso la operación más importante es la cristalización del sulfato de calcio ya que un buen funcionamiento en la cristalización proporciona un alto rendimiento en la recuperación de P_2O_5 de la roca fosfática, la obtención de la máxima concentración de P_2O_5 en el proceso y la formación de cristales fácil y eficientemente filtrables, minimizando las pérdidas solubles de P_2O_5 en la torta de yeso (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

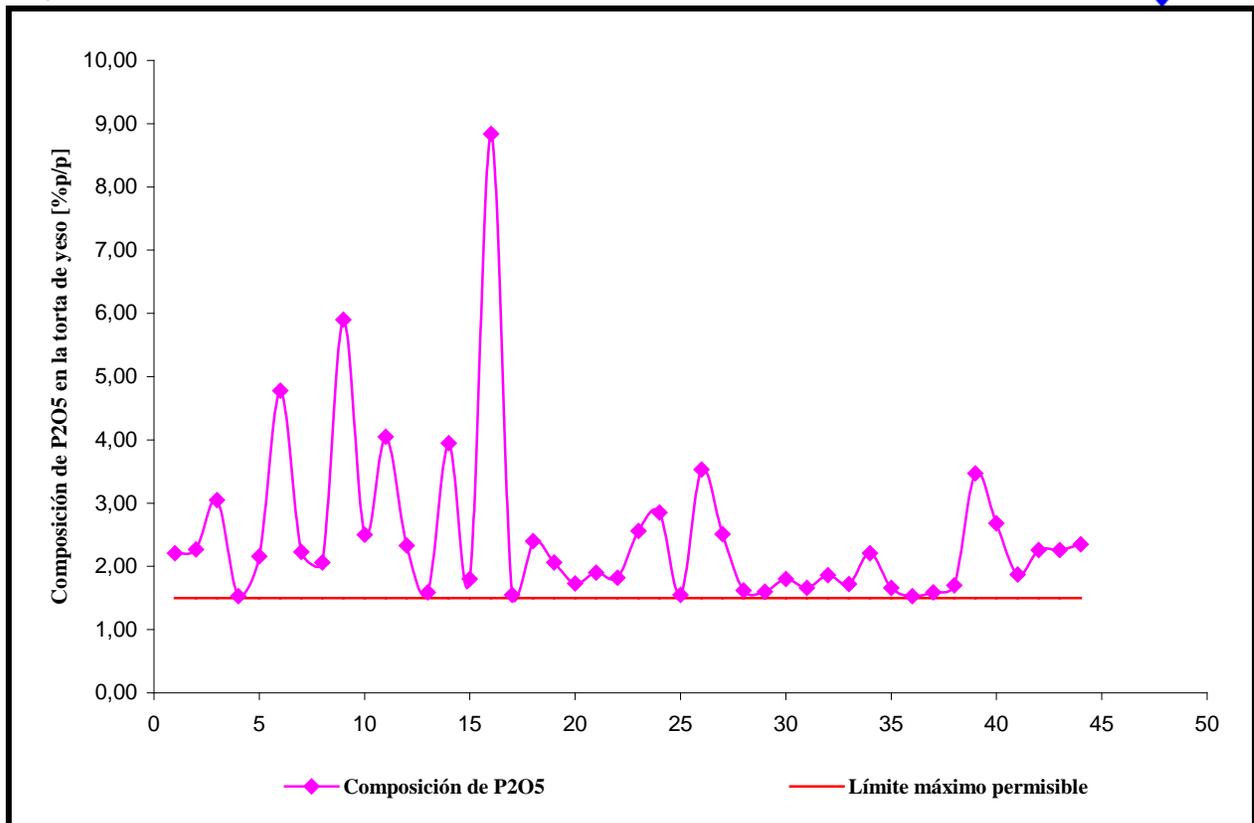


Figura 4.1: Comportamiento de la cantidad de P_2O_5 contenida en los poros de la torta de yeso formada en la sección de filtración

Por otra parte, se tiene que el rango de operación adecuado de las variables críticas donde el proceso de producción de H_3PO_4 es satisfactorio, son los siguientes: la composición de la roca fosfática (1,35 – 1,70)Adim, acidez libre en el medio de reacción (1,5 – 3,0)% p/p, temperatura del lodo del reactor (76 – 82)°C, cantidad de sólidos en el lodo (18 – 24)% v/v y la composición de P_2O_5 en el lodo (24 – 26)% p/p; de acuerdo con la Planilla de Control de Procesos de la Planta de Ácido Fosfórico.

A continuación se presentan los gráficos de control, donde se refleja el comportamiento actual de las variables críticas que intervienen en la sección de reacción del proceso:

En la figura 4.2 se observa el comportamiento de la composición de la roca fosfática procedente de las minas de Riecito, específicamente la relación CaO/P_2O_5 . Esta relación varía actualmente dentro del rango de operación permisible del proceso con ligeras desviaciones por



debajo del límite inferior permisible, presentando valores que oscilan entre 1,30adim y 1,60adim en la relación $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ (ver datos en la tabla A.2).

Operar relación $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ dentro del rango de operación permisible facilita la recuperación de P_2O_5 en la torta de yeso, en consecuencia en la sección de filtración y un valor elevado proporciona pobres cualidades de cristalización y trae como consecuencia la formación de cristales pequeños, difíciles de lavar y filtrar (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

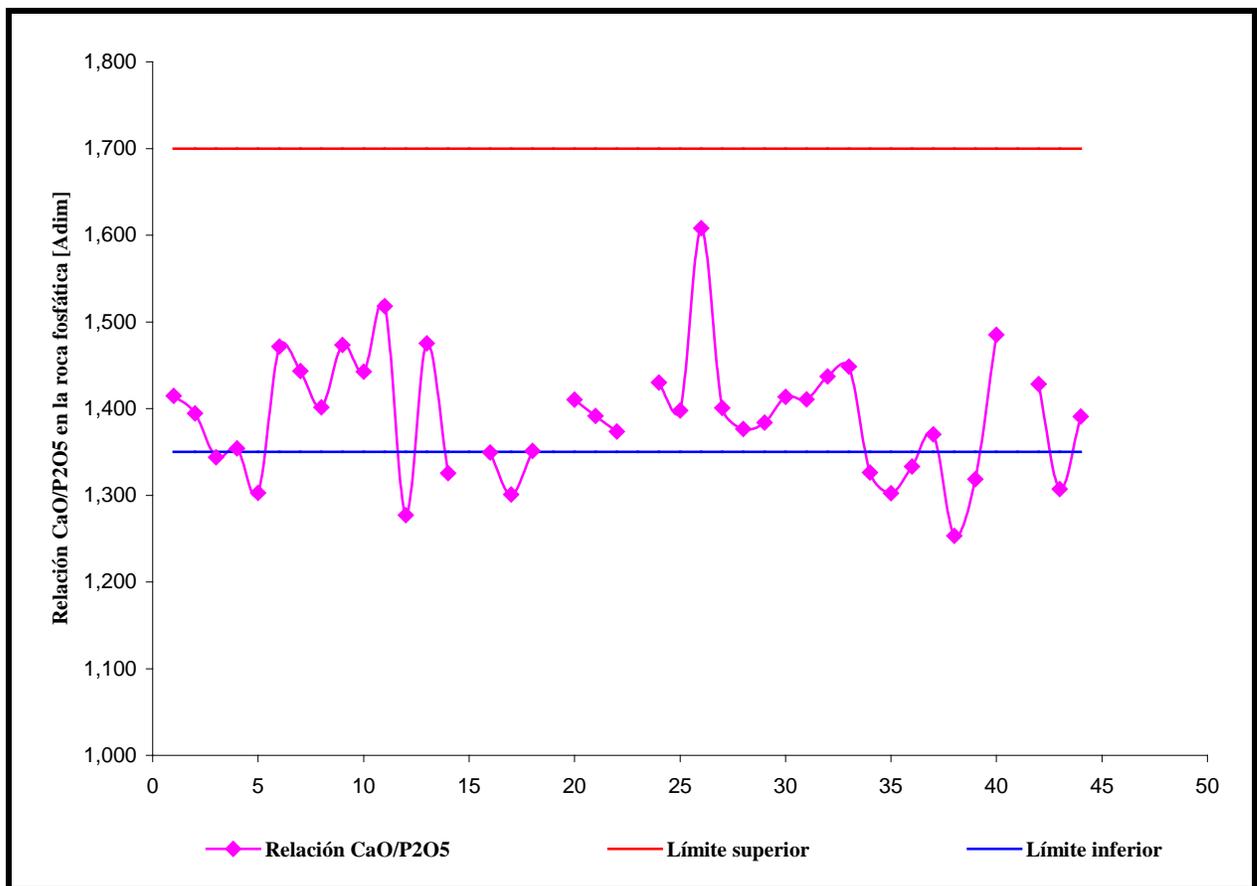


Figura 4.2: Comportamiento actual de la composición de la roca fosfática alimentada al reactor

En la figura 4.3 se observa el comportamiento de la acidez libre en el medio de reacción. Esta variable crítica actualmente no está operando dentro de los límites permisibles del proceso productivo en muchos casos presenta valores por debajo del límite inferior aceptado. Su comportamiento varía entre 0,5% p/p y 2,5% p/p aproximadamente (ver datos en la tabla A.3).



Un contenido inferior al 1,5% p/p tiende a formar cristales pequeños difícilmente filtrables. La deficiencia de los iones SO_4^{2-} y en consecuencia exceso de los iones Ca^{2+} en el medio de reacción favorece la nucleación con bajas condiciones de sobresaturación, lo que conduce a la formación de cristales pequeños tipo agujas o platos delgado donde los cristales más finos y más pequeños que se forman a medida que la concentración de iones Ca^{2+} aumenta son más difíciles de lavar y filtrar (Casillas J, 1991).

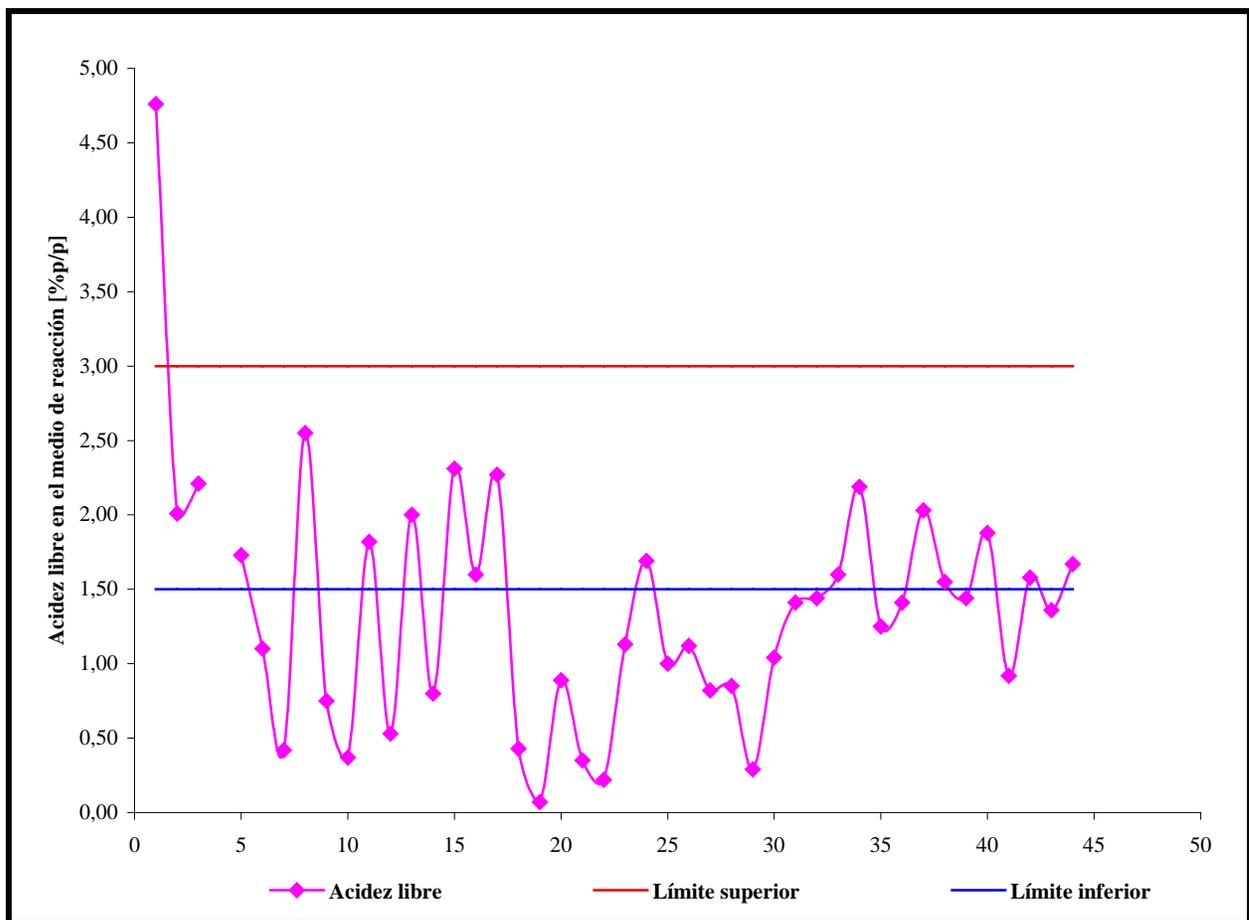


Figura 4.3: Comportamiento actual de la acidez libre en el lodo del reactor

En la figura 4.4 se observa el comportamiento actual de la temperatura de operación en el medio de reacción del proceso. Esta variable crítica opera dentro de los límites admisibles de control del proceso con fluctuaciones notables dentro del rango de operación establecido, reportando ligeras desviaciones por debajo del límite inferior y algunos valores de temperatura por encima del límite superior (ver datos en la tabla A.4).



El comportamiento de la temperatura de operación en el lodo del reactor modifica las propiedades físicas del lodo, especialmente la viscosidad. Un aumento en la temperatura reduce la viscosidad del H_3PO_4 producido mejorando la operación de la sección de filtración. Por el contrario, operar con temperaturas bajas da lugar a la nucleación del sulfato de calcio y de ciertas impurezas contenidas en el lodo, disminuyendo así la eficiencia en la sección de filtración. Por otra parte, la temperatura en el lodo afecta la formación del cristal de yeso debido a que la cristalización depende de las solubilidades de ciertas impurezas y de las sobresaturaciones locales presentes. La sobresaturación del medio favorece la nucleación limitando el crecimiento cristalino, a su vez un incremento en la temperatura solubiliza algunas sustancias presentes y favorece la formación del cristal (Casillas J, 1991).

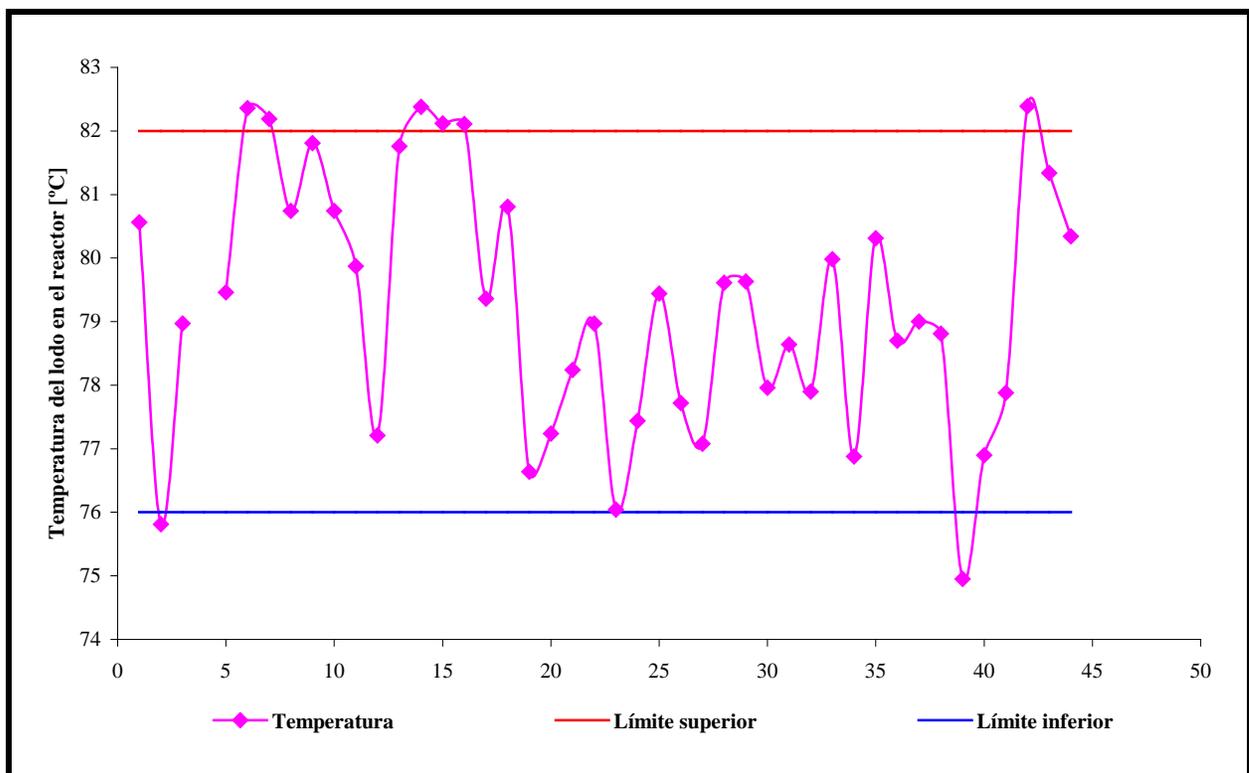


Figura 4.4: Comportamiento actual de la temperatura de operación en el medio de reacción

En la figura 4.5 se observa el comportamiento actual de la cantidad de sólidos presentes lodo del medio de reacción. Esta variable crítica opera dentro de los límites permisibles de control de procesos, con ligeras variaciones dentro del rango de operación y desviaciones leves de por debajo y por encima de los límites establecidos (ver datos en la tabla A.5).



Con un contenido de sólidos reducido en el lodo la superficie de los cristales por cm^3 de lodo que ofrece lugar para el establecimiento de los iones SO_4^{2-} y Ca^{2-} también disminuirá. Esto conduce al aumento del nivel de sobresaturación del medio porque la reacción de crecimiento regular de los cristales disminuye, en consecuencia favorece la nucleación y a la formación de cristales pequeños (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

Por otro lado, aumentar la cantidad de sólidos en el lodo dentro de un rango apropiado, conduce a un aumento en el crecimiento del cristal de yeso, disminuyendo de igual forma la sobresaturación del medio y la nucleación ya que estas impiden dicho crecimiento. Al mismo tiempo, un exceso de sólidos en el medio produce un incremento elevado en la densidad y viscosidad del lodo, haciéndolo difícil de manipular y filtrar, esto trae como consecuencia el deterioro de las condiciones de cristalización formando un gran número de cristales de poco tamaño, originado por la sobresaturación del medio que favorece la nucleación y una baja eficiencia en la operación en la sección de filtración (Casillas J, 1991).

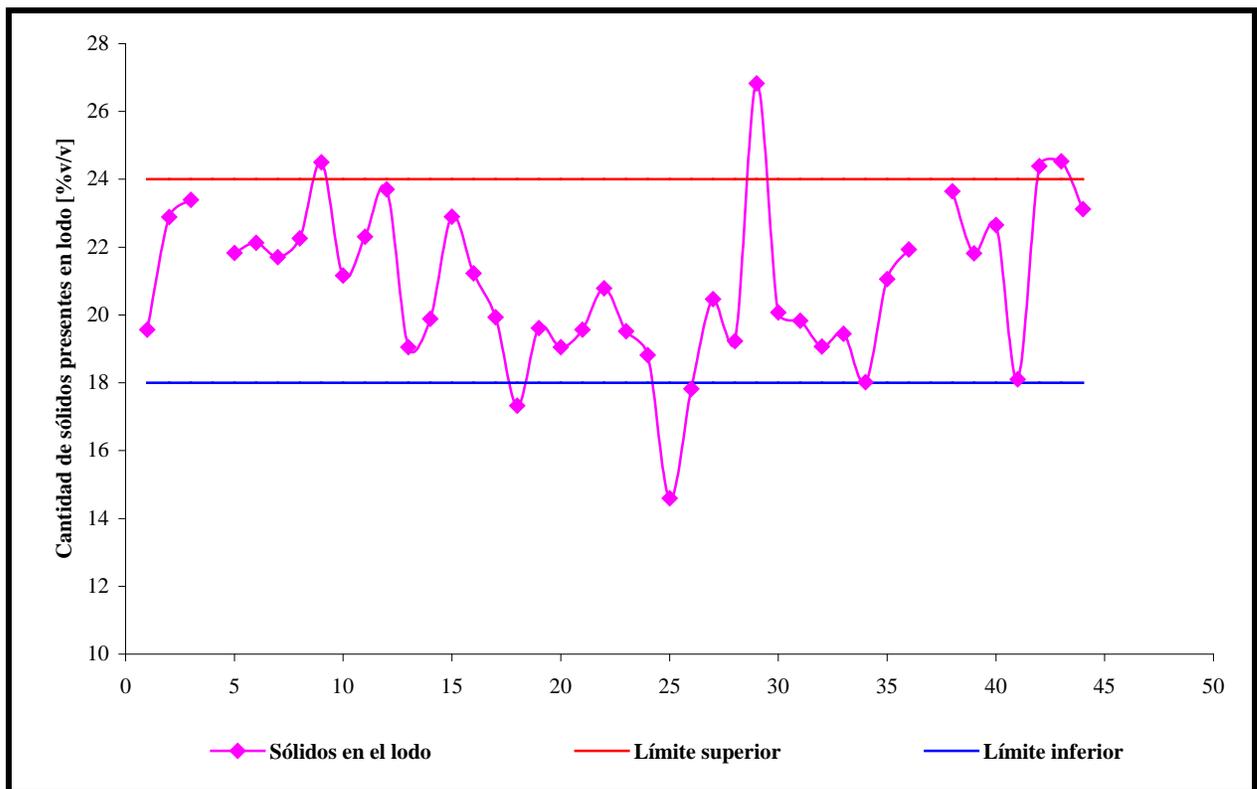


Figura 4.5: Comportamiento actual de la cantidad de sólidos presentes en el lodo



En la figura 4.6 se observa el comportamiento actual de la composición de P_2O_5 en el lodo del reactor. Esta variable crítica no está operando dentro de los límites permisibles de control de proceso. Presenta grandes variaciones dentro y fuera del rango de operación establecido, generalmente con valores por debajo del límite inferior. Su comportamiento oscila entre el 20% p/p y el 27% p/p de P_2O_5 aproximadamente (ver datos en la tabla A.6).

Concentraciones bajas de H_3PO_4 en el lodo del reactor facilita las condiciones de producción y en este caso la recuperación de P_2O_5 de la torta de filtro. En algunos casos se pueden encontrar concentraciones muy bajas de P_2O_5 con altas relaciones CaO/P_2O_5 y pobres cualidades de cristalización, lo que trae como consecuencia la disminución de la eficiencia en la sección de filtración (Manual de Operación en Planta, 1990).

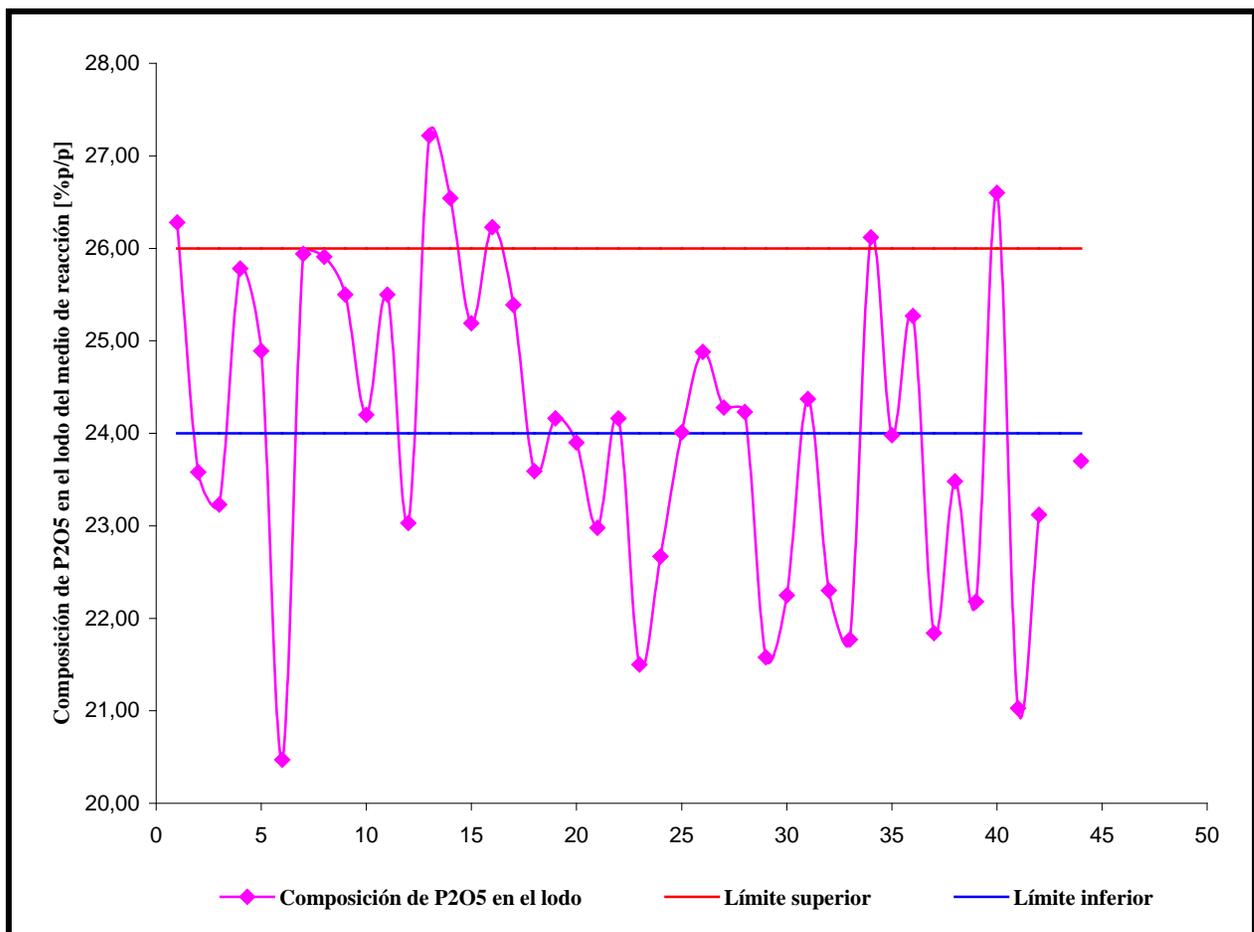


Figura 4.6: Comportamiento actual de la composición de P_2O_5 en lodo de reacción



4.3 CONDICIONES DE OPERACIÓN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN QUE PERMITA OBTENER LA FORMA Y TAMAÑO DE CRISTAL DE YESO, DONDE EXISTA LA MÁXIMA RECUPERACIÓN DE P_2O_5

Las condiciones de operación de las variables críticas del proceso se establecieron de acuerdo a los requerimientos de la planta en el Panel de Control de la Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón ya que esta investigación no debía interferir en el proceso productivo porque el H_3PO_4 es materia prima para la producción de fertilizantes en el Complejo y el proceso debe cumplir con un tiempo y calidad en el producto.

En la tabla 4.3 se presentan las condiciones de operación de las variables críticas del proceso establecidas experimentalmente en esta investigación. La manipulación y toma de datos de las variables críticas se realizó de acuerdo al funcionamiento de la planta; es decir, cuando se consideró que las variables del proceso presentan un comportamiento estable, es por esto que en un día determinado se tomó diferentes números de mediciones. También se puede observar que las condiciones de operación establecidas para cada variable crítica son distintas en cada medición ya que el proceso varía constantemente debido a los requerimientos de la planta.

Adicionalmente, la recopilación de la data experimental de las variables críticas del proceso se realizó con la finalidad de comparar posteriormente el comportamiento que presentan en un momento determinado cada una de estas variables, con la formación del cristal de yeso y la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

Las figuras 4.7, 4.8 y 4.9 corresponden a algunas de las fotografías de los cristales de sulfato de calcio o cristal de yeso obtenido en el lodo del medio de reacción, presentadas de manera aleatoria, para cada una de las condiciones de operación establecidas en el proceso donde se pueden observar la forma y tamaño del cristal de yeso para un comportamiento específico de las variables críticas del proceso. En el apéndice C se encuentran las demás fotografías de los cristales de sulfato de calcio para cada condición de operación fijada durante la investigación y en la tabla 4.4 se describen detalladamente las características observadas en las diferentes figuras de cada uno de los cristales de yeso formados.

**TABLA 4.3: CONDICIONES DE OPERACIÓN DE LAS VARIABLES CRÍTICAS DEL PROCESO**

Fecha	Hora	Relación CaO/P ₂ O ₅ [Adim]	Acidez libre [%p/p]	Temperatura en el lodo [°C]	Sólidos en el lodo [%v/v]	P ₂ O ₅ en el lodo [%p/p]
15/08/2006	07:30a.m.	1,428	0,56	79,5	45	24,20
15/08/2006	09:00a.m.	1,428	1,33	80,7	50	24,90
15/08/2006	11:00a.m.	1,428	2,66	81,2	44	24,83
16/08/2006	07:30a.m.	1,453	0,15	82,7	52	26,41
17/08/2006	07:30a.m.	1,445	2,67	80,0	50	24,92
22/08/2006	07:30a.m.	1,415	1,14	79,1	56	25,20
22/08/2006	09:00a.m.	1,415	0,93	78,8	58	24,92
24/08/2006	07:30a.m.	1,419	2,28	80,3	54	24,54
24/08/2006	09:00a.m.	1,419	2,67	80,0	54	24,74
30/08/2006	09:00a.m.	1,375	0,53	82,7	54	26,51
31/08/2006	07:30a.m.	1,325	1,29	81,2	49	25,54
31/08/2006	09:00a.m.	1,325	1,11	81,3	45	24,77
07/09/2006	07:30a.m.	1,362	1,13	82,9	48	24,35
07/09/2006	09:00a.m.	1,362	0,92	83,8	55	24,72
18/09/2006	07:30a.m.	1,415	1,15	76,2	55	24,18
18/09/2006	09:00a.m.	1,415	1,59	77,2	53	24,05
18/09/2006	11:00a.m.	1,415	2,66	75,0	50	23,13
18/09/2006	1:00p.m.	1,415	3,19	74,3	50	22,24
20/09/2006	07:30a.m.	1,410	2,69	75,0	50	23,74
20/09/2006	09:00a.m.	1,410	2,06	75,5	50	23,85
20/09/2006	11:00a.m.	1,410	1,82	75,0	45	23,69
20/09/2006	1:00p.m.	1,410	2,40	75,0	45	22,78
26/09/2006	07:30a.m.	1,406	2,00	81,9	50	24,94
26/09/2006	09:00a.m.	1,406	1,36	81,3	50	24,99



Adicionalmente, en cada figura del apéndice C se observan características distintas en la formación del cristal de yeso para cada condición de operación. En la mayoría de los casos los cristales tienden a ser tipo rómbico de diferentes tamaños y en menor proporción cristales pentagonales, hexagonales entre otros, además de quedar en el lodo restos de partículas sólidas esféricas.

La determinación de las características de los cristales de yeso formados, es importante porque la distribución del tamaño, así como su forma rigen la relación superficie-volumen y porosidad de la torta de yeso, donde cristales muy grandes en conjunto con otros muy pequeños sin tamaños promedios conducen a una baja eficiencia en la sección de filtración; además, porque el funcionamiento eficiente en la sección de filtración está correlacionado con la formación de cristales cuya relación superficie-volumen no sea muy elevada y con los cuales se construya una torta de yeso con una superficie lo suficientemente porosa que permita que el H_3PO_4 producido fluya fácilmente a través de ella (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

También, es debido a que el principal objetivo durante el proceso de reacción y cristalización es obtener un alto rendimiento en la extracción del P_2O_5 contenido en la roca fosfática y maximizar la recuperación del P_2O_5 en la etapa de filtración, por medio de la optimización de las condiciones de operación que conducen a la formación de cristales fácilmente filtrables (Casillas J, 1991).

La figura 4.7 corresponde a la condición de operación establecida el día 31/08/2006 a las 7:30am. Estas son las siguientes: composición de la roca fosfática alimentada al reactor 1,325adim; acidez libre en el medio 1,29%p/p; temperatura de operación del lodo 81,2°C; cantidad de sólidos en el lodo 49%v/v y la composición de P_2O_5 en el lodo del reactor 25,54%p/p (ver tabla 4.3). Adicionalmente, se observa la formación predominante de cristales tipo rómbico con un tamaño de cristal aproximado de 64 μ m de ancho y 79 μ m de longitud rodeado de cristales más pequeños respecto al promedio, igualmente de forma pentagonal en menor proporción, también se notan restos de pequeñas partículas sólidas en el lodo. Para esta condición de operación la composición de la roca fosfática alimentada a reactor, la temperatura de operación del medio y la composición de P_2O_5 en el lodo, operan dentro de los límites de control.



La acidez libre presenta un valor inferior al 1,5% p/p, límite inferior admisible, lo que indica una deficiencia de los iones SO_4^{2-} y exceso de iones Ca^{2+} en el medio de reacción, favoreciendo así la nucleación lo que conduce a la formación de cristales pequeños tipo agujas o platos delgado; por otra parte, la cantidad de sólidos en el lodo opera por encima de 24% v/v, límite máximo de operación, presentando un exceso de sólidos y trayendo como consecuencia el deterioro de las condiciones de cristalización, formando un gran número de cristales de poco tamaño originado por la sobresaturación del medio que favorece la nucleación (Casillas J, 1991).

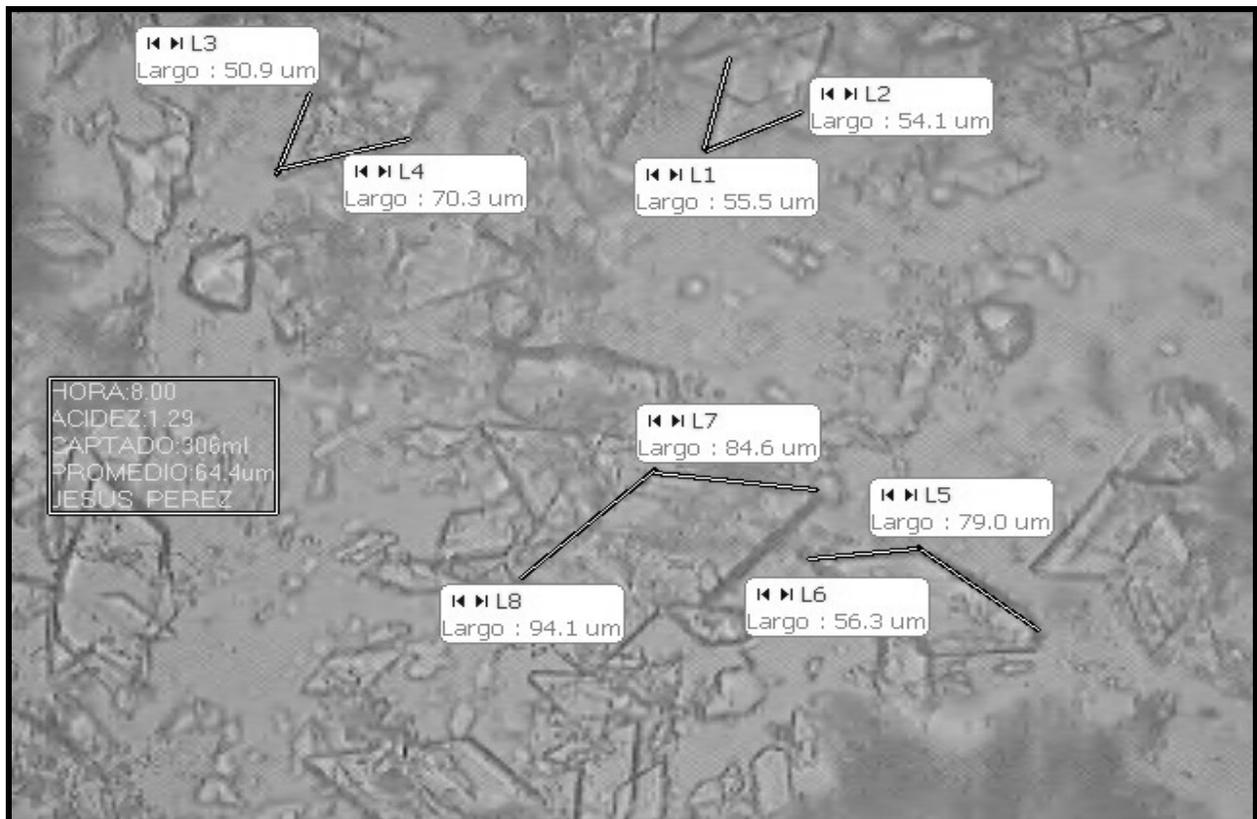


Figura 4.7: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 31-08-2006. Hora: 7:30am.

La figura 4.8 corresponde a las condiciones de operación establecidas el día 18/09/2006 a las 11:00a.m. Estas son las siguientes: composición de la roca fosfática alimentada al reactor 1,415adim; acidez libre en el medio 2,66%p/p; temperatura de operación del lodo 75,0°C; cantidad de sólidos en el lodo 50%v/v y la composición de P_2O_5 en el lodo 23,13% p/p (ver tabla 4.3). Se observa la formación de cristales tipo rómbico con una longitud aproximada 109 μm y 104 μm de ancho, también una pequeña cantidad de partículas sólidas. Para esta condición de



operación, la composición de la roca fosfática alimentada al reactor, la acidez libre del medio, la temperatura de operación y la composición de P_2O_5 en el lodo, operan dentro del rango de control del proceso y por ende favorecen la formación del cristal en el medio de reacción.

La composición de P_2O_5 en el lodo opera con un exceso en el lodo, lo que explica la presencia de una pequeña cantidad de partículas sólidas en el medio de reacción que da lugar a la formación de cristales pequeños (Casillas J, 1991).

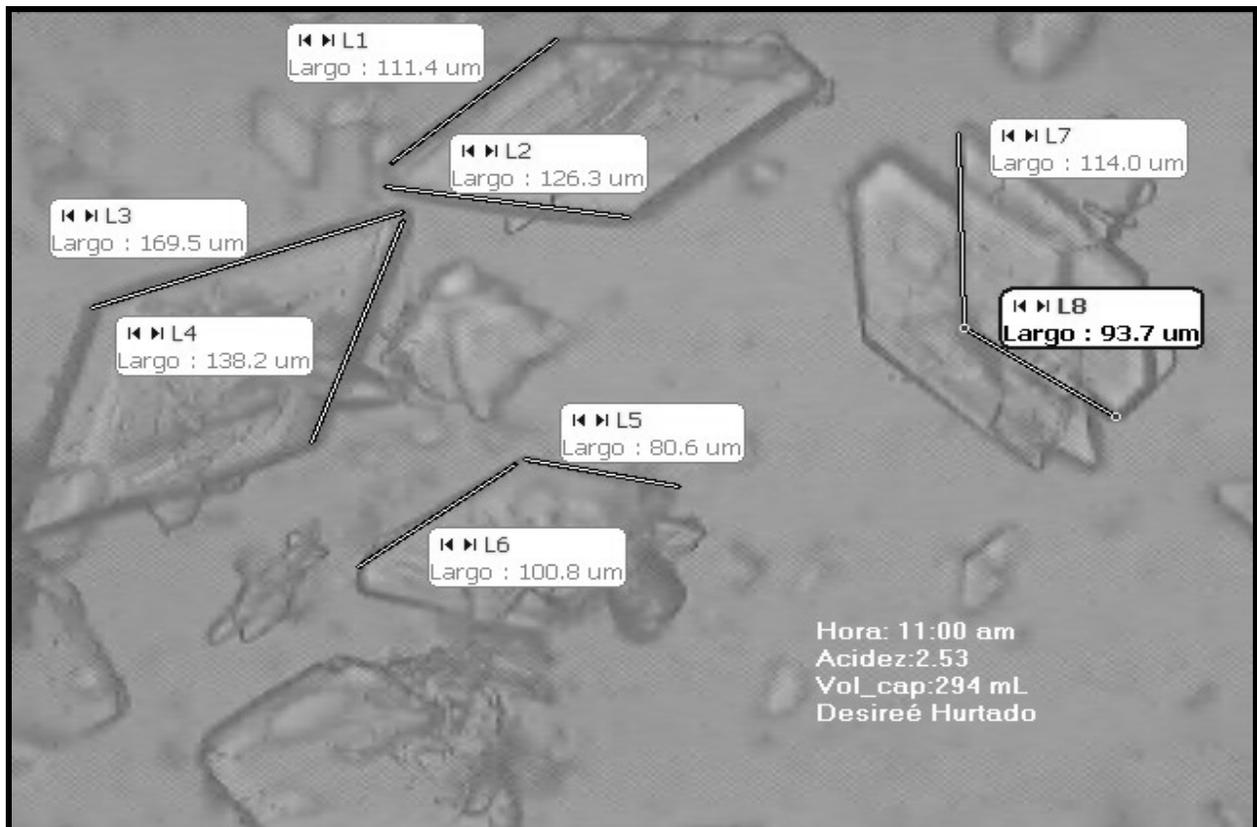


Figura 4.8: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 18-09-2006. Hora: 11: 00am.

La figura 4.9 corresponde a la condición de operación establecidas el día 20/09/2006 a las 9:00a.m. Estas son las siguientes: composición de la roca fosfática alimentada al reactor 1,410adim, acidez libre en el medio 2,06%p/p; temperatura de operación del lodo 75,5°C; cantidad de sólidos en el lodo 50%v/v y la composición de P_2O_5 en el lodo del reactor 23,85%p/p (ver tabla 4.3). Se observa la formación predominante de cristales tipo rómbico de aproximadamente 53 μm de ancho y 76 μm de longitud y de cristales pentagonales con un ancho de

83 μm con un de los lados de 104 μm y el otro de 54 μm , también se nota gran cantidad de partículas sólidas y cristales pequeños con dificultad para ser observados. Para esta condición de operación las variables críticas del proceso como la composición de la roca fosfática alimentada al reactor, acidez libre en el medio, temperatura de operación del lodo y la composición de P_2O_5 en el lodo del reactor, operan dentro de los límites de control permisibles, favoreciendo las condiciones de cristalización. En esta figura se observa gran cantidad de partículas sólidas en el medio de reacción, porque la cantidad de sólidos en el lodo opera por encima del límite máximo de control con un 50%v/v. Este exceso de sólidos causa sobresaturaciones en el medio favoreciendo la nucleación que origina la formación de cristales pequeños (Casillas J, 1991).

Adicionalmente, el poco crecimiento de los cristales de yeso y la presencia de partículas sólidas en el medio de reacción, se debe a la baja eficiencia en la operación mezclado. La agitación del medio de reacción proporciona un buen mezclado del lodo y una dispersión eficiente de la materia prima para lograr las condiciones de reacción requeridas por el sistema y evitar las sobresaturaciones en algunos puntos del lodo (Becker P, 1989).

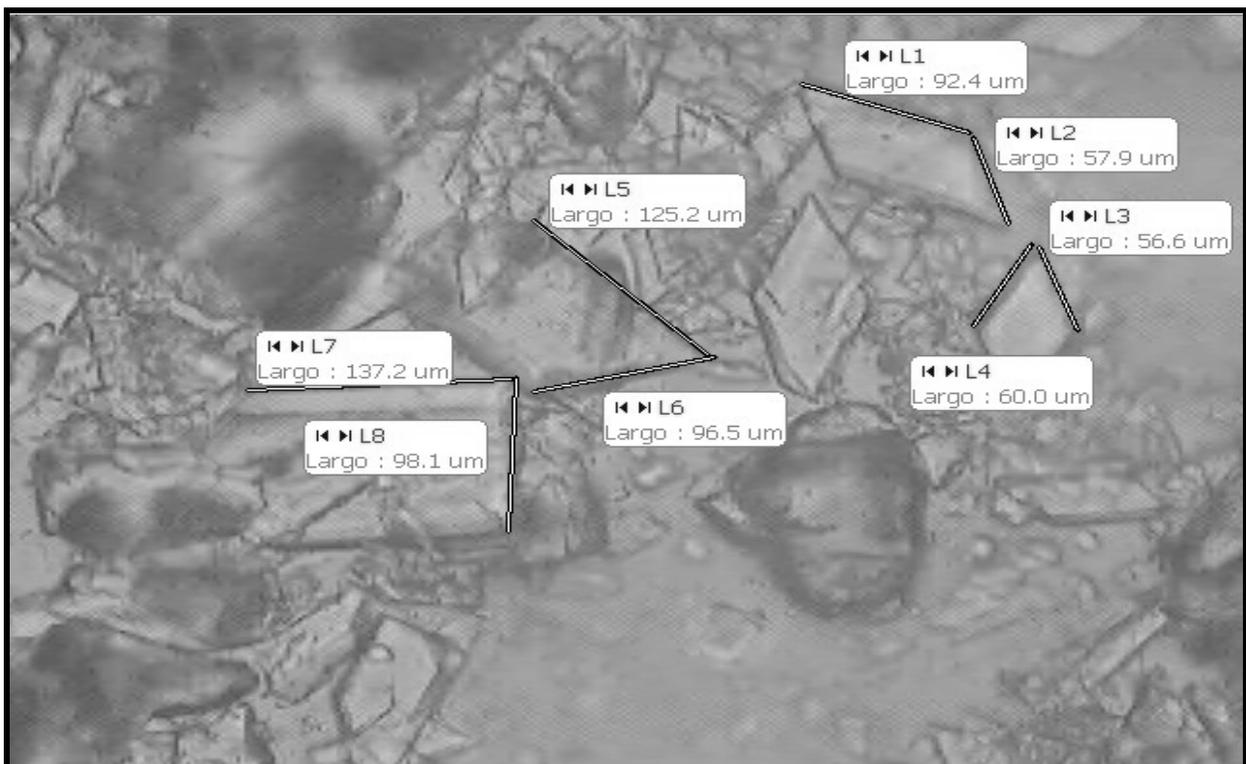


Figura 4.9: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 20-09-2006. Hora: 9:00am.



En la tabla 4.4 se presentan las características de los cristales de yeso formados en el medio de reacción para cada una de las condiciones de operación establecidas de las variables críticas del proceso; es decir, para un instante específico las variables críticas presentan un comportamiento determinado y esto trae como consecuencia la formación de cristales de yeso con distintas características ya que las variables del proceso que intervienen en la sección de reacción son los factores que causan la cristalización del sulfato de calcio (Becker P, 1989).

TABLA 4.4: FORMA Y TAMAÑO DEL CRISTAL DE YESO OBTENIDO EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN PARA LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN

Fecha	Hora	Forma	Tamaño			Observaciones
			Ancho [μm]	Largo1 [μm]	Largo2 [μm]	
15/08/2006	07:30 a.m.	Rómbico	49	87	---	Se observan diferentes tipos de cristales, y partículas sólidas.
15/08/2006	09:00 a.m.	Rómbico	58	67	---	Se nota una pequeña cantidad de cristales finos tipo aguja y gran cantidad de partículas sólidas.
		Pentagonal	70	91	41	
15/08/2006	11:00 a.m.	Rómbico	82	91	---	Cristales aglomerados difíciles de observar. También se notan cristales partidos de forma irregular.
16/08/2006	07:30a.m	Rómbico	85	101	---	Cristales aglomerados difíciles de observar. Se notan cristales muy finos en forma de aguja.

**TABLA 4.4 (continuación): FORMA Y TAMAÑO DEL CRISTAL DE YESO OBTENIDO EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN PARA LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN**

Fecha	Hora	Forma	Tamaño promedio			Observaciones
			Ancho [μm]	Largo1 [μm]	Largo2 [μm]	
17/08/2006	07:30 a.m.	Rómbico	70	103	---	Cristales rómbicos formados, cierta cantidad de partículas sólidas y cristales sin forma definida
22/08/2006	07:30 a.m.	Rómbico	73	82	--	Cristales muy agrupados, difíciles de observar y otros con forma irregular.
22/08/2006	09:00 a.m.	Rómbico	79	85	--	Cristales bastante agrupados, difíciles de observar y otros con forma irregular
24/08/2006	07:30 a.m.	Rómbico	49	67	--	Cantidades similares de cristales rómbicos y de pentágonos, además de partículas finas difíciles de observar
		Pentagonal	66	159	39	
24/08/2006	09:00 a.m.	Rómbico	58	72	--	Cristales pequeños y partículas sólidas, alrededor de los cristales rómbicos formados

**TABLA 4.4 (continuación): FORMA Y TAMAÑO DEL CRISTAL DE YESO OBTENIDO EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN PARA LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN**

Fecha	Hora	Forma	Tamaño promedio			Observaciones
			Ancho [μm]	Largo1 [μm]	Largo2 [μm]	
30/082006	09:00 a.m.	Pentagonal	30	35	21	Se tienen impurezas y partículas sólidas
		Hexagonal	24	32	10	
31/08/2006	07:30 a.m.	Rómbico	64	79	--	Presencia de cristales pequeños, respecto al promedio, de forma rómbica y pentagonal. también se observan partículas sólidas
31/08/2006	09:00 a.m.	Rómbico	45	68	--	Se observan partículas sólidas alrededor de los cristales formados
07/09/2006	07:30 a.m.	Rómbico	85	106	--	Cristales sin forma definida y presencia de partículas esféricas
07/09/2006	09:00 a.m.	Rómbico	77	152	--	Se presenta la formación de cristales de gran tamaño y gran cantidad de sólidos en el medio
		Hexagonal	55	24	13	

**TABLA 4.4 (continuación): FORMA Y TAMAÑO DEL CRISTAL DE YESO OBTENIDO EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN PARA LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN**

Fecha	Hora	Forma	Tamaño promedio			Observaciones
			Ancho [μm]	Largo1 [μm]	Largo2 [μm]	
18/09/2006	07:30 a.m.	Pentagonal	95	118	67	Se notan partículas sólidas alrededor de los cristales rómbicos y pentagonales, así como cristales de cuatro lados con uno de ellos ovalado
18/09/2006	09:00 a.m.	Rómbico	41	68	--	Presencia de cristales difíciles de distinguir su forma y tamaño
		Pentagonal	59	88	42	
18/09/2006	11:00 a.m.	Rómbico	104	109	--	Se observa una pequeña cantidad de partículas sólidas
18/09/2006	1:00 p.m.	Rómbico	50	98	--	Se distinguen partículas sólidas en pequeña proporción y cristales en forma de cuadriláteros
		Pentagonal	63	94	44	
20/09/2006	07:30 a.m.	Rómbico	76	110	--	Se nota que los cristales rómbicos están rodeados de otros más pequeños, sin forma definida

**TABLA 4.4 (continuación): FORMA Y TAMAÑO DEL CRISTAL DE YESO OBTENIDO EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN PARA LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN**

Fecha	Hora	Forma	Tamaño promedio			Observaciones
			Ancho [μm]	Largo1 [μm]	Largo2 [μm]	
20/09/2006	09:00 a.m.	Rómbico	53	76	--	Partículas sólidas y cristales pequeño, con dificultad para ser observados
		Pentagonal	83	104	54	
20/09/2006	11:00 a.m.	Rómbico	39	57	--	Presencia de partículas sólidas alrededor de los cristales formados
		Pentagonal	74	83	41	
20/09/2006	1:00 p.m.	Rómbico	58	75	--	Se nota una pequeña cantidad de partículas sólidas y cristales en forma de pentágonos y cuadriláteros en poca proporción.
26/09/2006	07:30 a.m.	Rómbico	82	134	--	Los cristales rómbicos rodeados de partículas sólidas y cristales delgados
26/09/2006	09:00 a.m.	Rómbico	43	68	--	Cristales de diferentes formas y tamaños: de cinco lados, delgados; con poca cantidad de sólidos alrededor



Por otra parte, a través de los análisis realizados en el Laboratorio central del Complejo Petroquímico Morón a la torta de yeso formada en la sección de filtración durante la fase experimental de esta investigación, se determinó la cantidad de P_2O_5 retenido en los poros de la torta de yeso con la finalidad de determinar el porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración. En la tabla 4.5 se presenta la cantidad de P_2O_5 contenido en la torta de yeso con su respectivo porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración para cada condición de operación establecida de las variables críticas del proceso.

Con la caracterización de los cristales de yeso formados en el lodo (apéndice C) y el calculo del porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración (ver tabla 4.5) para cada una de las condiciones de operación establecidas de las variables críticas del proceso, se determinó la influencia que tienen el comportamiento de estas variables en la formación del cristal de yeso y como este afecta la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.

Para las características de cristalización obtenidas en la figura 4.7 la cantidad de P_2O_5 retenida en los poros de la torta y la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración es de 1,24% p/p y 91,91 respectivamente. Para las características obtenidas en la figura 4.8 la cantidad de P_2O_5 retenida en los poros de la torta y la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración es de 1,08% p/p y 92,29 respectivamente y para las características obtenidas en la figura 4.9 la cantidad de P_2O_5 retenida en los poros de la torta y la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración es de 2,36% p/p y 84,85 respectivamente (ver tablas 4.4 y 4.5). Los cálculos típicos realizados para la determinación del porcentaje de recuperación de P_2O_5 se presentan en el apéndice B.

En la figura 4.10 se observa que existe una relación inversa entre la cantidad de P_2O_5 contenido en la torta y la eficiencia de la sección de filtración, porque a medida que aumenta la cantidad de P_2O_5 retenido en los poros de la torta de yeso menor es la cantidad de P_2O_5 que se recupera de la sección de filtración (ver datos en la tabla 4.5). Esto se debe a que el funcionamiento eficiente en la sección de filtración está correlacionada a la formación de cristales con los cuales se construya una torta de yeso lo suficientemente porosa que permita que el H_3PO_4 producido fluya fácilmente a través de ella (Manual de Operaciones de Planta, 1990).



TABLA 4.5: RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN Y CONTENIDO DE P_2O_5 EN LA TORTA DE YESO PARA LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN

Fecha	Hora	P_2O_5 contenido en la torta de yeso [%]	Recuperación de P_2O_5 [%]
15/08/2006	07:30a.m.	2,01	85,15
15/08/2006	09:00a.m.	0,96	92,86
15/08/2006	11:00a.m.	1,31	89,68
16/08/2006	07:30a.m.	1,90	86,53
17/08/2006	07:30a.m.	1,11	91,34
22/08/2006	07:30a.m.	1,11	92,77
22/08/2006	09:00a.m.	1,09	92,87
24/08/2006	07:30a.m.	1,66	86,70
24/08/2006	09:00a.m.	1,52	87,84
30/08/2006	09:00a.m.	1,52	89,47
31/08/2006	07:30a.m.	1,24	91,91
31/08/2006	09:00a.m.	1,59	89,62
07/09/2006	07:30a.m.	2,00	86,72
07/09/2006	09:00a.m.	1,41	90,64
18/09/2006	07:30a.m.	1,32	90,58
18/09/2006	09:00a.m.	1,88	86,58
18/09/2006	11:00a.m.	1,08	92,29
18/09/2006	1:00p.m.	1,41	89,93
20/09/2006	07:30a.m.	1,25	91,98
20/09/2006	09:00a.m.	2,36	84,85
20/09/2006	11:00a.m.	1,06	93,20
20/09/2006	1:00p.m.	0,99	93,65
26/09/2006	07:30a.m.	1,80	86,56
26/09/2006	09:00a.m.	2,07	84,54

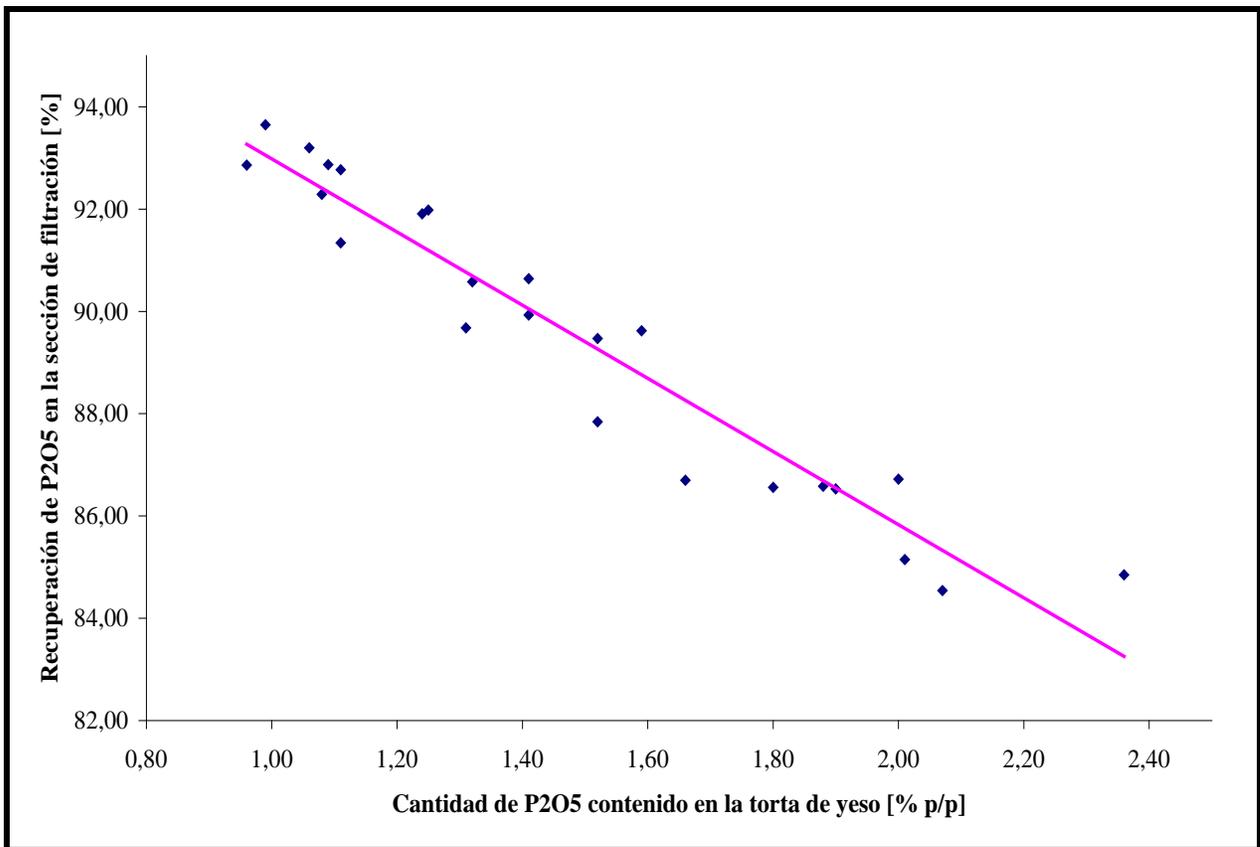


Figura 4.10: Influencia de la cantidad de P₂O₅ contenido en la torta de yeso en la recuperación de P₂O₅ en la sección de filtración de la planta de H₃PO₄

En esta investigación se determinó que la máxima recuperación de P₂O₅ en la sección de filtración, corresponde a las condiciones de operación establecidas el día 20/09/2006 a la 1:00p.m ya que aquí se obtiene la menor cantidad de P₂O₅ retenido en los poros de la torta de yeso, 0,99% p/p, y por tanto se tiene la mayor recuperación de P₂O₅ y mejor eficiencia en la sección de filtración, igual a 93,65; para el período de estudio (ver tabla 4.5). En consecuencia, la forma y tamaño del cristal de yeso donde existe la máxima recuperación de P₂O₅ en la sección de filtración es de tipo rómbica, con un tamaño en el cristal aproximado de 58µm de anchura y 75µm de longitud (ver tabla 4.4).

Adicionalmente, de acuerdo con estudios realizados en la sección de reacción del proceso de producción de H₃PO₄ vía húmeda se determina que las características del cristal de yeso que

se desean obtener son de forma rómbica de cierto espesor y una longitud no superior a dos o tres veces su anchura ya que los cristales de yeso que presentan estas características proporcionan una velocidad de filtración razonable y pueden ser lavados con facilidad (Casillas J, 1991).

En la figura 4.11 se observan las características de los cristales de yeso para las condiciones de operación que proporciona la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración. Estos valores corresponden a la condición de operación establecida para el día 20/09/2006 a la 1:00pm y en la tabla 4.6 se presenta esta condición de operación específica de las variables críticas del proceso.

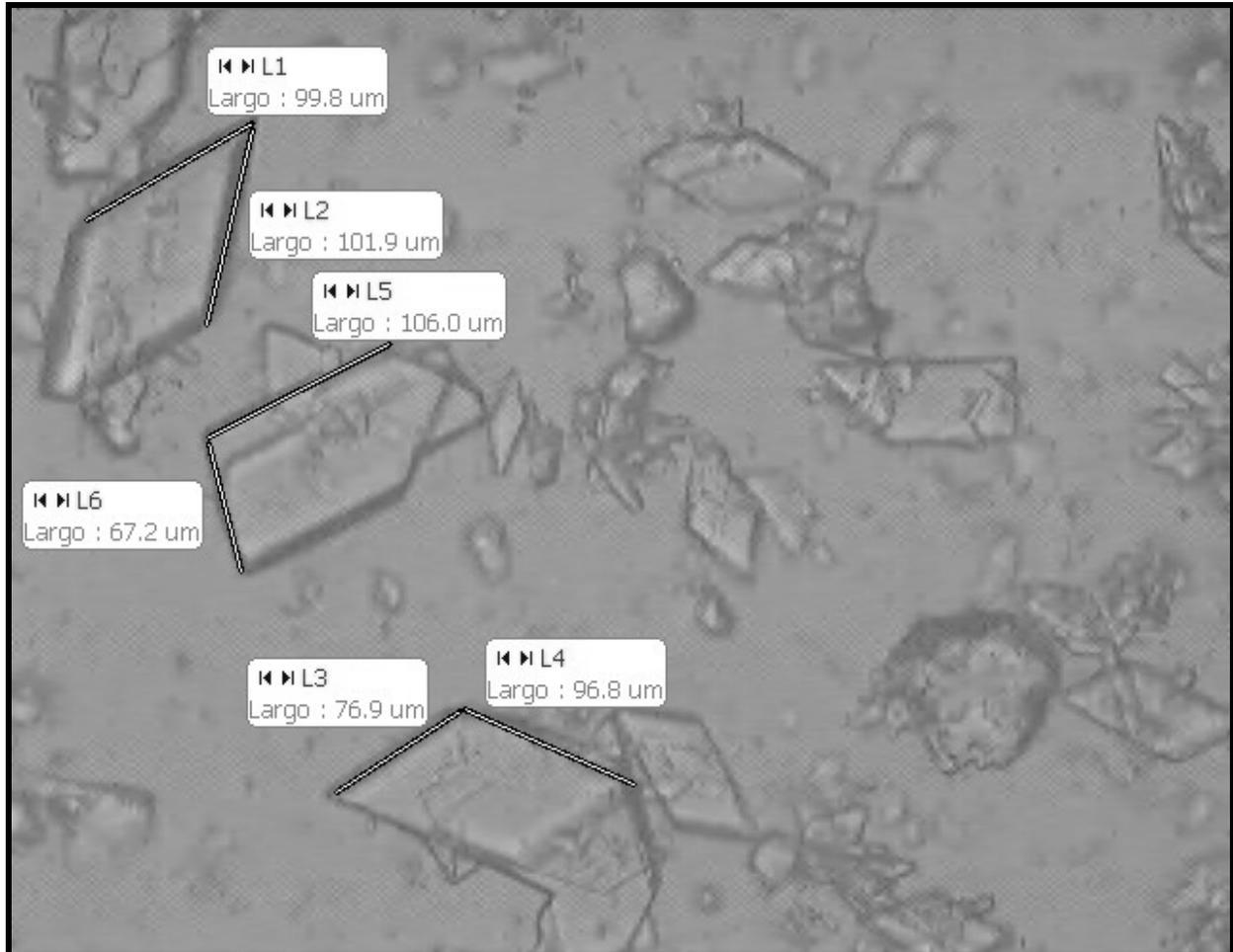


Figura 4.11: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4 . Fecha: 20-09-2006. Hora: 1:00pm.



En esta figura se observa la formación predominante de cristales de yeso tipo rómbico con un tamaño aproximado de $58\mu\text{m}$ de ancho y $75\mu\text{m}$ de longitud, también se nota una pequeña cantidad de partículas sólidas y cristales en forma de pentágonos y cuadriláteros en poca proporción.

En la tabla 4.6 observa que las variables críticas del proceso como composición de la roca alimentada al reactor, acidez libre en el medio de reacción, la temperatura de operación del lodo y la composición de P_2O_5 lodo operan dentro de los límites de control de proceso y con un exceso de sólidos en el medio de reacción.

Al obtener la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, indica que operar la planta con este comportamiento en las variables críticas del proceso proporciona una buena cristalización del sulfato de calcio, formando cristales tipo rómbico con un tamaño que facilita el proceso de filtración y trae como consecuencia una mayor eficiencia en el mismo.

TABLA 4.6: CONDICIONES DE OPERACIÓN DE LAS VARIABLES CRÍTICAS DE LA SECCIÓN DE REACCIÓN DONDE SE LOGRA LA MAYOR RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Variables	Condiciones de operación promedio	
Composición de la roca [% p/p]	P_2O_5	27,35
	CaO	38,55
	CaO/ P_2O_5	1,41
Acidez libre en el lodo [% p/p]	2,40	
Temperatura del lodo [°C]	75,00	
Cantidad de sólidos en el lodo [% v/v]	45,00	
Porcentaje de P_2O_5 en el lodo [% p/p]	22,78	
Forma del cristal de yeso	Rómbica	
Tamaño del cristal de yeso [μm]	Ancho	58,00
	Largo	75,00
Relación longitud/ancho del cristal [Adim]	1,29	



4.4 ANÁLISIS LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES CRÍTICAS QUE INTERVIENEN EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN EN LA FORMA Y TAMAÑO DEL CRISTAL DE YESO

Se realizó una revisión bibliográfica sobre el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda con la finalidad de determinar la influencia que tienen cada una de las variables críticas del proceso de producción de H_3PO_4 en la formación del cristal, en la recuperación del P_2O_5 retenido en la torta de yeso y a su vez en la sección de filtración.

Adicionalmente, se construyeron gráficos de control para relacionar el comportamiento de cada una de las variables críticas del proceso con la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y con el crecimiento del cristal de yeso en el medio de reacción, por medio de la modelación de redes neuronales artificiales (RNA) empleando el programa MATLAB.

Las redes neuronales artificiales son un modelo matemático compuesto por grupos de unidades de cómputo altamente interconectadas entre sí, que trabajan en forma semejante a como lo hace el cerebro humano. Las RNA se diferencian de los sistemas expertos, en que estas aprenden directamente a partir de ejemplos usando algoritmos especiales en lugar de reglas basadas en el conocimiento que un experto tendría que utilizar para resolver un problema. El usuario entrena la RNA mostrándole una serie de datos de entrada con sus correspondientes datos de salida, esta aprende la correlación entre las entradas y las salidas esperadas y es capaz no sólo de repetir estos ejemplos sino de establecer relaciones generales entre entradas y salidas que no se habían usado durante la fase de entrenamiento. Por esto se dice que una RNA entrenada es capaz de interpolar de forma inteligente (Hernández P, 1993).

Para la modelación de la RNA se emplean como datos de entrada a la RNA las variables críticas del proceso para las condiciones de operación establecidas y como salidas, la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y una relación de longitud/anchura, para expresar el crecimiento del cristal de yeso. En el apéndice E se presenta la modelación de RNA.



En esta investigación se emplea la modelación de las RNA porque la data obtenida experimentalmente en planta, no proporciona una tendencia entre el comportamiento de las variables críticas del proceso con la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y la formación del cristal, donde las RNA se emplean en campos como análisis de mercado, control de calidad, simulación y control de procesos químicos, entre otros (Hernández P, 1993).

A continuación se presentan los gráficos de control que reflejan la influencia de cada variable crítica del proceso en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y en la formación del cristal de yeso, por medio de los valores obtenidos con la modelación de la RNA, estos se presentan en el apéndice A.

Adicionalmente, la construcción de los gráficos de control permitió recomendar un rango de operación para cada una de las variables críticas del proceso donde se mejora la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración a un 95% ya que este valor es el equivalente a un 5% de perdidas totales en el proceso de producción de H_3PO_4 vía húmeda, aceptable para un proceso de producción normal (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

En la figura 4.12 se observa influencia que tiene la composición de la roca fosfática alimentada al reactor, específicamente la relación CaO/P_2O_5 contenida en dicha roca, en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración (ver datos en la tabla A.9).

A medida que aumenta la relación CaO/P_2O_5 contenida en la roca fosfática alimentada al reactor se incrementa el porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, debido que la relación CaO/P_2O_5 denota la cantidad de cristales de sulfato de calcio por metro cúbico de H_3PO_4 producido, donde a mayor valor en esta relación significa que existe un número elevado de cristales de sulfato de calcio y por tanto se necesita una mayor cantidad de agua de lavado para la torta de yeso formada en la tela de filtro, trayendo como consecuencia el aumento de la cantidad de H_3PO_4 de recirculación y esto mejora las condiciones de operación del proceso y la recuperación del P_2O_5 de la torta de yeso (Casillas J, 1991).



Por otra parte; para mejorar las condiciones de operación del proceso, se recomienda operar la relación $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ en un rango de 1,440 y 1,460 con finalidad de obtener un porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, superior al 95% recomendado.

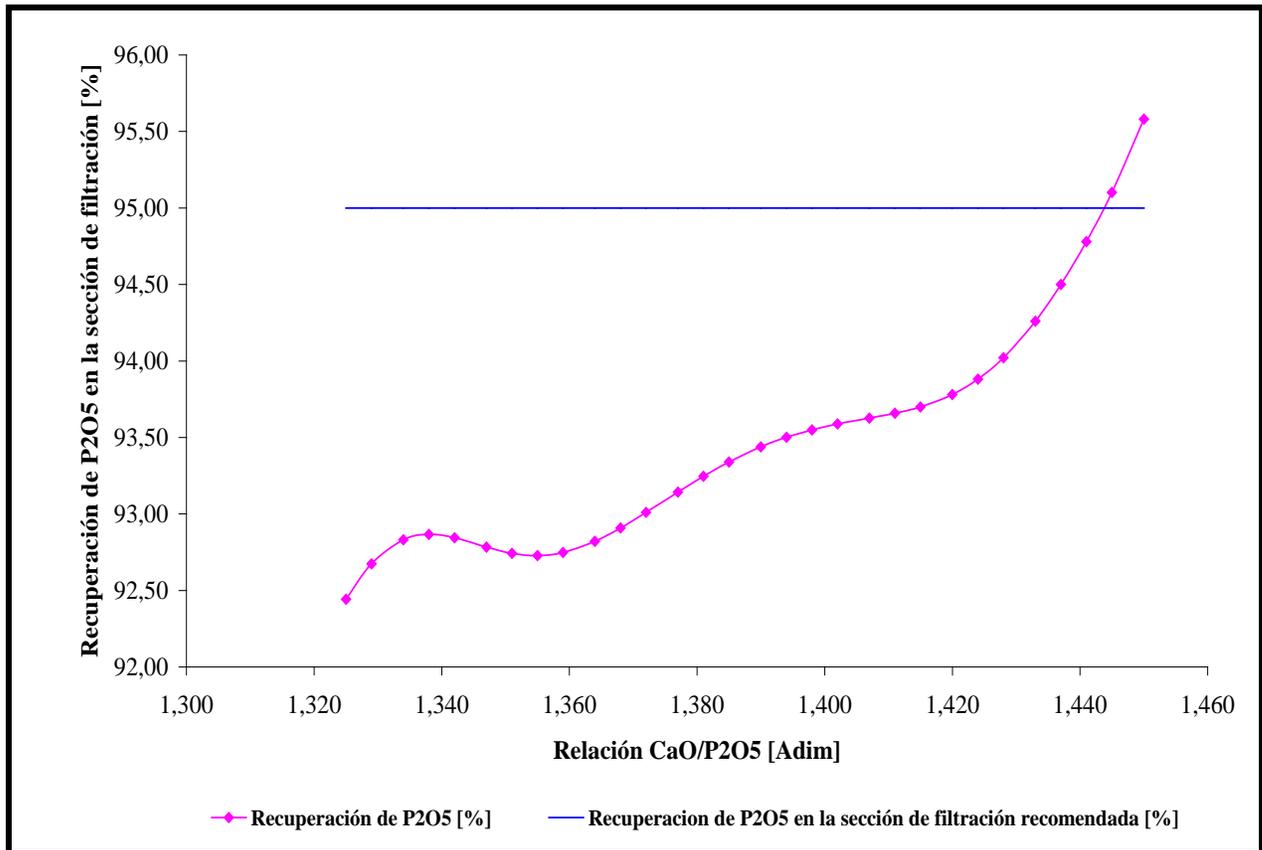


Figura 4.12: Influencia de la composición de la roca fosfática alimentada al reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración

En la figura 4.13 se observa influencia que tiene la composición de la roca fosfática alimentada al reactor, específicamente la relación $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ contenida en dicha roca, en la relación longitud/ancho en el crecimiento del cristal de yeso (ver datos en la tabla A.9).

La relación longitud/ancho aumenta para el rango de valores comprendidos entre 1,320 y 1,380Adim lo que significa que el cristal de yeso crece en longitud en mayor proporción que en anchura presentando una forma alargada y luego para valores comprendidos entre 1,380 y 1,420Adim comienza a disminuir, lo quiere significa que el cristal de yeso tiende a ser de forma rómbica. A valores superiores a 1,420 Adim el cristal crece en longitud y disminuye en anchura, lo



que implica que tiene a alargarse. A medida que la cantidad de iones Ca^{2+} aumenta en el medio de reacción incrementan de tamaño los cristales de yeso debido a que el sistema de reacción requiere de la máxima dispersión de los iones Ca^{2+} así como de los iones SO_4^{2-} alimentados al medio, para favorecer el crecimiento cristalino (Manual de Operación de Planta, 1990).

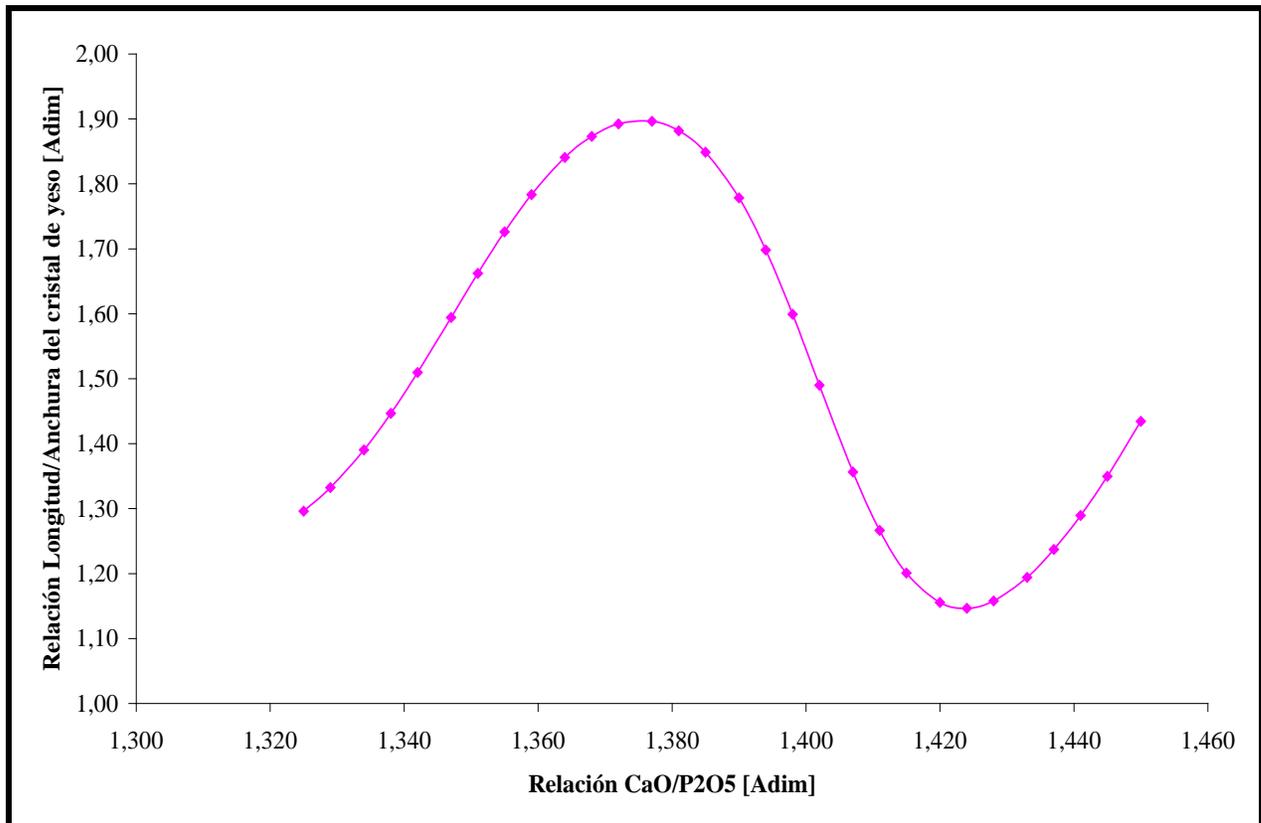


Figura 4.13: Influencia de la composición de la roca fosfática alimentada al reactor en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso

En la figura 4.14 se observa la influencia que tiene la acidez libre en el medio de reacción en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración (ver datos en la tabla A.10).

La recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración aumenta a medida que la acidez libre en el medio de reacción se incrementa, para valores comprendidos entre 0,5% p/p y 1,5% p/p, debido a que el aumento de los iones SO_4^{2-} en el lodo produce agregados de forma romboédrica con buenas propiedades de filtración y lavado. Al seguir aumentando los valores de acidez libre por encima de 1,5% p/p se produce una disminución del porcentaje de recuperación del P_2O_5



debido a la formación de cristales alargados que tienen a forma núcleos para el crecimiento de cristales tipo aguja (Casillas J, 1991).

Por otra parte, para mejorar las condiciones de operación de las variables críticas del proceso y obtener una mejor eficiencia en la operación de la sección de filtración, superior al 95% de recuperación recomendado, se propone emplear un rango de operación de acidez libre de 1,2% p/p y 2% p/p aproximadamente.

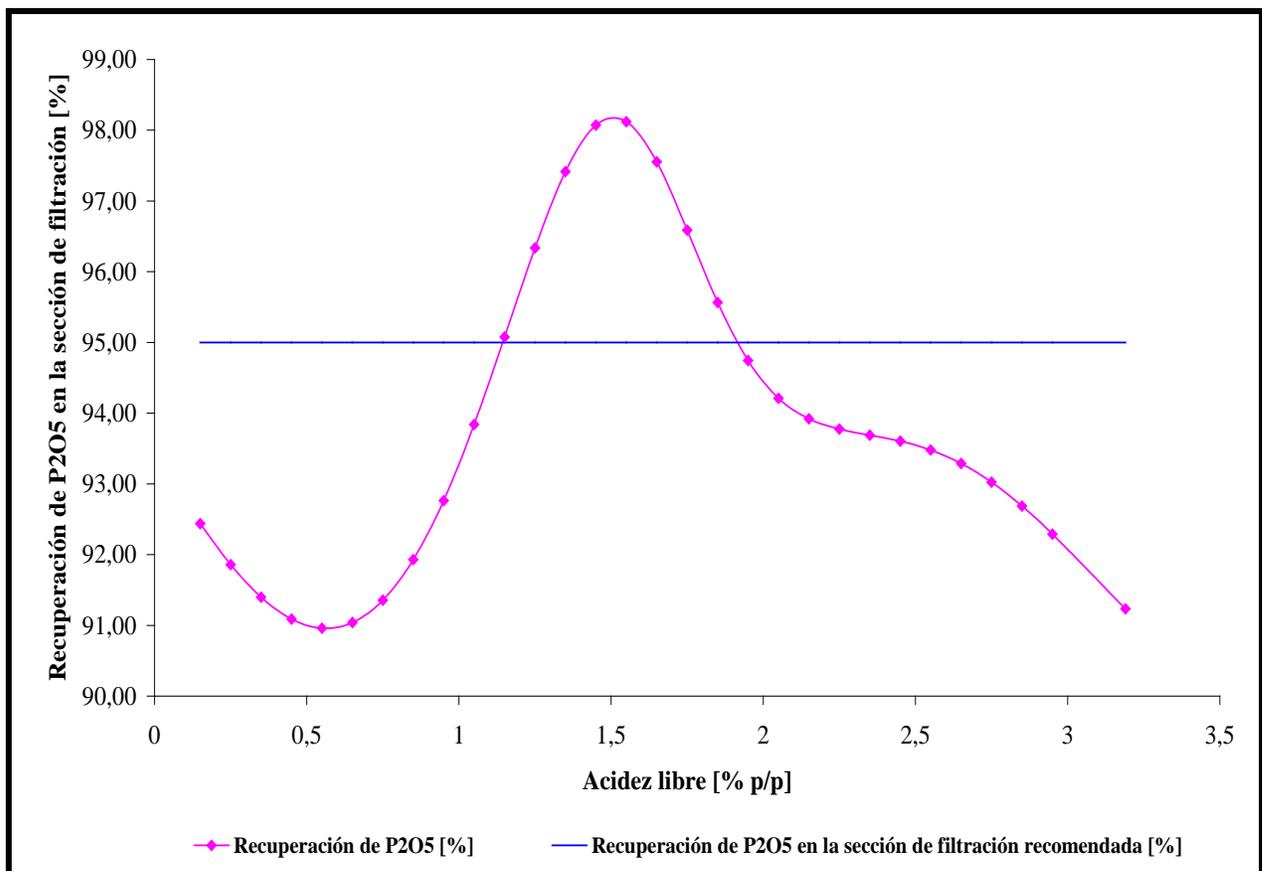


Figura 4.14: Influencia de la acidez libre en el medio de reacción en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración

En la figura 4.15 se observa la influencia que tiene la acidez libre en el medio de reacción en la relación longitud/ancho del crecimiento del cristal de yeso (ver datos en la tabla A.10).

A medida que se incrementan los niveles de acidez libre en el medio de reacción, disminuye la relación longitud/ancho del cristal ya que niveles bajos en la acidez libre promueve



la formación de cristales de yeso alargados, pequeños y a medida que estos niveles aumentan se incrementa de igual forma el tamaño del cristal de yeso, específicamente un crecimiento en lo ancho del cristal promoviendo la formación de cristales romboédricos (Casillas J, 1991).

Al seguir incrementando los niveles de acidez libre a valores superiores de 2,5% p/p, la relación longitud/anchura comienza a incrementarse, ya que se ve favorecido el crecimiento a lo largo del cristal de yeso (Casillas J, 1991).

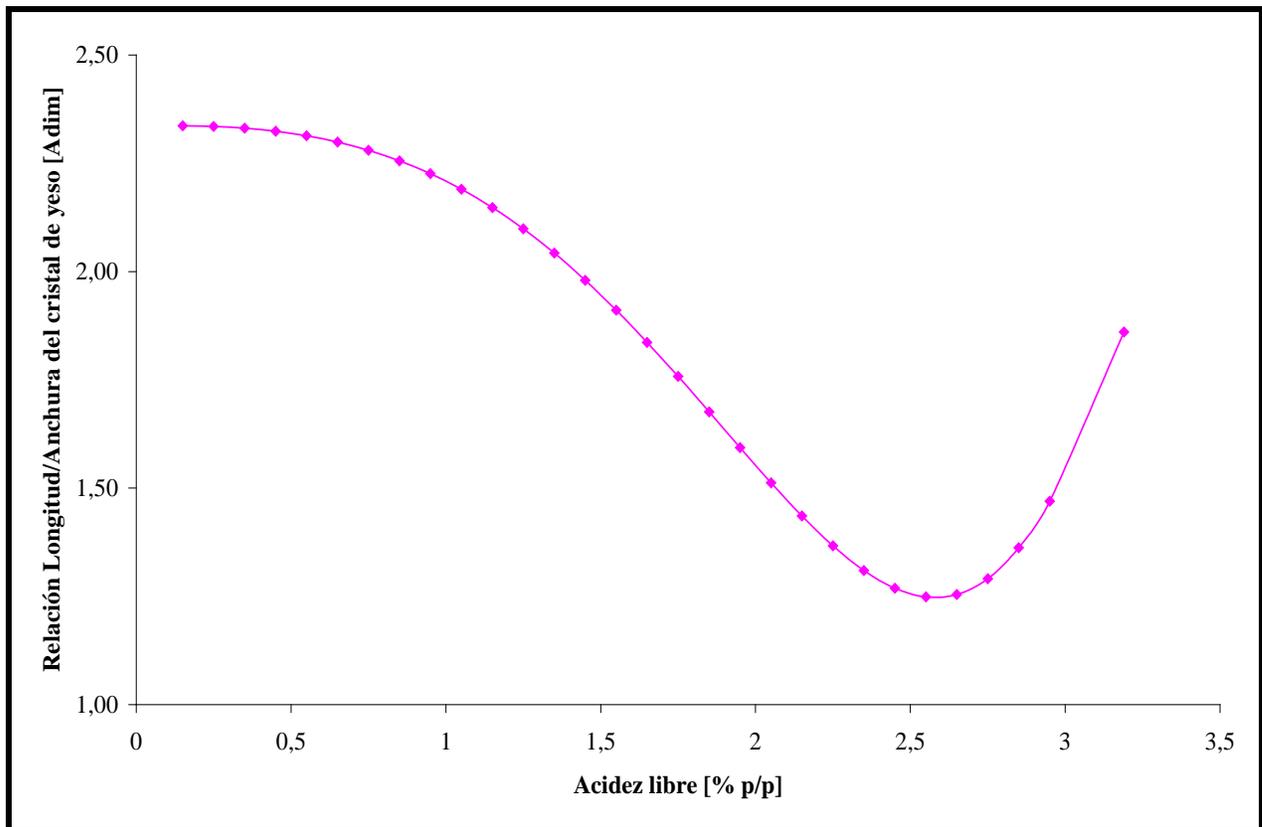


Figura 4.15: Influencia de la acidez libre en el medio de reacción en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso

En la figura 4.16 se observa la influencia de la temperatura de operación del lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración (ver datos en la tabla A.11).

Aumentar la temperatura de operación del lodo en el proceso trae como consecuencia un incremento en la recuperación del P_2O_5 en la sección de filtración, debido a que modifica las



propiedades físicas del lodo, especialmente la viscosidad. Un aumento en la temperatura del lodo de reacción reduce la viscosidad del H_3PO_4 producido mejorando la eficiencia en la operación de la sección de filtración. Por el contrario, operar con temperaturas bajas da lugar a la nucleación del yeso, disminuyendo la tasa de filtración; es decir, una elevada concentración en el lodo y baja temperatura de operación, disminuye la eficiencia en la sección de filtración y el tamaño del cristal de yeso (Casillas J, 1991).

Adicionalmente, Se propone operar la temperatura del lodo de reacción en una rango comprendido entre $78^{\circ}C$ y $84^{\circ}C$ aproximadamente, con la finalidad de tener una mejor eficiencia en la sección de filtración y recuperar más del 95% de P_2O_5 recomendado en el proceso.

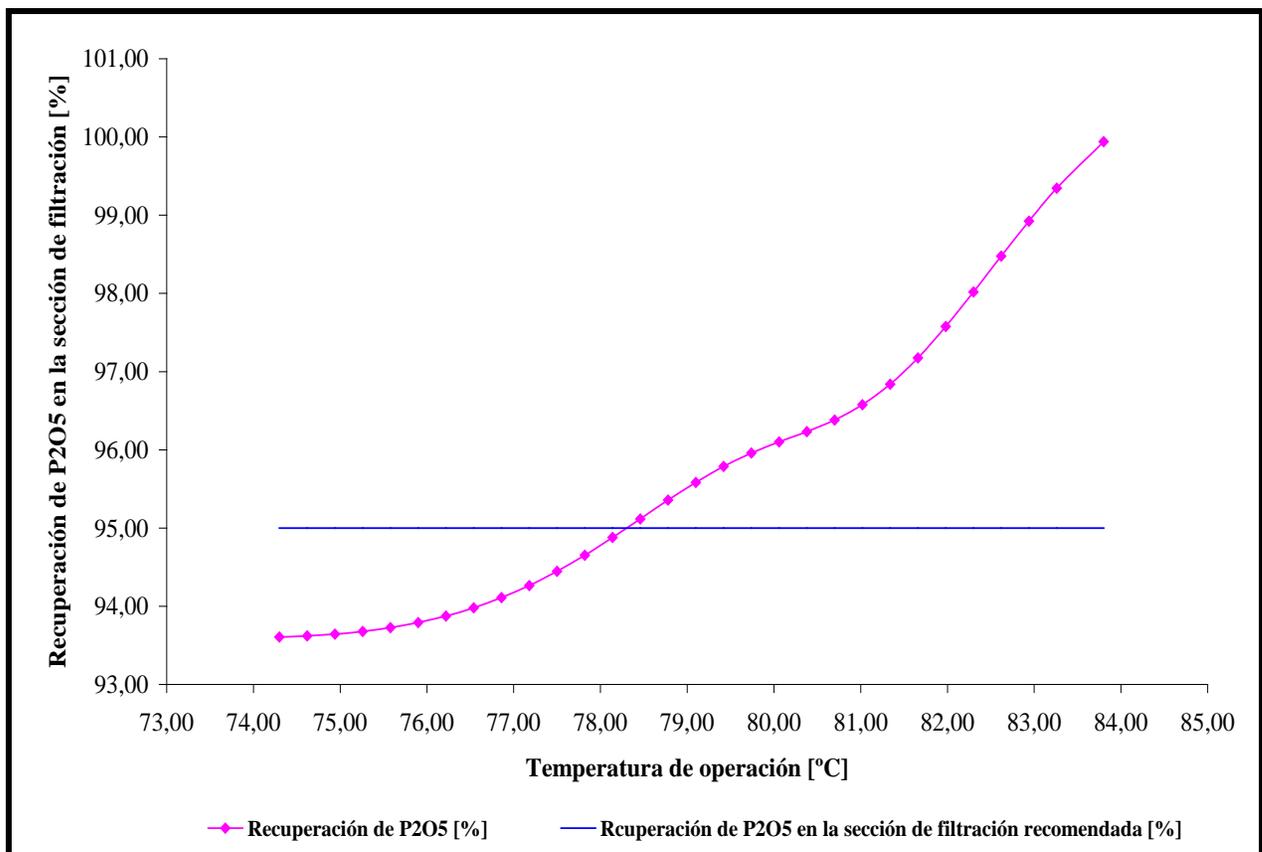


Figura 4.16: Influencia de la temperatura de operación en el lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración

En la figura 4.17 se observa la influencia que tiene la temperatura de operación del lodo en la relación longitud/ancho en el crecimiento del cristal de yeso (ver datos en la tabla A.11).



A medida que aumenta la temperatura de operación se incrementa de igual forma la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso, donde el cristal crece en longitud en mayor proporción que a lo ancho, formando cristales con una superficie alargada, pero que a su vez, favorece la recuperación del P_2O_5 producido.

El cristal de yeso crece, gracias a que el aumento de la temperatura de operación disminuye las sobresaturaciones locales del medio de reacción favoreciendo de esta manera el crecimiento cristalino; ya que las sobresaturaciones del lodo favorecen la nucleación y esto impide el crecimiento del cristal de yeso (Casillas J, 1991).

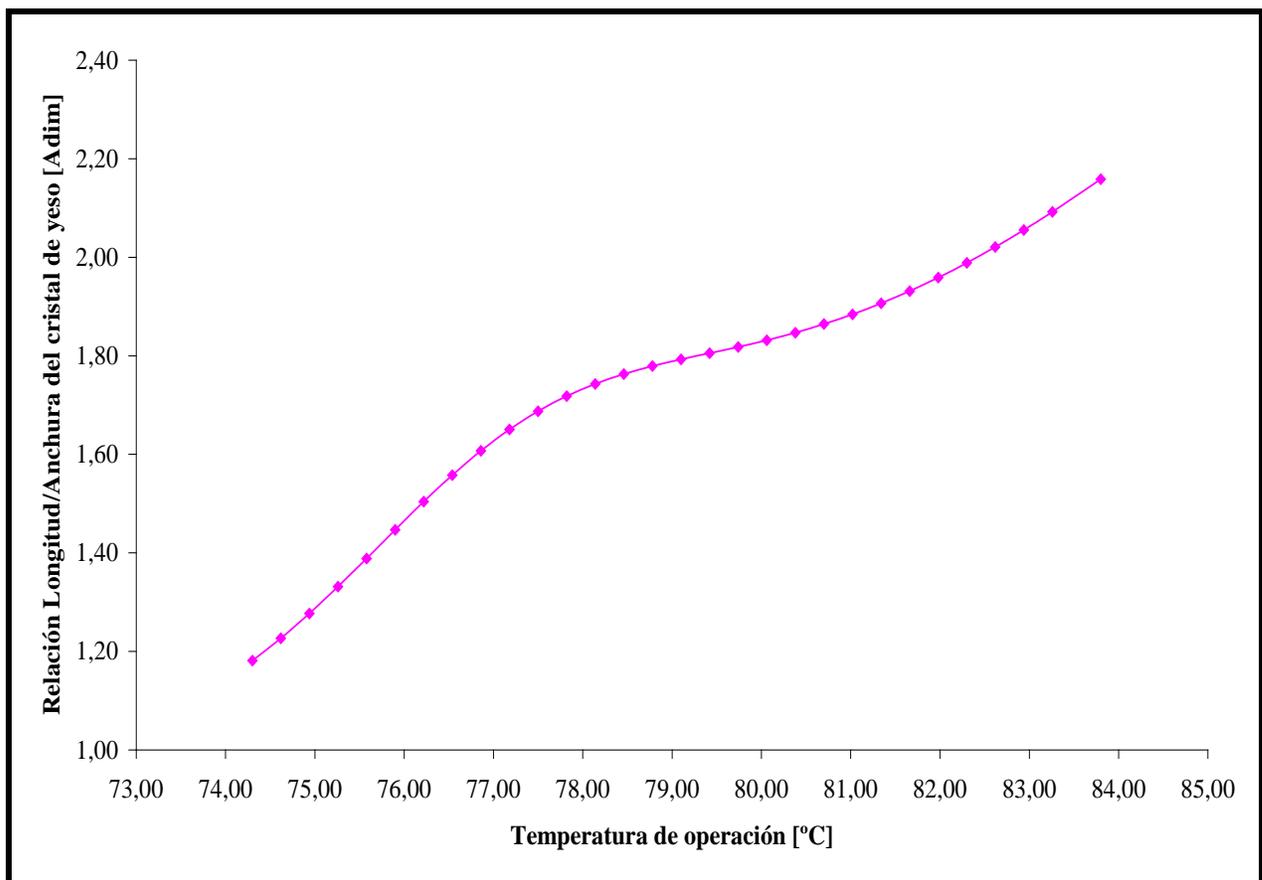


Figura 4.17: Influencia de la temperatura de operación en el lodo del reactor en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso

En la figura 4.18 se observa la influencia que tiene la cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración (ver datos en la tabla A.12).



La recuperación del P_2O_5 producido en la planta disminuye con el aumento de la cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor. Se debe a que la planta de H_3PO_4 esta operando con un exceso de sólidos en el medio de reacción, esto hace que se incremente la densidad del lodo y sea difícil de filtrar, trayendo como consecuencia una deficiencia en la sección de filtración; es decir, la disminución de la recuperación del P_2O_5 obtenido en el proceso. Adicionalmente; conlleva a la sobresaturación del medio, favoreciendo la nucleación y la formación de cristales pequeños difíciles de lavar y filtrar (Casillas J, 1991).

Adicionalmente; para obtener la mejor eficiencia en recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, se recomienda operar la cantidad de sólidos en el lodo en un rango comprendido entre 40% v/v y 48% v/v aproximadamente.

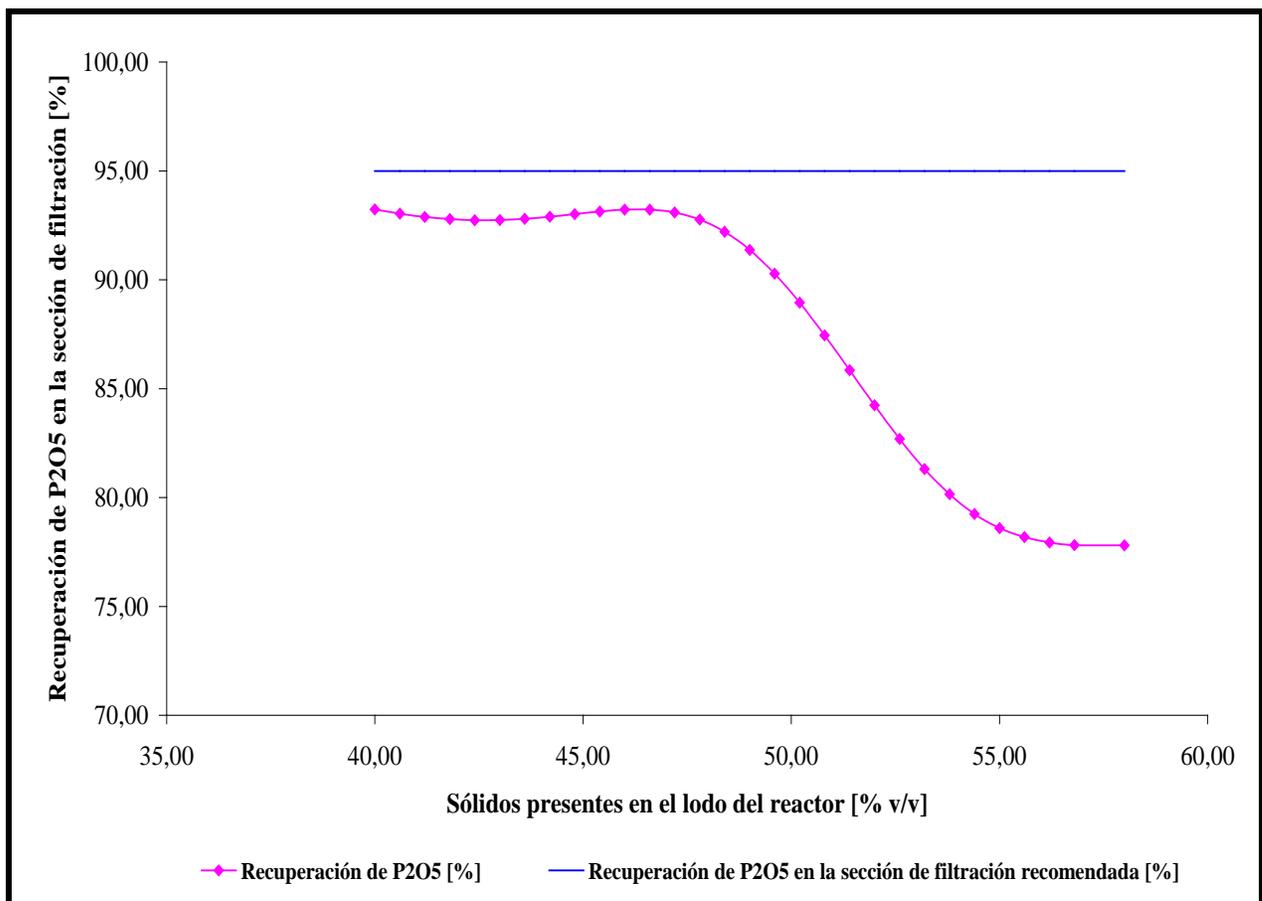


Figura 4.18: Influencia de la cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración



En la figura 4.19 se observa la influencia que tiene la cantidad de sólidos presente en el lodo en la relación longitud/ancho en el crecimiento del cristal (ver datos en la tabla A.12).

La relación longitud/anchura del crecimiento del cristal aumenta a medida que se incrementa la cantidad de sólidos presentes en el medio; es decir, los cristales presentan una forma alargada. Una elevada presencia de sólidos en el medio produce un incremento en la densidad y viscosidad del lodo haciéndolo difícil de manipular y filtrar, trayendo como consecuencia el deterioro de las condiciones de cristalización formando un gran número de cristales de poco tamaño (Casillas J, 1991).

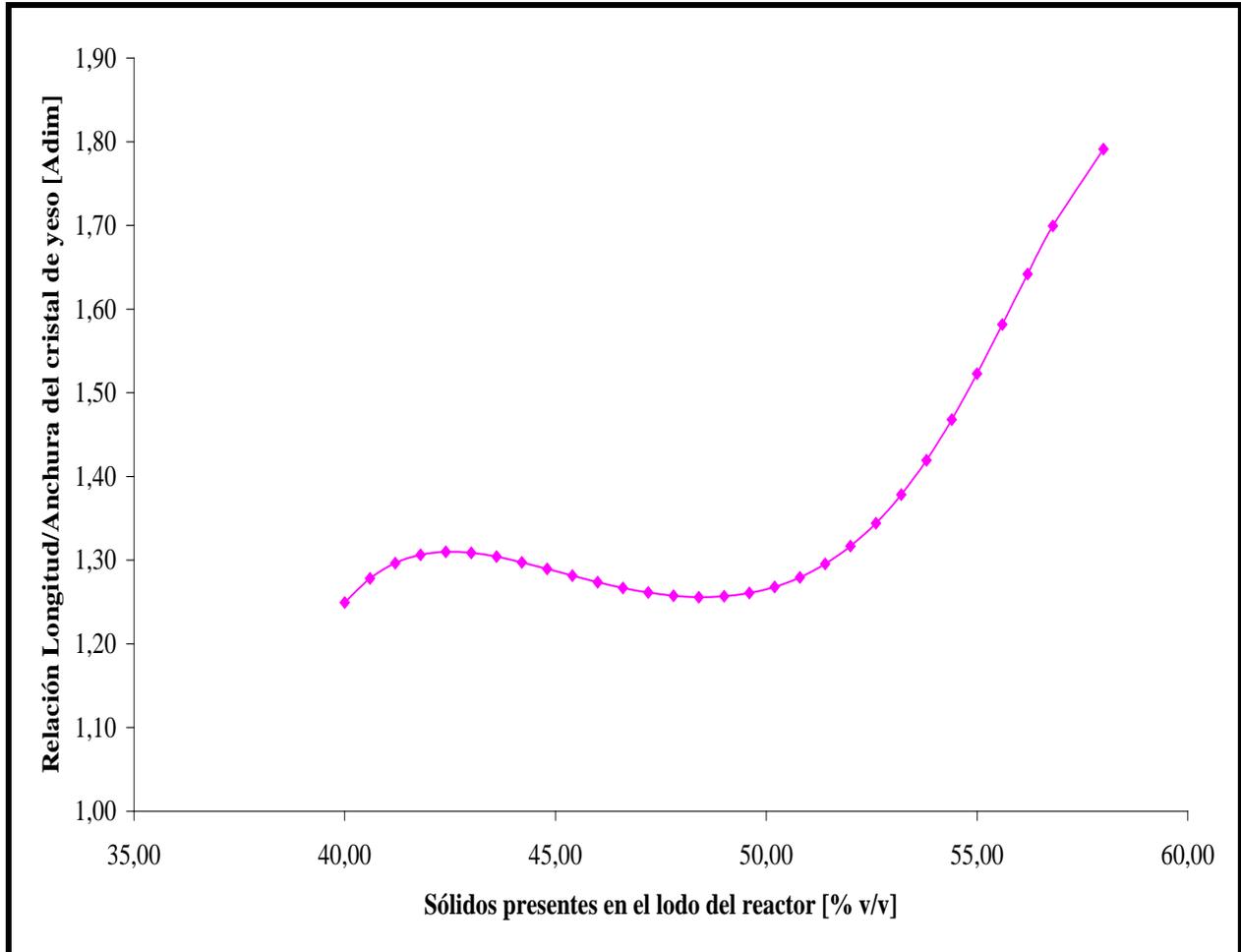


Figura 4.19: Influencia de la cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso



En la figura 4.20 se observa la influencia que tiene la composición de P_2O_5 en el medio de reacción en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración (ver datos en la tabla A.13).

Se tiene que a medida que la cantidad de P_2O_5 en el medio de reacción disminuye la cantidad recuperado de P_2O_5 en la sección de filtración disminuye de igual forma. Esta disminución se debe porque a medida que aumenta la cantidad de P_2O_5 en el medio de reacción, aumenta la sustitución de los iones SO_4^{2-} por los iones PO_4^{2-} presentes en el medio de reacción, lo que aumenta las pérdidas de P_2O_5 por cocrystalización del sulfato de calcio en forma de fosfato monocálcico (Casillas J, 1991).

Para obtener la mejor eficiencia en la sección de filtración, se recomienda operar esta variable crítica en un rango comprendido entre 22% p/p y 24% p/p aproximadamente, ya que la mayor recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración se obtiene para estos valores.

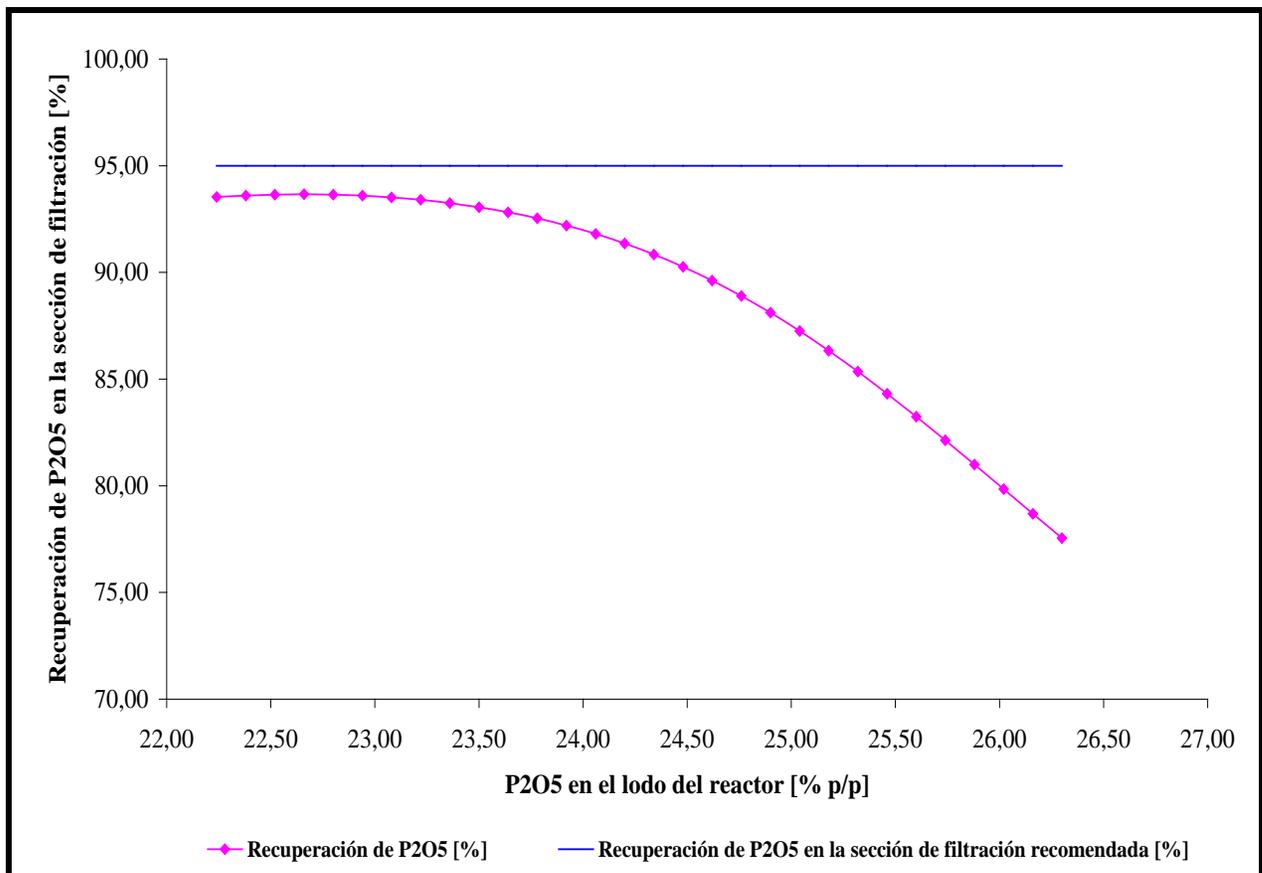


Figura 4.20: Influencia de la cantidad de P_2O_5 en el lodo del reactor en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración



En la figura 4.21 se observa la influencia que tiene la composición de P_2O_5 en el medio de reacción en la relación longitud/anchura del crecimiento cristalino (ver datos en la tabla A.13).

A medida que aumenta la concentración de P_2O_5 en el lodo del reactor también disminuye la relación longitud /anchura en el crecimiento del cristal de manera notoria, lo que implica una disminución en el tamaño del cristal de yeso y una tendencia a la formación del cristal tipo rómbico.

Debido a que un incremento en la composición del P_2O_5 en el lodo en esta investigación, conduce a la cristalización irregular del sulfato de calcio ya que se forman cristales pequeños (Manual de Operaciones de Planta, 1990).

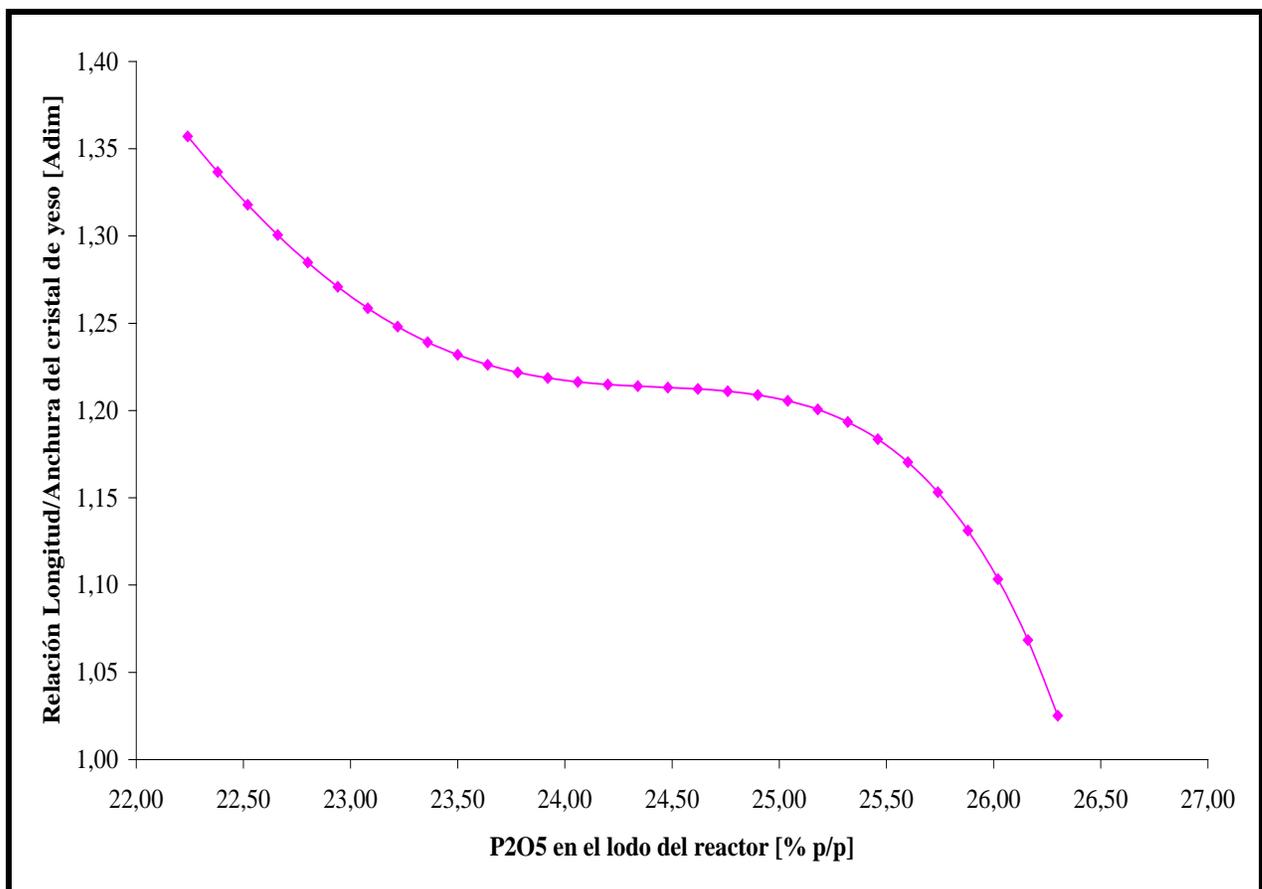


Figura 4.21: Influencia de la cantidad de P_2O_5 en el lodo del reactor en la relación longitud/anchura en el crecimiento del cristal de yeso



TABLA 4.7: CONDICIONES DE OPERACIÓN RECOMENDADAS DE LAS VARIABLES CRÍTICAS PARA OBTENER UNA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 SUPERIOR A 95% EN EL PROCESO

VARIABLES CRÍTICAS DEL PROCESO	RANGO DE OPERACIÓN RECOMENDADO
Composición de la roca fosfática alimentada al reactor [Adim]	(1,440 – 1,460)
Acidez libre en el medio de reacción [%p/p]	(1,2 – 2,0)
Temperatura de operación del lodo del reactor [°C]	(78 – 82)
Cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor [%v/v]	(40 – 48)
Composición de P_2O_5 en el lodo del reactor [%p/p]	(22 – 24)



4.5 ESTIMACIÓN DEL BENEFICIO ECONÓMICO OBTENIDO CON LA IMPLEMENTACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN DONDE SE LOGRA LA MÁXIMA RECUPERACIÓN DE P_2O_5

Para el desarrollo de este objetivo, se calculó el promedio ponderado del contenido de P_2O_5 en la torta de yeso, con la finalidad de obtener un valor aproximado de la cantidad de P_2O_5 que se pierde actualmente en dicha torta. En el apéndice de D se presenta los datos empleados para el cálculo de este promedio ponderado de pérdidas de P_2O_5 y en el apéndice B se presentan los cálculos típicos realizados.

En el proceso de producción de ácido fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, se pierde actualmente aproximadamente 2,37% p/p de P_2O_5 en la torta de yeso, valor que se encuentra por encima del 1,5% p/p establecido como límite máximo permisible de pérdidas del P_2O_5 contenido en dicha torta, de acuerdo a análisis realizados en el Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, debido a que actualmente las variables críticas que intervienen en la sección de reacción y que influyen en la cristalización del sulfato de calcio se encuentran operando fuera de los límites de especificaciones, como se explicó en la sección 4.2.

Este porcentaje de pérdidas de P_2O_5 en la torta de yeso corresponde a una producción total de dicha torta igual a 52832,14Ton/mes, trayendo como consecuencia pérdidas económicas considerables de 577823,34US\$ aproximadamente (ver apéndice B).

En la sección 4.3 se determinaron las condiciones de operación de las variables críticas del proceso donde se logra la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración, para el período de estudio, donde la máxima eficiencia en la sección de filtración corresponde al 93,65% de recuperación de P_2O_5 y en consecuencia se tiene que la menor cantidad de P_2O_5 retenidos en los poros de la torta de yeso es igual a 0,99% p/p de P_2O_5 ya que para estas condiciones de operación de las variables críticas del proceso se tiene una mejor operación en el proceso de cristalización y por tanto una mejor operación en la sección de filtración.



El porcentaje de pérdidas de P_2O_5 contenido en la torta de yeso de 0,99% p/p, corresponde a una producción de 27806,40Ton/mes de torta de yeso, trayendo como consecuencia pérdidas económicas de 126403,20US\$ aproximadamente (ver apéndice B).

En la tabla 4.7 se puede observar que una disminución en el contenido de P_2O_5 en la torta de yeso de 2,37% p/p de 0,99% p/p de P_2O_5 , representa una disminución en las pérdidas económicas considerables desde 577823,34US\$ a 126403,20US\$ respectivamente, donde se obtiene un beneficio económico o mejora en la recuperación de P_2O_5 en el proceso productivo de 451420,20US\$ (ver apéndice B).

TABLA 4.8: BENEFICIO ECONÓMICO EN EL PROCESO PRODUCTIVO AL OBTENER LA MÁXIMA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

FACTOR	COMPORTAMIENTO ACTUAL	MEJORA DEL PROCESO
P_2O_5 contenido en la torta de Yeso [%p/p]	2,37	0,99
Producción de torta de yeso para el período de estudio [Ton*mes]	52.832,14	27.806,40
Pérdidas monetarias de P_2O_5 en la torta de yeso [US\$*Ton/mes]	577.823,34	126.403,20
Beneficio económico [US\$*Ton/mes]	451.420,20	



CONCLUSIONES

- 1 Las variables críticas en la sección de reacción del proceso de estudio son: composición de la roca fosfática alimentada al reactor, acidez libre en el lodo del reactor, temperatura del medio de reacción, cantidad de sólidos presentes en el lodo y la composición de P_2O_5 en el lodo del reactor.
- 2 Las condiciones de operación actuales de las variables críticas del proceso, son las siguientes:
 - La composición de la roca fosfática procedente de las minas de Riecito, la temperatura de operación del medio de reacción y la cantidad de sólidos en el lodo; operan dentro del rango permisible, con ligeras desviaciones en el proceso.
 - La acidez libre en el medio de reacción y el porcentaje de P_2O_5 en el lodo no están operando dentro de los límites de control permisibles en el proceso.
- 3 La máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración en el proceso de producción de ácido fosfórico del Complejo Petroquímico Morón es de 93,65%.
- 4 El cristal de yeso formado en la sección de reacción donde se garantiza la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración; es de forma rómbica con un ancho de $58\mu m$ y una longitud de $75\mu m$.
- 5 Las condiciones operación de las variables críticas del proceso donde se logra la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración son: la relación CaO/P_2O_5 en la composición de roca fosfática de las minas de Riecito es 1,41; la acidez libre en el medio de reacción es 2,40% p/p; la temperatura de operación es $75^\circ C$; la cantidad de sólidos presentes en el lodo es 45% v/v y la composición de P_2O_5 en el lodo es 22,78% p/p.



- 6 La influencia de las variables críticas del proceso en la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y en la forma y tamaño del cristal de yeso, es la siguiente:
- A medida que aumenta la relación CaO/P_2O_5 en la composición de la roca fosfática, aumenta la recuperación de P_2O_5 en el proceso y ayuda al crecimiento del cristal.
 - La acidez libre en el medio de reacción proporciona la máxima recuperación en la sección de filtración para un valor de 1,5% p/p aproximadamente. Una disminución o un aumento de este valor, disminuye la recuperación de P_2O_5 del proceso. El incremento hasta un valor de 2,5% p/p hace que el tamaño del cristal de yeso disminuya y para valores superiores aumente de tamaño.
 - A medida que aumenta la temperatura de operación aumenta la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y aumenta el tamaño del cristal en forma alargada.
 - A medida que aumenta la cantidad de sólidos en el lodo disminuye la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.
 - A medida que aumenta la cantidad de P_2O_5 en lodo se incrementa la recuperación del P_2O_5 producido y disminuye el tamaño del cristal de yeso.
- 7 El beneficio económico obtenido en el proceso de producción de ácido fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, para la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración es de 451.420,20US\$.





RECOMENDACIONES

- 1 Realizar un estudio sobre todos los compuestos presentes en la roca fosfática procedente de la mina de Riecito; con la finalidad de conocer como influyen cada uno de estos, en la cristalización del sulfato de calcio dihidratado.
- 2 Instalar medidores de flujo en las bombas que impulsan el primer y segundo filtrado en el proceso; también, en el agua de lavado de la torta de yeso formada en la sección de filtración, con el propósito de tener valores precisos sobre la cantidad de flujo que está circulando.
- 3 Instalar una planta piloto o un sistema que permita simular el reactor de la planta de H_3PO_4 en el Complejo Petroquímico Morón en el laboratorio, con el fin de facilitar el análisis de las variables del proceso en investigaciones posteriores.



REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1) Abdel-Aal, E.A. B, Moudgil. El-Shall, H (1999). *Filtration efficiency and size distribution of phosphogypsum: effect of organic additives*. Florida: Society for Mining, metallurgy, and Exploration, Inc.
- 2) AOAC (1990). *Official Methods of Analysis*. Decima quinta edición. U.S.A: Association of Official Analytical Chemists.
- 3) Becker Pierre (1989). *Acid phosphoric and phosphate. Raw materials, technology, and economics of the wet process*. Segunda edición. Strasbourg: ENSCS.
- 4) Bermúdez, Julimar. Bernal, Pedro y otros (1995). *Asistencia técnica integral al Complejo Morón. Evaluación a escala banco de la roca fosfórica Riecito en la producción de H_3PO_4* . Los Teques: INTEVEP, S.A. Filial de Petróleos de Venezuela, S.A.
- 5) Casillas, Juan (1991). *Fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda*. España: Fesa, Fertilizantes Españoles, S. A.
- 6) Fertilizer Sampling and Analytical Methods (1990). 4th edition. U.S.A: Fertilizer Institute.
- 7) Hernández A, Pedro J (1993). *Redes neuronales en la Industria Química*. Repsol Química Puertollano.
- 8) IFDC/UNIDO Fertilizer Manual (1979). Klumer Academia Publishers. 2nd Edition. U.S.A: International Fertilizer Development Center & United Nations Industrial Development Organization.



- 9) Janikowski, S.M. Robinson, N. Sheldrick, W. F (1964). *Insoluble phosphate losses in phosphoric acid manufacture by the wet process: Theory and experimental techniques*. London: The fertiliser society.
- 10) Kirk, Raymond. Othmer, Donald (1962). *Enciclopedia de Tecnología Química*. UTHEA: México.
- 11) Macedo, Sandra (1997). *Aditivos ayudantes de cristalización y filtración en la producción de ácido fosfórico*. Los Teques: INTEVEP, S. A. Filial de Petróleos de Venezuela, S. A.
- 12) Macedo, Sandra. De Faria Núñez y otros (1997). *Evaluación de aditivos ayudantes de filtración comerciales en el proceso de producción de ácido fosfórico vía DH a partir de roca Riecito*. Los Teques: INTEVEP, S. A. Filial de Petróleos de Venezuela, S. A.
- 13) Manual de operación de Planta de la instalación 370-A (1990). Planta de Acido Fosfórico de Complejo Petroquímico Morón. Volumen II. Morón.
- 14) Molero A, Aracelis del V (1995). *Evaluación de la sección de filtración de la planta de ácido fosfórico Complejo Morón*. Trabajo especial de grado sin publicación, Universidad del Zulia, Venezuela.

**APÉNDICE A**

Presentación de los datos obtenidos experimentalmente en planta, necesarios para el desarrollo de los objetivos propuestos durante la investigación

TABLA A.1: ANÁLISIS DIARIOS SOBRE LA COMPOSICIÓN DE P_2O_5 EN LA TORTA DE YESO QUE DETERMINAN EL PUNTO DE PARTIDA DE LA INVESTIGACIÓN

Fecha	P_2O_5 en la torta de yeso [% p/p]
28/01/2006	2,21
07/02/2006	2,27
27/02/2006	3,05
01/03/2006	1,53
11/03/2006	2,16
20/03/2006	4,78
21/03/2006	2,23
27/03/2006	2,06
01/04/2006	5,90
02/04/2006	2,50
04/04/2006	4,05
06/04/2006	2,33
13/04/2006	1,59
14/04/2006	3,95
16/04/2006	1,80
18/04/2006	8,84
22/04/2006	1,55
28/04/2006	2,40
30/04/2006	2,06
01/05/2006	1,73
03/05/2006	1,90

Fuente: Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, 2006.



TABLA A.1 (continuación): ANÁLISIS DIARIOS SOBRE LA COMPOSICIÓN DE P_2O_5 EN LA TORTA DE YESO QUE DETERMINAN EL PUNTO DE PARTIDA DE LA INVESTIGACIÓN

Fecha	P_2O_5 en la torta de yeso [% p/p]
04/05/2006	1,82
06/05/2006	2,56
07/05/2006	2,85
13/05/2006	1,55
15/05/2006	3,53
21/05/2006	2,51
22/05/2006	1,62
25/05/2006	1,60
31/05/2006	1,80
02/06/2006	1,66
03/06/2006	1,86
10/06/2006	1,72
13/06/2006	2,21
05/07/2006	1,66
11/07/2006	1,53
14/07/2006	1,59
17/07/2006	1,70
19/07/2006	3,47
24/07/2006	2,68
02/08/2006	1,87
03/08/2006	2,26
04/08/2006	2,26
10/08/2006	2,35

Fuente: Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, 2006.

**TABLA A.2: ANÁLISIS DIARIOS DE P₂O₅ Y CaO PARA DETERMINAR LA COMPOSICIÓN DE LA ROCA FOSFÁTICA PROCEDENTE DE LAS MINAS DE RIECITO**

Fecha	P ₂ O ₅ [%p/p]	CaO [%p/p]	CaO/P ₂ O ₅ [Adim]
28/01/2006	27,14	38,39	1,415
07/02/2006	27,27	38,03	1,395
27/02/2006	28,98	38,95	1,344
01/03/2006	26,88	36,40	1,354
11/03/2006	27,40	35,70	1,303
20/03/2006	27,74	40,82	1,472
21/03/2006	28,76	41,51	1,443
27/03/2006	29,05	40,71	1,401
01/04/2006	28,04	41,31	1,473
02/04/2006	28,81	41,56	1,443
04/04/2006	27,50	41,75	1,518
06/04/2006	29,13	37,20	1,277
13/04/2006	27,70	40,86	1,475
14/04/2006	28,20	37,38	1,326
16/04/2006	---	---	---
18/04/2006	28,95	39,06	1,349
22/04/2006	28,61	37,22	1,301
28/04/2006	28,32	38,27	1,351
30/04/2006	---	---	---
01/05/2006	28,14	39,69	1,410

Fuente: Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, 2006.

**TABLA A.2 (continuación): ANÁLISIS DIARIOS DE P₂O₅ Y CaO PARA DETERMINAR LA COMPOSICIÓN DE LA ROCA FOSFÁTICA PROCEDENTE DE LAS MINAS DE RIECITO**

Fecha	P ₂ O ₅ [%p/p]	CaO[%p/p]	CaO/P ₂ O ₅ [Adim]
03/05/2006	27,60	38,41	1,392
04/05/2006	28,43	39,05	1,374
06/05/2006	---	---	---
07/05/2006	25,98	37,15	1,430
13/05/2006	26,40	36,90	1,398
15/05/2006	26,56	42,71	1,608
21/05/2006	27,31	38,25	1,401
22/05/2006	25,81	35,53	1,377
25/05/2006	28,22	39,05	1,384
31/05/2006	27,60	39,01	1,413
02/06/2006	28,10	39,64	1,411
03/06/2006	26,51	38,10	1,437
10/06/2006	26,75	38,75	1,449
13/06/2006	28,80	38,20	1,326
05/07/2006	29,41	38,30	1,302
11/07/2006	27,00	36,00	1,333
14/07/2006	27,00	37,00	1,370
17/07/2006	28,83	36,13	1,253
19/07/2006	28,43	37,49	1,319
24/07/2006	26,90	39,95	1,485
02/08/2006	---	---	---
03/08/2006	27,20	38,85	1,428
04/08/2006	28,76	37,59	1,307
10/08/2006	27,76	38,61	1,391

Fuente: Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, 2006.

**TABLA A.3: ANÁLISIS DIARIOS SOBRE LA CANTIDAD DE ACIDEZ LIBRE PRESENTE EN EL MEDIO DE REACCIÓN**

Fecha	IONES SULFATO [%p/p]
28/01/2006	4,76
07/02/2006	2,01
27/02/2006	2,21
01/03/2006	---
11/03/2006	1,73
20/03/2006	1,10
21/03/2006	0,42
27/03/2006	2,55
01/04/2006	0,75
02/04/2006	0,37
04/04/2006	1,82
06/04/2006	0,53
13/04/2006	2,00
14/04/2006	0,80
16/04/2006	2,31
18/04/2006	1,60
22/04/2006	2,27
28/04/2006	0,43
30/04/2006	0,07
01/05/2006	0,89
03/05/2006	0,35
04/05/2006	0,22

Fuente: Laboratorio de Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, 2006.

**TABLA A.3 (continuación): ANÁLISIS DIARIOS SOBRE LA CANTIDAD DE ACIDEZ LIBRE PRESENTE EN EL MEDIO DE REACCIÓN**

Fecha	IONES SULFATO [%p/p]
06/05/2006	1,13
07/05/2006	1,69
13/05/2006	1,00
15/05/2006	1,12
21/05/2006	0,82
22/05/2006	0,85
25/05/2006	0,29
31/05/2006	1,04
02/06/2006	1,41
03/06/2006	1,44
10/06/2006	1,60
13/06/2006	2,19
05/07/2006	1,25
11/07/2006	1,41
14/07/2006	2,03
17/07/2006	1,55
19/07/2006	1,44
24/07/2006	1,88
02/08/2006	0,92
03/08/2006	1,58
04/08/2006	1,36
10/08/2006	1,67

Fuente: Laboratorio de Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, 2006.



TABLA A.4: VALORES DE LA TEMPERATURA DE OPERACIÓN EN EL LODO DEL REACTOR

Fecha	TEMPERATURA [°C]
28/01/2006	80,56
07/02/2006	75,81
27/02/2006	78,97
01/03/2006	---
11/03/2006	79,46
20/03/2006	82,36
21/03/2006	82,19
27/03/2006	80,74
01/04/2006	81,81
02/04/2006	80,74
04/04/2006	79,87
06/04/2006	77,21
13/04/2006	81,76
14/04/2006	82,38
16/04/2006	82,12
18/04/2006	82,11
22/04/2006	79,36
28/04/2006	80,81
30/04/2006	76,64
01/05/2006	77,24
03/05/2006	78,24
04/05/2006	78,97
06/05/2006	76,04

Fuente: Laboratorio de Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, 2006.



TABLA A.4 (continuación): VALORES DE LA TEMPERATURA DE OPERACION EN EL LODO DEL RECTOR

Fecha	TEMPERATURA [°C]
07/05/2006	77,44
13/05/2006	79,44
15/05/2006	77,72
21/05/2006	77,08
22/05/2006	79,61
25/05/2006	79,63
31/05/2006	77,96
02/06/2006	78,64
03/06/2006	77,90
10/06/2006	79,98
13/06/2006	76,88
05/07/2006	80,31
11/07/2006	78,70
14/07/2006	79,00
17/07/2006	78,81
19/07/2006	74,95
24/07/2006	76,90
02/08/2006	77,88
03/08/2006	82,39
04/08/2006	81,34
10/08/2006	80,34

Fuente: Laboratorio de Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, 2006.

**TABLA A.5: PORCENTAJE DE SÓLIDOS PRESENTES EN EL MEDIO DE REACCIÓN**

Fecha	CANTIDAD DE SÓLIDOS [%v/v]
28/01/2006	19,57
07/02/2006	22,89
27/02/2006	23,39
01/03/2006	---
11/03/2006	21,83
20/03/2006	22,13
21/03/2006	21,71
27/03/2006	22,26
01/04/2006	24,50
02/04/2006	21,16
04/04/2006	22,31
06/04/2006	23,70
13/04/2006	19,05
14/04/2006	19,89
16/04/2006	22,90
18/04/2006	21,23
22/04/2006	19,93
28/04/2006	17,33
30/04/2006	19,61
01/05/2006	19,05
03/05/2006	19,57
04/05/2006	20,79
06/05/2006	19,52

Fuente: Laboratorio de Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, 2006.

**TABLA A.5 (continuación): PORCENTAJE DE SÓLIDOS PRESENTES EN EL MEDIO DE REACCIÓN**

Fecha	CANTIDAD DE SÓLIDOS [%v/v]
07/05/2006	18,82
13/05/2006	14,60
15/05/2006	17,82
21/05/2006	20,47
22/05/2006	19,23
25/05/2006	26,83
31/05/2006	20,07
02/06/2006	19,83
03/06/2006	19,07
10/06/2006	19,45
13/06/2006	18,02
05/07/2006	21,06
11/07/2006	21,93
14/07/2006	---
17/07/2006	23,65
19/07/2006	21,82
24/07/2006	22,65
02/08/2006	18,10
03/08/2006	24,39
04/08/2006	24,53
10/08/2006	23,12

Fuente: Laboratorio de Planta de Ácido Fosfórico del Complejo Petroquímico Morón, 2006.

**TABLA A.6: ANÁLISIS DIARIOS SOBRE LA COMPOSICIÓN DE P₂O₅ PRESENTE EN EL LODO DEL REACTOR**

Fecha	P ₂ O ₅ EN EL LODO DEL REACTOR [%p/p]
28/01/2006	26,28
07/02/2006	23,58
27/02/2006	23,23
01/03/2006	25,78
11/03/2006	24,89
20/03/2006	20,47
21/03/2006	25,94
27/03/2006	25,91
01/04/2006	25,50
02/04/2006	24,20
04/04/2006	25,50
06/04/2006	23,03
13/04/2006	27,22
14/04/2006	26,54
16/04/2006	25,19
18/04/2006	26,23
22/04/2006	25,39
28/04/2006	23,59
30/04/2006	24,16
01/05/2006	23,90
03/05/2006	22,98
04/05/2006	24,16
06/05/2006	21,50
07/05/2006	22,67

Fuente: Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, 2006.

**TABLA A.6 (continuación): ANÁLISIS DIARIOS SOBRE LA COMPOSICIÓN DE P_2O_5 PRESENTE EN EL LODO DEL REACTOR**

Fecha	P ₂ O ₅ EN EL LODO DEL REACTOR [%p/p]
13/05/2006	24,01
15/05/2006	24,88
21/05/2006	24,28
22/05/2006	24,23
25/05/2006	21,58
31/05/2006	22,25
02/06/2006	24,37
03/06/2006	22,30
10/06/2006	21,77
13/06/2006	26,12
05/07/2006	23,98
11/07/2006	25,27
14/07/2006	21,84
17/07/2006	23,48
19/07/2006	22,18
24/07/2006	26,60
02/08/2006	21,03
03/08/2006	23,12
04/08/2006	---
10/08/2006	23,70

Fuente: Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón, 2006.



TABLA A.7: DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN

Variables	15/08/2006			16/08/2006	17/08/2006	22/08/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Flujo de roca [Ton/H]	31	32	39	30	17	25	24
Flujo de H_2SO_4 [Ton/H]	25,94	30,91	30,91	30,91	27,38	25,50	27,38
Relación Roca/ H_2SO_4 [Adim]	1,19	1,04	1,26	0,97	0,62	0,98	0,88
Flujo de H_3PO_4 de 2do filtrado [Ton/H]	111,69	57,65	76,81	116,25	103,13	101,68	100,60
Temperatura del lodo [°C]	79,5	80,7	81,2	82,7	80,0	79,1	78,8



TABLA A.7 (continuación): DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN

Variables	15/08/2006			16/08/2006	17/08/2006	22/08/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Acidez libre [% p/p]	0,56	1,33	2,66	0,15	2,67	1,14	0,93
Sólidos en el lodo [%v/v]	45	50	44	52	50	56	58
Densidad del lodo [g/L]	1460	1472	1482	1522	1490	1492	1490
P ₂ O ₅ en el lodo [%p/p]	24,20	24,90	24,83	26,41	24,92	25,20	24,92
Relación CaO/ H ₂ SO ₄ [Adim]	0,47	0,41	0,50	0,40	0,24	0,36	0,32



TABLA A.7 (continuación): DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN

Variables	24/08/2006		30/08/2006	31/08/2006		07/09/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Flujo de roca [Ton/H]	31	24	13	32	9	22	20
Flujo de H_2SO_4 [Ton/H]	29,50	29,81	28,26	27,60	16,56	28,70	28,70
Relación Roca/ H_2SO_4 [Adim]	1,05	0,81	0,46	1,16	0,54	0,77	0,70
Flujo de H_3PO_4 de 2do filtrado [Ton/H]	107,03	113,13	78,86	86,26	136,44	77,14	83,80
Temperatura del lodo [°C]	80,3	80,0	82,7	81,2	81,3	82,9	83,8



TABLA A.7 (continuación): DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN

Variables	24/08/2006		30/08/2006	31/08/2006		07/09/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Acidez libre [% p/p]	2,28	2,67	0,53	1,29	1,11	1,13	0,92
Sólidos en el lodo [%v/v]	54	54	54	49	45	48	55
Densidad del lodo [g/L]	1502	1504	1546	1496	1500	1490	1523
P ₂ O ₅ en el lodo [%p/p]	24,54	24,74	25,46	25,54	24,77	24,35	24,72
Relación CaO/ H ₂ SO ₄ [Adim]	0,41	0,31	0,17	0,44	0,20	0,28	0,25



TABLA A.7 (continuación): DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN

Variables	18/09/2006				20/09/2006				26/09/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	1:00 p.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	1:00 p.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Flujo de roca [Ton/H]	25	26	26	19	21	21	20	22	24	29
Flujo de H_2SO_4 [Ton/H]	27,49	27,60	27,60	25,83	24,29	22,08	24,84	25,39	28,48	23,18
Relación Roca/ H_2SO_4 [Adim]	0,91	0,94	0,94	0,74	0,86	0,95	0,81	0,87	0,84	1,25
Flujo de H_3PO_4 de 2do filtrado [Ton/H]	48,49	66,89	59,26	70,67	55,43	72,42	72,16	76,09	97,52	97,28
Temperatura del lodo [°C]	76,2	77,2	75,0	74,3	75,0	75,5	75,0	75,0	81,9	81,3



TABLA A.7 (continuación): DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE REACCIÓN

Variables	18/09/2006				20/09/2006				26/09/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	1:00 p.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	1:00 p.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Acidez libre [% p/p]	1,15	1,59	2,66	3,19	2,69	2,06	1,82	2,40	2,00	1,36
Sólidos en el lodo [%v/v]	55	53	50	50	50	50	45	45	50	50
Densidad del lodo [g/L]	1530	1540	1512	1490	1526	1540	1500	1470	1506	1506
P ₂ O ₅ en el lodo [%p/p]	24,18	24,05	23,13	22,24	23,74	23,85	23,69	22,78	24,94	24,99
Relación CaO/ H ₂ SO ₄ [Adim]	0,34	0,35	0,35	0,27	0,33	0,37	0,31	0,33	0,32	0,47



TABLA A.8: DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Variables	15/08/2006			16/08/2006	17/08/2006	22/08/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Flujo de lodo al filtro [Ton/H]	168,63	120,56	146,72	177,16	147,51	152,18	151,98
Flujo de H ₂ O de lavado [Ton/H]	92,35	45,81	62,78	92,37	83,68	81,74	85,52
Relación H ₂ Olav/lodo [Adim]	0,55	0,38	0,43	0,52	0,57	0,54	0,56
P ₂ O ₅ en el 1er filtrado [% p/p]	23,71	25,40	27,35	25,67	24,72	25,72	24,67
P ₂ O ₅ en el 2do filtrado [% p/p]	17,31	20,53	18,26	20,54	18,86	19,61	14,99
Velocidad de filtración [m/mim.]	13,9	13,9	13,0	13,4	15,0	12,6	12,6



TABLA A.8 (continuación): DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Variables	24/08/2006		30/08/2006	31/08/2006		07/09/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	7:30 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Flujo de lodo al filtro [Ton/H]	186,00	185,00	129,50	162,50	180,00	143,00	145,00
Flujo de H ₂ O de lavado [Ton/H]	87,47	90,14	64,21	69,53	108,17	63,12	69,62
Relación H ₂ Olav/lodo [Adim]	0,52	0,54	0,53	0,48	0,67	0,49	0,53
P ₂ O ₅ en el 1er filtrado [% p/p]	24,19	24,82	23,71	25,11	24,81	23,88	23,63
P ₂ O ₅ en el 2do filtrado [% p/p]	18,27	20,32	18,58	19,40	20,72	18,17	16,92
Velocidad de filtración [m/min.]	14,7	15,5	13,3	8,5	13,3	11,9	13,0



TABLA A.8 (continuación): DATOS DIARIOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LA PLANTA DE ÁCIDO FOSFÓRICO SOBRE LAS VARIABLES INVOLUCRADAS EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Variables	18/09/2006				20/09/2006				26/09/2006	
	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	1:00 p.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.	11:00 a.m.	1:00 p.m.	7:30 a.m.	9:00 a.m.
Flujo de lodo al filtro [Ton/H]	100,98	120,49	112,86	115,50	100,72	115,50	117,00	123,48	150,00	149,46
Flujo de H ₂ O de lavado [Ton/H]	36,77	50,80	45,55	54,95	42,27	55,15	55,07	58,76	73,20	72,97
Relación H ₂ Olav/lodo [Adim]	0,36	0,42	0,40	0,48	0,42	0,48	0,47	0,48	0,49	0,49
P ₂ O ₅ en el 1er filtrado [% p/p]	23,43	22,4	22,40	21,48	23,82	23,12	22,57	22,34	24,07	24,54
P ₂ O ₅ en el 2do filtrado [% p/p]	16,65	16,62	15,57	14,90	16,63	16,74	17,18	16,65	18,95	19,82
Velocidad de filtración [m/min.]	11,0	13,0	13,0	13,0	12,0	9,0	10,0	10,0	13,0	13,0



TABLA A.9: INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN DE LA ROCA FOSFÁTICA ALIMENTADA AL REACTOR EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Composición de la roca fosfática [Adim]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
1,325	92,44	1,30
1,329	92,67	1,33
1,334	92,83	1,39
1,338	92,87	1,45
1,342	92,84	1,51
1,347	92,78	1,59
1,351	92,74	1,66
1,355	92,73	1,73
1,359	92,75	1,78
1,364	92,82	1,84
1,368	92,91	1,87
1,372	93,01	1,89
1,377	93,14	1,90
1,381	93,25	1,88
1,385	93,34	1,85



TABLA A.9 (continuación): INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN DE LA ROCA FOSFÁTICA ALIMENTADA AL REACTOR EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Composición de la roca fosfática [Adim]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
1,390	93,44	1,78
1,394	93,50	1,70
1,398	93,55	1,60
1,402	93,59	1,49
1,407	93,63	1,36
1,411	93,66	1,27
1,415	93,70	1,20
1,420	93,78	1,16
1,424	93,88	1,15
1,428	94,02	1,16
1,433	94,26	1,19
1,437	94,50	1,24
1,441	94,78	1,29
1,445	95,10	1,35
1,450	95,58	1,43

**TABLA A.10: INFLUENCIA DE LA ACIDEZ LIBRE EN EL MEDIO DE REACCIÓN EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN**

Acidez libre en el medio de reacción [% p/p]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
0,15	92,44	2,34
0,25	91,86	2,33
0,35	91,40	2,33
0,45	91,09	2,32
0,55	90,96	2,31
0,65	91,04	2,30
0,75	91,36	2,28
0,85	91,93	2,26
0,95	92,77	2,23
1,05	93,84	2,19
1,15	95,08	2,15
1,25	96,34	2,10
1,35	97,42	2,04
1,45	98,07	1,98
1,55	98,12	1,91

**TABLA A.10 (continuación): INFLUENCIA DE LA ACIDEZ LIBRE EN EL MEDIO DE REACCIÓN EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN**

Acidez libre en el medio de reacción [% p/p]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
1,65	97,55	1,84
1,75	96,59	1,76
1,85	95,57	1,68
1,95	94,74	1,59
2,05	94,21	1,51
2,15	93,92	1,44
2,25	93,77	1,37
2,35	93,69	1,31
2,45	93,60	1,27
2,55	93,48	1,25
2,65	93,29	1,25
2,75	93,02	1,29
2,85	92,69	1,36
2,95	92,29	1,47
3,19	91,23	1,86



TABLA A.11: INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA DE OPERACIÓN DEL MEDIO DE REACCIÓN EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Temperatura de operación [°C]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
74,30	93,61	1,18
74,62	93,62	1,23
74,94	93,64	1,28
75,26	93,68	1,33
75,58	93,73	1,39
75,90	93,79	1,45
76,22	93,88	1,50
76,54	93,98	1,56
76,86	94,11	1,61
77,18	94,27	1,65
77,50	94,45	1,69
77,82	94,65	1,72
78,14	94,88	1,74
78,46	95,12	1,76
78,78	95,36	1,78



TABLA A.11 (continuación): INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA DE OPERACIÓN DEL MEDIO DE REACCIÓN EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Temperatura de operación [°C]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
79,10	95,58	1,79
79,42	95,79	1,81
79,74	95,96	1,82
80,06	96,10	1,83
80,38	96,23	1,85
80,70	96,38	1,86
81,02	96,58	1,88
81,34	96,84	1,91
81,66	97,18	1,93
81,98	97,58	1,96
82,30	98,02	1,99
82,62	98,48	2,02
82,94	98,92	2,06
83,26	99,34	2,09
83,80	99,94	2,16

**TABLA A.12: INFLUENCIA DE LA CANTIDAD DE SÓLIDOS PRESENTES EN EL LODO EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN**

Cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor [% v/v]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
40,00	93,23	1,25
40,60	93,03	1,28
41,20	92,88	1,30
41,80	92,79	1,31
42,40	92,74	1,31
43,00	92,74	1,31
43,60	92,80	1,30
44,20	92,90	1,30
44,80	93,02	1,29
45,40	93,14	1,28
46,00	93,22	1,27
46,60	93,23	1,27
47,20	93,09	1,26
47,80	92,77	1,26
48,40	92,21	1,26



TABLA A.12 (continuación): INFLUENCIA DE LA CANTIDAD DE SÓLIDOS PRESENTES EN EL LODO EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Cantidad de sólidos presentes en el lodo del reactor [% v/v]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
49,00	91,38	1,26
49,60	90,28	1,26
50,20	88,95	1,27
50,80	87,45	1,28
51,40	85,85	1,30
52,00	84,24	1,32
52,60	82,69	1,34
53,20	81,31	1,38
53,80	80,15	1,42
54,40	79,25	1,47
55,00	78,60	1,52
55,60	78,18	1,58
56,20	77,94	1,64
56,80	77,82	1,70
58,00	77,80	1,79

**TABLA A.13: INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN DE P_2O_5 EN EL LODO DEL REACTOR EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN**

Composición de P_2O_5 en el lodo del reactor [% p/p]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
22,24	93,53	1,36
22,38	93,60	1,34
22,52	93,65	1,32
22,66	93,66	1,30
22,80	93,65	1,28
22,94	93,60	1,27
23,08	93,52	1,26
23,22	93,40	1,25
23,36	93,25	1,24
23,50	93,06	1,23
23,64	92,82	1,23
23,78	92,53	1,22
23,92	92,20	1,22
24,06	91,81	1,22
24,20	91,35	1,21



TABLA A.13 (continuación): INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN DE P_2O_5 EN EL LODO DEL REACTOR EN LA RECUPERACIÓN DE P_2O_5 EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

Composición de P_2O_5 en el lodo del reactor [% p/p]	Recuperación de P_2O_5 en filtración [%]	Relación en el crecimiento del cristal [Adim]
24,34	90,84	1,21
24,48	90,26	1,21
24,62	89,61	1,21
24,76	88,90	1,21
24,90	88,11	1,21
25,04	87,25	1,21
25,18	86,33	1,20
25,32	85,35	1,19
25,46	84,32	1,18
25,60	83,24	1,17
25,74	82,13	1,15
25,88	80,99	1,13
26,02	79,84	1,10
26,16	78,69	1,07
26,30	77,54	1,03

APÉNDICE B

En esta sección se presenta los cálculos típicos realizados para el logro de esta investigación; así como, la lista de símbolos donde se definen cada una de las variables involucradas en dichos cálculos

B.1 BALANCE DE MASA EN EL REACTOR

- Cálculo del flujo de ácido de recirculación al reactor (ácido del segundo filtrado).
(ver apéndice A; tablas A.7, A.8)

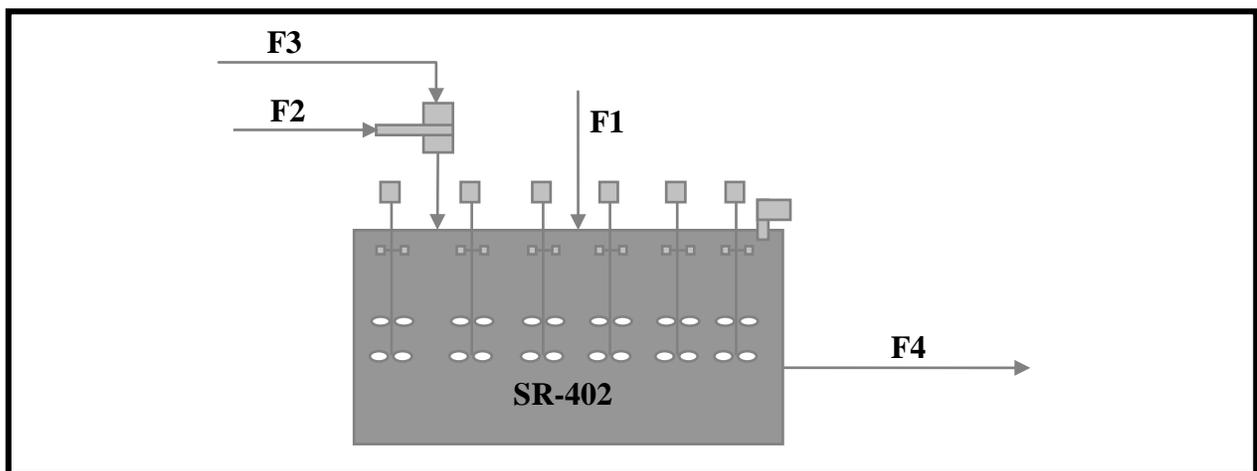


Figura B.1: Corrientes de entrada y salida al reactor de H_3PO_4

Empleando la ecuación 1:

$$F3 = 168,63\text{Ton} / H - 31\text{Ton} / H - 25,95\text{Ton} / H$$

$$F3 = 111,69\text{Ton} / H$$

- Cálculo de la masa de P_2O_5 en el ácido del segundo filtrado.

Empleando la ecuación 2:



$$MP_{2O_5,3} = \frac{17,31\%}{100} * 111,69Ton / H$$

$$MP_{2O_5,3} = 19,34Ton / H$$

- Cálculo del flujo de agua empleado para el lavado de la torta de yeso.
(ver apéndice A, tablas A.8)

Empleando la ecuación 3:

$$FAL = 111,69Ton / H - 19,34Ton / H$$

$$FAL = 92,35Ton / H$$

B.2 RECUPERACIÓN DEL P₂O₅ EN LA SECCIÓN DE FILTRACIÓN

- Cálculo de la masa de P₂O₅ que ingresa al reactor.

Empleando la ecuación 4:

$$MP_{2O_5,1} = \frac{27,80}{100} * 31Ton / H$$

$$MP_{2O_5,1} = 8,62Ton / H$$

Balance de masa en óxido de calcio en la sección reacción y filtración:

- Cálculo de la masa de CaO que ingresa al reactor:

Empleando la ecuación 5:



$$MCaO1 = \frac{39,69\%}{100} * 31Ton / H$$

$$MCaO1 = 12,3039Ton / H$$

- Cálculo de la masa de CaO que sale en la torta de yeso.

De acuerdo a estudios realizados por el Departamento Técnico se tiene en que este proceso, el 99% p/p de CaO que ingresa al reactor queda retenido en la torta de yeso.

Empleando la ecuación 6:

$$MCaO6 = \frac{99\%}{100} * 12,3039Ton / H$$

$$MCaO6 = 12,3014Ton / H$$

- Cálculo de las toneladas de yeso que se producen en la sección de filtración.

Empleando la ecuación 7:

$$F6 = \frac{12,3014Ton / H}{\frac{19,10\%}{100}}$$

$$F6 = 64,41Ton / H$$

- Cálculo de la masa de P₂O₅ que sale en la torta de yeso.

Empleando la ecuación 8:



$$MP_{2O_5,6} = \frac{2,01\%}{100} * 64,41Ton / H$$

$$MP_{2O_5,6} = 1,29Ton / H$$

- Cálculo de la masa de P_2O_5 proveniente del ácido de primer filtrado.

Empleando la ecuación 9:

$$MP_{2O_5,5} = 8,62Ton / H - 1,29Ton / H$$

$$MP_{2O_5,5} = 7,33Ton / H$$

- Cálculo del porcentaje de recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.
(ver tabla 4.5)

Empleando la ecuación 10:

$$\%RP_{2O_5} = \frac{7,33Ton / H}{8,62Ton / H} * 100$$

$$\%RP_{2O_5} = 85,01\%$$

B.3 ESTIMACIÓN DEL BENEFICIO ECONÓMICO OBTENIDO CON LA APLICACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN RECOMENDADAS

- Cálculo del promedio ponderado de la masa de yeso producida en la sección de filtración, para las condiciones actuales de operación.

Empleando la ecuación 11:

$$F_{6_{ip}} = \frac{63398,57}{36} Ton / dia$$



$$F_{6_{ip}} = 1761,07 \frac{\text{Ton}}{\text{dia}} * \frac{30 \text{ dias}}{1 \text{ mes}}$$

$$F_{6_{ip}} = 52832,14 \frac{\text{Ton}}{\text{mes}}$$

- Cálculo del promedio ponderado de masa de P_2O_5 que sale en la torta de yeso para las condiciones actuales de operación.

Empleando la ecuación 12:

$$MP_{2O_5 6_{ip}} = \frac{1500,90}{36} \text{Ton} / \text{dia}$$

$$MP_{2O_5 6_{ip}} = 41,69 \text{Ton} / \text{dia}$$

- Cálculo del promedio ponderado de la cantidad de P_2O_5 contenido en la torta de yeso actualmente.

Empleando la ecuación 13:

$$\% P_{2O_5 6_{ip}} = \frac{41,69 \text{Ton} / \text{dia}}{1761,07 \text{Ton} / \text{dia}} * 100$$

$$\% P_{2O_5 6_{ip}} = 2,37\%$$

- Cálculo de las pérdidas monetarias actuales por contenido de P_2O_5 en la torta de yeso. (ver tabla 4.7)

Empleando la ecuación 14:

$$VPM_i = 41,69 \text{Ton} / \text{dia} * 462 \text{US\$}$$



$$VPM_i = 19260,78US\$ * Ton / dia$$

$$VPM_i = 19260,78 \frac{US\$ * Ton}{dia} * \frac{30 dias}{1 mes}$$

$$VPM_i = 577823,34US\$ * Ton / mes$$

- Cálculo de pérdidas monetarias por concepto de P_2O_5 contenido en la torta de yeso, donde existe la máxima recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración.
(ver tabla 4.7)

Empleando la ecuación 15:

$$VPM_{mr} = 0,38Ton / H * 462US\$$$

$$VPM_{mr} = 175,56US\$ * Ton / H$$

$$VPM_{mr} = 175,56 \frac{US\$ * Ton}{H} * \frac{24H}{1 dia} * \frac{30 dia}{1 mes}$$

$$VPM_{mr} = 126403,20US\$ * Ton / mes$$

- Estimación del beneficio económico con la aplicación de las condiciones recomendadas.
(ver tabla 4.7)

Empleando la ecuación 16:

$$EBE = 577823,34US\$ * Ton / mes - 126403,20US\$ * Ton / mes$$

$$EBE = 451420,20US\$ * Ton / mes$$

APÉNDICE C

Presentación de fotografías sobre los cristales de yeso obtenidos en la sección de reacción durante la fase experimental de la investigación

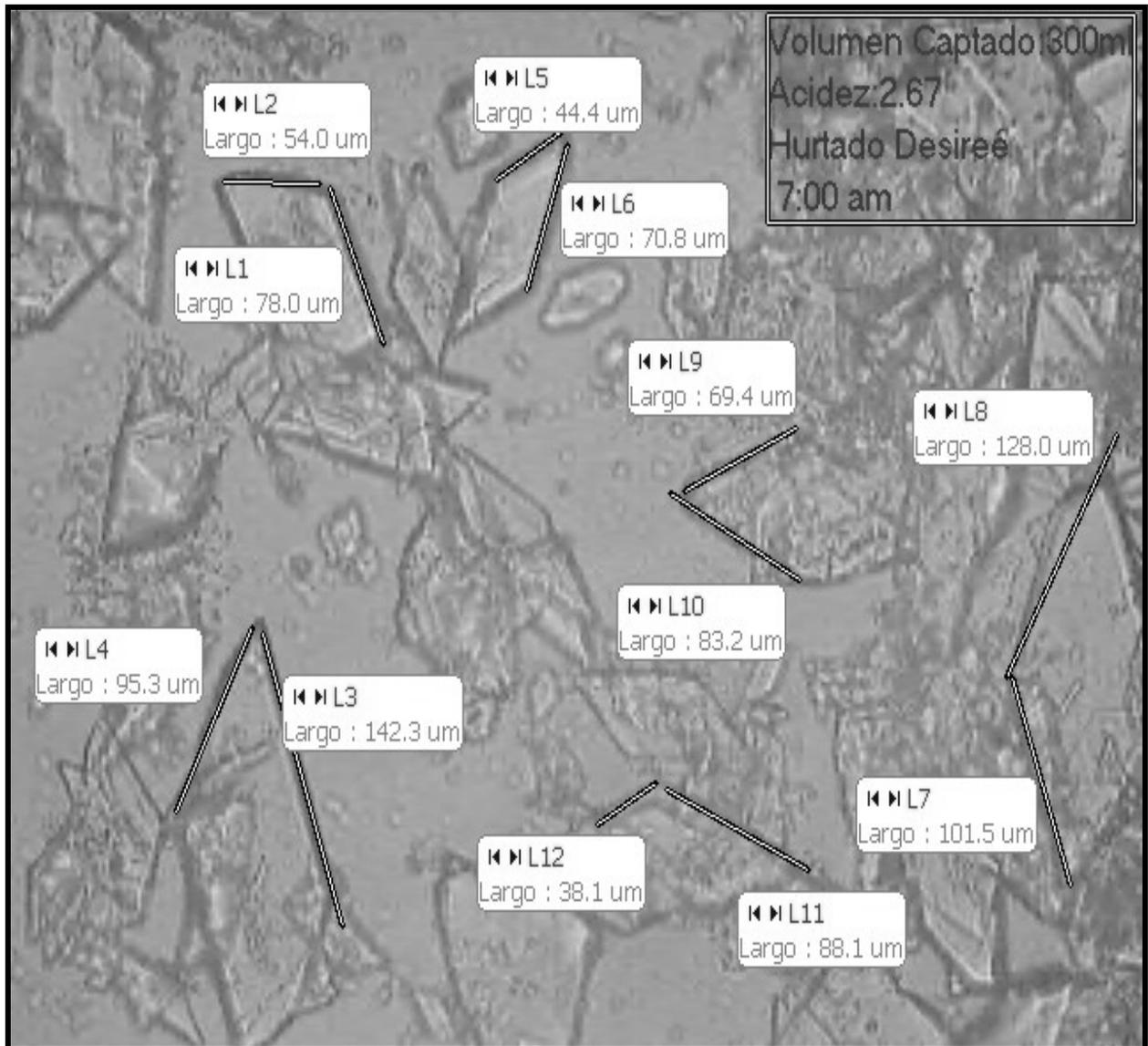


Figura C.1: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 17-08-2006.

Hora: 7:30am.

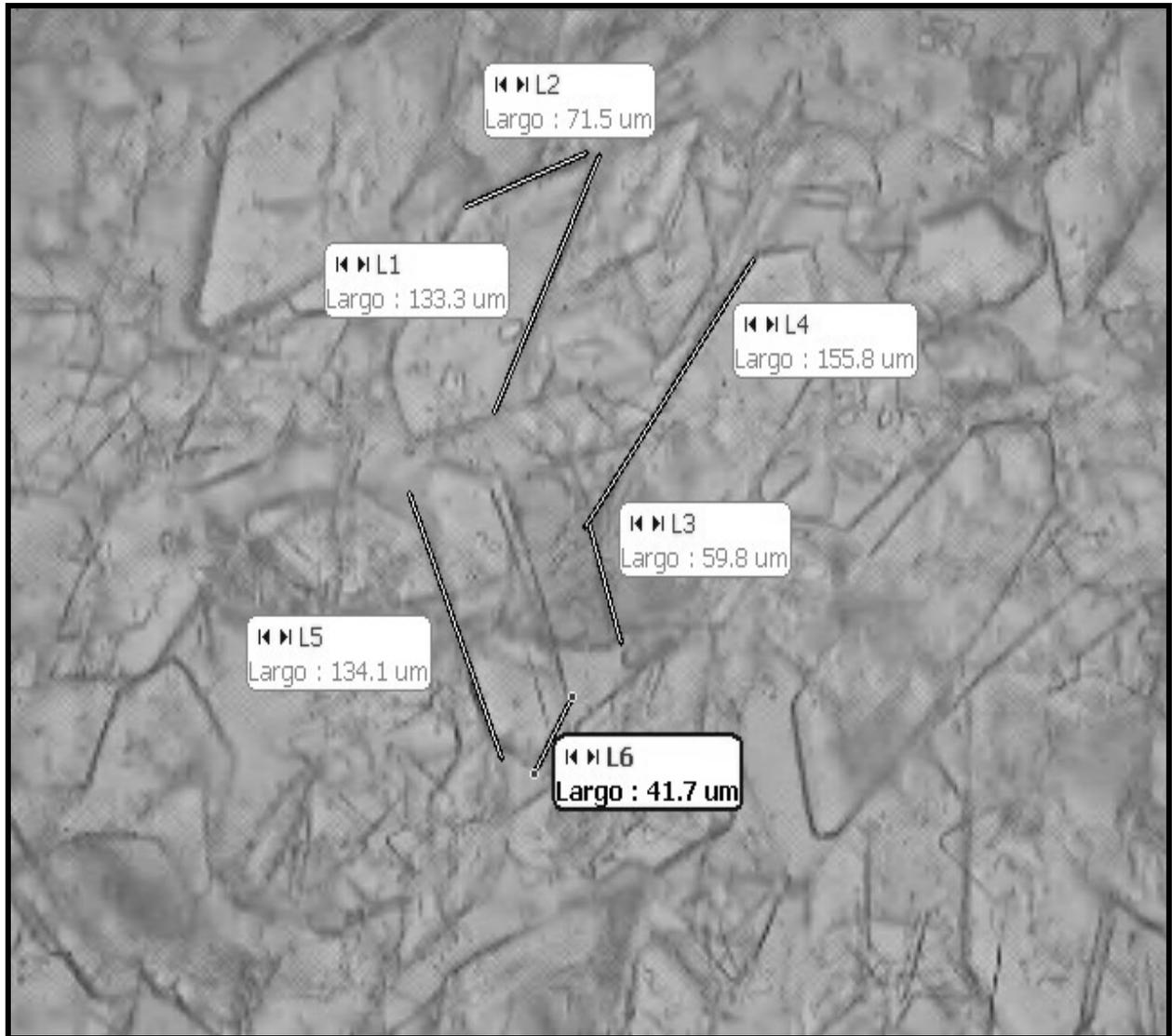


Figura C.2: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 24-08-2006.

Hora: 7:30am.

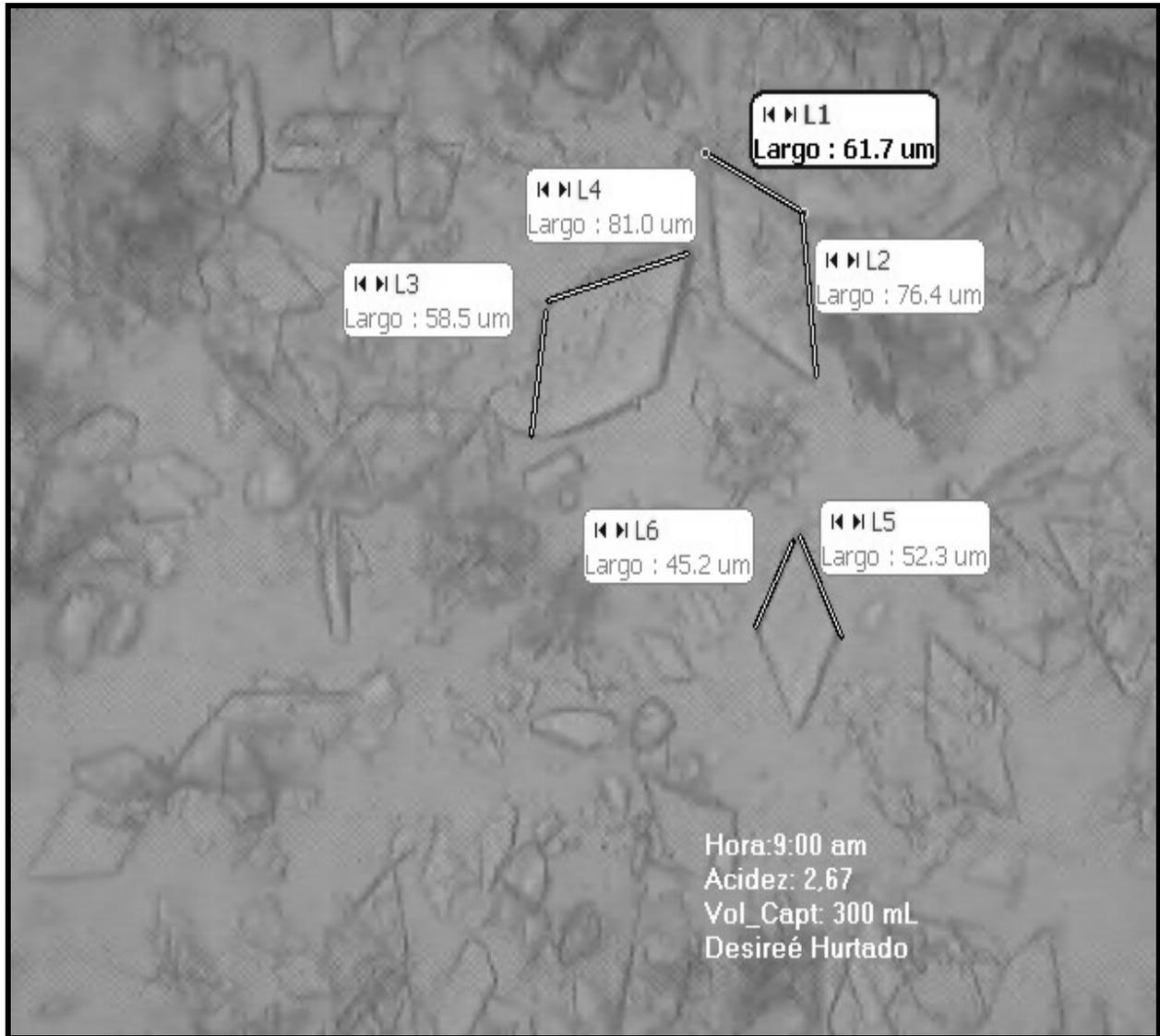


Figura C.3: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 24-08-2006.

Hora: 9:00am.

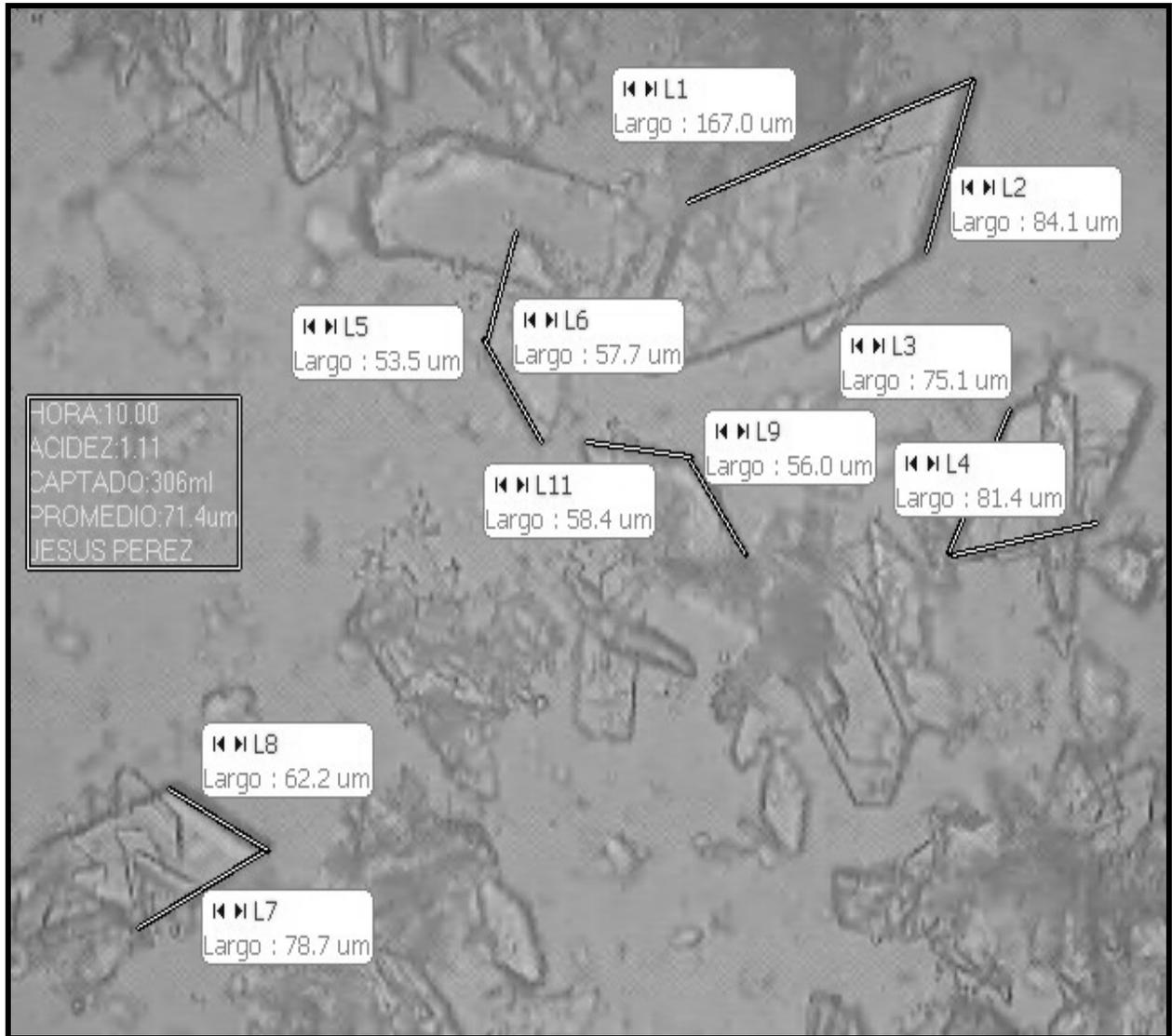


Figura C.4: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 31-08-2006.

Hora: 9:00am.

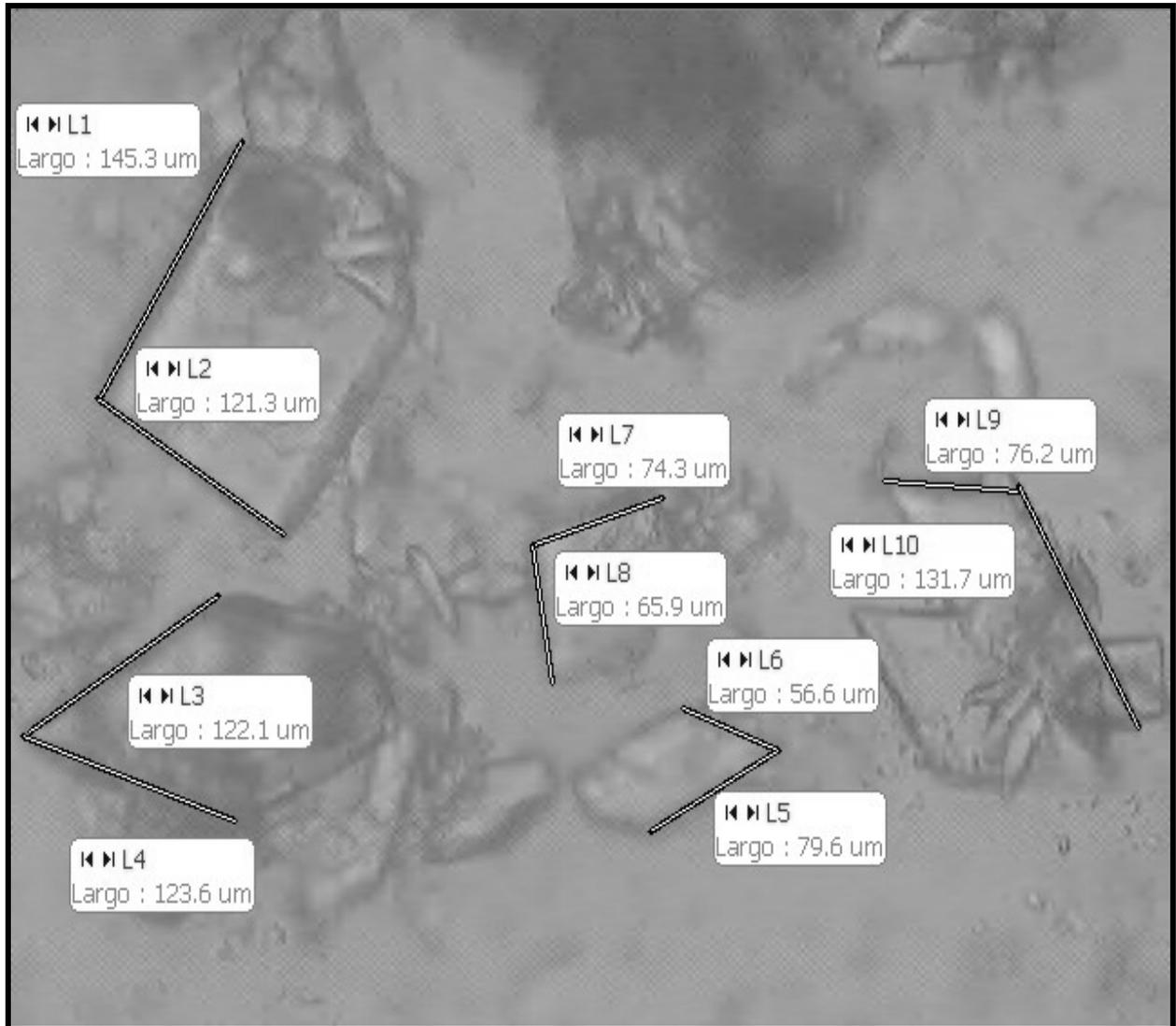


Figura C.5: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 18-09-2006.

Hora: 7:30am.

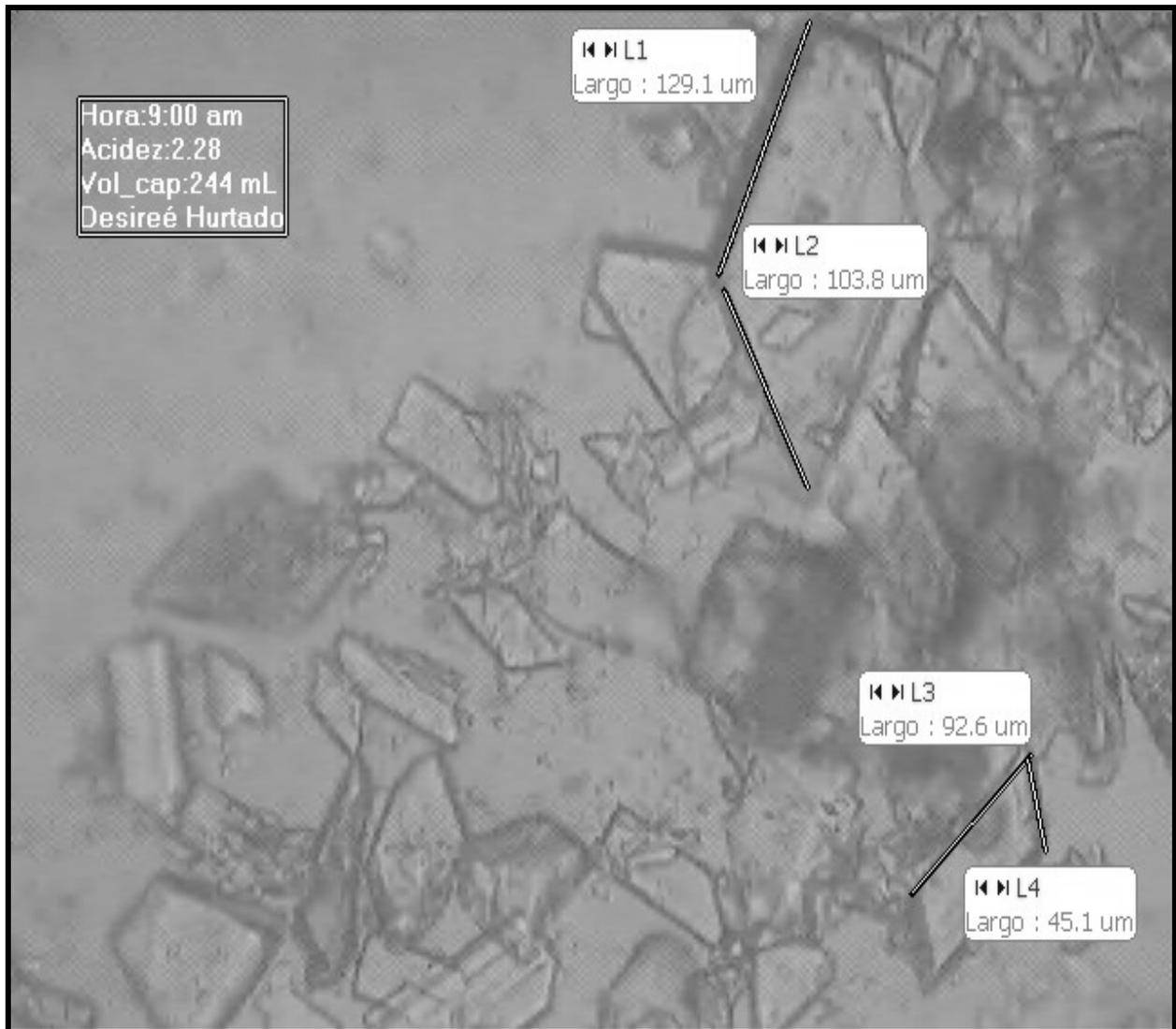


Figura C.6: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 18-09-2006.

Hora: 9:00am.

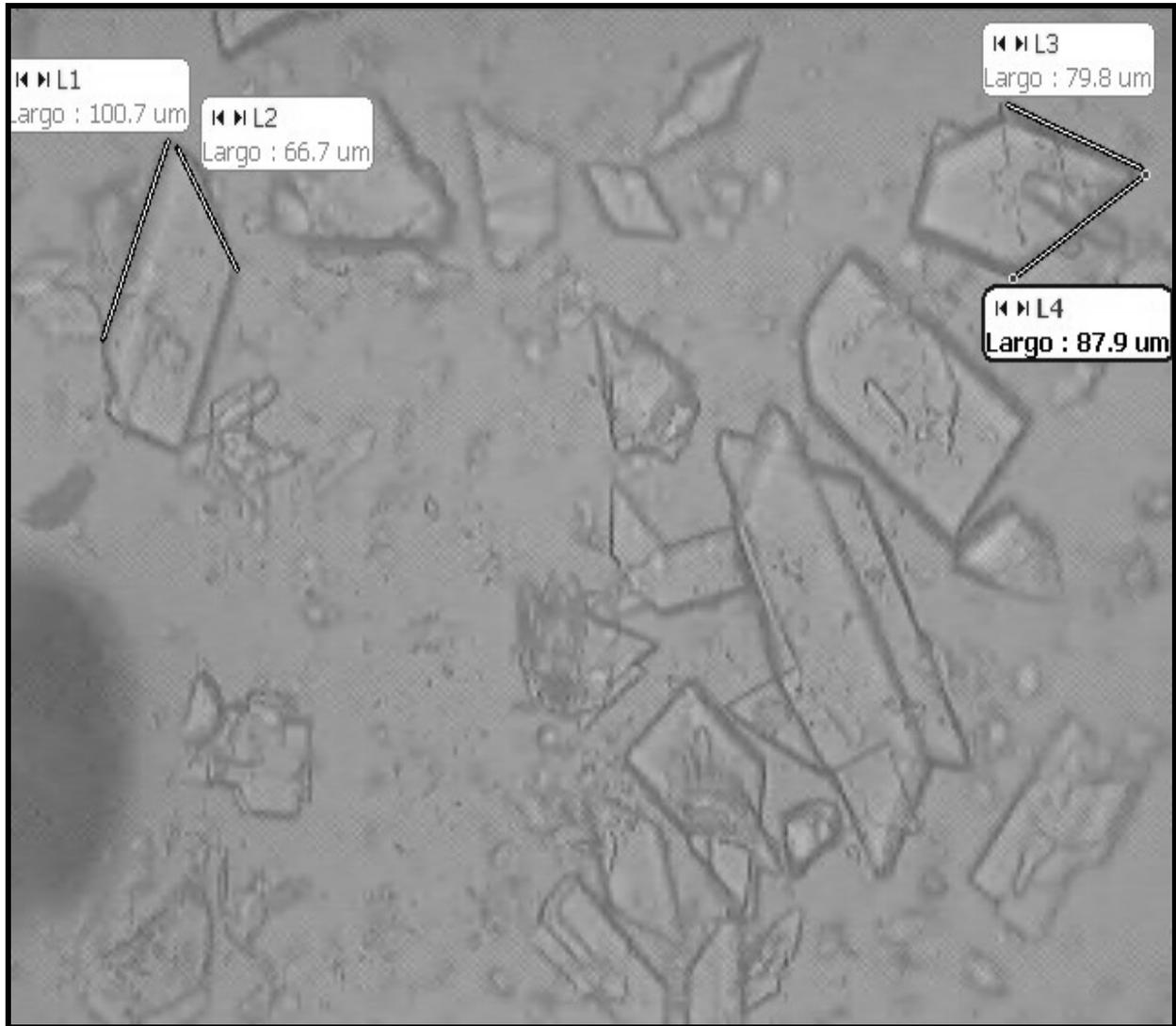


Figura C.7: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 18-09-2006.

Hora: 1:00pm.

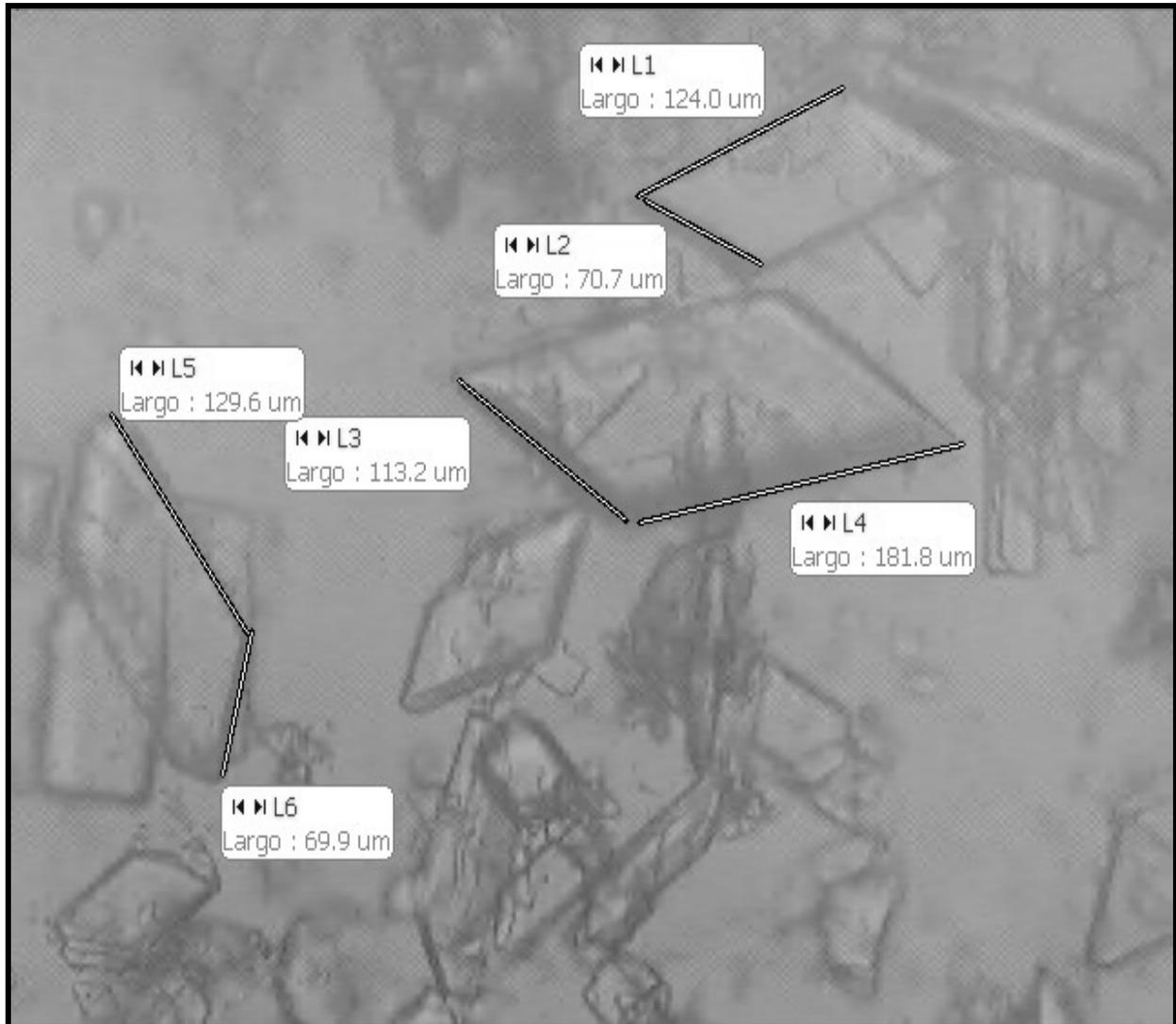


Figura C.8: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 20-09-2006.

Hora: 7:30am.

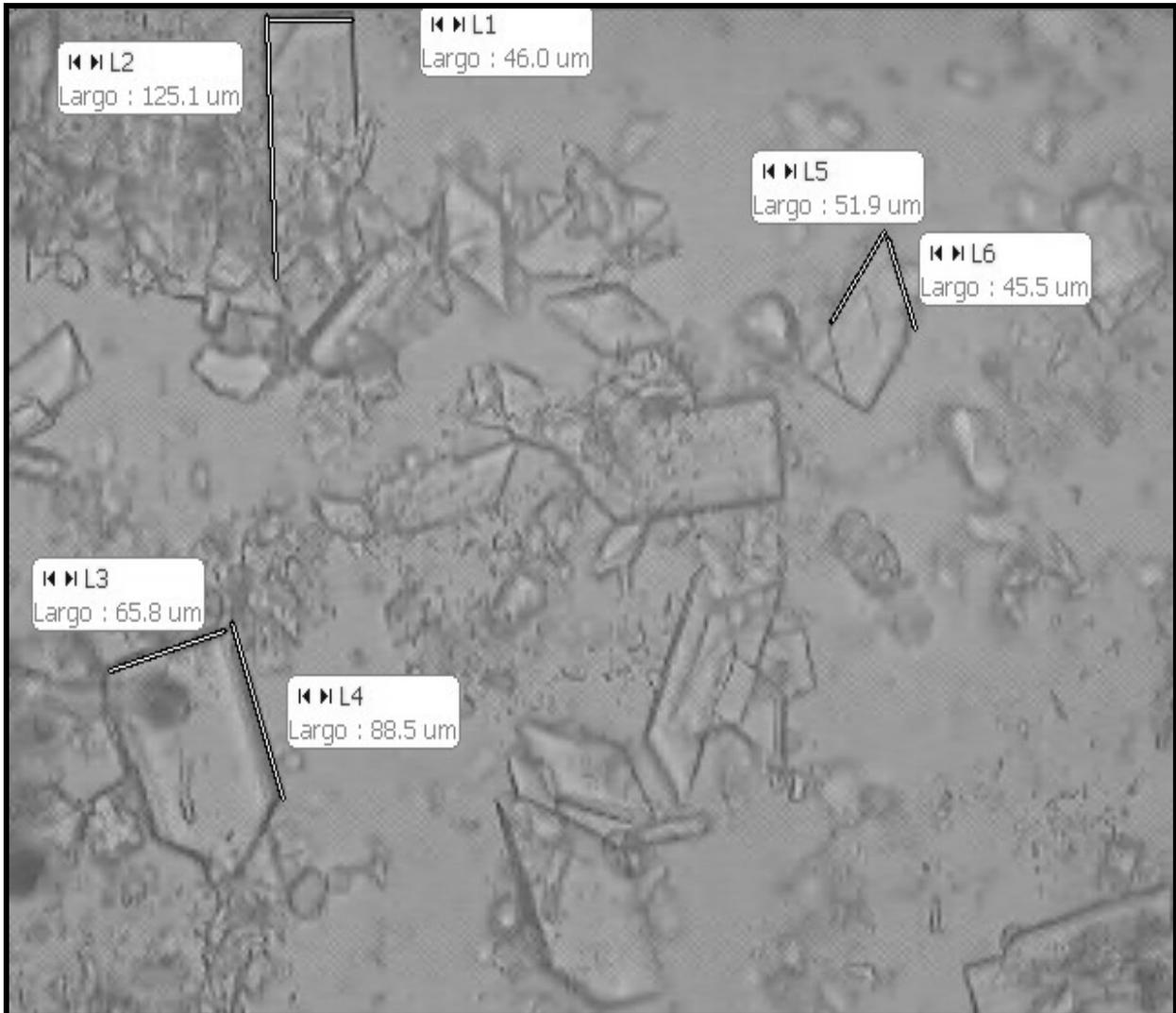


Figura C.9: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 20-09-2006.

Hora: 11:00am.

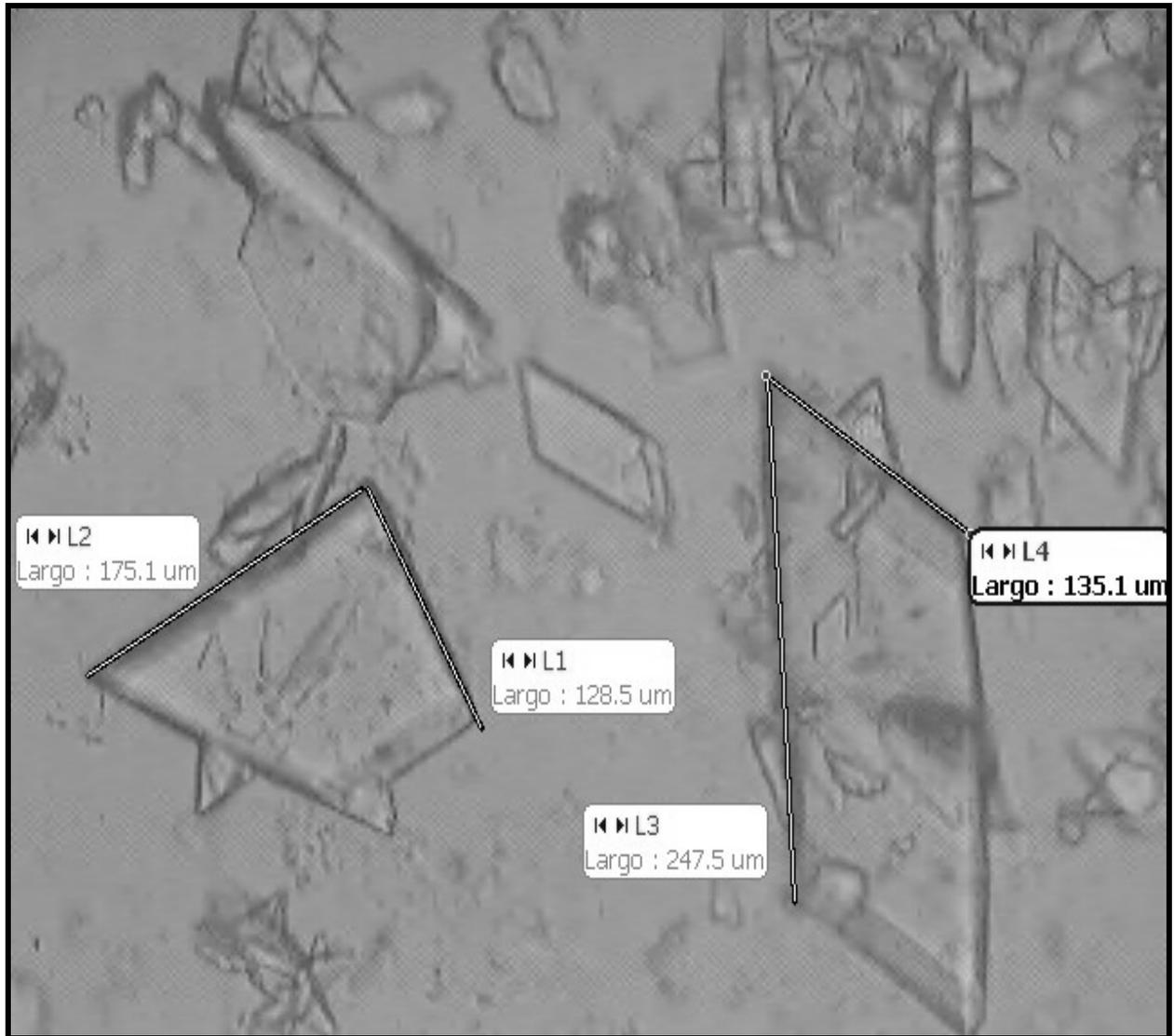


Figura C.10: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 26-09-2006.

Hora: 7:30am.

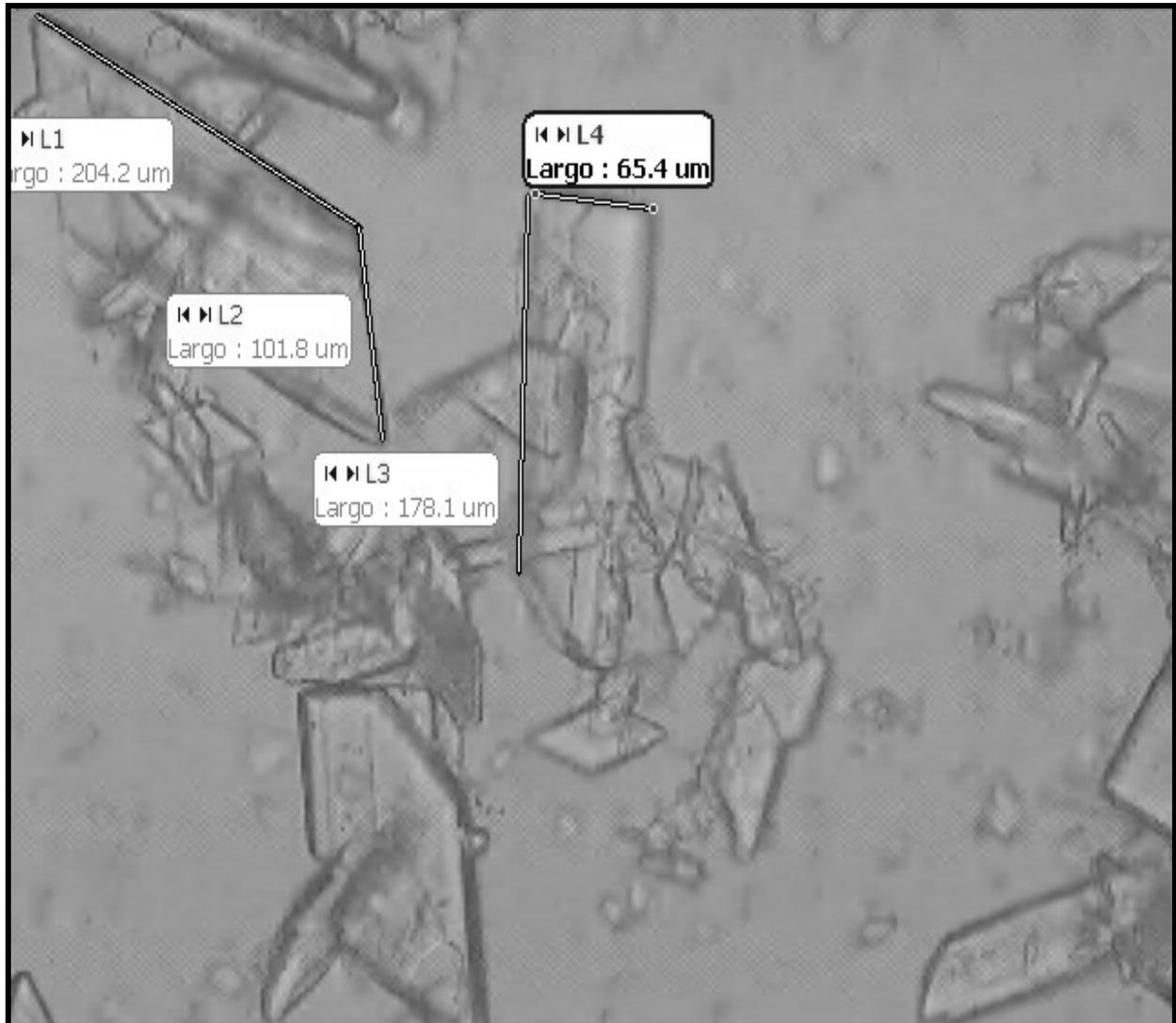


Figura C.11: Forma y tamaño de los cristales de yeso formados en la sección de reacción del proceso de producción de H_3PO_4

Fecha: 26-09-2006.

Hora: 9:00am.



APÉNDICE D

Datos de variables involucradas en el proceso de producción de ácido fosfórico empleada en la realización de los cálculos típicos necesarios para el desarrollo de esta investigación

Petroquímica de Venezuela, S.A.				
Complejo Morón				
Laboratorio Central				
Morón, 03 de Enero de 2007				
Reporte Historico de Resultados				
Instalación	: 370A	Desde	: 03/01/2006	
Punto de Muestreo:	F1502	Hasta	: 03/09/2006	
Tipo de Muestra	: Final			
Material	: Acido Fosforico			
Analisis: CALCIO FERT/ROCA/ACIDO FOSFOR.				
# Muestra	Fecha	Hora	Unidad	Resultado
L06005677	28-Ene-2006	16:19:5	%p/p	22,70
L06005969	31-Ene-2006	01:04:3	%p/p	22,09
L06006273	01-Feb-2006	18:46:1	%p/p	18,44
L06006624	03-Feb-2006	17:53:2	%p/p	18,60
L06007364	07-Feb-2006	16:34:2	%p/p	19,56
L06007689	09-Feb-2006	16:43:2	%p/p	20,54
L06008091	12-Feb-2006	16:26:3	%p/p	18,61
L06008498	14-Feb-2006	15:53:0	%p/p	20,40
L06008670	15-Feb-2006	18:26:5	%p/p	18,33
L06008901	17-Feb-2006	17:12:4	%p/p	18,69
L06009060	18-Feb-2006	17:58:3	%p/p	18,30
L06009196	19-Feb-2006	18:31:5	%p/p	19,73
L06009520	21-Feb-2006	15:35:5	%p/p	20,20
L06009821	23-Feb-2006	13:42:2	%p/p	19,77
L06010305	26-Feb-2006	13:22:3	%p/p	20,50
L06010521	27-Feb-2006	21:05:5	%p/p	19,52
L06010763	28-Feb-2006	18:20:4	%p/p	19,60
L06011034	01-Mar-2006	18:25:1	%p/p	18,13
L06011413	03-Mar-2006	16:32:5	%p/p	19,19
L06011586	04-Mar-2006	16:23:5	%p/p	19,52
L06011732	05-Mar-2006	14:52:3	%p/p	21,20
L06011945	06-Mar-2006	18:27:0	%p/p	18,29
L06012444	09-Mar-2006	16:16:4	%p/p	20,90
L06012837	11-Mar-2006	18:31:3	%p/p	19,60
L06013149	13-Mar-2006	14:28:1	%p/p	21,77
L06013792	16-Mar-2006	22:14:0	%p/p	19,60
L06014478	20-Mar-2006	18:13:4	%p/p	20,14
L06014697	21-Mar-2006	18:47:1	%p/p	21,20
L06015270	24-Mar-2006	18:34:5	%p/p	21,03
L06015627	26-Mar-2006	16:44:5	%p/p	21,92
L06015842	27-Mar-2006	18:31:4	%p/p	20,66
L06015962	28-Mar-2006	18:22:4	%p/p	21,69
L06016454	01-Abr-2006	18:12:2	%p/p	18,10
L06016539	02-Abr-2006	17:49:0	%p/p	18,64
L06016667	03-Abr-2006	14:05:4	%p/p	22,60
L06016806	04-Abr-2006	18:25:2	%p/p	20,36
L06016991	06-Abr-2006	18:26:5	%p/p	20,00

Figura D.1: Cantidad de CaO contenida en la torta de yeso
Período: Enero-Abril



Petroquímica de Venezuela, S.A.
Complejo Morón
Laboratorio Central

Morón, 03 de Enero de 2007

Reporte Historico de Resultados

Instalación : 370A
Punto de Muestreo: F1502
Tipo de Muestra : Final
Material : Acido Fosforico

Desde : 03/01/2006
Hasta : 03/09/2006

Analisis: CALCIO FERTIROCA/ACIDO FOSFOR.

# Muestra	Fecha	Hora	Unidad	Resultado
L06017608	10-Abr-2006	14:51:4	%p/p	22,30
L06017801	11-Abr-2006	17:58:0	%p/p	18,70
L06018063	12-Abr-2006	18:16:5	%p/p	20,53
L06018187	13-Abr-2006	17:41:4	%p/p	19,80
L06018279	14-Abr-2006	17:57:4	%p/p	18,33
L06018731	16-Abr-2006	16:52:0	%p/p	19,01
L06018939	17-Abr-2006	16:38:0	%p/p	20,20
L06019275	19-Abr-2006	16:41:1	%p/p	23,60
L06019617	21-Abr-2006	14:14:4	%p/p	23,48
L06019793	22-Abr-2006	17:50:3	%p/p	20,33
L06020155	24-Abr-2006	17:43:5	%p/p	18,61
L06020378	25-Abr-2006	17:46:5	%p/p	18,90
L06020549	26-Abr-2006	15:56:5	%p/p	18,67
L06020754	27-Abr-2006	18:06:5	%p/p	18,30
L06020869	28-Abr-2006	16:12:4	%p/p	19,75
L06021256	30-Abr-2006	17:59:0	%p/p	20,27
L06021374	01-May-2006	14:35:5	%p/p	18,96
L06021609	02-May-2006	17:12:2	%p/p	18,98
L06021816	03-May-2006	18:08:2	%p/p	18,01
L06021986	04-May-2006	17:37:2	%p/p	19,26
L06022387	07-May-2006	01:27:0	%p/p	19,04
L06022466	07-May-2006	17:04:4	%p/p	19,62
L06022679	08-May-2006	16:27:4	%p/p	18,76
L06023044	10-May-2006	16:44:5	%p/p	19,28
L06023206	11-May-2006	18:13:5	%p/p	19,70
L06023328	12-May-2006	15:16:0	%p/p	17,15
L06023467	13-May-2006	16:11:0	%p/p	19,10
L06023586	14-May-2006	18:16:0	%p/p	17,55
L06023793	15-May-2006	18:10:1	%p/p	17,90
L06023950	16-May-2006	17:58:2	%p/p	19,30
L06024073	17-May-2006	14:10:3	%p/p	20,30
L06024124	17-May-2006	22:35:5	%p/p	20,30
L06024248	18-May-2006	18:14:3	%p/p	19,60
L06024396	19-May-2006	17:54:0	%p/p	18,57
L06024509	20-May-2006	17:54:1	%p/p	16,95
L06024615	21-May-2006	18:33:0	%p/p	18,93
L06024674	22-May-2006	15:39:4	%p/p	21,94

Figura D.2: Cantidad de CaO contenida en la torta de yeso

Período: Abril - Mayo



Petroquímica de Venezuela, S.A.
Complejo Morón
Laboratorio Central

Morón, 03 de Enero de 2007

Reporte Historico de Resultados

Instalación : 370A
Punto de Muestreo: FI502
Tipo de Muestra : Final
Material : Acido Fosforico

Desde : 03/01/2006
Hasta : 03/09/2006

Analisis: CALCIO FERT/ROCA/ACIDO FOSFOR.

# Muestra	Fecha	Hora	Unidad	Resultado
L06024881	23-May-2006	20:32:4	%p/p	23,30
L06025067	25-May-2006	17:25:5	%p/p	17,90
L06025191	26-May-2006	18:12:2	%p/p	19,30
L06025284	27-May-2006	14:14:5	%p/p	19,11
L06025379	28-May-2006	17:54:0	%p/p	21,97
L06025519	29-May-2006	18:11:5	%p/p	19,60
L06025686	30-May-2006	18:09:5	%p/p	19,36
L06025829	31-May-2006	18:49:0	%p/p	20,95
L06026112	02-Jun-2006	14:37:1	%p/p	18,20
L06026265	03-Jun-2006	18:31:0	%p/p	19,02
L06026389	04-Jun-2006	18:04:3	%p/p	19,03
L06026539	05-Jun-2006	16:50:3	%p/p	17,96
L06026681	06-Jun-2006	17:59:4	%p/p	18,92
L06026781	07-Jun-2006	14:56:3	%p/p	20,14
L06026836	07-Jun-2006	15:07:1	%p/p	20,14
L06026949	08-Jun-2006	16:20:4	%p/p	19,08
L06027124	09-Jun-2006	15:07:1	%p/p	19,80
L06027275	10-Jun-2006	18:27:0	%p/p	18,64
L06027450	11-Jun-2006	17:29:4	%p/p	19,15
L06027823	13-Jun-2006	15:24:0	%p/p	21,99
L06028703	18-Jun-2006	17:51:4	%p/p	20,40
L06028928	19-Jun-2006	18:29:0	%p/p	19,60
L06029390	21-Jun-2006	17:12:4	%p/p	18,30
L06029562	22-Jun-2006	14:27:1	%p/p	19,87
L06029912	24-Jun-2006	14:18:4	%p/p	20,20
L06030261	26-Jun-2006	18:13:2	%p/p	20,10
L06030486	27-Jun-2006	18:12:2	%p/p	19,69
L06030614	28-Jun-2006	17:59:0	%p/p	18,33
L06031742	04-Jul-2006	18:27:5	%p/p	19,10
L06031860	05-Jul-2006	17:49:0	%p/p	18,87
L06032098	06-Jul-2006	18:29:1	%p/p	18,42
L06032473	09-Jul-2006	00:09:2	%p/p	17,79
L06032711	10-Jul-2006	16:44:5	%p/p	22,70
L06032940	11-Jul-2006	18:19:2	%p/p	20,25
L06033104	12-Jul-2006	18:09:1	%p/p	18,96
L06033323	13-Jul-2006	18:09:5	%p/p	19,14
L06033488	14-Jul-2006	17:53:1	%p/p	18,10

Figura D.3: Cantidad de CaO contenida en la torta de yeso
Período: Mayo - Julio



Petroquímica de Venezuela, S.A.
Complejo Morón
Laboratorio Central

Morón, 03 de Enero de 2007

Reporte Historico de Resultados

Instalación : 370A
Punto de Muestreo: F1502
Tipo de Muestra : Final
Material : Acido Fosforico

Desde : 03/01/2006
Hasta : 03/09/2006

Análisis: CALCIO FERT/ROCA/ACIDO FOSFOR.

# Muestra	Fecha	Hora	Unidad	Resultado
L06033602	15-Jul-2006	10:48:3	%p/p	18,01
L06033844	16-Jul-2006	17:45:2	%p/p	20,92
L06034026	17-Jul-2006	13:50:2	%p/p	19,10
L06034464	19-Jul-2006	18:41:0	%p/p	20,21
L06034815	21-Jul-2006	15:29:3	%p/p	21,60
L06035000	22-Jul-2006	17:21:2	%p/p	19,41
L06035121	23-Jul-2006	16:39:4	%p/p	19,41
L06035352	24-Jul-2006	18:04:3	%p/p	21,25
L06035506	25-Jul-2006	13:54:1	%p/p	20,39
L06035694	27-Jul-2006	18:26:2	%p/p	20,10
L06035838	28-Jul-2006	18:26:5	%p/p	18,30
L06036008	29-Jul-2006	16:57:4	%p/p	19,56
L06035984	29-Jul-2006	18:34:2	%p/p	
L06036145	30-Jul-2006	16:39:3	%p/p	19,46
L06036612	02-Ago-2006	15:47:0	%p/p	18,38
L06036802	03-Ago-2006	16:46:0	%p/p	20,28
L06037009	04-Ago-2006	18:34:1	%p/p	20,68
L06037173	05-Ago-2006	18:18:4	%p/p	19,60
L06037317	06-Ago-2006	14:18:3	%p/p	19,66
L06037564	07-Ago-2006	16:37:5	%p/p	18,85
L06038129	10-Ago-2006	14:54:1	%p/p	18,81
L06038333	11-Ago-2006	14:14:4	%p/p	19,27
L06039070	15-Ago-2006	17:58:0	%p/p	19,10
L06039259	16-Ago-2006	17:58:4	%p/p	20,28
L06039428	17-Ago-2006	17:58:0	%p/p	18,36
L06039649	19-Ago-2006	13:49:5	%p/p	19,36
L06040037	22-Ago-2006	15:01:5	%p/p	21,50
L06040176	23-Ago-2006	18:04:2	%p/p	19,70
L06040302	24-Ago-2006	16:42:0	%p/p	17,58
L06040414	25-Ago-2006	16:02:2	%p/p	20,34
L06040663	27-Ago-2006	18:14:1	%p/p	19,64
L06040730	28-Ago-2006	10:05:2	%p/p	17,35
L06040828	29-Ago-2006	11:20:2	%p/p	16,80
L06041029	30-Ago-2006	16:19:1	%p/p	19,64
L06041188	31-Ago-2006	18:12:5	%p/p	20,10
L06041390	01-Sep-2006	18:18:1	%p/p	20,98
L06041511	02-Sep-2006	17:07:5	%p/p	19,33

Figura D.4: Cantidad de CaO contenida en la torta de yeso
Período: Julio – Septiembre



Petroquímica de Venezuela, S.A.
Complejo Morón
Laboratorio Central

Morón, 03 de Enero de 2007

Reporte Historico de Resultados

Instalación : 370A
Punto de Muestreo: ED-401
Tipo de Muestra : Final
Material : Roca Fosfática

Desde : 01/01/2006
Hasta : 03/09/2006

Análisis: CALCIO FOS/ROCA BASE SECA

# Muestra	Fecha	Hora	Unidad	Resultado
L06005004	23-Ene-2006	15:44:2	%p/p	35,89
L06005161	25-Ene-2006	13:42:0	%p/p	36,90
L06005375	26-Ene-2006	14:46:1	%p/p	38,51
L06005450	27-Ene-2006	14:59:5	%p/p	38,96
L06005723	28-Ene-2006	21:23:3	%p/p	38,39
L06005949	30-Ene-2006	14:49:2	%p/p	38,19
L06006094	31-Ene-2006	14:27:4	%p/p	39,49
L06006202	01-Feb-2006	13:20:4	%p/p	37,24
L06006424	02-Feb-2006	14:56:5	%p/p	38,10
L06006569	03-Feb-2006	10:23:3	%p/p	37,72
L06006996	05-Feb-2006	23:30:3	%p/p	36,50
L06007141	06-Feb-2006	14:26:1	%p/p	37,22
L06007349	07-Feb-2006	15:08:5	%p/p	38,03
L06007566	08-Feb-2006	14:42:2	%p/p	39,22
L06007696	09-Feb-2006	15:12:2	%p/p	37,81
L06007836	10-Feb-2006	15:00:3	%p/p	41,56
L06007961	11-Feb-2006	17:02:4	%p/p	37,48
L06007987	12-Feb-2006	00:15:1	%p/p	38,62
L06008302	13-Feb-2006	15:26:1	%p/p	36,26
L06008462	14-Feb-2006	13:27:5	%p/p	37,53
L06008633	15-Feb-2006	14:42:3	%p/p	36,34
L06008784	16-Feb-2006	10:54:2	%p/p	39,00
L06008954	17-Feb-2006	15:07:5	%p/p	36,14
L06009090	18-Feb-2006	21:30:4	%p/p	37,13
L06009196	19-Feb-2006	18:32:2	%p/p	38,56
L06009296	20-Feb-2006	13:43:3	%p/p	39,71
L06009509	21-Feb-2006	12:08:4	%p/p	38,87
L06009670	22-Feb-2006	11:56:3	%p/p	37,07
L06009856	23-Feb-2006	13:51:1	%p/p	38,53
L06010015	24-Feb-2006	13:19:2	%p/p	39,36
L06010186	25-Feb-2006	21:10:0	%p/p	39,08
L06010386	27-Feb-2006	02:43:3	%p/p	38,75
L06010552	27-Feb-2006	14:48:2	%p/p	38,13
L06010728	28-Feb-2006	10:44:0	%p/p	36,76
L06010968	01-Mar-2006	11:41:4	%p/p	36,40
L06011202	02-Mar-2006	15:30:1	%p/p	37,86
L06011353	03-Mar-2006	11:54:2	%p/p	37,96

Figura D.5: Cantidad de CaO contenida en la roca fosfática de las minas de Riecito

Petroquímica de Venezuela, S.A.
Complejo Morón
Laboratorio Central

Morón, 03 de Enero de 2007

Reporte Historico de Resultados

Instalación : 370A
Punto de Muestreo: F1502
Tipo de Muestra : Final
Material : Acido FosforicoDesde : 03/01/2006
Hasta : 03/09/2006

Análisis: FOSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES

# Muestra	Fecha	Hora	Unidad	Resultado
L06005677	28-Ene-2006	15:05:5	%p/p	2,21
L06005969	30-Ene-2006	17:10:3	%p/p	0,86
L06006273	01-Feb-2006	18:47:4	%p/p	1,02
L06006624	03-Feb-2006	17:53:1	%p/p	1,70
L06007364	07-Feb-2006	16:34:2	%p/p	2,27
L06007689	09-Feb-2006	16:43:2	%p/p	1,17
L06008091	12-Feb-2006	16:26:4	%p/p	1,97
L06008498	14-Feb-2006	15:53:1	%p/p	1,29
L06008670	15-Feb-2006	18:26:5	%p/p	0,91
L06008901	17-Feb-2006	17:12:4	%p/p	1,27
L06009060	18-Feb-2006	17:58:4	%p/p	1,88
L06009196	19-Feb-2006	18:33:0	%p/p	0,70
L06009520	21-Feb-2006	15:35:5	%p/p	0,91
L06009821	23-Feb-2006	13:42:3	%p/p	1,22
L06010305	26-Feb-2006	13:22:3	%p/p	1,20
L06010621	27-Feb-2006	21:07:0	%p/p	3,05
L06010763	28-Feb-2006	18:20:5	%p/p	1,05
L06011034	01-Mar-2006	18:25:1	%p/p	1,53
L06011413	03-Mar-2006	16:32:5	%p/p	1,18
L06011586	04-Mar-2006	16:23:5	%p/p	1,22
L06011732	05-Mar-2006	14:52:3	%p/p	1,20
L06011945	06-Mar-2006	18:27:0	%p/p	1,27
L06012444	09-Mar-2006	16:16:4	%p/p	1,38
L06012837	11-Mar-2006	18:32:0	%p/p	2,16
L06013149	13-Mar-2006	14:28:2	%p/p	0,92
L06013792	16-Mar-2006	22:14:0	%p/p	1,32
L06014478	20-Mar-2006	18:13:4	%p/p	4,78
L06014697	21-Mar-2006	18:47:2	%p/p	2,23
L06015270	24-Mar-2006	18:34:5	%p/p	1,08
L06015627	26-Mar-2006	16:44:5	%p/p	1,36
L06015842	27-Mar-2006	18:31:5	%p/p	2,06
L06015962	28-Mar-2006	18:22:4	%p/p	1,46
L06016454	01-Abr-2006	18:12:2	%p/p	5,90
L06016539	02-Abr-2006	17:49:1	%p/p	2,50
L06016667	03-Abr-2006	14:05:5	%p/p	1,36
L06016806	04-Abr-2006	16:57:3	%p/p	4,05
L06016991	06-Abr-2006	18:26:5	%p/p	2,33

Figura D.6: Cantidad de P_2O_5 contenida en la torta de yeso



Petroquímica de Venezuela, S.A.					
Complejo Morón				Morón, 08 de Diciembre de 2008	
Laboratorio Central					
Reporte de Plantas					
# Muestra	: L06005002	Descripción	: Acido Fosforico		
Instalación	: 370A	Fecha Muestreo	: 23/01/2008 15:39:56		
Pto de Muestreo	: LODO DEL REACTOR	Fecha Culminación	: 23/01/2008 15:43:31		
Análisis	Método	Resultado	Unidad	Estado	Observaciones
DENSIDAD (PRODUCTO FILTRADO)		1.32	g/ml	FL	ok
FOSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES	PQM-3200	25.16	%p/p	OK	
SULFATO EN ACID.FOSFORICO	PQM-573	4.54	ppm	FE	
# Muestra	: L06005003	Descripción	: Acido Fosforico		
Instalación	: 370A	Fecha Muestreo	: 25/01/2008 04:42:58		
Pto de Muestreo	: LODO DEL REACTOR	Fecha Culminación	: 25/01/2008 05:28:13		
Análisis	Método	Resultado	Unidad	Estado	Observaciones
DENSIDAD (PRODUCTO FILTRADO)		1.33	g/ml	FL	
FOSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES	PQM-3200	26.16	%p/p	OK	
SULFATOS EN FERTILIZANTES	PQM-571	6.16	%p/p	OK	
# Muestra	: L06005135	Descripción	: Acido Fosforico		
Instalación	: 370A	Fecha Muestreo	: 25/01/2008 10:03:14		
Pto de Muestreo	: LODO DEL REACTOR	Fecha Culminación	: 25/01/2008 13:48:24		
Análisis	Método	Resultado	Unidad	Estado	Observaciones
DENSIDAD (PRODUCTO FILTRADO)		1.33	g/ml	FL	OK
FOSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES	PQM-3200	22.68	%p/p	FE	
SULFATO EN ACID.FOSFORICO	PQM-573	6.45	ppm	FE	
TEMPERATURA		21.50	°C	FL	
# Muestra	: L06005373	Descripción	: Acido Fosforico		
Instalación	: 370A	Fecha Muestreo	: 26/01/2008 14:40:28		
Pto de Muestreo	: LODO DEL REACTOR	Fecha Culminación	: 26/01/2008 14:45:16		
Análisis	Método	Resultado	Unidad	Estado	Observaciones
DENSIDAD (PRODUCTO FILTRADO)		1.33	g/ml	FL	OK
FOSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES	PQM-3200	24.67	%p/p	FE	
SULFATO EN ACID.FOSFORICO	PQM-573	6.57	ppm	FE	
TEMPERATURA		22.30	°C	FL	
# Muestra	: L06005448	Descripción	: Acido Fosforico		
Instalación	: 370A	Fecha Muestreo	: 27/01/2008 07:47:34		
Pto de Muestreo	: LODO DEL REACTOR	Fecha Culminación	: 27/01/2008 14:55:19		
Análisis	Método	Resultado	Unidad	Estado	Observaciones
DENSIDAD (PRODUCTO FILTRADO)		1.33	g/ml	FL	OK
FOSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES	PQM-3200	25.60	%p/p	OK	
SULFATO EN ACID.FOSFORICO	PQM-573	4.24	ppm	FE	
TEMPERATURA		22.14	°C	FL	
# Muestra	: L06005562	Descripción	: Acido Fosforico		
Instalación	: 370A	Fecha Muestreo	: 27/01/2008 17:58:18		
Pto de Muestreo	: LODO DEL REACTOR	Fecha Culminación	: 27/01/2008 18:12:33		
Análisis	Método	Resultado	Unidad	Estado	Observaciones
DENSIDAD (PRODUCTO FILTRADO)		1.33	g/ml	FL	ok
FOSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES	PQM-3200	26.00	%p/p	OK	
# Muestra	: L06005530	Descripción	: Acido Fosforico		
Instalación	: 370A	Fecha Muestreo	: 28/01/2008 09:01:50		
Pto de Muestreo	: LODO DEL REACTOR	Fecha Culminación	: 28/01/2008 14:58:25		
Análisis	Método	Resultado	Unidad	Estado	Observaciones
DENSIDAD (PRODUCTO FILTRADO)		1.37	g/ml	FL	
FOSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES	PQM-3200	26.45	%p/p	OK	

Figura D.7: Cantidad de P₂O₅ en el lodo del reactor



GERENCIA DE PRODUCCION					
INFORME DE PRODUCCION Y CONSUMO INS 370A					
SUP: ESTEBAN BARRIOS			FECHA: 28-Ene-06		
PRODUCCIÓN EVAPORADA (P205)™	179		PRESUPUESTADO EVAPORADO™		7020
DENSIDAD ACIDO EVAPORADO (g/l)	1,510		PRODUCCION DE P205 POR ALICUOTA™		99
P205 EN EL ACIDO EVAPORADO	34.13%		TOTAL MES P205 EVAPORADO™		4173
SULFATO EN EL ACIDO EVAPORADO	0,00%		INVENT BOMBEABLE P205 (30 a 40 %)™		1081
PRODUCCIÓN H3PO4 FI-615™	758		PRESUPUESTADO - EVAPORADO™		2847
HORAS EN MARCHA SECADO	14:30:00		INVENTARIO ANTIESPUMANTE (Kg)		5454
HORAS EN MARCHA MOLIENDA	17:55:00		PERMISOS DE TRABAJO EN CALIENTE		9
HORAS EN MARCHA REACCION	13:25:00		PERMISOS DE TRABAJO EN FRIJO		7
HORAS EN MARCHA FILTRACION	13:25:00		PERMISOS EMITIDOS EN EL MES		1058
HORAS EN MARCHA EVAPORACION	16:30:00		ANTIESPUMANTE RECIBIDO (kg)		0
MATERIAS PRIMAS			CONSUMO DE ANTIESPUMANTE		
CONS ROCA MICRONIZADA (SR-402)™	445		NIVEL INICIAL SR-406A (pulg)		50
CONSUMO H2SO4 (SR-402)™	266		NIVEL FINAL SR-406A (pulg)		46
CONSUMO DE GAS NATURAL Nm3/d	9432		NIVEL INICIAL SR-406B (pulg)		28
CONSUMO DE ROCA ED-301™	273		NIVEL FINAL SR-406A (pulg)		28
ROCA HÚMEDA AL TR-201™	0		CONSUMO ANTIESPUMANTE DIA (kg)		295
ANALISIS DE ROCA Y YESO			INS 369 (SECADO DE ROCA)		
CaO EN LA ROCA	38.39		YAGONES DESCARGADOS		25
DE P205 EN LA ROCA	27.14%		NIVEL VACIO SR-202A (m)		1
ROCA MICRONIZADA TAMIZ -150	0%		NIVEL VACIO SR-202B (m)		5
P205 EN EL YESO	0,00%		NIVEL VACIO SR-202C (m)		5
			INVENTARIO DE ROCA SECA™		1715
DESPACHOS DE ROCA Y P205			INS 350A (MOLIENDA DE ROCA)		
DESPACHO P205 A NPK™	98		NIVEL SR-304		100
DESPACHO P205 A RPA™	0		NIVEL SR-305		100
DESPACHO ROCA A RPA™	0		INVENT ROCA MICRONIZADA™		700
EQUIPOS NO DISPONIBLES					
TANQUES DE ALMACENAMIENTO					
NIVEL VACIO (cm)	SR-501	SR-650	SR-26	SR-701	SR-702
DESIDAD (g/l)	0	427	376	318	0
% DE P205	0,00	1,350	1,418	1,450	0,000
TOTAL P205™	0	25,12	33,00	33,23	0,00
TOTAL ACIDO™	0	260	507	573	0
TOTAL YESO (cm)	0	1034	1538	1725	0
	0	80	10	10	10
OBSERVACIONES SECADO DE ROCA					
SE RECIBE PLANTA EN MARCHA CON VF- H. PRODUCCION POR BAY-PASS DIRECTO AL ET-206... SE DESCARGARON 25 YAGONES... 11:15 PARADA LA PLANTA POR ROTURA DE LINEA DE AIRE DE SERVICIO A FILTROS DE MANGAS.. 18:15 TUBEROS REPARAN PERFORACION EN LINEA DE AIRE . 20:45 SECCION EN MARCHA CON VF-H Y ALMACENANDO PRODUCCION EN EL SR-202-C.....					
OBSERVACIONES MOLIENDA DE ROCA					
MOLIENDA EN MARCHA CON PRODUCCION DIRECTA A REACCION. SISTEMA DE LUBRICACION PIÑON / RUEDA CORONA EN MARCHA NORMAL. 14:00 DESVIADA PRODUCCION AL SR-304... 16:55 SE DESEMBRAGA MOLINO POR ALTO NIVEL EN SILOS DE ROCA MOLIDA Y POR PARADA DE REACCION..					
OBSERVACIONES REACCION					
SECCION FUERA DE SERVICIO POR DISPARO DE PC-802-B ... 00:35 SECCION EN SERVICIO CON PC-402-B ENVIANDO LODO AL FILTRO... ENFRIAMIENTO DE LODO CON PC-401-A.... 14:00 SE CORTAN FLUJOS AL REACTOR POR PARADA DE FILTRACION Y ALTO NIVEL EN EL SR-403...					
OBSERVACIONES FILTRACION					
SECCION EN MARCHA CON PC-551 A/B AL SR-650... PC- 551 A /B, 552 CONTINUAN CON DEFISIENCIA EN ENVIO... 14:00 PARADA SECCION POR TAPONAMIENTO DE LA TOLVA DE YESO AL FALLAR AGUA DE LA PC-803-A Y DISPARO DE LA PC-451.... SE COMIENZA A LIMPIAR ÁREA DESPEJANDO MATERIAR CON LAVADOS.					
OBSERVACIONES EVAPORACION					
23:10 SECCION EN MARCHA LUEGO DE SACAR EL CIEGO DE VACIO EN EL EVAPORADOR "B". SE COMIENZA A HACER CONDICION EN EL EVAPORADOR "B". 00:35 PARADA SECCION AL CAERSE EL SISTEMA DE AGUA. SE REEMPLAZO VALVULA EN DESCARGA DE PC-602-B POR PRESENTAR OBSTRUCCION. 05:50 PRODUCCION EN MARCHA CON LOS EVAPORADORES "A Y B" EN SERVICIO SE ALIMENTA AL "B" Y ESTE AL "A". 15:50 SE CAMBIA LA SERIE DE LOS EVAPORADORES EVAPORADOR "A" ALIMENTA AL "B" Y ESTE MISMO PRODUCE. 5:30 SE CAMBIA LA PRODUCCION PARA EL SR-26. PERSONAL DE OPERACIONES TRABAJO EN LINEA PROVISIONAL 701 /NPK Y NO SE CONCLUYO POR HABER MUCHAS FUGAS POR LAS VRIDAS.					
LIMITANTES DE CARGA Y PERDIDAS DE PRODUCCION					
CONTINUACION DE EVAPORACION : 20:00 SE CONTINUA CON LABORES PARA REESTABLECER ACIDO A NPK. 22:20 PARADA PRODUCCION Y SE PUSIERON A RECIRCULAR LOS SC-601-" A Y B ", AL SACARSE F/S EL SISTEMA DE AGUA PARA HACER CAMBIO DE MOTOR EN PC- 803-A HACIA EL " B ". LIMITANTES DE CARGA : PROBLEMAS ANTES ESPUESTO EN ESTE INFORME.					

Figura D.8: Control diario del proceso de producción de ácido fosfórico

PLANTA DE ACIDO FOSFORICO IIST 370A												Fecha: Sábado, 28 de Enero de 2006						
HOJA DE CONTROL DE PROCESO																		
AREA	VARIABLES	INSTRUMENTO	UNIDAD	MIN	MAX	19	21	23	7	3	5	7	9	11	13	15	17	
200	FLUJO DE GAS AL H-201	FIC-201	Nm3/h	300	1000	715	666	675	660	654	695		652	609				
	PRESION FI-201 A/B	PI-214	plg H2O	2	5	3,19	2,93	2,8	2,72	2,92	3,16		2,77	2,66				
	TEMPERATURA CAMARA H-201	TIC-211	°C	300	700	701	701	701	698	700	701		668	648				
	TEMPERATURA SALIDA TR-201	TIC-207	°C	85	110	90	112	105	113	75,2	76		126	63,3				
	TEMPERATURA ENTRADA FI-201 A/B	TI-215	°C	75	90	79	92	86	99	84	78		93	71				
300	FLUJO DE ROCA AL MF-301	WVC-330	T/h	20	60	21	21	10	21	21	10	19	9	16	17			
	NIVEL DE RUIDO DEL MF-301	NIC-330	%	50	95	63	66	65	71	66	65	64	59	65	63			
	PRESION DIFERENCIAL SD-301	PDI-340C	plg H2O	1	5	2,6	2,5	2,2	2,2	2,3	1,9	2	1,5	2	2			
400	FLUJO DE ROCA AL SR-402	WVC-405	T/h	25	50	20	20		24	21	21	19	0	11	15			
	FLUJO DE H2SO4 AL SR-401	FIC-408	l/min	150	330	248	240		100	240	200	221	0	160	160			
	RELACION ACIDO/ROCA			0,72	0,82	1,52	1,69		0,69	1,19	0,7	0,73	0	1,34	1,08			
	FLUJO DE AGUA AL F-401	FIC-415	l/min	2000	4000	2194	2228		2254	2296	2404	2636	2028	2512	2244			
	AMPERAJE VV-455	AMP		28	40	34	34		34	34	34	31	31	31	31			
	TEMPERATURA LODO SR-402	TI-411	°C	78	82	78,4	79,5		73,6	79	78,9	82	83	83,7	83,7			
	TEMPERATURA SALIDA SC-401	TI-412	°C	75	79	75,3	76,5		71	76,3	77	78	74	69,9	68			
	PRESION DE VACIO SC-401	PIC-414	plg Hg Abs	14	10	8,3	8,2		6,8	8,2	6,9	8	7,9	6,8	6,3			
	NIVEL TANQUE SR-403	LI-413	%	60	90	22	33		4	55	69	99	66	5	5			
	DENSIDAD LODO	ANALISIS LAB	g/l	1500	1550	1570	1564	1570	1570	1562	1556	1532	1520	1530	1520			
	DENSIDAD FILTRADA	ANALISIS LAB	g/l	1290	1320	1348	1344	1360	1370	1366	1370	1364	1342	1348	1336			
	SULFATO LIBRE	ANALISIS LAB	%	2	3	2,71	3	4,53	4,07	3,88	4,69	6,38	5,45	4,6	4,22			
	SOLIDOS	MOD-300	%	28	35	33,8	33,4	32,3	31,1	30,5	29,2							
	FLUJO DE LODO FILTRO	FIC-425/426	l/min	1000	3000	1300	1500		1000	1403	1265	1200	1423	1287	1283			
	500	FLUJO DE ACIDO 1° FILTRADO	FI-551-A/B	l/min	0	800	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
FLUJO ACIDO DE RECICLO		FIC-552-A/B	l/min	0	2000	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0			
PRESION DE VACIO		PIC-564	plg Hg Abs	15	22	16,4	14,9		14,6	17,6	17,3	11,8	12,9	14	8,6			
VELOCIDAD DEL FILTRO		SI-550	m/min	6	24	12	14,9		14,8	14,9	14,9	13	13,9	12,7	12,7			
DENSIDAD 1° FILTRADO		ANALISIS LAB	g/l	1300	1330	1344	1342	1356	1362	1354	1368	1360	1336	1346	1332			
DENSIDAD 2° FILTRADO		ANALISIS LAB	g/l	1220	1260	1274	1276	1300	1320	1302	1306	1308	1290	1262	1260			
DENSIDAD 3° FILTRADO		ANALISIS LAB	g/l	1040	1080	1070	1070	1080	1080	1090	1090	1096	1094	1088	1076			
DENSIDAD 4° FILTRADO		ANALISIS LAB	g/l	1010	1040	1060	1064	1064	1060	1086	1080	1082	1076	1070	1064			
NIVEL TANQUE SR-501		LI-521	%	70	90	5	4,87	4,74	4,7	4,53	4,37	4,38	4,52	4,35	4,3			
AMPERAJE AG-501		MAG-501	AMP	0,92	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0			
DENSIDAD DE YESO (SR-560)		ANALISIS LAB	g/l	1100	1250	1240	1244		1197	1186	1200	1232	1220	1238	1230			
VAP		PRESION DE VAPOR DE BAJA	PI-901	kg/cm2	2,6	3,1	2,9	2,9		2,2	3	2,9	2,9	2	3	3	3	
		TEMPERATURA VAPOR A EVAPORADORES	TI-901	°C	180	190	149	146		134	152	149	148	148	158	157	150	149
		VAPOR A TEMPERADO	TIC-630	°C	130	140	134,2	132,7		125	131	130	131,1	129,8	118,5	133,8	134,5	134,5
600		FLUJO VAPOR AL F-601A	FI-609	kg/h	10000	15000	6616	6494		6155	6732	6683	4986	5115	8797	8654	6355	6651
	TEMPERATURA ENTRADA SC-601A	TIC-610	°C	78	85	76,8	76,5		76,9	75,9	73,4		86,5	82,5	89,4	75,1	75	
	TEMPERATURA SALIDA SC-601A	TI-603	°C	74	82	75,8	75,7		76,1	75,3	72,4	1	88	82,5	90	74,2	74,2	
	PRESION DE VACIO SC-601A	PIC-602	plg Hg	22	26	22,8	22,6		23,1	22,7	23,5	21,1	21	22,7	22,8	23,1	23	
	NIVEL TANQUE COND. SR-601A	LIC-623	%	40	60	50	50		49	50	49	49	50	50	50	49	49	
600	FLUJO AGUA COND. F-602A	FIC-608	l/min	5000	10000	3115	3270		3675	3980	4110	4075	2825	2045	2050	1513	50	
	FLUJO VAPOR AL F-601B	FI-619	kg/h	10000	15000	*	*		15900	5152	4994	3959	6801	15900			636	
	TEMPERATURA ENTRADA SC-601B	TIC-620	°C	78	85	*	*		79	77,2	77	79	82,2	83,2	72,5	82,8	83	
	TEMPERATURA SALIDA SC-601B	TI-613	°C	74	82	*	*		74,6	75,3	75,1	77,8	80,6	79	72,5	82,2	82,2	
	PRESION DE VACIO SC-601B	PIC-612	plg Hg	22	26	*	*		22,2	22,9	22,8	21,3	21,1	21,1	22,8	22,9	22,9	
600	NIVEL TANQUE COND. SR-601B	LIC-624	%	40	60	*	*		56%	69%	100%	53%	51%	65%	100%	100%	100%	
	FLUJO AGUA COND. F-602B	FIC-618	l/min	5000	10000	*	*		55%	35%	35%	20%	30%	50%	50%	50%	50%	
	FLUJO VAPOR AL F-601C	FI-605C	kg/h	10000	15000	*	*		*	*	*	*	*	*	*	*	*	
	TEMPERATURA ENTRADA SC-601C	TIC-605C	°C	78	95	*	*		*	*	*	*	*	*	*	*	*	
	TEMPERATURA SALIDA SC-601C	TI-601C	°C	74	82	*	*		*	*	*	*	*	*	*	*	*	
600	PRESION DE VACIO SC-601C	PIC-601C	plg Hg	22	26	*	*		*	*	*	*	*	*	*	*	*	
	NIVEL TANQUE COND. SR-601C	LIC-606C	%	40	60	*	*		*	*	*	*	*	*	*	*	*	
	FLUJO AGUA COND. F-602C	FIC-602C	l/min	5000	10000	*	*		*	*	*	*	*	*	*	*	*	
	FLUJO ACIDO PRODUCCION	FI-615	t/h	18	40	10	15,99		34,76	34	15	13,2	28	28	40	44	44	
	DENSIDAD ACIDO PRODUCCION % sol	ANALISIS LAB	g/l	MIN	1525	1440	1450		1480	1466	1450	1534	1580	8				
700	FLUJO DE ACIDO A N.P.K.	FI-720	T/h	8	40	0	0		0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	DENSIDAD DE ACIDO A N.P.K.	ANALISIS LAB	g/l	MIN	1525	0	0		0	0	0	0	0	0	0	0	0	
800	NIVEL POZO CALIENTE	LIC-807	%	70	90	100	78		100	100	90	100	100	100	100	100	100	
	VOLUMEN CAPTADO	ANALISIS LAB	cm*	-----	330	320	310	340	360	364	366	380	356	386				
												SUP DE TURNO 19/7:						
												SUP DE TURNO 7/19:						
												SUP DE PANEL 19/7:						
												SUP DE PANEL 7/19:						

Figura D.9: Planilla de Control de Procesos de la Planta de Ácido Fosfórico



APÉNDICE E

Modelación de la RNA para la realización de los gráficos de control empleados en el análisis de influencia de las variables críticas en la formación de los cristales de yeso

E.1 MODELACIÓN DE LA RED NEURONAL

- **Almacenamiento de los datos de las variables críticas del proceso en el archivo de datos de MATLAB.**
- **Entrenamiento de la red neuronal en el archivo en el Editor:**

%Éste script crea y entrena las redes neuronales para los datos almacenados en el archivo de datos.

% Inicialización, lectura de datos

clc

clear all

save RedNets

load Data

% Preparación de datos

VI = [Comp'; Acidez'; Tlodo'; Sólidos'; Plodo']; % 5 en total

VD = [Pyeso'; Recup'; Ancho'; Longitud'; Relac']; % 5 en total

% Normalización entre -1 y 1 para el mejor desarrollo de la red neuronal

[VI2, VIs] = mapminmax(VI);

[VD2, VDs] = mapminmax(VD);

% Dividir la data de entrenamiento y de validación (20% de la data)

for s = 1:5 % Entrena una red neuronal para cada variable de salida

fr(s) = 0; % Factor de correlación inicial

n = 0; % Contador

while n<=100 % Crea y entrena la red neuronal un numero de veces



```
% para conseguir la que tenga mejor factor de correlación.
close all
n = n + 1;
% Divide los datos en datos de entrenamiento y datos para la
% validación (15%).
[TrainV1, Val] = dividevec(VI2, VD2(s,:),0.15);
% Creación de la red Neuronal.
net = newff(minmax(VI2),[15 1],{'tansig' 'purelin'},'trainlm');
% Entrenamiento de la red neuronal.
[net1, TR1] = train(net, TrainV1.P, TrainV1.T);
% Simulación.
VS2 = VD2;
VS2(s,:) = sim(net1,VI2);
% Devuelve el escalamiento.
VS = mapminmax('reverse',VS2, VDs);
% Gráficas.
figure
% Calcula el error y los correlaciona.
[m, b, r] = postreg(VS(s,:), VD(s,:));
% Almacena los resultados cuando se obtenga un mejor factor de
% Correlación r. (r: factor de correlación
% Rneti: Red neuronal para la variable i.
if r >= fr(s)
fr(s) = r;
switch s
case 1
rnet1 = net1;
case 2
rnet2 = net1;
case 3
rnet3 = net1;
```



```
case 4
    rnet4 = net1;
case 5
    rnet5 = net1;
end
end
% Muestra los resultados
disp([s n-1 r fr(s)]);
end
% Almacenamiento de los resultados en una variable llamada RedNets, para ser utilizado en el
programa que realizará las simulaciones.
switch s
case 1
    save RedNets rnet1 -append
case 2
    save RedNets rnet2 -append
case 3
    save RedNets rnet3 -append
case 4
    save RedNets rnet4 -append
case 5
    save RedNets rnet5 -append
end
end
save RedNets fr -append
```



- **Simulación de las variables críticas del proceso para obtener la recuperación de P_2O_5 en la sección de filtración y la relación longitud/anchura:**

% Esta función simula las variables de salida mediante las redes neuronales

% obtenidas a partir del script NetsN.m, Data.m. Requiere archivo RedNets.mat

% Datos de Entrada (Matriz de nx5)

% 1. Comp:

% 2. Acidez:

% 3. Tlodo:

% 4. Sólidos:

% 5. Plodo:

%

% Valores de respuesta (Matriz de nx5)

% 1. Pyeso:

% 2. Recup:

% 3. Ancho:

% 4. Longitud:

% 5. Relac:

```
function VS=SimNetsN(VE)
```

```
clc
```

```
load Data
```

```
load RedNets
```

```
% Preparación de datos almacenados en Data
```

```
VI = [Comp'; Acidez'; Tlodo'; Sólidos'; Plodo']; % 5 en total
```

```
VD = [Pyeso'; Recup'; Ancho'; Longitud'; Relac']; % 5 en total
```

```
if VE == -1 % Simula los datos experimentales
```

```
VE = VI'
```

```
end
```

```
if VE == -2 % Interpola
```

```
s = 4.*[10 10 10 10 10];
```



```
st = prod(s-1);
Xmin = min(VI');
Xmax = max(VI');
DT = (Xmax-Xmin)./s;
x1 = Xmin(1)+DT(1):DT(1):Xmax(1)-DT(1);
x2 = Xmin(2)+DT(2):DT(2):Xmax(2)-DT(2);
x3 = Xmin(3)+DT(3):DT(3):Xmax(3)-DT(3);
x4 = Xmin(4)+DT(4):DT(4):Xmax(4)-DT(4);
x5 = Xmin(5)+DT(5):DT(5):Xmax(5)-DT(5);
[X1,X2,X3,X4,X5] = ndgrid(x1,x2,x3,x4,x5);
VE = [reshape(X1,st,1), reshape(X2,st,1), ...
      reshape(X3,st,1), reshape(X4,st,1), ...
      reshape(X5,st,1)];
end
% Normalización entre -1 y 1 para el mejor desarrollo de la red neuronal
[VI2, VIs] = mapminmax(VI);
[VD2, VDs] = mapminmax(VD);
% Normalizar los nuevos datos
VES = mapminmax('apply',VE',VIs);
% Simular la red neuronal
VSS(1,:) = sim(rnet1,VES);
VSS(2,:) = sim(rnet2,VES);
VSS(3,:) = sim(rnet3,VES);
VSS(4,:) = sim(rnet4,VES);
VSS(5,:) = sim(rnet5,VES);
% Matriz de salida
VS = mapminmax('reverse',VSS, VDs); VS = VS';
disp('Presione cualquier tecla para reportar en Excel o Presiones Ctrl+C para cancelar') pause
% Reportar en Excel
e = actxserver('excel.application');
eWorkbook = e.Workbooks.Add;
```



```
e.Visible = 1;
eSheets = e.ActiveWorkbook.Sheets;
eSheet1 = eSheets.get('Item', 1);
eSheet1.Activate
% Encabezados
A = 'Nº';
A1 = 'Comp de la roca. CaO/P2O5';
A2 = 'Acidez libre';
A3 = 'T-Lodo';
A4 = 'Sólidos en el lodo';
A5 = 'P2O5 en el lodo';
A6 = 'P2O5 en el yeso';
A7 = 'Recup de P2O5 en filtración';
A8 = 'Tamaño del cristal de yeso. Milimicras';
A81 = 'Ancho';
A82 = 'Longitud';
A9 = 'Relación Largo/ancho';
eActivesheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'A2:A2');
eActivesheetRange.Value = A;
eActivesheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'B2:B2');
eActivesheetRange.Value = A1;
eActivesheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'C2:C2');
eActivesheetRange.Value = A2;
eActivesheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'D2:D2');
eActivesheetRange.Value = A3;
eActivesheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'E2:E2');
eActivesheetRange.Value = A4;
eActivesheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'F2:F2');
eActivesheetRange.Value = A5;
eActivesheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'H2:H2');
eActivesheetRange.Value = A6;
```



```
eActivsheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'I2:I2');
eActivsheetRange.Value = A7;
eActivsheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'J1:J1');
eActivsheetRange.Value = A8;
eActivsheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'J2:J2');
eActivsheetRange.Value = A81;
eActivsheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'K2:K2');
eActivsheetRange.Value = A82;
eActivsheetRange = e.Activesheet.get('Range', 'L2:L2');
eActivsheetRange.Value = A9;
% Datos Generados
[m,n] = size(VS);
for i = 1: m
    RR1 = ['A' num2str(i+2) ':A' num2str(i+2)];
    RR2 = ['B' num2str(i+2) ':F' num2str(i+2)];
    RR3 = ['H' num2str(i+2) ':L' num2str(i+2)];
    eActivsheetRange = e.Activesheet.get('Range', RR1);
    eActivsheetRange.Value = i;
    eActivsheetRange = e.Activesheet.get('Range', RR2);
    eActivsheetRange.Value = VE(i,:);
    eActivsheetRange = e.Activesheet.get('Range', RR3);
    eActivsheetRange.Value = VS(i,:);
end
```