

Estudio determinación contenido nitrato de amonio en explosivos improvisados mediante el método de titulación ácido base y/o confirmación nitrato de amonio por espectroscopia de absorción infrarroja

Determinant research of ammonium nitrate content in improvised explosive devices through the acid/base titration method or ammonium nitrate confirmation through infrared absorption spectroscopy

Página
108

ESING

Leidy Nataly Guerrero Chacon¹, Jorge Enrique Fonseca Becerra²

¹Especialización Tecnológica en Explosivos, Escuela de Ingenieros Militares. Bogotá, Colombia. leidy.guerreo@buzonejercito.mil.co

²Especialización Tecnológica en Explosivos, Escuela de Ingenieros Militares. Bogotá, Colombia. jorge.fonsecab@esing.edu.co

Fecha de Recepción: 16/09/2018

Fecha de Aceptación: 10/11/2018

RESUMEN

El propósito del trabajo es determinar la composición química; en especial el contenido de nitrato amonio y hallar así, la composición en los explosivos fabricados a base de esta sustancia química con presencia de otras. El nitrato de amonio es la base fundamental para la fabricación de diferentes explosivos diferentes al ANFO, como son los materiales explosivos improvisados principalmente R₁, R₂, entre otros.

La determinación de nitrato de amonio se realizó mediante el empleo del método de titulación ácido-base con tratamiento previo de la muestra con formaldehído y confirmación del material de interés por espectroscopia de absorción de infrarrojo.

Los principios de la técnica de titulación se fundamentan en parámetros de la norma Military Especificación MIL-A-50460³.

Lo anterior, con el fin de verificar la influencia de dichas sustancias en la composición del analito, evaluando la variación de la concentración de la solución titulante y el peso del analito usado para el análisis. Por otra parte, además de analizar

la técnica de titulación, se complementa con la técnica de Espectrometría de infrarrojo, la cual permite identificar qué tipo de sustancias se encuentran inmersas en nuestra sustancia tipo "ANFO" de fabricación improvisada.

PALABRAS CLAVE

Explosivos, nitrato de amonio, formaldehído, concentración.

ABSTRACT

The aim of this document is to determine the chemical composition, specifically the ammonium nitrate, and in that sense find out the composition of the explosives manufactured with this chemical substance and others. The ammonium nitrate is the essential base for explosives manufacturing different to ANFO, just as the improvised explosive materials like R₁, R₂ and others.

The ammonium nitrate determination was realized by means of the acid/base titration method with previous treatment of the sample with formaldehyde and confirmation of the target material through infrared absorption spectroscopy.

Para citar este artículo / To cite this article

L.N. Guerrero, J.E. Fonseca. Estudio determinación contenido nitrato de amonio en explosivos improvisados mediante el método de titulación ácido base y/o confirmación nitrato de amonio por espectroscopia de absorción infrarroja. Revista Ingenieros Militares, No. 13, pp 108. 2018.

The principles of the titration technic are based in parameters of the Military norm and MIL-A-50460³ specification.

The previous statement aims at verifying the influence of those substances in the analyte composition, evaluation the concentration variation of the titrating solution and the weight of the analyte used for the analysis. On the other hand, in addition to the titration technic analysis, this document is complemented with the infrared spectrometry method which allows to identify what

KEYWORDS

Explosives, ammonium nitrate, formaldehyde, concentration.

INTRODUCCIÓN

El empleo de artefactos explosivos improvisados y/o minas antipersonales en Colombia; es el arma a emplear principalmente por parte de los grupos organizados al margen de la ley, con el objetivo de causar daño a las tropas de las Fuerzas Militares y la población civil, incluyendo en ella la infraestructura.

Cuando se menciona explosivos improvisados, se debe hacer referencia al ANFO, ya que para su fabricación y fácil obtención de nitrato de amonio se parte de materias primas como son los fertilizantes; convirtiendo el nitrato de amonio junto con otras sustancias químicas en materiales explosivos improvisados de mayor uso por parte de los grupos armados al margen de la ley.

En concreto, el artículo de investigación, busca determinar mediante titulación con previo tratamiento con formaldehído y confirmación por espectroscopia infrarroja, el contenido de nitrato de amonio en sustancias explosivas elaboradas de manera improvisada. Para esta investigación, se parte de la determinación de la composición química y principio de fabricación de un explosivo legal el ANFO; el cual se emplea

ampliamente como agente de voladura en minería a cielo abierto. Su principio de fabricación (Nitrato de amonio y combustible) se emplea hoy en día para la fabricación de otros explosivos, empleados en los artefactos explosivos improvisados (AEI) y/o minas antipersonales.

El presente trabajo, además de determinar la composición porcentual del ANFO, busca determinar la composición química en los explosivos improvisados, en especial el porcentaje de nitrato de amonio, presente en ellos.

La cuantificación y determinación de nitrato de amonio, permite de alguna manera evidenciar numéricamente la cantidad de nitrato de amonio que se analiza, llevando a determinar y clasificar la relación de esta sustancia de interés, contenido de nitrato de amonio en los materiales explosivos improvisados

Desarrollo teórico

Colombia es uno de los países del mundo con mayor afectación por el uso de minas antipersonal y otros artefactos explosivos improvisados, lo que lleva a diferentes investigaciones para mitigar el efecto que estos materiales propicia en una detonación. Así mismo, ello crea la necesidad de hacer frente a la guerra de minas que afecta, no solo a las tropas de las Fuerzas Militares, sino también, a la población civil.

Otro hecho, es el conflicto en Colombia, el cual data desde hace más de dos siglos. Sin embargo, el actual conflicto armado en territorio colombiano tiene origen en la década de los sesenta, cuando se conformar los primeros grupos armados al margen de la ley, originalmente milicias campesinas para defenderse de los abusos cometidos por los grupos militares y por las políticas imperantes de los gobiernos de turno. [1]

El Conflicto en Colombia ha cobrado muchas vidas, dejando afectaciones importantes en la población civil, especialmente en las Fuerzas Militares y la Fuerza Pública; por otra parte, hay que tener en cuenta los grupos organizados

al margen de la ley y su uso indiscriminado de Artefactos Explosivos Improvisados (AEI) y Minas Antipersonales (MAP); cabe resaltar que este tipo de armas no distinguen entre civiles o combatientes y que son prácticas totalmente prohibidas por la Convención de Ottawa.

El convenio sobre ciertas armas convencionales; (Protocolo CCW) [2], define:

“Mina antipersonal”(MAP): se entiende toda mina concebida primordialmente para que explote por la presencia, la proximidad o el contacto de una persona y que incapacite, hiera o mate a una o más personas.

“Otros artefactos”: Por “otros artefactos” se entiende las municiones y artefactos colocados manualmente, incluidos los artefactos explosivos improvisados (AEI), que estén concebidos para matar, herir o causar daños, y que sean accionados manualmente, por control remoto o de manera automática con efecto retardado.

Es de recalcar que los daños que dejan los AEI o las MAP, en las víctimas son irreparables, ya que no solo son físicos sino también psicológicos y además estas lesiones dejan marcada a las personas por el resto de su vida [1].

En Colombia alrededor de cien mil minas antipersonal están sembradas y las cifras de víctimas mortales o mutiladas a causa de estas crece día tras día. Hombres, mujeres y niños afectados, los cuales se convierten en víctimas involucradas a la fuerza en el conflicto, Colombia es el único país de América Latina donde aún se siembran estos artefactos; los municipios que han sido afectados suman más de un centenar [3].

La Dirección para Acción Integral contra Minas Antipersonal (Descontamina Colombia) tiene registro de al menos 11.036 víctimas por minas antipersonal y 565 víctimas por munición sin explotar (MUSE) (figura 1). A pesar de que los accidentes por MUSE no son tan frecuentes, se debe tener en cuenta que los accidentes por MUSE (1 de cada 4 víctimas fallece) son más letales que las

minas antipersonales (1 de cada 5 víctimas fallece). Una de las causas que explican este hecho radica en que el 62 % (350) de las víctimas son civiles a causa de accidentes por MUSE son menores de edad; mientras que para el caso de las víctimas de accidentes por MAP un 21 % (837) ha sido menores de edad. [4]

La figura 2, ilustra las zonas de afectación por AEI y MAP, en el mapa y los valores asignados se puede observar que Antioquia, es el departamento con mayor afectación.

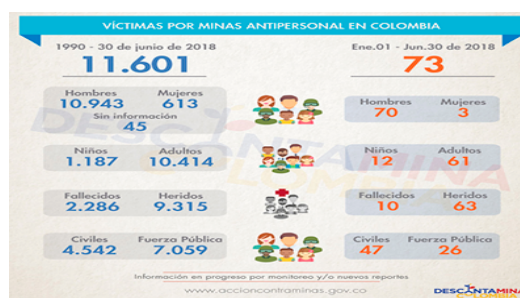


Figura 1. Víctimas por minas antipersonales en Colombia. Fuente:[5].

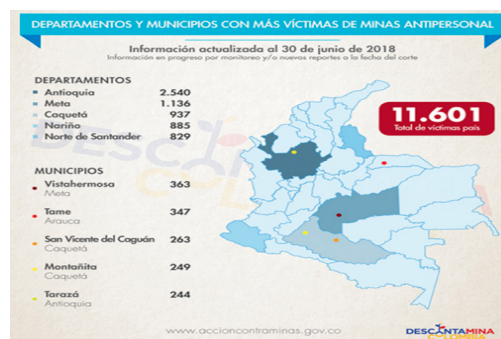


Figura 2. Departamentos de Colombia más mayormente afectados por minas antipersonales. Fuente: [4].

En Colombia, es frecuente el uso de MAP y AEI, como recurso armado para batallar sin necesidad que exista combate directo. En el Departamento de Antioquia, se presenta el mayor número de sucesos asociados con la detonación de este tipo de técnicas bélicas. No hay estudios sobre los efectos psicológicos que aparecen como consecuencia de los accidentes con MAP y AEI en población militar. [1]

Lo anterior, muestra la gran afectación que generan las MAP y los AEI, de ahí, que es importante conocer su funcionamiento y composición, que permita mitigar los daños que estos puedan causar.

Datos investigativos muestran que los grupos organizados al margen de la Ley que delinquen en el territorio nacional, emplean diferentes materias primas para la fabricación del explosivo que usan en sus artefactos explosivos y/o minas.

El nitrato de amonio es la sustancia de mayor uso ya que es la base fundamental para la fabricación de Ammonium Nitrate - Fuel Oil (ANFO). Explosivo de mayor uso, esto se debe a sus propiedades, su fácil fabricación y su bajo costo.

El ANFO, se usó por primera vez en el metro de Sudáfrica en operaciones de extracción tabular en 1963 y en 1975. Aproximadamente el 60% de consumo de los explosivos comerciales corresponden al ANFO, debido en parte a su nivel de seguridad comparado con las dinamitas, “menos arduo” de manejar y permite el 100% de acoplamiento dentro del barreno, mejorando la eficiencia de la transferencia de energía desde el pozo de explosión hasta la masa rocosa circundante. [6]

El ANFO, es un explosivo tipo agente de voladura; mezcla de nitrato de amonio, biodiesel o mezclas de hidrocarburos, sensible a la iniciación de un explosivo secundario (multiplicador – Pentofex), de poca resistencia a la humedad e inadecuado para operaciones subterráneas por la alta generación de gases [7].

Conocer la composición química, del ANFO fabricado en Colombia, es de gran importancia, entre estas la velocidad de detonación y la potencia absoluta. A continuación, se presenta en la tabla 1 su composición química y sus características técnicas:

Tabla 1. Composición y Características técnicas del ANFO. Fuente: [7].

CARACTERISTICAS TECNICAS	
Composición	(NA: 94% +/- 0,5 % y ACPM: 6 % +/- 0,5 %)
Densidad	0,85 ± 0,05 g/cm ³
Resistencia a la humedad	Ninguna
Diámetro crítico	75 mm
Velocidad de detonación	3.000 ± 300 m/s
Potencia absoluta en volumen ABS (Teórico)	757 cal/cm ³
Potencia absoluta en peso AWS (Teórico)	890 cal/g

Evaluar la composición química en los explosivos a base de nitrato de amonio con presencia de otras sustancias químicas, mediante el método de titulación con previo tratamiento con formaldehído y confirmación por espectroscopia infrarroja, permite reconocer o determinar su pureza con otras sustancias que se encuentren dentro de su composición, caso específico explosivos improvisados tipo ANFO.

La titulación es una técnica analítica cuantitativa muy antigua, empleada durante décadas por los analistas químicos, pero que aún tiene vigencia dada su utilidad para determinar la concentración de soluciones; y una de sus aplicaciones más importantes es el seguimiento del proceso de neutralización entre ácidos y bases.

El presente artículo, además de analizar la técnica de titulación, se complementa con la técnica de Espectrometría de infrarrojo, la cual permite identificar qué tipo de sustancias se encuentran inmersas en nuestra sustancia tipo “ANFO” de fabricación improvisada.

La espectroscopia de infrarrojo (IR), es el método por el cual se estudia la absorción o emisión de energía radiante originada por las interacciones entre la radiación electromagnética y el material en estudio.

La espectroscopia infrarroja, se basa en que las moléculas tienen la posibilidad de rotar y vibrar a distintas frecuencias (modos normales vibracionales). Es decir que, una molécula puede absorber la energía de fotones en el rango energético del IR, en el caso en que exista una diferencia en el momento bipolar de la molécula mientras ocurre un movimiento vibracional rotacional y cuando la frecuencia asociada con la radiación resuena con el movimiento vibracional.

METODOLOGÍA

Se trabajó, siguiendo los parámetros establecidos en la norma Military Especificación MIL-A-50460³, concentración de la solución titulante 0.15N y peso de la muestra de análisis aproximadamente un gramo.

De esta manera se preparó una solución de hidróxido de sodio al 0.15 N, la cual se estandariza (empleando ftalato ácido de potasio) para posteriormente ser utilizada en la titulación, se usa nitrato de amonio grado analítico para verificar su concentración real y hacer la respectiva comparación, empleando el certificado de análisis aportado por el proveedor.

Posterior a la estandarización de la solución titulante, se procede a realizar la determinación de la concentración de nitrato amonio una vez tratada previamente con formaldehído. El nitrato de amonio se seca antes de realizar la titulación, esto con el fin de disminuir la humedad adquirida por ser este tipo de sustancia de característica higroscópica.

El desarrollo de las pruebas experimentales, continuó con el fin de verificar los cambios en la concentración que se presenta en las muestras desconocidas, realizando un tratamiento igual al material de trabajo nitrato de amonio grado analítico.

Para efectos de identificación los analitos se nombraron como, muestra 1, muestra 2 y muestra 3, así:

Muestra 1: Olor característico a combustible, color rosa.

Muestra 2: Olor característico a combustible, color beige.

Muestra 3: Olor característico a combustible, color café pálido.

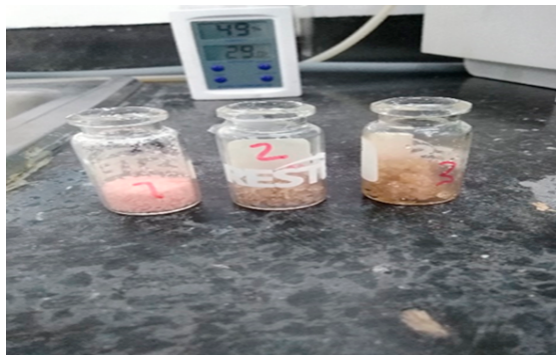


Figura 3. Muestras de material explosivo improvisado tipo ANFO.
Fuente: Autores.

Una vez se obtiene un peso constante en las cantidades que se secaron en el horno, se toma una cantidad de muestra para determinar la concentración por titulación volumétrica ácido base y otra para el análisis de Infrarrojo.

A) Determinación de la concentración de Nitrato de Amonio por titulación ácido-base

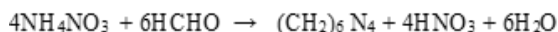
Se toman los parámetros establecidos en la norma anteriormente descrita. La concentración de la solución titulante 0.1500N (previamente estandarizada) y peso de la muestra de análisis aproximadamente un gramo. Se realizaron cinco repeticiones para cada muestra.

B) Análisis Absorción infrarrojo

Las muestras evaluadas se sometieron a un análisis mediante espectroscopia de infrarrojo, usando pastilla de KBr, con el propósito de determinar los grupos funcionales, que permitan dar una idea de la composición química de las mismas y determinar en alguna medida las afectaciones que se puedan presentar respecto a la variación de la concentración de Nitrato de amonio reportado.

RESULTADOS

Establecer el porcentaje de nitrato de amonio en muestras de explosivos, que por sus características físicas se asemejan al ANFO que se obtiene de manera improvisada, conllevan al uso del método de titulación ácido-base, después de tratar a la muestra con una solución de formaldehído, donde la reacción química que se lleva a cabo se expresa como:



De esta manera, reacciona la sal de amonio, para el caso particular, el nitrato de amonio con el formaldehído, obteniendo el ácido nítrico, el cual se titula con la solución de hidróxido de sodio estandarizada hasta su punto de equilibrio (viraje, color rosa).

Así pues, se obtiene la concentración porcentual del nitrato de amonio en los analitos evaluados. En la tabla 3, se muestra los resultados obtenidos después del tratamiento de las muestras y la posterior titulación de las mismas.

Tabla 3. Resultados obtenidos de la determinación de la concentración del nitrato de amonio. Fuente: Autores.

RESULTADOS OBTENIDOS				
Analito	W _{muestra} (g)	Vol (mL)	[SIn Titulante] (N)	[NA] (%)
NA grado analítico	1,0001	82,53	0,1508	99,60
Muestra 1	1,0003	80,72	0,1500	96,89
Muestra 2	1,0001	72,17	0,1500	86,64
Muestra 3	1,0000	79,39	0,1501	95,39

(*) El valor de % nitrato amonio para cada muestra es el promedio de 5 réplicas.

En primer lugar, se evaluó el nitrato de amonio grado analito, considerando que este es la base fundamental para la preparación del ANFO, en su correspondiente composición, NA+ Combustible, como se evidencia en la tabla 3, se encontró un

porcentaje de nitrato de amonio del 99,60% considerando que estaba en estado puro.

Posteriormente, se analizaron las tres muestras desconocidas, partiendo de que cada muestra corresponde a ANFO fabricado de manera improvisada, ya que cada uno de los analitos presenta un olor característico a combustible. Así pues, tal como se evidencia en la tabla 3, las tres muestras desconocidas presentan un porcentaje de nitrato de amonio bastante alto, sin embargo, la muestra número tres arroja una concentración de nitrato de amonio del 95,39% acercándose más a la composición particular del ANFO, Nitrato de amonio 94%, fuel oil 6%.

Este resultado resalta que la muestra se encuentra en un porcentaje de alta pureza, lo que permite demostrar que en dicha muestra, no se encuentran otras sustancias que alteren de alguna manera su composición química, aunque no es posible determina la materia prima empleada para fabricar dicha muestra, ya que se conoce, que los grupos organizados al margen de la ley emplean fertilizantes con alto contenido de nitrato de amonio para a fabricación de explosivos.

Espectroscopia de infrarrojo

La espectroscopia de infrarrojo, es una técnica analítica, que permite identificar las bandas características asociadas a los analitos en estudio. De esta manera, se realiza una comparación del espectro de IR del ANFO con los espectros obtenidos de las muestras de estudio. Se proporciona una numeración a las bandas con mayor intensidad que presenta cada una de las muestras, para poder realizar una comparación más detallada.

La figura 4 muestra el espectro de infrarrojo para el ANFO, donde se evidencia una banda intensa cerca de los 1400cm^{-1} (numeros en las figuras 4, 5, 6 y 7) que se asigna a la tensión asimétrica que generan los nitratos, teniendo en cuenta que el ANFO, es una mezcla de nitrato de amonio más combustible.

Se evidencia bandas intensas cerca de los 800cm^{-1}

(número 3 en las figuras 4, 5, 6 y 7) características de las deformaciones que se generan fuera del plano y una banda más débil cerca de los 650 cm^{-1} (número 4 en las figuras 4, 5, 6 y 7). Las bandas que se observan después de los 3000 cm^{-1} , se pueden asociar a la parte orgánica de la composición del ANFO.

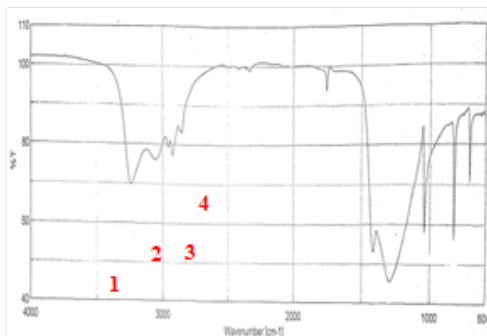


Figura 4. Espectro Infrarrojo del ANFO. Fuente: Autores.

Las muestras analizadas por espectroscopia de absorción infrarroja, presentaron señales muy distintivas en la región de huella; identificadas en los espectros obtenidos, numerales 1, 3 y 4 de las figuras 5, 6 y 7.

La comparación permite determinar que las muestras analizadas corresponden a ANFO, ya que los tres analitos presentan bandas intensas propias de los nitratos, en especial el nitrato de amonio, a una longitud de onda cercana a los 1400 cm^{-1} .

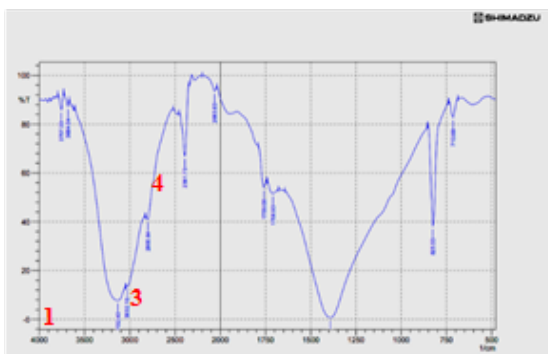


Figura 5. Espectro de infrarrojo muestra uno. Fuente: Autores.

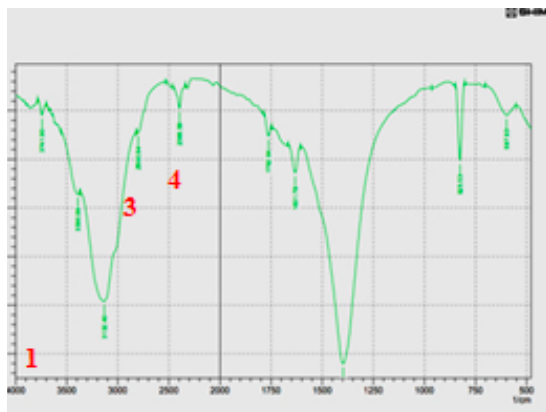


Figura 6. Espectro de infrarrojo muestra dos. Fuente: Autores.

La figura 7, muestra el espectro obtenido de la muestra 3, donde se puede notar que las bandas presentan similar intensidad, lo que se puede asociar a la concentración de nitrato de amonio que se encontró en la muestra 3 de la tabla 3; de 95.39%.

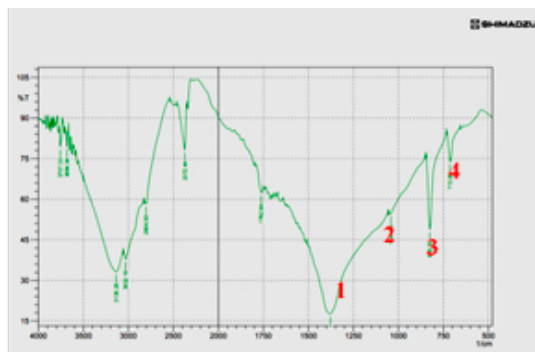


Figura 7. Espectro de infrarrojo muestra tres. Fuente: Autores.

De esta manera, si se compara detalladamente, el espectro obtenido de una muestra de ANFO puro, figura 4, con el espectro de la figura en mención 7, se puede confirmar, que la muestra analizada corresponde a un ANFO, de características similares, por presentar todas sus señales en la región de huella, numerales 1, 2, 3 y 4. Las señales de las figuras 3 y 7 son de similar intensidad a un determinado número de onda, confirmándose con alta probabilidad, el uso del mismo nitrato de amonio para fabricar la muestra 3 al igual el explosivo ANFO, mediante esta técnica analítica de espectroscopia absorción infrarroja.

CONCLUSIONES

Mediante la titulación ácido-base se puede determinar el porcentaje de nitrato de amonio presente en un analito, lo que se considera como un método de fácil empleo a la hora de evaluar una MAP o un AEI y determinar si la composición del explosivo que lo conforma es a base de nitrato de amonio.

Las muestras evaluadas, presentaron alto porcentaje de nitrato de amonio en su composición, de esta manera, se puede determinar que las muestras dos y tres son ANFO obtenido de manera improvisado, ya que los porcentajes superan el 94% de nitrato de amonio.

La evaluación mediante espectroscopia de infrarrojo, permite concluir que las muestras evaluadas contienen nitrato de amonio.

La comparación de los espectros de infrarrojo de las figuras 4 y 7 permite evidenciar que el ANFO se obtiene a partir de un nitrato de amonio puro, donde no hay presencia de otros tipos de sales tales como nitratos de sodio o nitratos de potasio, que afectan la composición de la muestra.

Pese a que no es posible determinar el origen de las materias primas con las que se obtuvo el ANFO en las muestras uno y dos; la composición química y los porcentajes de nitrato de amonio obtenidos en las muestras, evidencia que los procesos de fabricación empleados por los grupos al margen de la ley son eficaces y efectivos, a la hora de producir explosivos empleados para causar afectaciones a la tropa y la población civil.

REFERENCIAS

[1]. J. E. Restrepo, E. A. Yara, J. Cano Betancur y L. Navia Tavera, «Perfil emocional de un grupo de militares colombianos víctimas de minas antipersona o artefactos,» Revista Colombiana de Psiquiatría, vol. 43, nº 2, pp. 87-95, 2014.

[2]. CCW. Convention on Prohibitions or Restrictions on the Use of Certain Conventional Weapons Which May be Deemed to be Excessively Injurious or to Have Indiscriminate Effects (and Protocols) (As Amended on 21 December 2001).

[3]. D. C. Gutierrez Rueda, «Universidad Militar Nueva Granada,» 2014. [En línea]. Available: <https://repository.unimilitar.edu.co/bitstream/10654/12174/1/LA%20DESEGREGACION%20DE%20LAS%20MINAS%20ANTIPERSONALES%20C%20UNA%20GUERRA%20BAJO%20TIERRA.pdf> [Último acceso: 25 MAYO 2018].

[4]. Descontamina Colombia,» 30 06 2018. [En línea]. Available: <http://www.accioncontraminas.gov.co/estadisticas/Paginas/victimas-minas-antipersonal.aspx>. [Último acceso: 30 06 2018].

[5]. G. F. Garcia Fernández , «Universidad Politécnica de Madrid,» Septiembre 2016. [En línea]. Available: http://oa.upm.es/47713/9/TESIS_MASTER_GONZALO_F_GARCIA_FERNANDEZ.pdf. [Último acceso: 23 Mayo 2018].

[6]. S. Pearton, «The application of pumpable emulsions,» The Southern African Institute of Mining and, vol. 115, p. 490, 2015.

[8]. INDUMIL, «Indumil,» 2018. [En línea]. Available: <https://www.indumil.gov.co/product/anfo-agente-de-voladura/>. [Último acceso: 02 06 2018].