



**Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN
Unidad Mérida
Departamento de Física Aplicada**

MOVAGRO S.A. de C. V.

**EFFECTO DE DESCALCIFICADOR MAGNETICO COMERCIAL EN LA
FRACCION DE ARAGONITA**

**DRA. PATRICIA QUINTANA OWEN
Coordinadora**

MARZO 2015

CONTENIDO

1. Introducción.....	3
2. Objetivos particulares.....	4
3. Metodología.....	4
4. Resultados.....	11
5. Conclusiones.....	36
6. Bibliografía.....	37

PERSONAL PARTICIPANTE DEL CINVESTAV MÉRIDA:

Laboratorio de Rayos X

Investigador Responsable: Dra. Patricia Quintana Owen

Análisis de Muestras y Elaboración de Reporte: M.C. Santiago González Gómez



A handwritten signature in black ink that reads "P. Quintana Owen". The signature is fluid and cursive, written over a light blue circular stamp.

Dra. Patricia Quintana Owen
Profesor –Investigador
Departamento de Física Aplicada
Cinvestav Mérida

1. Introducción

Las incrustaciones generadas por la solidificación de carbonato de calcio en las paredes de la tubería por donde transita el agua, es un efecto perjudicial para el desarrollo de actividades domésticas e industriales. Una forma eficiente de reducir éste problema se basa en el uso de agentes químicos, aun así se genera un inconveniente adicional y es la alteración de la composición del agua. Por esta razón, se busca un tratamiento físico que reduzca las incrustaciones de agua en la tubería, y el uso de campos magnéticos se ha postulado como una gran alternativa.

De acuerdo a J. Coey, S. Cass un aspecto importante de las incrustaciones es el relacionado con la fase del carbonato de calcio que cristaliza. Las dos fases son usualmente calcita, con una morfología cristalina plaquetiformes, y la aragonita que cristaliza en forma de agujas. Debido a su estructura, la calcita corresponde a la fase que más contribuye al aumento de incrustaciones, razón por la cual el objetivo es reducir el porcentaje de calcita en el agua y aumentar la aragonita, cuyo efecto se ve favorecido al aplicar un campo magnético. Se ha reportado que la cristalización de los carbonatos de calcio depende de variables tales como la temperatura, velocidad de calentamiento, contenido de CO₂ en el agua, tiempo de cristalización,

Para esta solicitud de servicios se realizaron diversas pruebas experimentales para ver el efecto en la formación de los carbonatos de calcio, ocasionado por un descalcificador magnético proporcionado por la empresa MOVAGRO S.A. de C.V. Las pruebas consistieron en evaporar un volumen específico de agua que pasa a través de una tubería que tiene acoplado el descalcificador. Posteriormente, los carbonatos de calcio que se quedan adheridos al recipiente se analizaron por difracción de rayos X (DRX) para evaluar la fracción de aragonita con relación a la calcita.

Para ello, fue necesario definir varios parámetros como fueron: el volumen de agua a evaporar, el flujo de agua que pasa a través de la tubería, la temperatura de evaporación y el tiempo de calentamiento necesario para favorecer la cristalización de los polimorfos de carbonato de calcio.

Se midió la fracción de aragonita en un volumen de agua en dos grupos de experimentos:

1. **Control:** Es un volumen de agua que no se sometió a los tratamientos del descalcificador comercial.
2. **Descalcificador magnético MOVAGRO:** volumen de agua que pasa a través de un descalcificador comercial.

2. Objetivos Particulares

Evaluar el efecto del descalcificador magnético comercial proporcionado por MOVAGRO S.A. de C.V., sobre las propiedades del agua potable con una dureza aproximada de 360 ppm, analizando la formación de las incrustaciones de carbonatos de calcio en la relación aragonita/calcita, aplicando la técnica de difracción de rayos X.

3. Metodología

3.1 Análisis de las incrustaciones por difracción de rayos X

El análisis de las sales formadas en las incrustaciones se efectuó aplicando la técnica de difracción de rayos X. Para llevar a cabo este análisis, al final de la evaporación se rasparon con una espátula las sales formadas en el vaso de precipitados, recolectando aproximadamente 65 mg de muestra en forma de polvo fino. El polvo se colocó en un portamuestras de vidrio para su posterior registro por difracción de rayos X. Este estudio se llevó a cabo en un difractómetro de rayos X (Siemens D5000), con geometría Bragg-Brentano y radiación monocromática de cobre ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$). Las condiciones de registro fueron de 34 kV y 25 mA, en un intervalo de $10^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$, con un tamaño paso de 0.03° cada 2 segundos (Fig. 1).

La identificación de las sales o fases registrados en los patrones de difracción se llevó a cabo aplicando el método de “búsqueda / comparación”, utilizando la base de datos de los patrones de polvos del ICDD (PDF, 2000). Una vez identificadas las sales y asignando las reflexiones características, se calcularon las proporciones relativas de cada componente considerando la intensidad de la reflexión principal de cada fase, en relación a la suma total de las intensidades de las reflexiones de todas las fases presentes en cada difractoograma.

El porcentaje de cada fase se obtuvo aplicando la ecuación (1):

$$\% \text{ Intensidad de } F_1 = 100 \left(\frac{I_{F1}}{I_{F1} + I_{F2} + I_{F3} + \dots + I_{Fn}} \right) \quad (1)$$

donde: I_{F1} , I_{F2} , \dots , I_{Fn} es la intensidad de cada fase presente.



Figura 1. Imágenes a) Difractómetro de rayos X, y b) Sistema computarizado para analizar los patrones de rayos X.

4. Resultados

Se instaló un tubo de cobre de ½ pulgada a la salida de una toma de agua potable en las instalaciones del CINVESTAV-Unidad Mérida. La recolección de la muestra de agua se efectuó a un metro de distancia donde estaba colocado el descalcificador magnético MOVAGRO. Para la recolección de las muestras se dejó abierta la toma de agua durante 10 minutos con un flujo de 0.42 L/min. Se recolectaron 200 mL de agua y se evaporó en un vaso de precipitados de 1000 mL durante 50 minutos a 100°C, hasta llegar a sequedad para obtener un residuo blanco. Para generar la cristalización de los carbonatos se le sometió a un calentamiento posterior de 5 minutos, a 100°C. Las sales residuales se rasparon con una espátula y se analizaron por difracción de rayos X.

Inicialmente se realizó una identificación completa de las fases que contienen las incrustaciones con el agua de control, esto es, sin haber sido sometidos al descalcificador magnético. Se encontró que las sales disueltas en el agua están formadas principalmente por cloruro de sodio (NaCl) al 56.1%, y en menor proporción los carbonatos de calcio como: la calcita (CaCO_3) con 21.4%, la aragonita (CaCO_3) con 4.8%, y compuestos dobles de calcita magnesita ($\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$) con 15.1% y la anhidrita un sulfato de calcio (CaSO_4) con 2.6% (Fig. 2, Tabla 1).

Para determinar la relación de aragonita/calcita en el agua se aplicó la fórmula según Coey y Cass, que se presenta en la ecuación (2). Para ello, se mide la intensidad de los picos de difracción en la región $25.5^\circ < 2\theta < 30.5^\circ$. Los picos principales correspondientes a la aragonita corresponden a las reflexiones I_{111} y I_{102} que se encuentran a 26.2° y 27.2° (2θ), respectivamente, y el pico de la calcita (I_{104}) que se encuentra a 29.4° (2θ).

$$A = (I_{111} + I_{102}) / (I_{111} + I_{102} + I_{104}) \quad (2)$$

La cantidad de A es la fracción (%) de aragonita presente en las incrustaciones de carbonato de calcio.

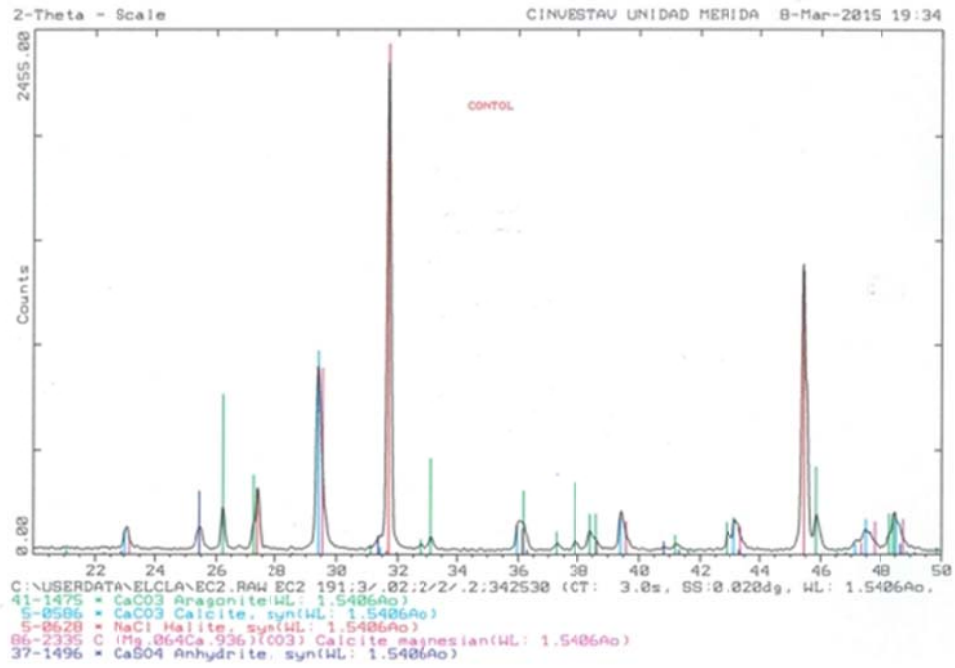


Figura 2. Difractograma de la muestra Control. Se señalan las diferentes fases identificadas. El eje vertical es la intensidad en unidades arbitrarias y el eje horizontal son grados (2θ)

Tabla 1 Análisis semicuantitativo de fases presentes en las incrustaciones en 200 mL de agua de control, por difracción de rayos X

Fases	Tarjeta PDF	Reflexión 2θ	Control (%)
Halita NaCl	5-628	31.7	56.1
Calcita CaCO₃	5-586	29.4	21.4
Aragonita CaCO₃	41-1475	26.2	4.8
Carbonato doble de calcio y magnesio MgCa(CO₃)₂	86-2335	29.5	15.1
Anhidrita CaSO₄	37-1496	25.4	2.6
TOTAL			100.0

4.1 Determinación de la relación aragonita/calcita

Experimento No. 1. Control

En la figura 3 se presenta la relación en los picos de reflexión entre los carbonatos aragonita/calcita. Se puede observar que el pico intenso y ancho a 29.4° (2θ) está formado por la calcita y la calcita magnesita (29.5°). La intensidad de esta señal es tres veces mayor con relación al pico principal de la aragonita a 26.2° .

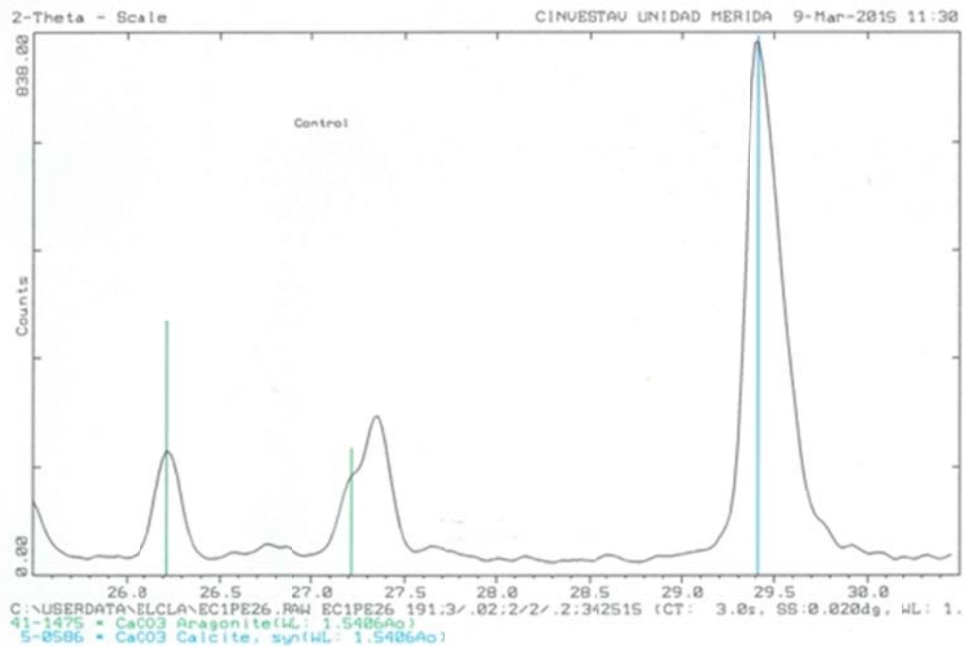


Figura 3. Sección del patrón de rayos X que muestra los picos principales de la aragonita y la calcita de las muestras control.

La cristalización de los dos polimorfos de carbonatos de calcio depende de varias variables como son la temperatura, velocidad de calentamiento, contenido de CO₂ en el agua, tiempo de cristalización, etc., por tal motivo, presentan una relación muy variable de aragonita/calcita. Por consiguiente, fue necesario efectuar varias pruebas experimentales (26) para poder observar el corrimiento hacia una mayor formación de aragonita y de esta manera quede demostrado estadísticamente que el tratamiento del dispositivo magnético sobre un flujo de agua favorece la formación de aragonita. En la figura 4 se señala la media del porcentaje de aragonita para la muestra de control que es de $0.56 \pm 0.11\%$.

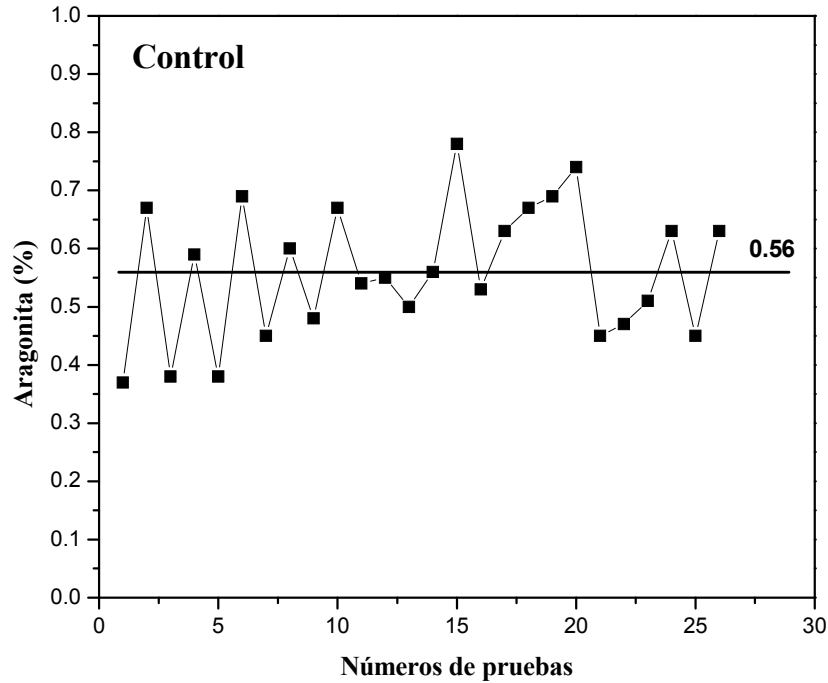


Figura 4. Gráfica que muestra el porcentaje de aragonita para el control.

Experimento No. 2. Descalcificador magnético MOVAGRO

La variación en la relación de los picos principales de aragonita/calcita para el caso cuando se aplica el descalcificador magnético MOVAGRO, se muestra en la figura 5. En la gráfica se observa que la intensidad de la señal de aragonita (a 26.2° (2θ)), es dos veces mayor que el pico de la calcita (29.4°), cuya fracción de aragonita es alrededor de un 80%.

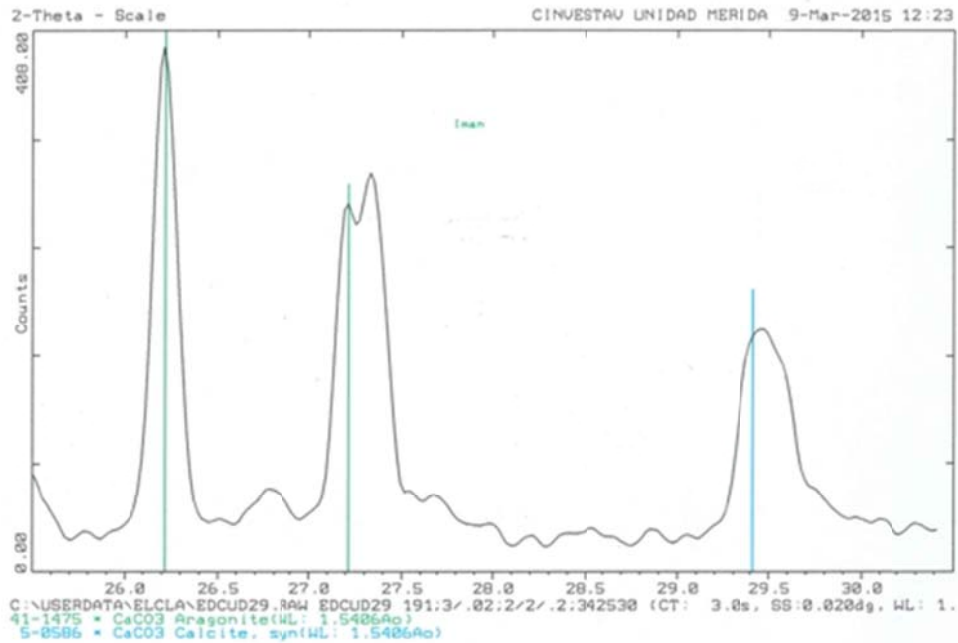


Figura 5. Difractograma que muestra el porcentaje de aragonita aplicando el descalcificador magnético MOVAGRO.

Se realizaron 16 mediciones y los resultados se presentan en la figura 6. Se observa que el efecto del dispositivo magnético favorece la cristalización de la aragonita. La media de la fracción de aragonita para el descalcificador MOVAGRO es de 0.73 ± 0.11 . La relación de aragonita/calcita aumentó un 17% comparada con los valores del control (0.56 ± 0.11).

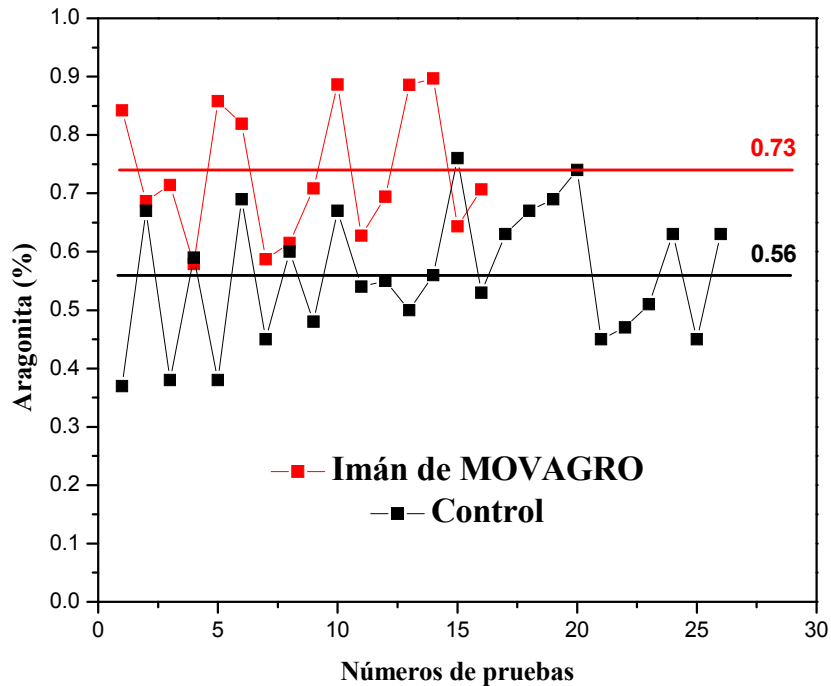


Figura 6. Valores de la aragonita (%) aplicando el descalcificador magnético MOVAGRO y se compara con los valores del control.

4.2 Análisis semicuantitativo de los minerales en las incrustaciones determinado por difracción de rayos X

Se determinó la proporción relativa de todos los minerales presentes en las incrustaciones después de la evaporación de 200 mL de agua con un tiempo de calentamiento de 5 minutos. Este análisis se realizó aplicando la ecuación (1) con los diferentes dispositivos estudiados y se comparan con el control (Tabla 3). Es importante señalar que se eligió una muestra representativa por cada experimento para realizar este análisis.

Tabla 3. Análisis semicuantitativo por difracción de rayos X de los diferentes minerales que se detectaron en las incrustaciones, en cada descalcificador magnético MOVAGRO y se comparan con los valores de las sales obtenidas con el agua de control.

FASES	Control (%)	Descalcificador MOVAGRO (%)
Halita NaCl	56.1	79.86
Calcita CaCO ₃	21.4	3.72
Aragonita CaCO ₃	4.8	10.72
Carbonato doble de calcio y magnesio MgCa(CO ₃) ₂	15.1	6.31
Anhidrita CaSO ₄	2.6	—
Total	100.0	100.0

Claramente puede observarse que la halita es la fase principal dado que muestra una mayor proporción con respecto a los demás minerales. Sin embargo su porcentaje es menor para el caso del control con un 56% y mayor para el descalcificador MOVAGRO con un 80%, porque disminuye el contenido de los carbonatos tanto de la calcita como del carbonato doble de calcio y magnesio. En el caso de la calcita el porcentaje más elevado fue para el control con un 21%, disminuyendo significativamente hasta 6 veces para el descalcificador MOVAGRO. En cambio la fase de aragonita el porcentaje en el control es de 4.8% y se duplica obteniendo porcentajes de 11%, con el uso del descalcificador MOVAGRO.

5. Conclusiones

Después de realizados los ensayos sobre la aplicación de la instalación del descalcificador magnético MOVAGRO S.A. de C.V., en una tubería de red general de suministro de agua potable, con elevada dureza (360 mg/L de CaCO_3 , determinada de acuerdo a la norma NMX-AA-072-SCFI-2001) se observó lo siguiente:

El paso del flujo de agua a través del dispositivo magnético origina un cambio en los polimorfos de carbonato de calcio, esto es, la cantidad de calcita y la del carbonato doble de calcio y magnesio disminuyen. En cambio en la fracción de aragonita aumenta hasta un 17%, el cual deberá reducir la capacidad incrustante del agua tratada con el descalcificador magnético MOVAGRO S.A. de C.V.

Los resultados obtenidos con las diferentes técnicas analíticas concuerdan demostrando que el descalcificador magnético MOVAGRO S.A. de C.V. disminuye la capacidad incrustante de la calcita y favorece la cristalización y la formación de la aragonita.

5. Bibliografía

Coey J.M.D., Cass S., 2000. *Magnetic water treatment*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 209, pp. 71-74.

Powder Diffraction File (PDF), (2000). International Center for Diffraction Data (ICDD) Pennsylvania, USA.

Tijing L.D., Kim H.Y., Lee D.H., Kim C.S., Cho Y.I., 2010. *Physical water treatment using RF electric fields for the mitigation of CaCO₃ fouling in cooling water*. International Journal of Heat Mass Transfer 53, pp. 1426–1437.

Xiaokai X., 2008. *Research on the electromagnetic anti-fouling technology for heat transfer enhancement*. Applied Thermal Engineering 28, pp. 889–894.

Jacobsen N.E., 2007. *NMR Spectroscopy explained*. Ed. Wiley interscience, Universidad de Arizona, pp. 39–45.

Stribeck N., 2007. *X-Ray Scattering of Soft Matter*. Ed. Springer. pp. 95-96.

Zetasizer Nano, *Series User Manual*, 2004. pp. 2.1-2.7,14.1-14.6,16.1-16.11.

Quintana P. y Ares O., 2012. *Sobre el tratamiento electromagnético del agua y su efecto en la cristalización y en las incrustaciones de carbonato de calcio*. Departamento de Física Aplicada. CINVESTAV-IPN, Mérida, pp. 1-12.

Universidad Tecnología Nacional. *Tabla D.9: Valores críticos de la distribución F (0.05)*. Facultad Regional Mendoza, pp. 1.

Schnablegger H. and Singh Y.,2006. *A Practical Guide to SAXS*. Austria, pp. 28-53.