

INSTITUTO TECNOLOGICO Y DE ESTUDIOS
SUPERIORES DE MONTERREY

DIVISION DE GRADUADOS E INVESTIGACION
PROGRAMA DE GRADUADOS EN INGENIERIA



EXTRACCION SUPERCRITICA
DE CONTAMINANTES ORGANICOS
DEL AGUA

TESIS

PRESENTADA A LA DIVISION DE GRADUADOS
E INVESTIGACION COMO REQUISITO PARCIAL
PARA OBTENER EL GRADO ACADEMICO DE:

MAESTRO EN INGENIERIA
ESPECIALIDAD EN SISTEMAS DE PROCESOS

REALIZADA POR:
ING. JORGE NICOLAS CHAVEZNAVA TREVINO

045.62
TEC.51
1993
c.2

MONTERREY, N. L.

MAYO DE 1993

**INSTITUTO TECNOLOGICO Y DE ESTUDIOS
SUPERIORES DE MONTERREY**

**DIVISION DE GRADUADOS E INVESTIGACION
PROGRAMA DE GRADUADOS EN INGENIERIA**



**EXTRACCION SUPERCRITICA
DE CONTAMINANTES ORGANICOS
DEL AGUA**

T E S I S

**PRESENTADA A LA DIVISION DE GRADUADOS
E INVESTIGACION COMO REQUISITO PARCIAL
PARA OBTENER EL GRADO ACADEMICO DE:**

**MAESTRO EN INGENIERIA
ESPECIALIDAD EN SISTEMAS DE PROCESOS**

**REALIZADA POR:
ING. JORGE NICOLAS CHAVEZNAVA TREVIÑO**

MONTERREY, N. L.

MAYO DE 1993

INSTITUTO TECNOLOGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES DE MONTERREY
CAMPUS MONTERREY

DIVISION DE GRADUADOS E INVESTIGACION

PROGRAMA DE GRADUADOS EN INGENIERIA

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la presente tesis de el Ing. Jorge Nicolás Chaveznava Treviño sea aceptada como requisito parcial para obtener el grado académico de

Maestro en Ingenieria
especialidad en
Sistemas de Proceso.

Comité de tesis



Alberto Bustani A.
Ph.D.
SINODAL

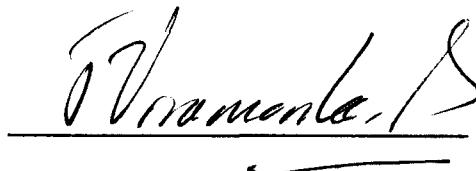


Enrique Cárdenas G.
M.I.
ASESOR



Jorge García O.
Ph.D.
SINODAL

APROBADO



Federico Viramontes, Ph. D.
Director del Programa de Graduados en Ingeniería.

Mayo 1993.

Gracias Señor por haberme dado vida y salud para alcanzar esta meta e ilumíname para que, al adquirir mayor responsabilidad ante la sociedad, en el servicio de la misma se manifieste Tú Espíritu para el bien común.

A mi novia Cristina, quien durante todo este largo tiempo que tomo alcanzar esta meta, con su amor me dió su apoyo, comprensión y el sacrificio de su tiempo.

A mis Padres Jorge y Emilia, como humilde muestra de mi gratitud por todo lo que me han dado.

A mis compañeros de maestría , en especial a Martin Mendoza.

Al Dr. Enrique Cárdenas por haber aceptado ser mi asesor y por su sabio y oportuno consejo que me ha brindado no sólo en esta Tesis, sino en mi formación profesional.

Agradecimiento especial a Eduardo Gutierrez, Manuel Flores, Porfirio Caballero y Federico Alonso por haber colaborado en el desarrollo de la etapa experimental de esta tesis.

INDICE

I.	OBJETIVO.	7
II	ALCANCES	7
III.	METODOLOGIA.	8
IV.	MARCO DE REFERENCIA.	9
V.	FUNDAMENTOS TEORICOS.	
	5.1. Principios básicos de la extracción supercrítica.	10
	5.2 Historia.	13
	5.3 Puntos críticos de algunos compuestos.	14
	5.4 Descripción del proceso de extracción supercrítica.	15
VI.	EXPERIMENTACION.	
	6.1 Objetivo.	18
	6.2 Metodología.	
	6.2.1. Matriz de experimentos.	23
	6.2.2. Equipo de extracción.	26
	6.2.3. Equipo de medición.	29
	6.3 Resultados.	35
	6.4 Análisis de resultados.	37

VII. PREDISEÑO DE EQUIPO A ESCALA PILOTO.

7.1	Criterios de escalamiento.	54
7.2	Diagrama de flujo de proceso.	54
7.3	Dimensionamiento de equipo.	
	7.3.1. Introducción.	56
	7.3.2. Escalamiento del tanque de extracción.	56
	7.3.3. Dimensionamiento del tanque de almacen de CO ₂	60
	7.3.4. Cálculo del compresor.	61
	7.3.5. Arreglo general de equipo.	64

VIII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

8.1	Conclusiones.	67
8.2	Recomendaciones.	69

IX. BIBLIOGRAFIA. 70

APENDICE	A : Definición de términos.	71
	B : Resultados experimentales.	73
	C : Análisis cromatográficos.	92
	D : Propiedades de compuestos estudiados.	135
	E : Vita.	138

I. OBJETIVO.

El objetivo de esta tesis es el de desarrollar a nivel de ingeniería básica el diseño de una planta piloto que dadas sus facilidades de movilidad nos permita implementar in-situ tecnologías de vanguardia para el desarrollo de proyectos de control de contaminación ambiental.

El tipo de proceso de la planta piloto será el de extracción supercrítica de contaminantes orgánicos no bio-degradables y la experimentación de factibilidad a nivel de laboratorio se centrará en la remoción de estos.

II. ALCANCES.

Lograr reducir la concentración de contaminantes en el agua desde el nivel alcanzado por las tecnologías convencionales de tratamiento hasta niveles de concentración que nos permitan asegurar el cumplimiento de normas de calidad cada vez más estrictas.

Desarrollar el diseño, a nivel de ingeniería básica, de una planta piloto continua de tratamiento de aguas residuales, por el proceso de extracción con fluidos supercríticos.

I. OBJETIVO.

El objetivo de esta tesis es el de desarrollar a nivel de ingeniería básica el diseño de una planta piloto que dadas sus facilidades de movilidad nos permita implementar in-situ tecnologías de vanguardia para el desarrollo de proyectos de control de contaminación ambiental.

El tipo de proceso de la planta piloto será el de extracción supercrítica de contaminantes orgánicos no bio-degradables y la experimentación de factibilidad a nivel de laboratorio se centrará en la remoción de estos.

II. ALCANCES.

Lograr reducir la concentración de contaminantes en el agua desde el nivel alcanzado por las tecnologías convencionales de tratamiento hasta niveles de concentración que nos permitan asegurar el cumplimiento de normas de calidad cada vez más estrictas.

Desarrollar el diseño, a nivel de ingeniería básica, de una planta piloto continua de tratamiento de aguas residuales, por el proceso de extracción con fluidos supercríticos.

III. METODOLOGIA.

La metodología empleada consistió en :

Revisión bibliográfica, elaboración de diseño de experimentos, preparación de muestras problema, experimentación, análisis de resultados, diseño de planta piloto.

Para la experimentación las muestras se prepararon a la concentración alcanzada por métodos convencionales de remoción, conteniendo un contaminante a la vez y posteriormente, al corroborar la factibilidad técnica de la remoción de cada uno independientemente, se trabajó con una muestra que contenía a todos los contaminantes juntos.

En la última etapa se diseñó un equipo que pueda trabajar a nivel piloto con las condiciones de operación de laboratorio y se le dió características que nos permitan la movilidad del equipo para utilizarlo en diversos sitios o plantas.

IV. MARCO DE REFERENCIA.

En las décadas pasadas se ha ido incrementando el interés en los fluidos supercríticos tanto para la comunidad académica como para la industrial. Un fluido supercrítico es un fluido que se encuentra sobre su temperatura y presión crítica. Los factores que han contribuido a que se le este dando atención a los fluidos supercríticos son:

- (1) Los problemas ambientales asociados comunmente a la industria de disolventes (más comunmente los hidrocarbomos clorados).
- (2) El incremento del costo de energía para las técnicas de separación (p.ej. destilación).
- (3) La falta de capacidad de las técnicas tradicionales para alcanzar las separaciones necesarias para las nuevas ramas industriales (microelectrónica, biotecnología, etc.).

La disponibilidad de disolventes supercríticos no tóxicos y de bajo costo, como el CO₂ y sus atractivas propiedades han renovado el interés en la extracción supercrítica como una técnica de separación económicamente factible. La extracción supercrítica ha sido aplicada a una amplia variedad de areas, incluyéndose entre los más recientes aspectos el control de la contaminación ambiental.

La extracción supercrítica se ha propuesto tanto como una técnica de purificación, como una técnica analítica para muestras contaminadas sólidas y líquidas. La atención se esta centrando en tres areas: *extracción de contaminantes orgánicos del agua*, extracción de contaminantes orgánicos de tierras y extracción de orgánicos de absorbentes. La principal ventaja de los procesos de purificación es la disponibilidad de disolventes supercríticos no tóxicos. El uso de estos disolventes elimina el problema concerniente a la concentración residual del solvente en la muestra procesada.

La parte experimental se centró en la *extracción de los contaminantes orgánicos del agua*, debido básicamente a la urgente necesidad de nuestro país para sanear las aguas y a los niveles de calidad que se requieren para lograrlo.

V. FUNDAMENTOS TEORICOS.

5.1. Principios básicos de la extracción supercrítica.

Cuando nos encontramos arriba de las condiciones críticas de presión y temperatura, el fluido no puede ser licuado mediante compresión isotérmica ni mediante enfriamiento, sin importar cuanta presión se aplique o que tanto se disminuya la temperatura.

Los fluidos supercríticos, tiene una densidad aproximada a la de se estado líquido mientras que sus viscosidades y difusividades se aproximan más a la de su estado gaseoso. En la Tabla 5.1 se presenta el orden de magnitud de estas propiedades fisicoquímicas para gases, líquidos y fluidos supercríticos típicos.

Tabla 5.1
Orden de magnitud de propiedades fisicoquímicas.²

Propiedad	Gas	F.S.C.	Líquido
Densidad (kg/m ³)	1	700	1000
Viscosidad (ns/m ²)	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴	10 ⁻³
Difusividad (cm ² /s)	10 ⁻¹	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵

F.S.C.: Fluido supercrítico a $T_r=1$ y $P_r=2$.

El efecto neto de estas características es que los fluidos supercríticos tienen una alta solubilidad, para compuestos orgánicos de polaridad baja, por sus características de líquidos y poseen la alta transferencia de masa propia de sus características gaseosas.

En la Figura 5.1 se presenta un diagrama de presión reducida contra densidad reducida para el dióxido de carbono, y podemos observar como la densidad se incrementa al aumentar la presión. Al aproximarse al punto crítico la solubilidad se incrementa dramáticamente como consecuencia del cambio de densidad del disolvente.

La solubilidad puede incrementarse, permanecer constante o disminuir al aumentar la temperatura, dependiendo de varios factores tales como: la presión de vapor del soluto, la densidad del disolvente y la polaridad del mismo. A una densidad constante del disolvente, la solubilidad aumenta al aumentar la temperatura.

El principio básico de la extracción con fluidos supercríticos es pues su poder de disolución de los constituyentes de la alimentación y su facilidad para separarse de estos constituyentes a presión atmosférica o temperaturas subcríticas, cuando este poder de disolución es mucho menor¹.

Al analizar la figura 5.1 podemos ver que cuando la presión reducida va desde 1.0 hasta 3.0, un pequeño incremento nos da un gran cambio en la densidad y cuando la temperatura reducida va desde 1.0 a 1.2 se tiene este mismo efecto, por lo que es recomendable trabajar en estos rangos para aprovechar al máximo las propiedades de extracción.

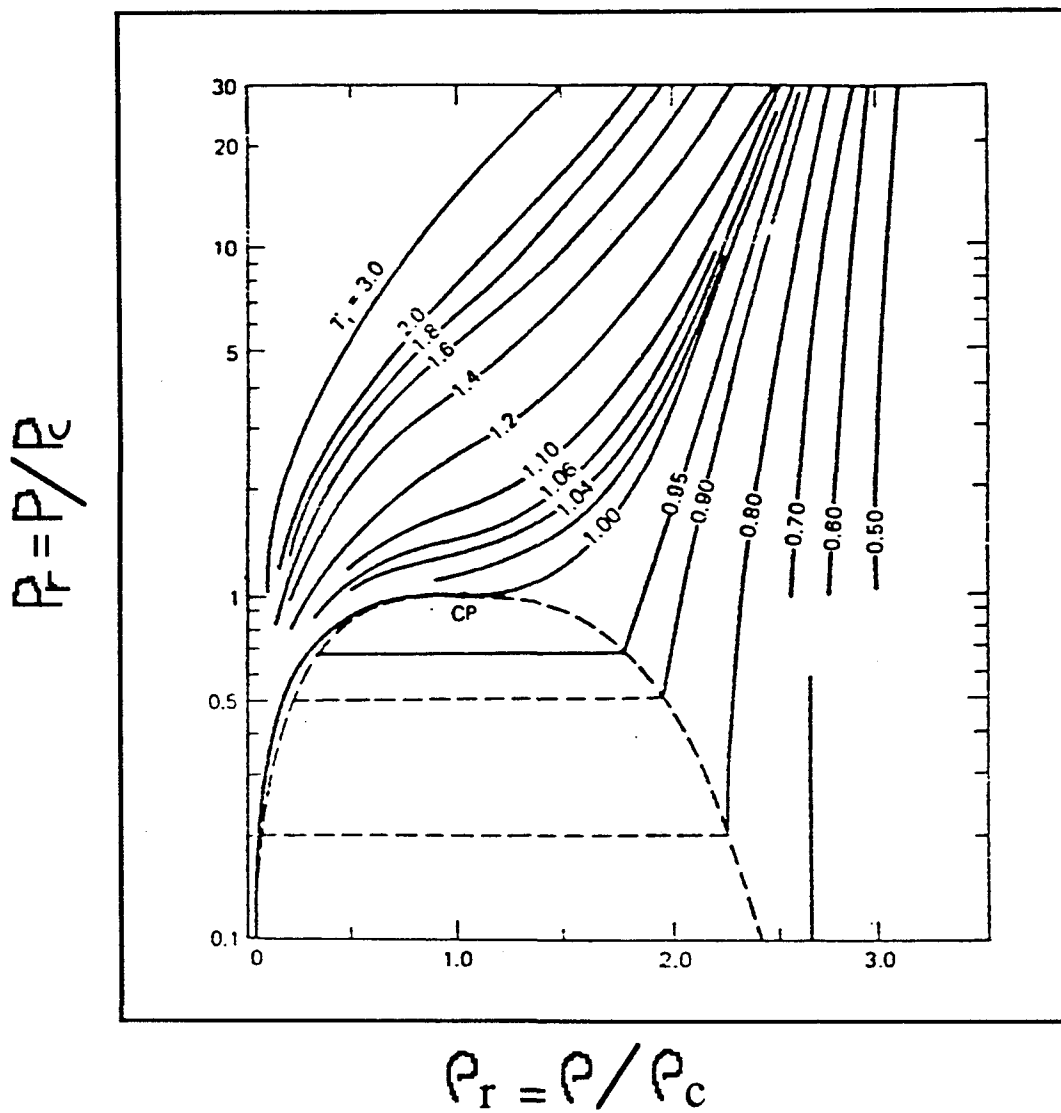


FIGURA 5.1 Diagrama de presión reducida vs densidad reducida para el CO_2 puro.¹⁹

5.2. Historia.

La existencia del punto crítico es conocida desde la primera mitad del siglo XIX, cuando Cagniard de la Tour descubrió el punto crítico en 1822². En aquel tiempo el consenso general era que los materiales arriba del punto crítico deberían de ser gaseosos en naturaleza y por lo tanto pobres disolventes. No fue sino hasta la segunda mitad de ese siglo que Hannay y Hogart reportaron la capacidad de los fluidos supercríticos para disolver materiales sólidos de baja presión de vapor². En su estudio de solubilidad de varias sales orgánicas con etanol supercrítico, observaron que la solubilidad era mucho mayor aun despues del efecto del incremento de la presión de vapor a altas temperaturas. En conclusion las solubilidades se incrementaban al subir la presión.

Posterior a este estudio se han efectuado una serie de investigaciones sobre el fenómeno de los fluidos supercríticos. Una amplia variedad de fluidos supercríticos han sido estudiados, incluyendo aire, hidrógeno, agua, helio, amoniaco, nitrógeno, oxido de nitrógeno y más ampliamente Bioxido de carbono y una serie de hidrocarburos ligeros² (etano, etileno, propano, etc.).

Entre las primeras aplicaciones de gases comprimidos en procesos de separación se encuentra la propuesta por Wilson et al.² para la desasfaltación del petróleo. Aunque el proceso no fue estrictamente supercrítico, aprovechó las ventajas del cambio de solubilidad asociado con la disminución de la presión. Posteriormente Later, Elgin & Weinstock² reportaron una técnica de separación de fases para recuperar metil-etil-cetona del agua utilizando etileno supercrítico.

Desde entonces los fluidos supercríticos han sido utilizados para extraer una variedad de materiales como carbono, cafeína del café, tabaco, aromas de frutas, alcoholes del agua y las más recientes aplicaciones son contaminantes tóxicos de matrices ambientales.

5.3. Constantes críticas de algunos compuestos.

En la Tabla 5.2 se muestran las temperaturas y presiones críticas para algunos compuestos.

Tabla 5.2
Presiones y Temperaturas Críticas.

Compuesto	Formula	Tc °C	Pc atm.
Agua	H ₂ O	374.1	218.3
Amoniaco	NH ₃	132.5	112.5
Bioxido de Carbono	CO ₂	31.0	72.9
Cloro	Cl ₂	144.0	76.1
Hidrógeno	H ₂	-239.9	12.8
Nitrógeno	N ₂	-147.0	33.5
Oxígeno	O ₂	-118.4	50.1
Etileno	C ₂ H ₄	9.9	50.5
Etano	C ₂ H ₆	32.2	48.2
Etanol	C ₂ H ₆ O	243.0	63.0
Propano	C ₃ H ₈	96.8	42.0
Benceno	C ₆ H ₆	288.9	48.6
Tolueno	C ₇ H ₈	320.8	41.6
o-Xileno	C ₈ H ₁₀	359.0	35.7
m-Xileno	C ₈ H ₁₀	346.0	34.7
p-Xileno	C ₈ H ₁₀	345.0	33.9

Fuente: Apéndice IV del Manual de Instrucciones del equipo de extracción supercrítica de Milton Roy, Información recopilada por Rudolf Loebel.

5.4. Descripción del proceso de extracción supercrítica.

En la Figura 5.2 se presenta de forma simplificada el proceso de extracción con fluidos supercríticos, en el que uno o más componentes son extraídos de una mezcla de alimentación. El proceso consiste básicamente de tres etapas: (1) Carga y Extracción, (2) Separación y recirculación, y (3) Ajuste a las condiciones de carga y extracción.

En la etapa de carga y extracción, el fluido supercrítico y la mezcla de alimentación, se ponen contacto de forma tal que los compuestos solubles en el fluido supercrítico son extraídos de la mezcla de alimentación. Las condiciones de extracción pueden ser ajustadas para efectuar separaciones selectivas. Después de la extracción el disolvente ahora conteniendo el extracto se separa de la fase refinada.

En la etapa de separación y recirculación, el extracto es separado del disolvente efectuando pequeños cambios en la presión o la temperatura, o ambos, para disminuir la capacidad de disolución del disolvente. Los compuestos extraídos, condensan como gotas o partículas sólidas, dependiendo de las condiciones de separación y el disolvente es recirculado.

En la etapa de ajuste el disolvente se vuelve a llevar a las condiciones de temperatura y presión requeridos para la etapa de extracción. Cualquier pérdida en el disolvente se repone adicionando nuevas cantidades del mismo a la recirculación.³

El producto deseado en este proceso puede ser tanto el refinado como el extracto. Por ejemplo para la mezcla de alimentación para refinación y extracción de granos de café, el producto son: los granos de café descafeinado y la cafeína, respectivamente. En el objetivo de esta tesis el producto es el refinado, pues se busca eliminar los contaminantes orgánicos del agua.

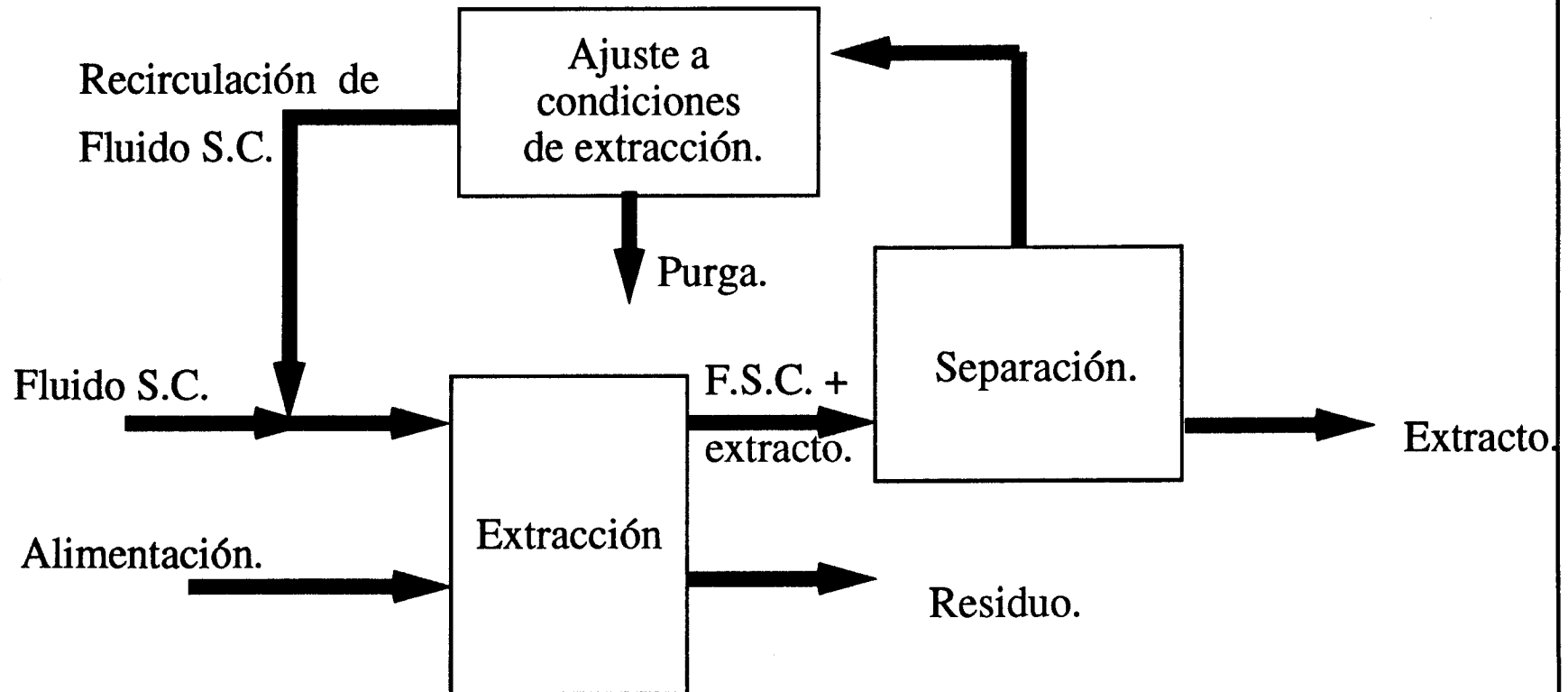
El disolvente y el extracto pueden ser separados completamente en la etapa de separación, mediante destilación subita a presión reducida, lo cual conduciría a un elevado costo de recompresión. Los costos de compresión, pueden ser reducidos utilizando una turbina de expansión en la que el paso de reducción de presión se utiliza para recuperar energía para la recompresión. Debido a que el disolvente es recirculado, para muchas aplicaciones es innecesaria una completa separación y una pequeña reducción en la presión es suficiente. Incluso es posible correr el proceso completo a presión constante, efectuando ajustes de temperatura en cada una de las etapas o utilizando otra operación unitaria como adsorción o absorción para separar el extracto del fluido supercrítico.

Las condiciones de operación (temperatura, presión y disolvente a usar) son seleccionadas de acuerdo con los criterios convencionales de extracción líquida. El disolvente puede tener incluso sólo la presión supercrítica, pero entonces sí la temperatura está muy por debajo del punto crítico se necesitarían muy altas presiones.

Debido a que en los procesos de extracción supercrítica para mezclas complejas los fundamentos de equilibrios de fase y datos de transferencia de masa no estan disponibles, es necesario efectuar un estudio de los diferentes parámetros de operación para cada sistema en particular en experimentos a pequeña escala, o estudios de factibilidad para una separación en particular.

Sólo entonces se podrán incorporar recipientes de mayor tamaño para efectuar un estudio a nivel planta piloto, y es en esta etapa donde las variables de proceso como presión y temperatura de extracción y separación, relación disolvente-alimentación, tipo de proceso (Por etapas, semicontinuo o continuo), y tiempo de contacto, podrán ser optimizadas para establecer las condiciones de operación del mismo.

FIGURA 5.2 Diagrama Simplificado del Proceso de Extracción Supercrítica.



VI. EXPERIMENTACION.

6.1 Objetivo.

El establecimiento de leyes para regular las descargas contaminantes al medio ambiente durante los últimos años ha producido una demanda de tecnologías y procesos para solucionar la problemática de los residuos peligrosos.

La selección de los métodos de tratamiento esta basada en el balance de los siguientes factores: Los requisitos de regulación, el grado y duración del tratamiento, el costo del tratamiento y finalmente la minimización de futuros costos y riesgos.

Por ejemplo en muchos casos la incineración es considerada como el tratamiento más efectivo para residuos orgánicos peligrosos, ofrece un mínimo riesgo de futuros costos por cuestión de disposición de residuos, pero al mismo tiempo es la opción que requiere de un mayor capital de inversión y tiene un alto costo de operación. En el otro extremo se encuentra la disposición de contaminantes in-situ usando capas impermeables, para los llamados confinamientos de residuos; frecuentemente esta es la alternativa de más bajo costo de inversión y operación, pero en este proceso, se tiene un alto riesgo potencial de que se "descubran" componentes contaminantes más alla del sitio de confinamiento, trayendo consigo costos adicionales para solucionar el "nuevo" problema ⁴

El proceso de extracción por disolventes, en particular los sistemas de extracción supercrítica, ofrecen una solución alterna que se acerca a los niveles de tratamiento como incineración con costos equivalentes a los de disposición de residuos.

La tecnología de extracción supercrítica puede ser utilizada para una gran variedad de residuos, desde agua residual con contaminantes orgánicos hasta pesados lodos con prácticamente cualquier concentración de líquidos y sólidos.

Los niveles de concentración permisibles para contaminantes orgánicos son cada vez más estrictos en Estados Unidos y Canada. Aunque en México no se ha regulado totalmente al respecto, es de esperarse que en el corto plazo las leyes en México exigirán normas similares a las de estos países.

La experimentación se centró en la extracción de contaminantes orgánicos del agua. Los diversos contaminantes orgánicos se pueden clasificar como se presenta en la Tabla 6.1.

Tabla 6.1
Clases de contaminantes orgánicos²⁶.

Tipo	Ejemplos.
Alcoholes	Propanol, butanol, Etil-Hexanol.
Aldehidos	Furfural.
Aromáticos	Benceno, Tolueno, Xileno, Etil-benceno, Clorobenceno, Nitrobenceno, etc.
Acidos Carboxílicos	Acido Butírico, Acido propiónico.
Hidrocarburos clorinados	Dicloroetano, tricloroetano, Cloruro de metileno, etc.
Esteres	Esteres de acidos carboxílicos, Butil-acetato, etc.
Hidrocarburos	Hexano, Heptano, Naftaleno.
Cetonas	Acetona, Metil-etil-cetona, Metil-isobutilcetona, etc.
Nitrilos	Acetonitrilo, Acrilonitrilo.
Fenoles	PCBs, Pentaclorofenol.

Se seleccionó trabajar con aquellos compuestos orgánicos que quedarían dentro de la clasificación de aromáticos. Para este tipo de contaminantes las restricciones en los Estados Unidos se encuentran en el orden de 1.0 a 1.5 mg/l dependiendo del contaminante y el Estado de que se trate.

En la experimentación se trabajó con los tres primeros contaminantes de la lista de la Tabla 6.1, que son: Benceno, Tolueno y Xileno. Para estos contaminantes el nivel de concentración mínima propuesto por la EPA²⁰

para disposición en tierras es de 2.0 mg/l, e incluso llegan a ser más exigentes como por ejemplo en el caso de Phoenix Arizona, los límites de descarga para el benceno están en 0.13 mg/l y para el Tolueno en 1.35 mg/l²¹.

Actualmente la legislación mexicana contempla estos compuestos en dos Normas Tecnicas Ecológicas, la NTE-CCA-018/88 para descargas de aguas residuales provenientes de la industria de laminación, extrusión y estiraje de cobre y sus aleaciones y la NTE-CCA-019/88 referente a la industria de impregnación de productos de aserradero. En ambas normas estos compuestos se encuentran incluidos en el artículo 5 que indica " Además de los parámetros anteriores serán incluidos en las condiciones particulares de descarga los siguientes:" ⁵.

La remoción biológica de estos hidrocarburos aromáticos en plantas de tratamiento biológico para descargas industriales ha sido de 60% para el benceno y 52 % para el tolueno bajo el proceso de lodos activados y de 84 a 96% para el benceno y 93% para el tolueno en lagunas de aereación^{22, 23}, donde la concentración en el influente esta reportada en 10 mg/l para el benceno, y no se especifica en el caso del tolueno.

En estudios efectuados en Du Pont ²⁹ para remociones de contaminantes orgánicos prioritarios en plantas de tratamiento de agua residuales industriales, reportan que para una planta de tratamiento biológico convencional de 20 kgal/min, las remociones obtenidas son: para el benceno 90.5%, para el tolueno 97.2% y para los xilenos 87.1%.

Por otra parte existe un parámetro que nos ayuda a conocer la biodegradación de los compuestos, y es la relación que existe entre la demanda biológica de oxígeno y los requerimientos teóricos de oxígeno para su total oxidación a CO₂ y H₂O. Para los compuestos que se estudiaron en el presente trabajo, este parámetro se muestra en la Tabla 6.2

Tabla 6.2. Relación entre la demanda biológica de oxígeno y los requerimientos teóricos para los compuestos estudiados.^{24, 25}

Compuesto	DTO g/g	DBO ₅ g/g	DBO ₅ / DTO.
Benceno	3.08	1.65	0.536
Tolueno	3.17	0.92	0.290
o-Xileno	3.17	1.80	0.570
m-Xileno	3.17	2.53	0.800
p-Xileno	3.17	2.35	0.740

Otro proceso utilizado para la eliminación de contaminantes es la remoción con aire ("Air stripping"). La eficiencia de remoción mediante este proceso para diversos contaminantes se presenta en forma cualitativa en la Tabla 6.3.

Tabla 6.3. Eficiencia de Remoción para varios contaminantes orgánicos mediante eliminación con aire²⁷.

Eficiencia de Remoción	Compuestos
Buena	Cloruro de vinilo, Diclorofluorometano, 1,1-dicloroetileno, 1,2-dicloroetileno, triclorofluorometano, bromuro de metilo, acetona, tetracloruro de carbono, clorometano, triclorometano.
Moderada	1,2-trans-dicloroetileno, etilbenceno, tolueno, xileno, benceno, clorobenceno, 1,1,1-triclorometano, cloroformo, 1,3-diclorobenceno.
Poca	Cloruro de metileno, 1,2,4 triclorobenceno, 1,4-diclorobenceno, 1,2-dicloropropano, 1,2-dicloropropileno, etc.
No	2 clorofenol, nitrobenceno, metil etil cetona, pentaclorofenol, fenol.

En los estudios efectuados por Du Pont, mencionados anteriormente²⁹, para el mismo influente a la planta de tratamiento biológico convencional, la remoción para los compuestos estudiados en esta tesis, utilizando únicamente "Air Stripping" se reporta cuantitativamente y esta es de: 70% para el Tolueno, 80% para los Xilenos y 87% para el Benceno. Así mismo, mencionan para el mismo influente a la planta de tratamiento biológico convencional la remoción alcanzada utilizando el proceso de tratamiento biológico con carbón activado pulverizado (PACT®), siendo esta de: 87% para los Xilenos, 97% para el Tolueno y 98% para el Benceno.

En los Estados Unidos se han efectuado estudios de extracción supercrítica para efluentes de plantas de tratamiento biológico convencional para aguas residuales de refinerías y plantas químicas desde 1987 por medio de la EPA⁴, con el propósito de establecer este proceso como método de solución para el tratamiento de estos efluentes, utilizando para ello una planta piloto de extracción líquido-líquido utilizando CO₂ supercrítico como solvente con capacidad de 1 galón por minuto de agua a condiciones de flujo máximo. En estos estudios reportan la concentración típica en el efluente de la planta de tratamiento biológico convencional para los hidrocarburos aromáticos que se estudian en esta tesis, siendo esta concentración la presentada en la Tabla 6.4.

Tabla 6.4.
Concentración de contaminantes orgánicos aromáticos

Contaminates	Concentración.
Benceno	12.0 mg/l
Tolueno	11.0 mg/l
Xileno	78.0 mg/l

Como se puede apreciar, estos efluentes aun están lejos de los límites normativos por lo que en esta experimentación se fijó el objetivo de *llevar la concentración de estos contaminantes desde este nivel hasta concentraciones menores a 1.0 mg/l que se requerirían para cumplir con una normatividad del nivel a la existente en Estados Unidos.*

6.2. Metodología.

6.2.1. Matriz de experimentos.

Una vez definido el objetivo de las pruebas se procedió a conseguir los compuestos orgánicos y se prepararon soluciones que tuvieran un nivel de contaminación similar al nivel de concentración mínimo alcanzado por los métodos de tratamiento biológicos convencionales descritos anteriormente. Las soluciones preparadas se presentan en la Tabla 6.7.

Tabla 6.7.
Concentración de soluciones.

Muestra /Contaminates	Concentración.
Muestra #1 (Benceno)	11.25 mg/l
Muestra #2 (Tolueno)	11.07 mg/l
Muestra #3 (Xileno)	78.30 mg/l
Muestra #4 Compuesta	
Benceno	11.25 mg/l
Tolueno	16.70 mg/l
Xileno	82.40 mg/l

Para la preparación de estas soluciones, se utilizó agua destilada y el componente en calidad de reactivo analítico. El procedimiento empleado fué el siguiente: Utilizando una balanza analítica, a un vaso con 50 mls de agua destilada se le agregó con micropipeta el reactivo analítico, hasta llegar al peso que nos diera el nivel de concentración deseado y posteriormente se aforó a un litro en matraz de aforado con agua destilada.

Teniendo ya preparadas las soluciones y equiparando la extracción supercrítica con el proceso de air-stripping se propuso que el comportamiento de extracción antes de alcanzar el equilibrio seguiría un mecanismo similar al del proceso de air-stripping, siendo este el siguiente:

$$\ln \frac{C}{C_0} = - \frac{H (G/V)}{RT} * t \quad (30)$$

Donde:

- C : Concentración residual del contaminante.
- C₀ : Concentración inicial del contaminante.
- t : Tiempo de residencia.
- G : Flujo másico del fluido supercrítico.
- V : Volumen de muestra contaminada.
- T : Temperatura de operación.
- R : Constante del Gas.
- H : Constante de la ley de Henry.

Basandose en este modelo las variables de operación del proceso serían básicamente dos: El tiempo de residencia debido a que suponiendo, como lo es el modelo, primer orden, la relación entre las demás variables del modelo deberá ser una constante y La presión de operación que nos determinaría la posición de nuestro fluido supercrítico en el diagrama de presión reducida vs densidad reducida que se presentó en el capítulo anterior (ver Figura 5.1).

La presión de operación deberá ser superior al punto crítico del CO₂ que es de 72.9 atm. (1070 lb/in²). Por otra parte el sistema de manómetros del equipo experimental tiene una precisión de medición a intervalos de 100 lb/in². Además es conveniente estar lo más cercano posible al punto crítico, porque la compresión del gas que se utilice como fluido supercrítico representaría un costo de operación, debido al consumo de energía del compresor.

En base a lo anterior se estableció la presión de operación en el punto inmediato superior al nivel de medición más cercano al punto crítico, para evitar cualquier descompresión durante la operación, siendo este entonces 1200 lb/in².

Al operar el equipo para alcanzar la presión de operación de 1200 lb/in² se eleva la temperatura hasta los 115 °F durante la compresión y el nivel medio de temperatura durante la operación se mantenía en el

rango de 98-104 °F, el cual esta por encima de la temperatura crítica del CO₂, 87.8 °F, y su variación de una prueba a otra fue tan pequeña que se pudo considerar prácticamente constante.

El flujo de CO₂ a operar durante la prueba se utilizó en un nivel de 30% de la capacidad del compresor, equivalente a 138 mls de CO₂/hr. con el propósito de eliminar algun riesgo de arrastre durante la operación de la prueba.

El volúmen de muestra se varió entre las pruebas con benceno y las demás pruebas en 5 mls, para comprobar que pequeños cambios en las variables del modelo no afectan al comportamiento general del mismo, independientemente del tipo de compuesto bajo estudio.

Bajo estas consideraciones la matriz de experimentos quedó reducida a contaminante contra tiempo de residencia. Se fijaron cinco tiempos de residencia razonables que nos dieran a la hora de escalar el proceso equipos no muy grandes por razones que se explicarán en el capítulo VII, siendo estos 15, 30, 45, 60 y 90 minutos.

La matriz de experimentos quedó definida entonces como se muestra en la Tabla 6.8

Tabla 6.8.
Matriz de Experimentos.

Tiempo\Contaminante	Benceno	Tolueno	Xileno
15 min.	***	***	***
30 min.	***	***	***
45 min.	***	***	***
60 min.	***	***	***
90 min.	***	***	***

Despues de efectuar los experimentos de la tabla anterior y sí los resultados alcanzados de estos eran positivos, se procedería a una

segunda etapa en la cual se trabajaría con una muestra con los tres contaminantes.

Para trabajar con esta muestra la variable tiempo se fijaría como: *el mayor tiempo al cual se haya logrado la extracción deseada con las muestras simples*, y se efectuarían tres experimentos más, manteniendo las mismas condiciones de presión de operación del fluido supercrítico, variando ahora el flujo de fluido supercrítico.

El primer experimento con 138 mls de CO₂/hr, el segundo con 276 mls de CO₂/hr, y el tercero operando a las condiciones de flujo máximas que nos permita el equipo de laboratorio, 460 mls de CO₂/hr.

6.2.2. Equipo de Extracción.

El sistema utilizado en el laboratorio fué un equipo de extracción supercrítica "Milton-Roy" con las características descritas a continuación. Además en la Figura 6.1 se muestra un diagrama esquemático del equipo de extracción supercrítica y en las fotografías 6.1 a 6.3 se muestra el equipo.

* Dimensiones generales del equipo:

Altura 80 cm. Ancho 45 cm. Largo 120 cm.

* Bomba dosificadora de émbolo de doble cabezal "LDC Analitical" equipada con micrómetros manuales para ajustede flujo de 0 a 460 ml/hr. El cabezal para la alimentación del disolvente esta equipado con una chaqueta de enfriamiento para la alimentación del CO₂ líquido. El cabezal auxiliar se utiliza para alimentar muestras líquidas en forma continua.

* Tres recipientes de acero inoxidable 316. Uno de ellos sirve como extractor y dos como separadores.

* Tres válvulas reguladoras de presión.

* Dos mantas de calentamiento, para el extractor y el primer separador, ambas con controladores proporcionales de temperatura.

* Las condiciones de operación máximas del equipo son:

Temperatura: 212 °F Presión: 5000 psi.

El procedimiento de operación del equipo es el siguiente:

* Con el propósito de mantener el CO₂ en estado líquido a su paso por el compresor se procede a circular agua fría proveniente de un baño de hielo por una chaqueta de enfriamiento

* Se alimenta el extractor con la solución problema, cerrando primeramente la válvulas de alimentación y drenado.

* Se cierra la válvula de drenado del separador, la válvula de descarga del compresor así como las válvulas reguladoras de presión de los tanques de extracción y separación.

* El control de flujo de CO₂ se abre al 100% para llegar a la presión de operación más rápidamente.

* Se abre la válvula del cilindro de CO₂, la de descarga del compresor y la de alimentación al extractor. Cuando se igualen las presiones en los tres manómetros (600-850 psi según T ambiente), se procede a arrancar el compresor.

* Cuando se alcanza la presión de operación, 1200 psi, en el extractor se abre la válvula reguladora de presión del extractor para evitar que siga subiendo la presión y para comenzar a alimentar al tanque separador. En este momento empieza a contar el tiempo de operación de la prueba.

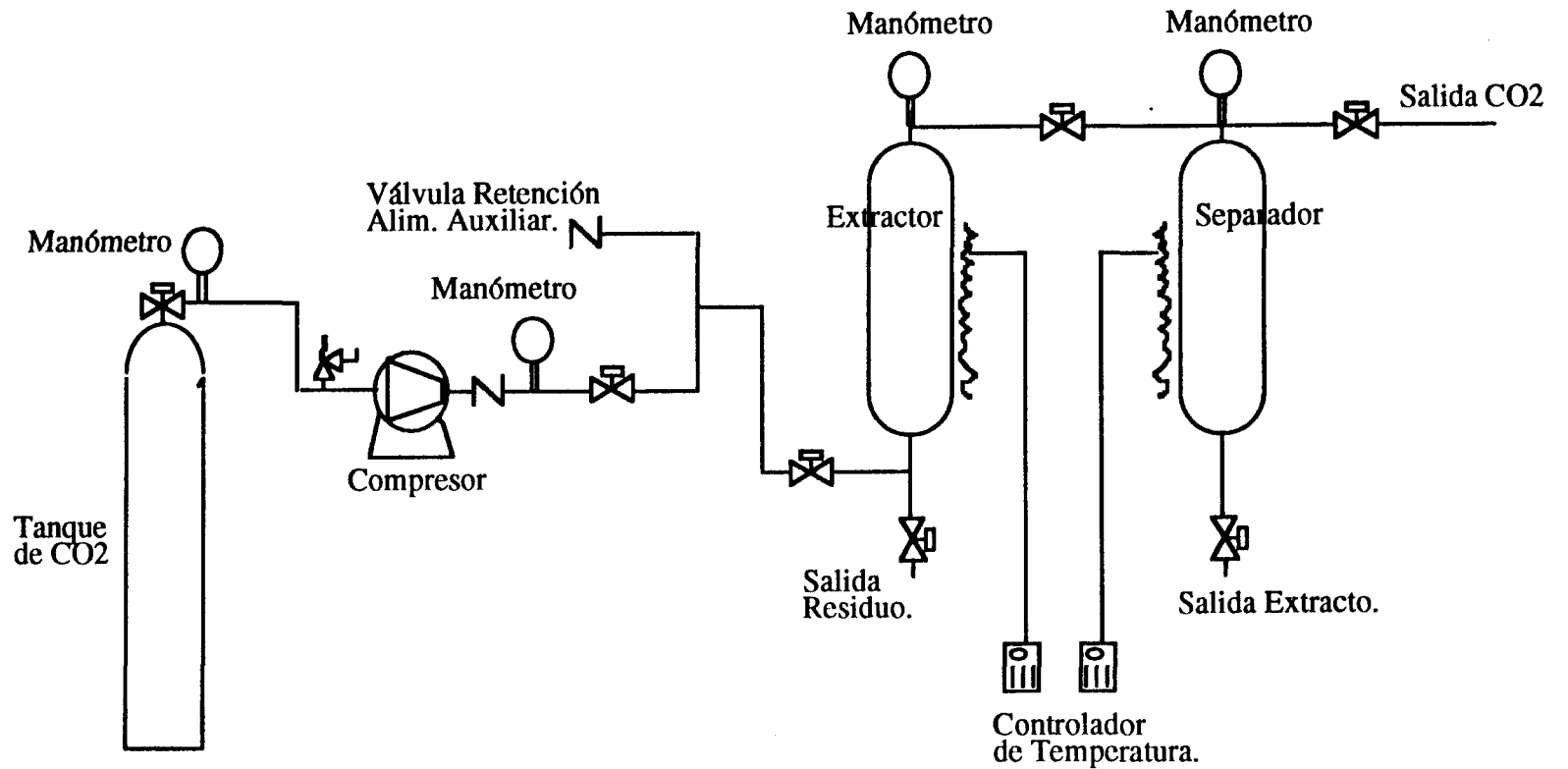
* Cuando alcanza el tanque separador una presión de 600 psi, se abre la válvula reguladora de presión para permitir el flujo de CO₂ y mantener un diferencial de presión que nos permita llevar a cabo la separación del contaminante del CO₂, al dejar este de ser un fluido supercrítico.

* Al concluir el tiempo establecido en la prueba, se cierra el flujo del gas y se apaga el compresor. Se cierra el tanque de almacenamiento y se comienza a bajar la presión lentamente en el extractor hasta igualarla con la del separador. Este último paso debe realizarse con sumo cuidado pues se puede ocasionar un arrastre de fluido volviéndose completamente inválida la corrida pues se volverían a mezclar los contaminantes.

* Al igualar la presión del tanque extractor con la del separador se abre completamente la válvula reguladora de presión del extractor y continua disminuyendo la presión de los tanques con la válvula reguladora de presión del separador.

* Al alcanzar 0 psi manométricas en ambos recipientes se procede a abrir las válvulas de drenado y coleccionar las muestras para su análisis. .

FIGURA 6.1 Diagrama Esquemático del equipo de Extracción Supercrítica.



6.2.3. Equipo de Medición.

Para la determinación de los análisis de las pruebas experimentales se utilizó un cromatógrafo de gases "HP-5890 serie II" con detector selectivo de masas "HP-5971" y cromatógrafo de gases de carga dinámica espacial (Dynamic Headspace) "Tekmar ALS-2016 y 2000" para determinación de compuestos orgánicos volátiles. Este equipo se presenta en las fotografías 6.4 a 6.6.

El principio fundamental de la cromatografía es la migración de un soluto, debida a una fase estacionaria que propicia una atracción, con la de una fase en movimiento. La aplicación de este principio a los sistemas volátiles ha sido un gran avance en los análisis cualitativos y cuantitativos. En la cromatografía de gas líquido se prepara una columna que contiene un soporte inerte recubierto con una fase líquida estacionaria. La fase en movimiento es un gas inerte, en nuestro caso utilizamos nitrógeno. La mezcla de muestra se introduce en la corriente de gas y, por tanto dentro de la columna. El inyector, la columna y los detectores se calientan. El proceso de migración diferencial está gobernado por la partición del soluto entre la fase gaseosa en movimiento y la fase líquida estacionaria. Por lo tanto, la velocidad de transporte para un soluto a través de la columna depende de la velocidad de flujo del gas transportador, de la temperatura y de la fase líquida estacionaria.

El detector más común es el de conductividad térmica, los dos lados del detector, una referencia y una muestra forman los dos lados del puente. Como sólo un gas transportador esta pasando a través de los dos lados el puente se encuentra balanceado. Con el paso adicional de algun otro gas, además del gas transportador por un lado del detector, la conductividad térmica de ese lado cambia y el puente queda fuera de balance. La señal de desbalanceo se amplifica y se alimenta a un registrador gráfico.

Para el análisis cuantitativo, la mejor medida de la cantidad presente es el área bajo el pico, relacionandose con el porcentaje en peso de las especies presentes en la muestra. El area bajo el pico se mide mediante integración.

El procedimiento empleado en la medición en el equipo Tekmar ALS-2016 es el siguiente:

* Se procedió a limpiar todo el material a utilizar con agua destilada, detergente no graso, mezcla crómica y metanol, se seco a 180°C por tres horas. En los viales automuestreadores después del enjuague con metanol se desactivan con dimetildiclorosilano y se secan a 180°C por 12 horas.

* Las condiciones de operación del sistema purga/trampa son las siguientes:

Tiempo de purgado: 12.0 minutos.

Tiempo de purga seca: 2.0 minutos.

Flujo del gas de purgado: 40 ml/min.

Temperatura de enfriamiento para el control de humedad: 4°C

Temperatura de enfriamiento del módulo criogénico: -150°C

Temperatura de precalentamiento de la trampa: 175°C

Temperatura de desorción de la trampa: 180°C

Tiempo de desorción: 4.0 minutos

Temperatura de inyección: 200°C

Tiempo de inyección: 0.75 minutos.

Tiempo de lavado de la trampa: 8.0 minutos.

Temperatura de lavado de la trampa: 225 °C

La presión máxima del nitrógeno líquido en el módulo criogénico debe ser de 70 psi.

* Las condiciones del sistema GC/MSD (Cromatógrafo de gases con detector selectivo de masas) son:

En el sistema "Chemstation" se establece el siguiente programa de análisis:

Temperatura del inyector: 180 °C

Temperatura inicial: 50°C

Tiempo inicial: 5.0 minutos.
Rampa de calentamiento: 5°C/minuto.
Temperatura final: 200 °C
Tiempo final: 1.0 minuto.
Temperatura de la línea de transferencia: 250°C

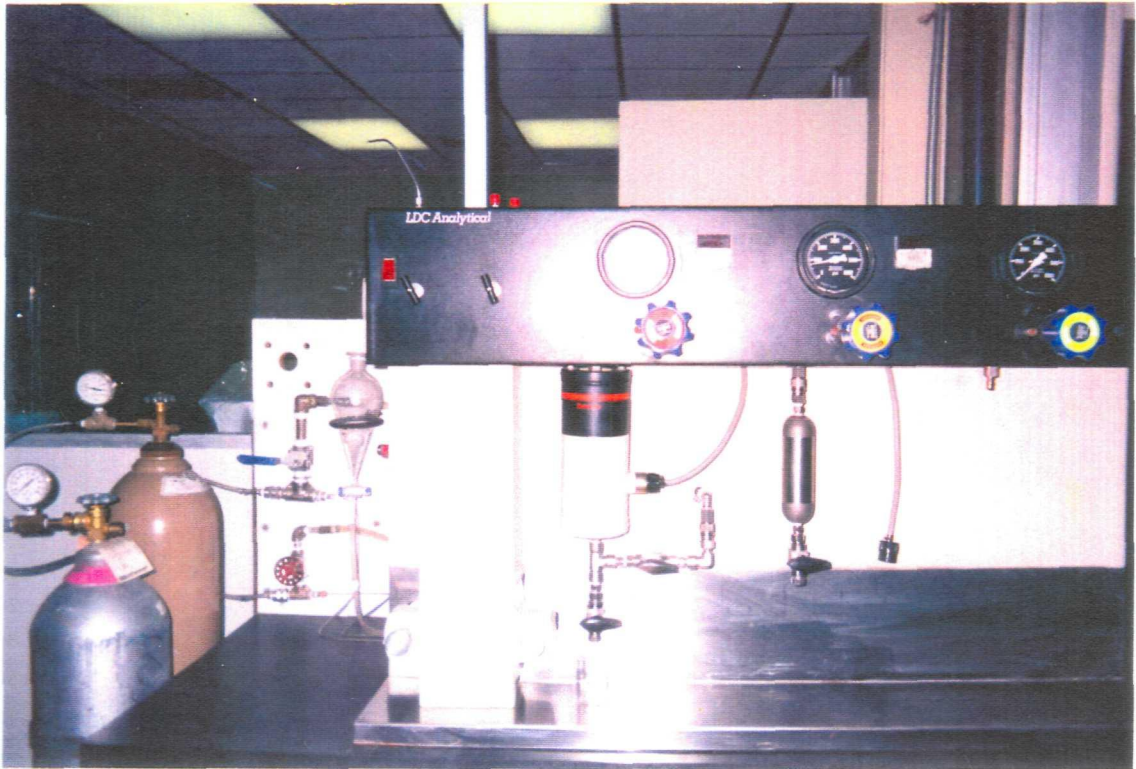
En el detector selectivo de masas las condiciones son:
Rango de unidades de masa atómica monitoreadas: 25 a 300
EMVolts absolutos: 2400
Mediciones/segundos: 1.9
Muestreo : 2

* El MSD se calibra inyectando o purgando 50 ng de 4-bromo-fluorobenceno, cumpliendo su espectro de masas con el estándar, efectuando esta calibración antes de analizar las muestras o después de doce horas de trabajo continuo.

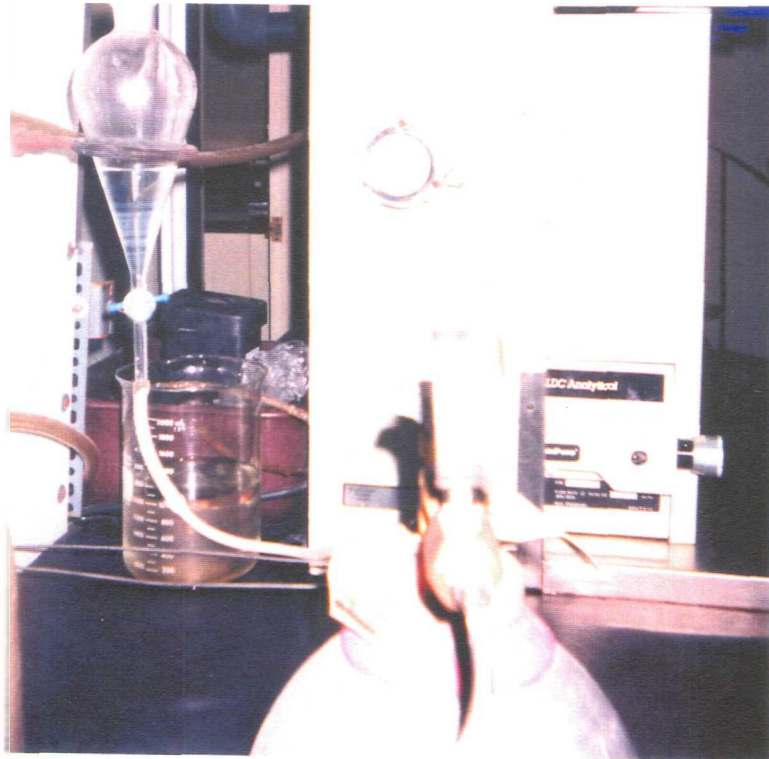
* Todas las muestras y estándares están a temperatura ambiente antes de proceder al análisis.

* Purgar los viales del equipo Tekmar ALS-2016 por 8 minutos para eliminar la contaminación del ambiente del laboratorio. Enseguida operar sobre la trampa durante un periodo entre 10 a 15 minutos.

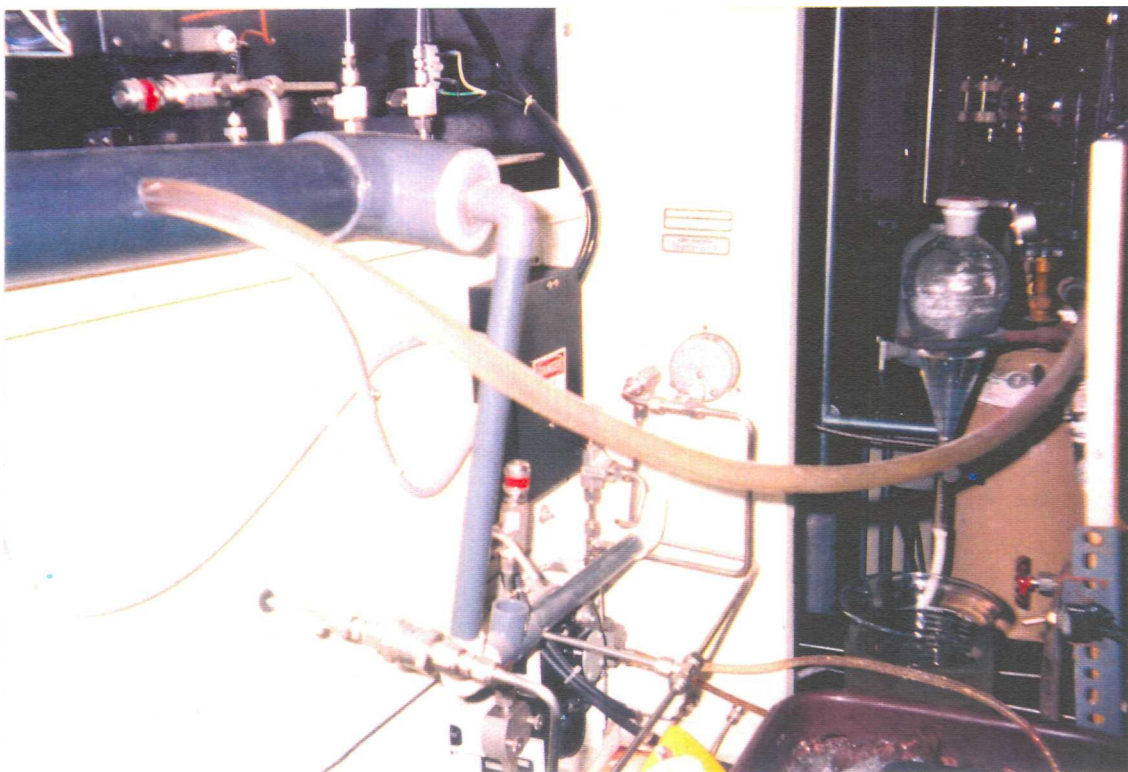
* Programar la secuencia de análisis en el "Chemstation" así como en el controlador Tekmar LSC2000. Iniciando dicha secuencia con el purgado y análisis de un vial vacío y enseguida agua tipo II ASTM para verificar interferencias en el equipo, después de estos dos blancos se analizan las muestras.



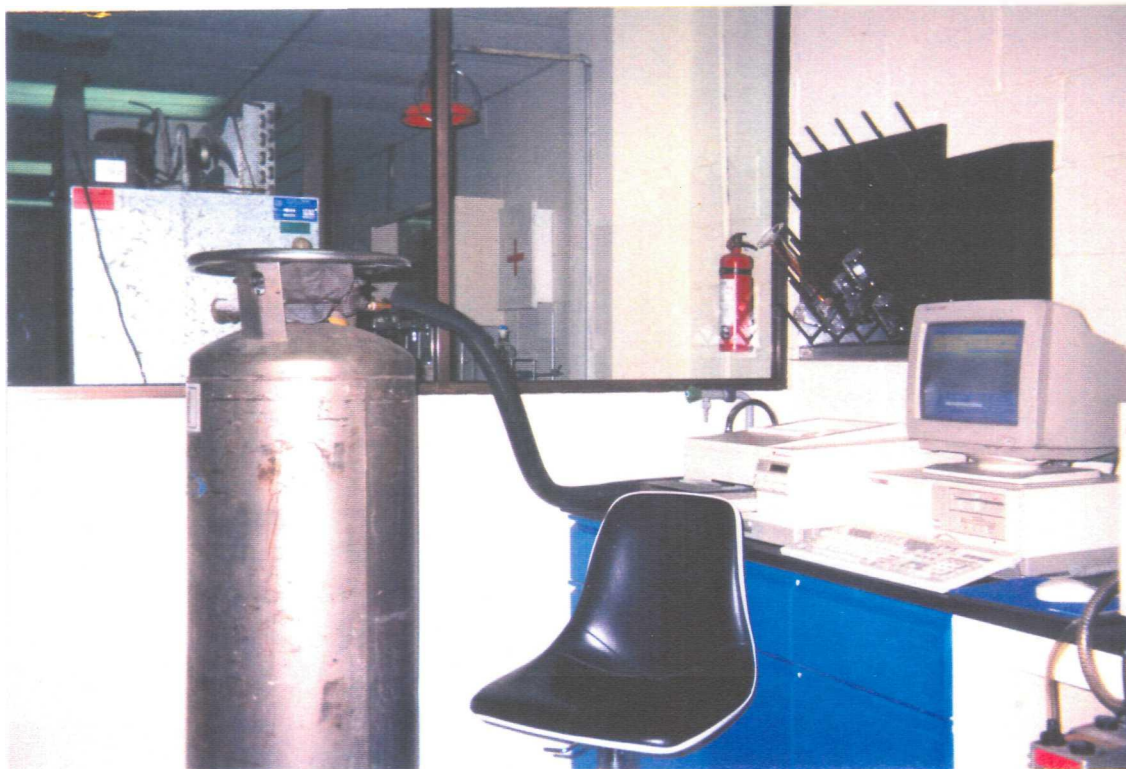
Fotografía 6.1.
Equipo de Extracción Supercrítica.
Separador, Extractor,
Válvulas reguladoras
de presión y manómetros.



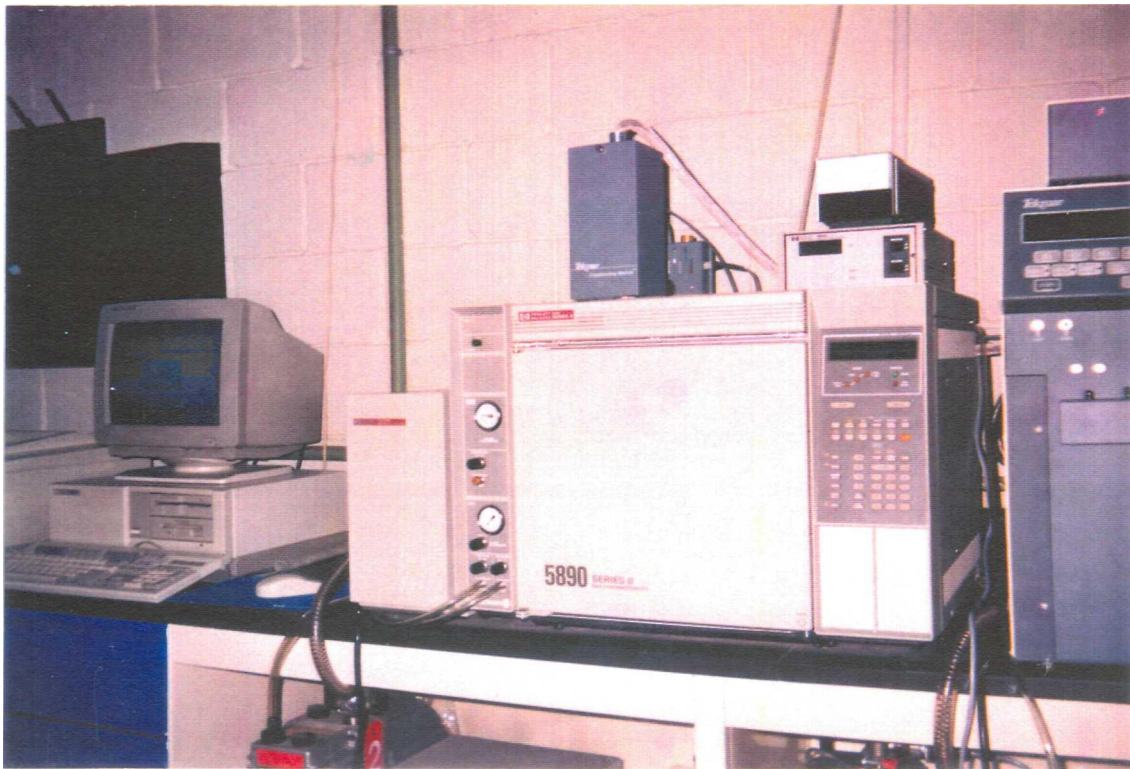
Fotografía 6.2. Sistema de alimentación.
Tanque de CO₂ , Compresor y sistema de enfriamiento.



Fotografía 6.3.
Tuberías y válvulas del equipo de extracción supercrítica.



Fotografía 6.4.
Tanque de nitrógeno líquido y registrador "Chemstation".



Fotografía 6.5.
Cromatógrafo de gases "HP-5890 serie II" y
detector selectivo de masas "HP-5971"



Fotografía 6.6.
Cromatógrafo de gases de carga dinámica espacial
(Dynamic Headspace)
y equipo de muestreo automático.

6.3 Resultados.

Las pruebas efectuadas segun la matriz de experimentos son las presentadas en la Tabla 6.9

Tabla 6.9.
Identificación de Experimentos.

Tiempo\C.O.	Benceno	Tolueno	Xileno
15 min.	01/F	06/A	11/D
30 min.	02/1005	07/1007	12/1009
45 min.	03/E	08/B	13/C
60 min.	04/1004	09/1008	14/1010
90 min.	05/1003	10/1006	15/1011

Tiempo	Gasto CO ₂	Contaminante	Identificación.
60 min.	138 ml/hr	Ben./Tol./Xil.	16/1012
60 min.	276 ml/hr	Ben./Tol./Xil.	17/G
60 min.	460 ml/hr	Ben./Tol./Xil.	18/1013

* Las pruebas con un sólo contaminante se efectuaron con 138 ml/hr de CO₂.

* En la identificación el primer número indica el número de prueba y el segundo es el número asignado en el Laboratorio Central de Atlatec, lugar donde nos facilitaron el cromatógrafo de gases para los análisis.

En las Tablas 6.10 a 6.12 se presenta un resumen de los resultados alcanzados con las muestras que contenían un sólo contaminante, la información a detalle se puede consultar en los apéndices B y C.

Tabla 6.10.
Remoción de Benceno.

Presión: 1200 psi . Flujo de CO₂ :138 ml/hr.

Tiempo	Benceno residual (ppm)	% de Extracción.
15 min.	0.3881	96.55%
30 min.	0.3435	96.95 %
45 min.	0.0565	99.49 %
60 min.	0.0635	99.44 %
90 min.	0.0640	99.43 %

Tabla 6.11.
Remoción de Tolueno.

Presión: 1200 psi . Flujo de CO₂ :138 ml/hr.

Tiempo	Tolueno residual (ppm)	% de Extracción.
15 min.	0.2895	97.38 %
30 min.	0.1761	98.41 %
45 min.	0.0826	99.25 %
60 min.	0.0779	99.30 %
90 min.	0.0743	99.33 %

Tabla 6.12.
Remoción de Xileno.

Presión: 1200 psi . Flujo de CO₂ :138 ml/hr.

Tiempo	Xileno residual (ppm)	% de Extracción.
15 min.	11.0498	85.89 %
30 min.	9.1339	88.33 %
45 min.	1.0368	98.67 %
60 min.	1.0473	98.66 %
90 min.	0.8536	98.91 %

6.4. Análisis de Resultados.

Considerando la forma en la que se llevó a cabo la experimentación, la extracción supercrítica fue llevada a cabo mediante contacto en una sola etapa. De acuerdo a lo anterior el sistema operó como una extracción de una sola etapa, por lo que se puede definir el balance de materia global como sigue:

$$A + B = M = C + D$$

donde:

- A: Alimentación (Agua contaminada)
- B: Disolvente (CO₂ supercrítico)
- M: Mezcla.
- C: Extracto (CO₂ con contaminante)
- D: Refinado (Agua descontaminada)

Definiendo el balance para el contaminante este quedaría como sigue:

$$A x_0 + B y_0 = M x_m = C x_1 + D y_1$$

donde:

- x_0 : Concentración de contaminante en la alimentación,
- y_0 : Concentración de contaminante en el disolvente,
- x_m : Concentración de contaminante en la mezcla,
- x_1 : Concentración de contaminante en el extracto,
- y_1 : Concentración de contaminante en el refinado.

Sí el disolvente es puro (no contiene al contaminante), $y_0 = 0$. Los tiempos de operación nos indican el consumo de CO₂, para calcularlo en unidades de masa se utilizó el diagrama de la Figura 5.1 del capítulo anterior, del cual se obtiene una densidad del CO₂ supercrítico de 0.1872 g/cm³, y al dividir esta entre el gasto de CO₂ y multiplicar este resultado por el tiempo de operación se obtiene el consumo para cada tiempo, siendo estos los presentados en la Tabla 6.13.

Tabla 6.13.
Consumo de CO₂.

Tiempo	mg de CO ₂ .
15 min.	6.4594
30 min.	12.9188
45 min.	19.3782
60 min.	25.8336
90 min.	38.7504

En la gráfica 6.1 se presenta la concentración del benceno en el refinado (y_1) contra el tiempo de extracción, encontrándose que a los 10 minutos de operación al 30% de la capacidad del compresor se logra la concentración requerida de 1.0 mg/l, teniéndose un consumo de 4.3062 mg de CO₂. En la gráfica 6.2 se presenta la relación entre la concentración de benceno en el refinado con respecto a la concentración inicial en el agua contaminada en función del tiempo de extracción, y se observa como a los 40 minutos de operación se alcanza la concentración mínima de benceno en el refinado, a partir de ese tiempo ya no se logra reducir la concentración del contaminante.

En la gráfica 6.3 se presenta la concentración del tolueno en el refinado (y_1) contra el tiempo de extracción, encontrándose que a los 7 minutos de operación al 30% de la capacidad del compresor se logra la concentración requerida de 1.0 mg/l, teniéndose un consumo de 3.0144 mg de CO₂. En la gráfica 6.4 se presenta la relación entre la concentración de tolueno en el refinado con respecto a la concentración inicial en el agua contaminada en función del tiempo de extracción, y se observa como a los 33 minutos de operación se alcanza la concentración mínima de tolueno en el refinado, a partir de ese tiempo ya no se logra reducir la concentración del contaminante.

En la gráfica 6.5 se presenta la concentración de xileno en el refinado (y_1) contra el tiempo de extracción, encontrándose que a los 60 minutos de operación al 30% de la capacidad del compresor se logra la concentración requerida de 1.0 mg/l, teniéndose un consumo de

25.8336 mg de CO₂. En la gráfica 6.6 se presenta la relación entre la concentración de xileno en el refinado con respecto a la concentración inicial en el agua contaminada en función del tiempo de extracción, y se observa como a los 45 minutos de operación se alcanza la concentración mínima de xileno en el refinado, a partir de ese tiempo prácticamente ya no se logra reducir la concentración del contaminante.

En las gráficas 6.7 a 6.9 se muestran las concentraciones en el refinado para cada uno de los xilenos de manera independiente, y en ellas se observa como prácticamente a la hora de operación se alcanza la mínima concentración en cada caso, variando únicamente el tiempo requerido para lograr la concentración de 1.0 mg/l debido básicamente a las diferencias de concentración inicial de los componentes individuales.

Al representar los resultados de acuerdo con el modelo propuesto para el sistema de extracción supecrítica, donde este se comporta siguiendo un mecanismo similar al del proceso de air-stripping, se obtuvo para cada contaminante lo siguiente :

- Benceno: En la gráfica 6.2 se presenta la relación entre la concentración de benceno en el refinado con respecto a la concentración inicial en el agua contaminada en función del tiempo de extracción, y se observan dos secciones claramente definidas. La primera de ellas corresponde al periodo de extracción, durante el cual la relación de la concentración del benceno en el refinado contra la concentración inicial va disminuyendo constantemente. La pendiente de esta recta correspondería, según el modelo presentado al inicio de este capítulo, a la constante de equilibrio de la ley de Henry.

Esta constante al ser evaluada según las condiciones de operación de extracción de benceno con fluido supercrítico y la pendiente de la recta, sería la siguiente:

$$\begin{aligned}
 -0.13333 &= - \frac{H (G/V)}{RT} \\
 -0.13333 &= - \frac{H (0.06567 \text{ min}^{-1})}{(0.08205 \text{ atm-lt}/(\text{molgr}^\circ\text{K})) (311.11^\circ\text{K})} \\
 H &= 51.8267 \text{ (atm-lt/molgr)}
 \end{aligned}$$

Durante los primeros 40 minutos de operación la extracción es dominada por el equilibrio termodinámico y en el punto en el que alcanza el límite de solubilidad se alcanza la concentración mínima y ya no se logra reducir la concentración del contaminante, dominando ahora el mecanismo de difusión.

- Tolueno: En la gráfica 6.4 se presenta la relación entre la concentración de tolueno en el refinado con respecto a la concentración inicial en el agua contaminada en función del tiempo de extracción, y se observan al igual que con el benceno, las dos regiones de operación. Evaluando bajo las mismas bases la constante de Henry según los datos experimentales obtenemos lo siguiente:

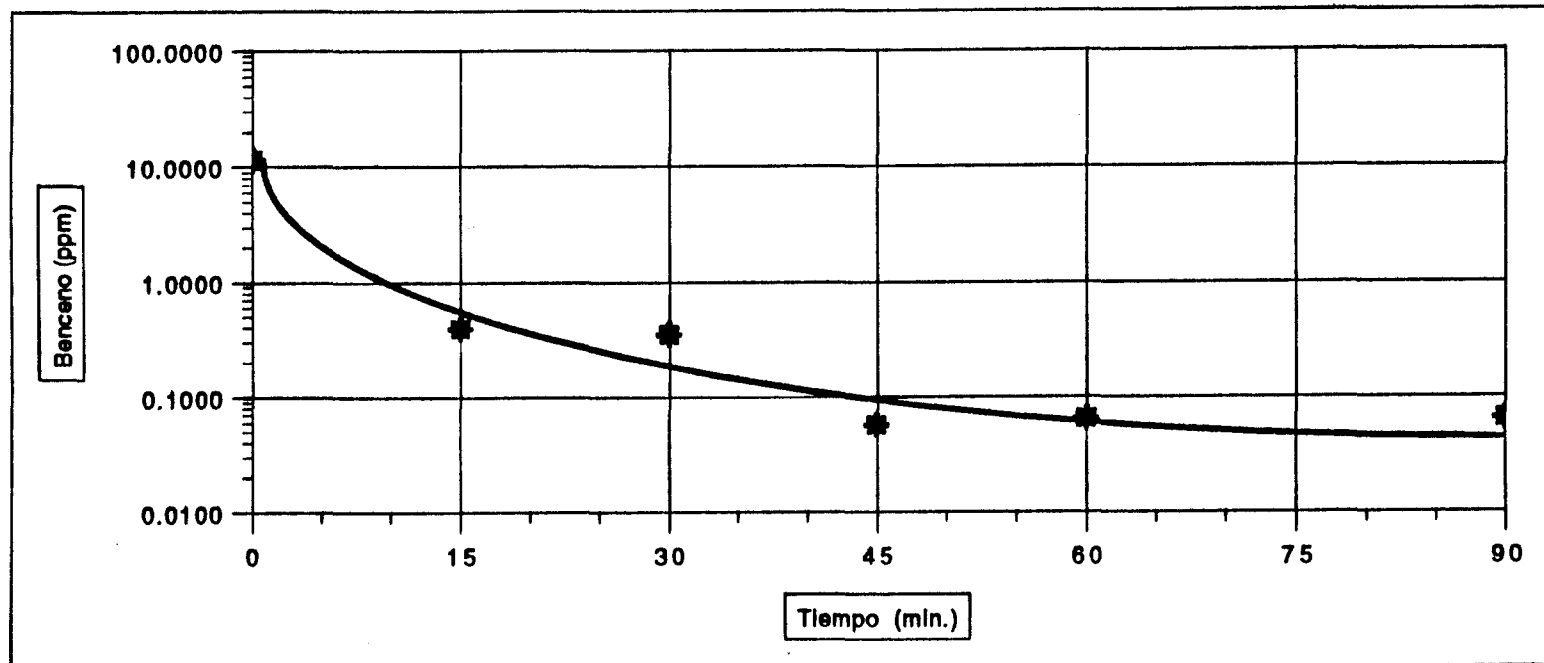
$$\begin{aligned}
 -0.15671 &= -\frac{H (G/V)}{RT} \\
 -0.15671 &= -\frac{H (0.0575 \text{ min}^{-1})}{(0.08205 \text{ atm-lt}/(\text{molgr}^\circ\text{K})) (311.33^\circ\text{K})} \\
 H &= 69.6191 \text{ (atm-lt/molgr)}
 \end{aligned}$$

Al trabajar con el tolueno, se requirieron sólo 33 minutos de operación para alcanzar la concentración mínima en el refinado, no logrando reducir más la concentración del contaminante.

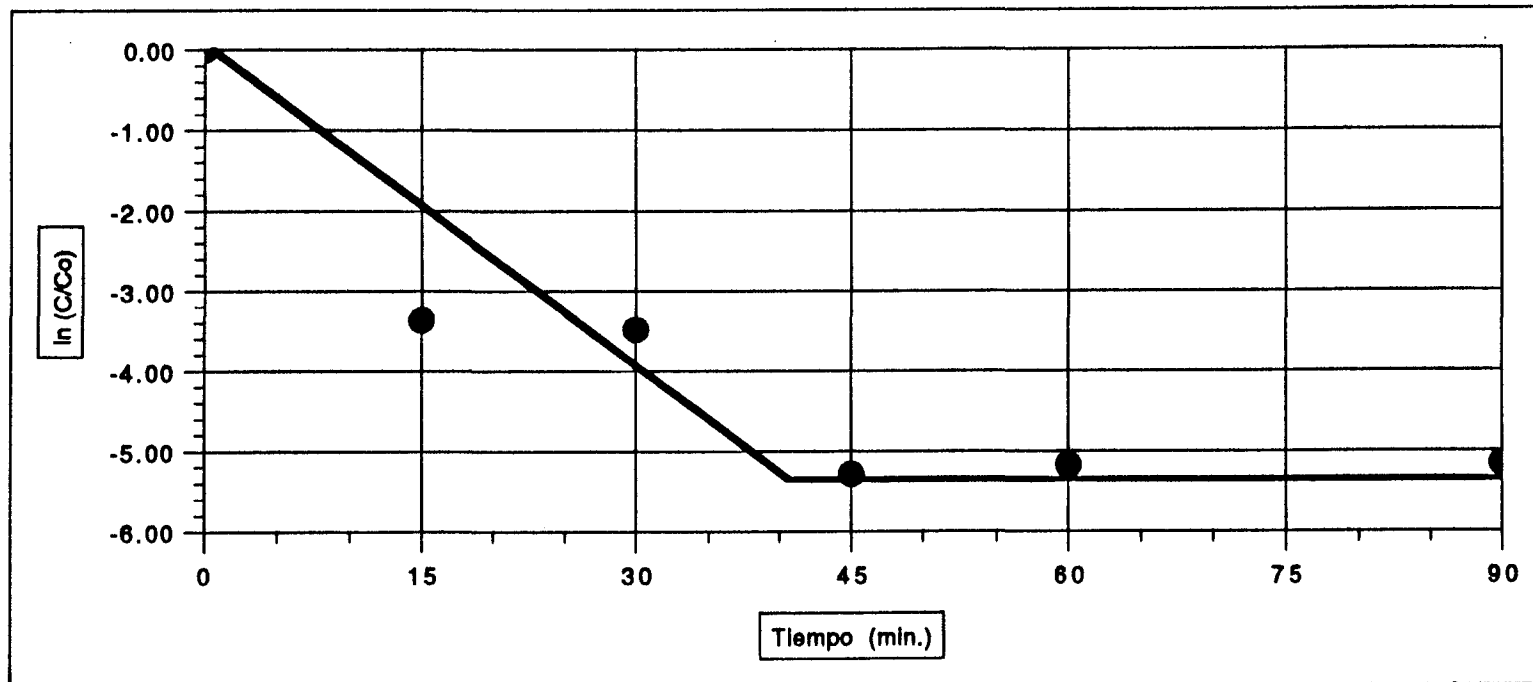
- Xileno: En la gráfica 6.6 se presenta la relación entre la concentración de benceno en el refinado con respecto a la concentración inicial en el agua contaminada en función del tiempo de extracción. Efectuando el mismo análisis que para los otros contaminantes obtenemos la siguiente constante de Henry:

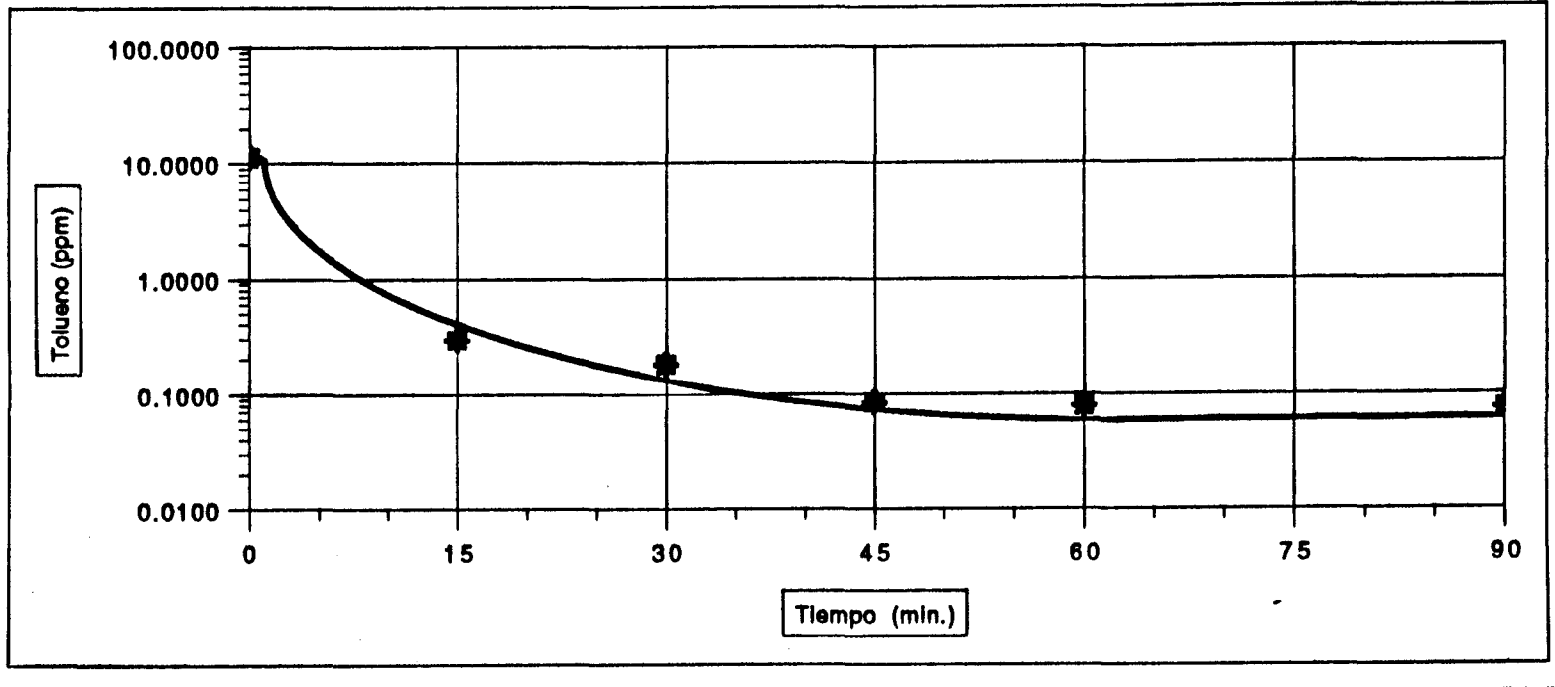
$$\begin{aligned}
 -0.09667 &= -\frac{H (G/V)}{RT} \\
 -0.09667 &= -\frac{H (0.0575 \text{ min}^{-1})}{(0.08205 \text{ atm-lt}/(\text{molgr}^\circ\text{K})) (310.56^\circ\text{K})} \\
 H &= 42.8398 \text{ (atm-lts/molgr)}
 \end{aligned}$$

En el caso de los xilenos fueron necesarios 45 minutos de operación para alcanzar la concentración mínima en el refinado.

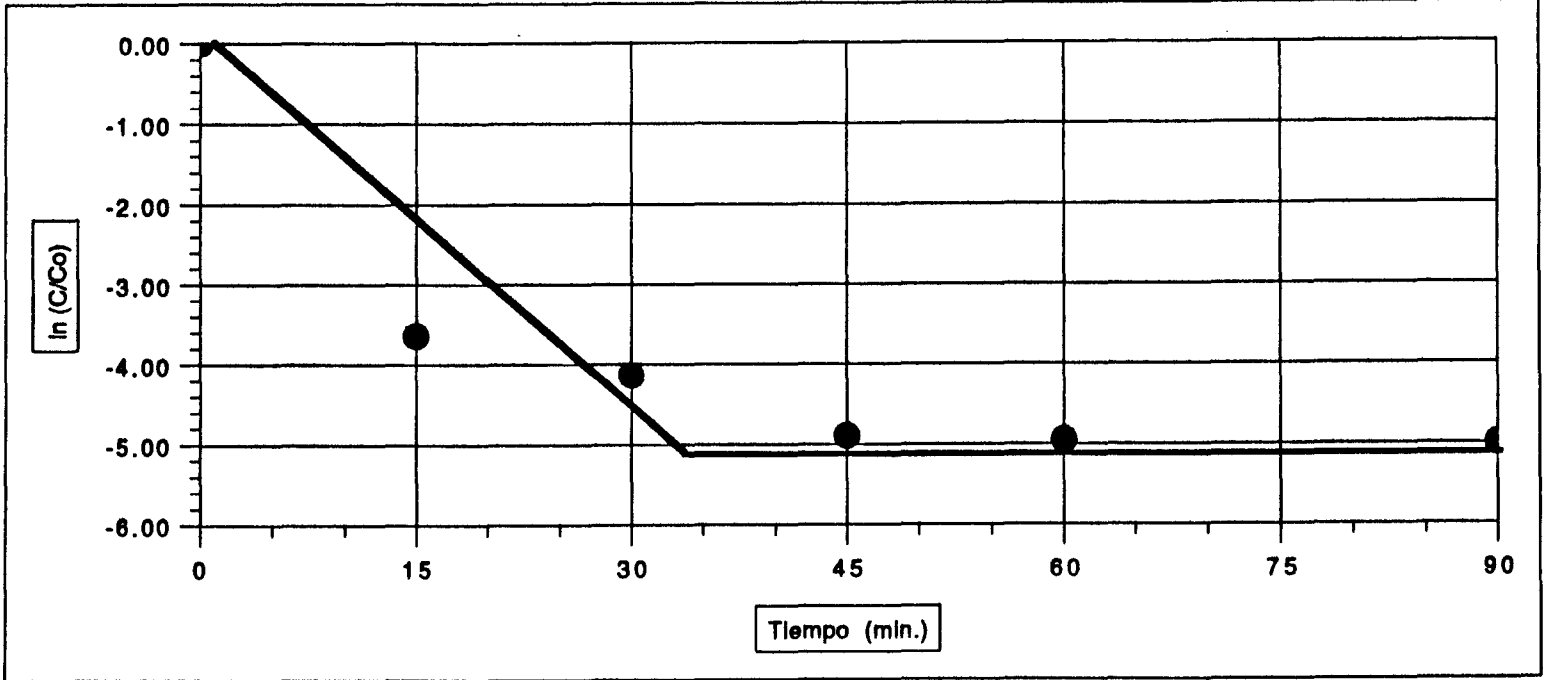
Gráfica 6.1 Concentración de Benceno en el refinado *f* (tiempo)

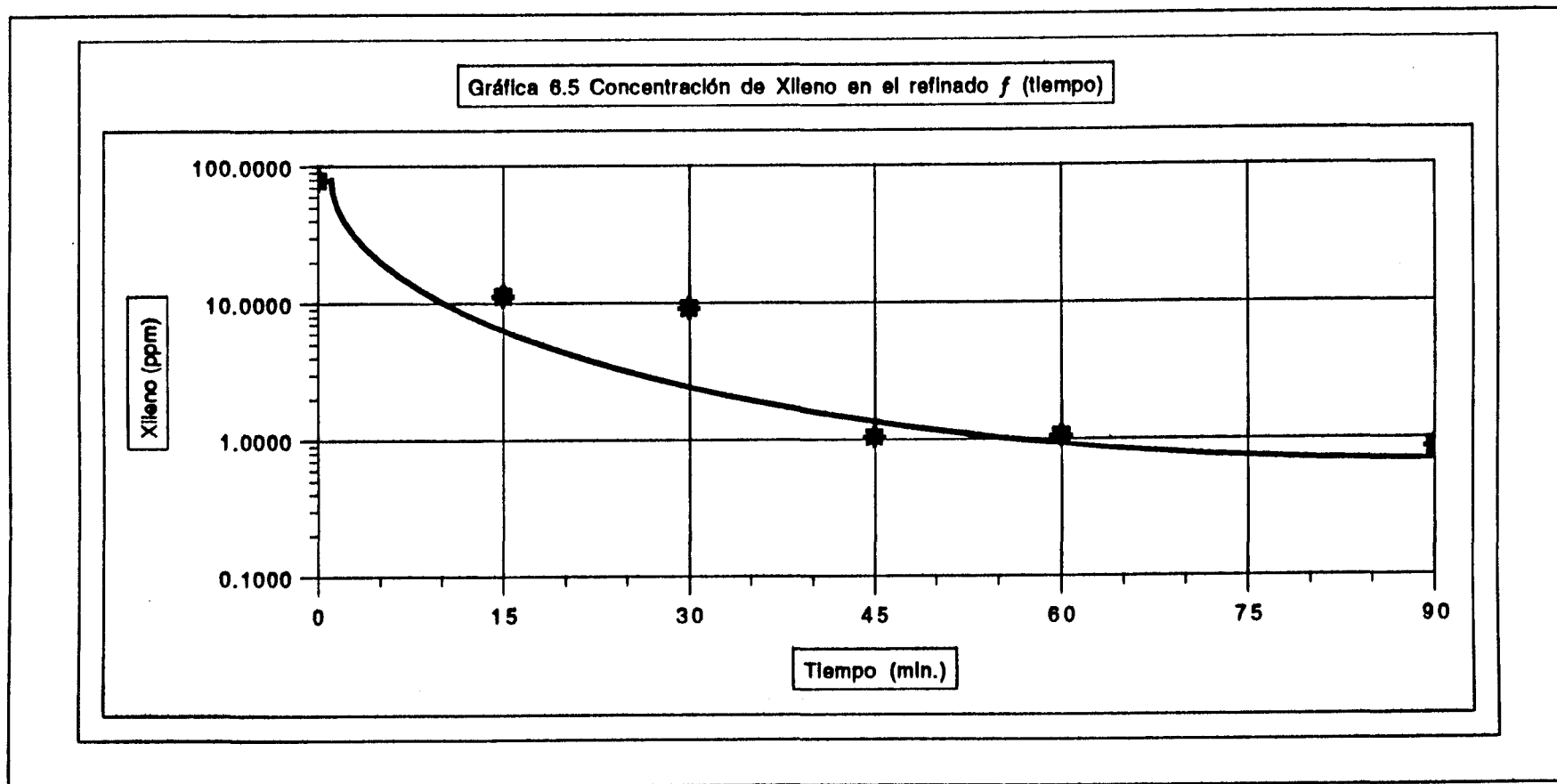
Gráfica 6.2 Relación de benceno en el refinado / concentración inicial como función del tiempo.



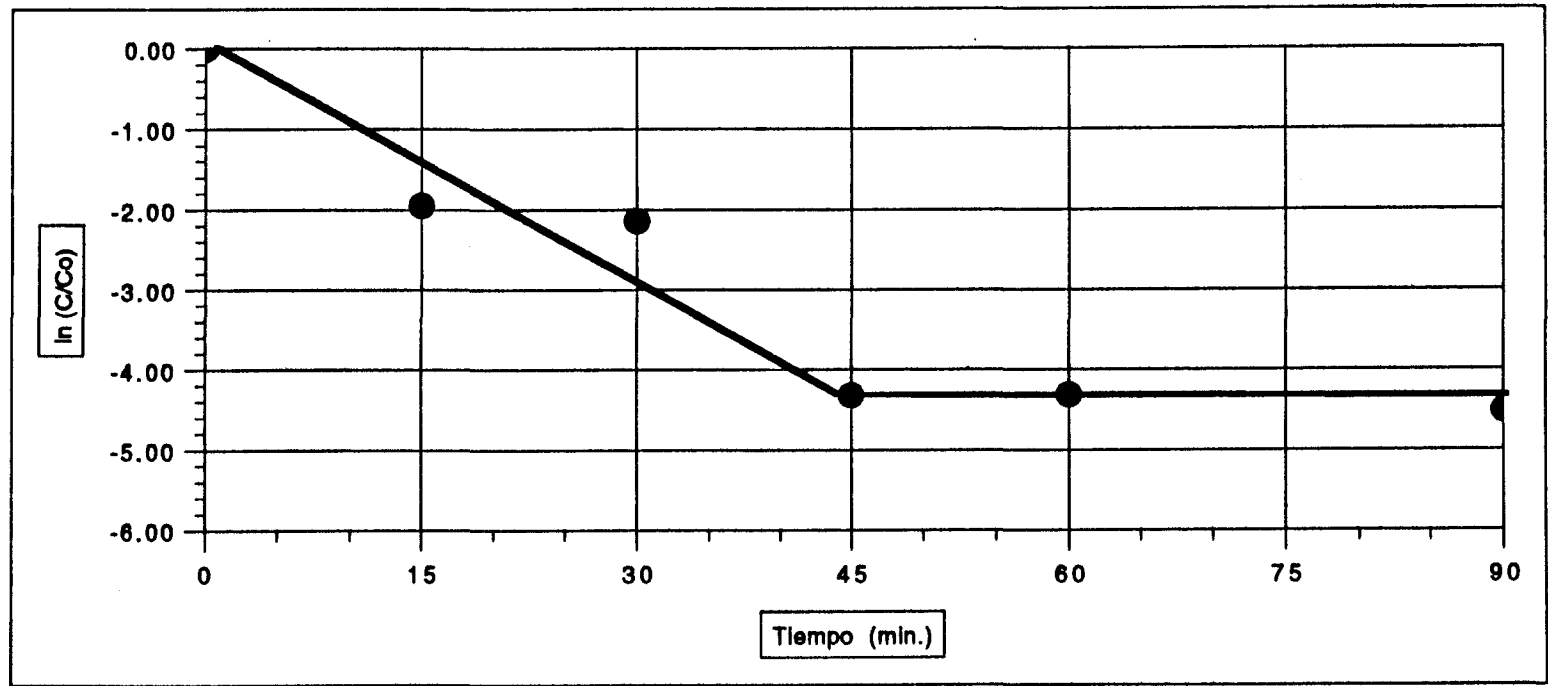
Gráfica 6.3 Concentración de Tolueno en el refinado *f* (tiempo)

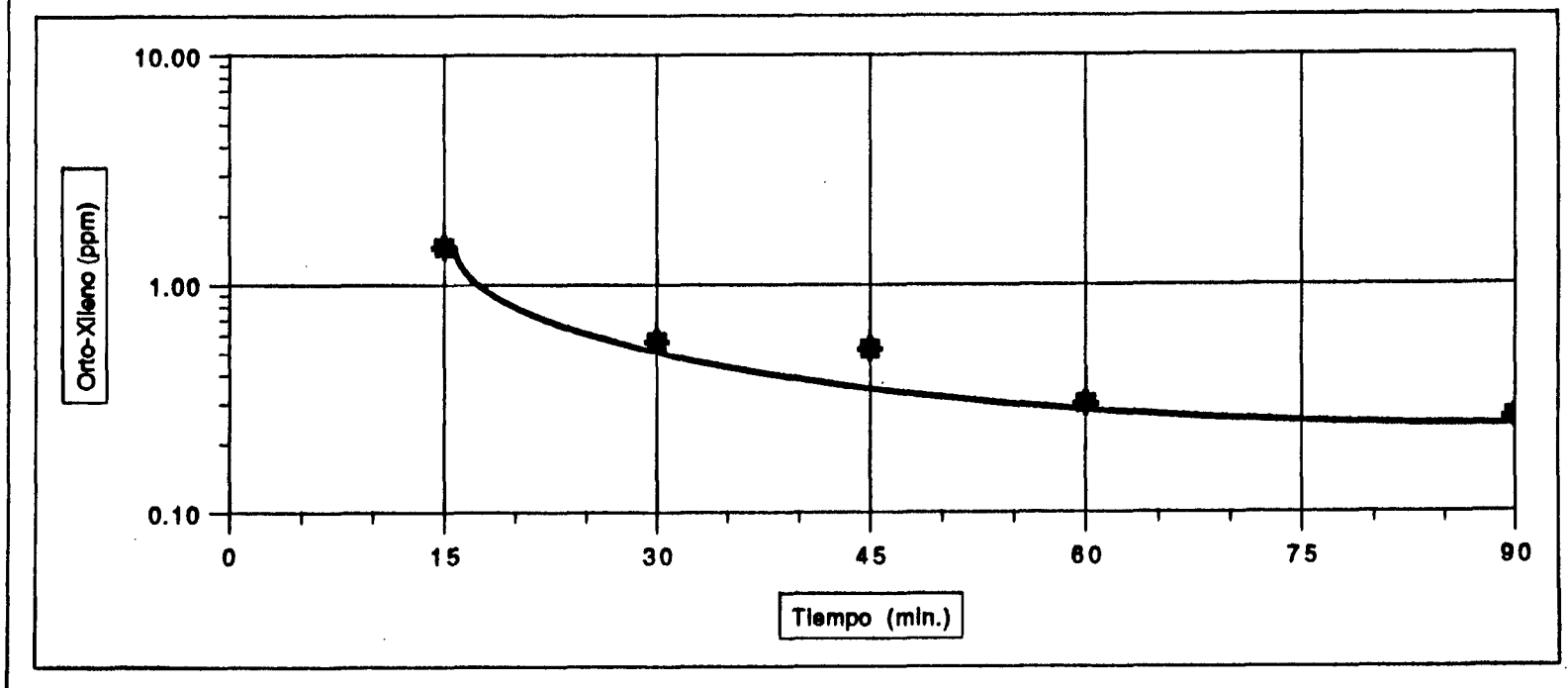
Gráfica 6.4 Relación de tolueno en el refinado / concentración inicial como función del tiempo.



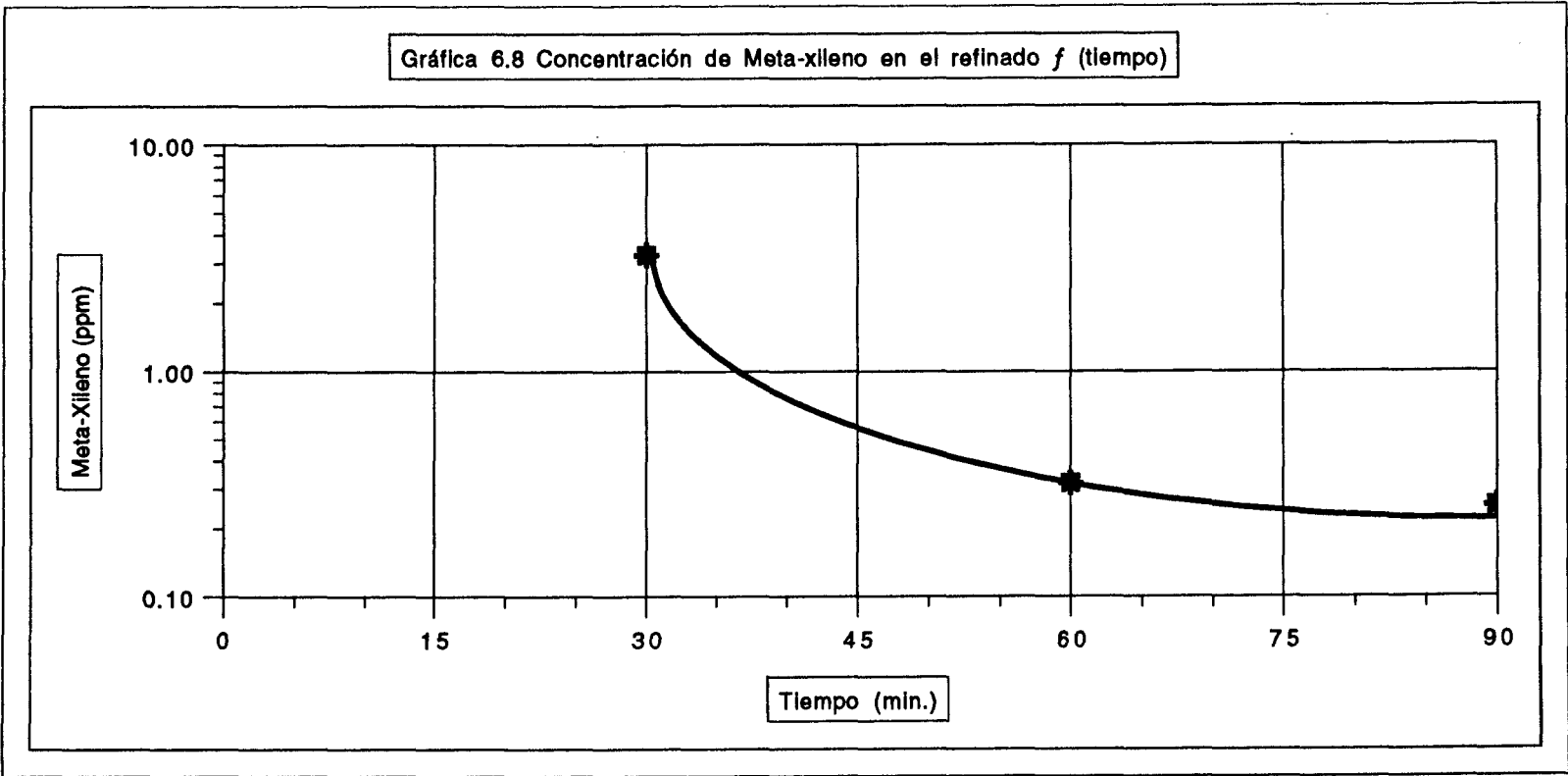


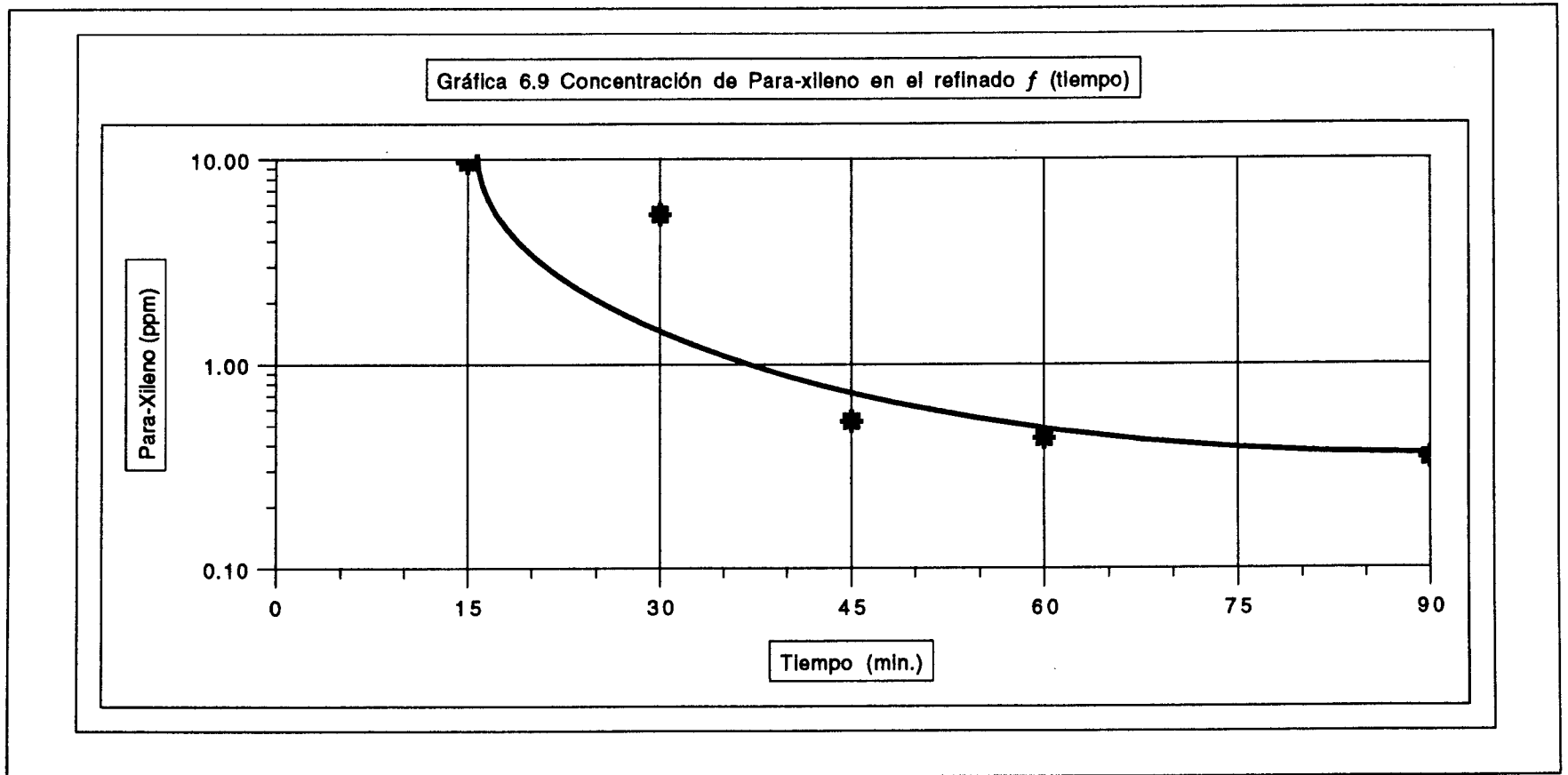
Gráfica 8.6 Relación de xileno en el refinado /concentración inicial como función del tiempo.



Gráfica 8.7 Concentración de Orto-xileno en el refinado *f* (tiempo)

Gráfica 6.8 Concentración de Meta-xileno en el refinado f (tiempo)





Resumiendo lo anterior, en la Tabla 6.14 se presentan la constante de Henry y la pendiente del modelo para cada uno de los contaminantes.

Tabla 6.14.
Constantes obtenidas bajo el modelo
de equilibrio termodinámico.

Contaminante	H (atm-lt/molgr)	H (G/V) . RT (min)-1
Benceno	51.8267	0.13333
Tolueno	69.6191	0.15671
Xileno	42.8398	0.09667

Por otra parte, al efectuar las pruebas con la mezcla de contaminantes se corrió primeramente a las mismas condiciones de flujo de CO₂ y a un tiempo de 1 hora que es donde en las pruebas particulares, se logró la remoción hasta el nivel deseado. Las extracciones obtenidas en esta prueba y el nivel de concentración alcanzado se presentan en la Tabla 6.15.

Tabla 6.15.
Prueba #16 : Muestra Compuesta.
30% de capacidad del compresor.

Contaminante	Concentración residual	% de Extracción.
Benceno	4.6989	58.20 %
Tolueno	0.2920	98.25 %
Xilenos	3.1935	96.12 %

Debido a que no se alcanzan los niveles requeridos, se efectuaron las otras pruebas, en la que ahora la variable a modificar fue el flujo del CO₂ elevandose este a 60% y 100% de la capacidad del compresor. Los resultados alcanzados se presentan en las Tablas 6.16 y 6.17.

Tabla 6.16.
Prueba 17 Muestra Compuesta
60% de capacidad del compresor.

Contaminante	Concentración residual	% de Extracción.
Benceno	0.3383	96.99 %
Tolueno	0.0667	99.60 %
Xilenos	1.6894	97.95 %

Tabla 6.17.
Prueba 18 Muestra Compuesta
100% de capacidad del compresor.

Contaminante	Concentración residual	% de Extracción.
Benceno	0.2180	98.07 %
Tolueno	0.0650	99.61 %
Xilenos	0.7020	99.15 %

El consumo de CO₂ para las pruebas con muestras compuestas se presenta en la Tabla 6.18

Tabla 6.18.
Consumo de CO₂.

Prueba	mg de CO ₂ .
Prueba #16	25.8336
Prueba #17	51.6672
Prueba #18	86.1120

En la gráfica 6.10 correspondiente al benceno se observa que al haber otros contaminantes presentes, este es removido lentamente debido a que como se determinó con los contaminantes individuales la velocidad de remoción del tolueno es mayor a la del benceno y como el xileno se encuentra en mayor cantidad, el fluido supercrítico tiene preferencia por estos antes que por el benceno, y lo empieza a remover sólo hasta que se ha removido prácticamente todo el tolueno y el xileno se

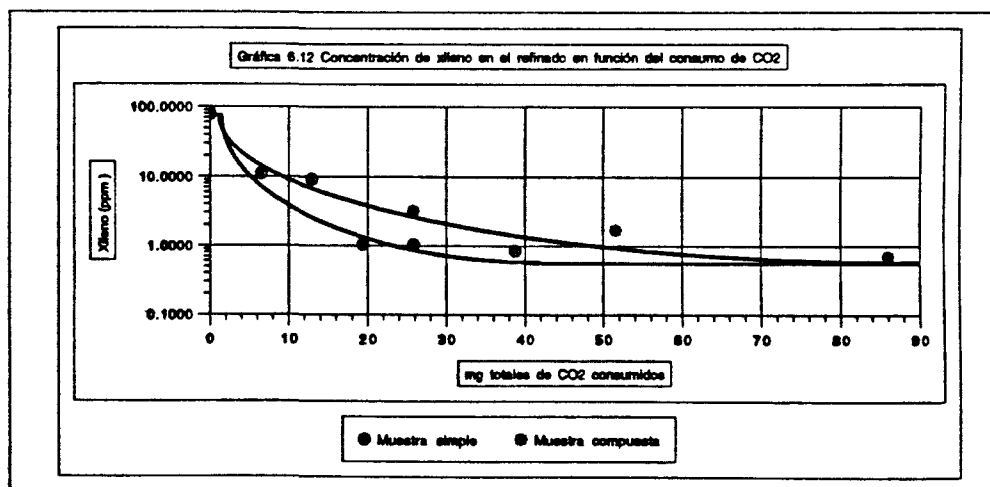
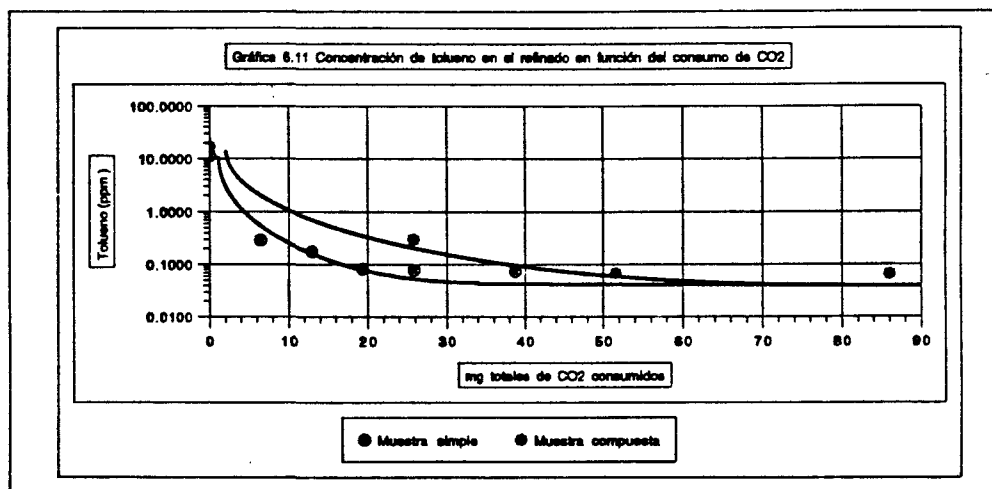
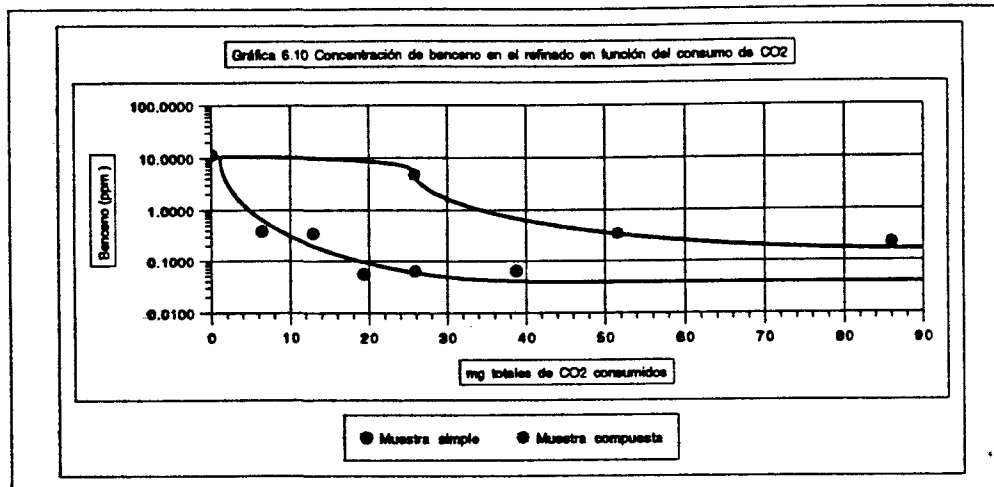
encuentra en un nivel similar al del benceno, alcanzando de todas formas el nivel de concentración requerido en el refinado.

Al analizar el tolueno, ver gráfica 6.11, se presentan los mismos efectos que cuando se encuentra este contaminante unicamente, incluso se llega a la misma concentración mínima de 0.06 ppm.

En el análisis de los xilenos, gráfica 6.12, se observa que al igual que con el tolueno, la concentración mínima vuelve a ser alcanzada y que se logra el nivel de concentración deseado en el extracto.

Al trabajar con la muestra compuesta, al tener un consumo de 50 mg/l de CO₂ todos los contaminantes se encontraron dentro del nivel establecido por las normas, lo que equivaldría a operar el equipo de laboratorio por 1 hora a 58% de la capacidad del compresor o a 30% de capacidad durante un tiempo de 1°56'24" .

Con esta última prueba, queda demostrada la factibilidad del proceso, a nivel laboratorio, para remover estos contaminantes del agua a los niveles fijados, faltando unicamente la optimización del proceso para las variables de tiempo y gasto.



VII. PREDISEÑO DE EQUIPO A ESCALA PILOTO.

7.1. Criterios de Escalamiento.

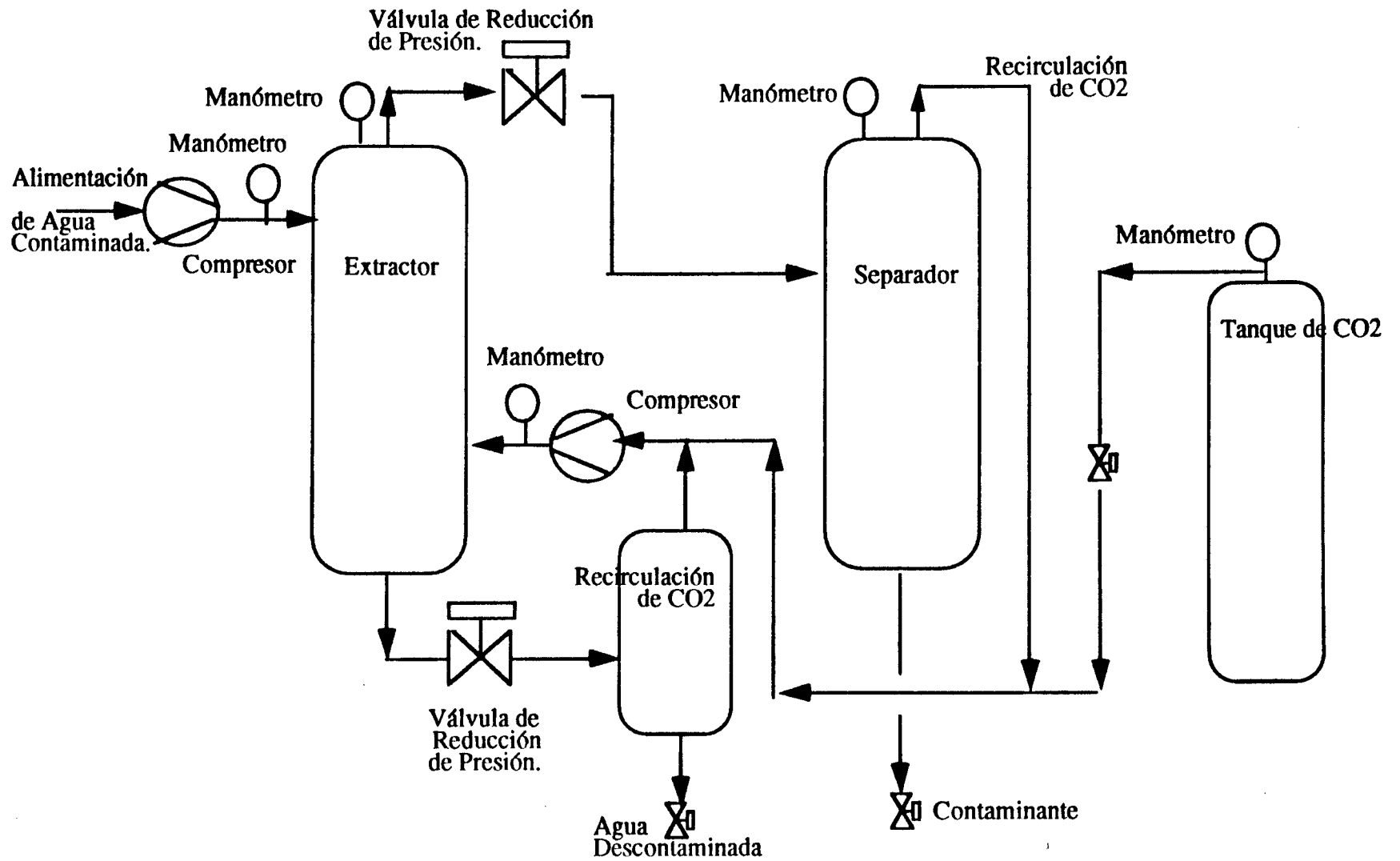
Para el escalamiento de las pruebas de laboratorio a nivel piloto se tomaran como base los siguientes criterios:

- *La planta piloto será instalada en la plataforma de un trailer, con el propósito de tener la oportunidad de poder llevar la planta a donde sea requerida, conectarse con el efluente contaminado y efectuar las pruebas, las cuales una vez concluidas, se podrá reutilizar la planta en otra instalación.
- *El escalamiento del equipo se hará conservando los principios de similaridad geométrica y fluidodinámica.
- *El tiempo de operación para el prediseño de la planta será de 1 hora, lo cual no será indicativo de limitante en la operación de la misma.
- *La capacidad de la planta piloto para tratar agua, se manejará al nivel de 4 l/min, es decir 1:6000 con respecto al gasto medio tratado en las pruebas del laboratorio, mismo que fué de 40 mls de muestra/hr.

7.2. Diagrama de flujo de proceso.

El proceso a nivel laboratorio se llevó de forma semi-batch. Se cargaba una cantidad de agua en el equipo extractor, se ponía en operación el equipo alimentando continuamente CO_2 y despues de un tiempo fijado, se detenía la operación para descargar el agua tratada. Tomando lo anterior en cuenta, el sistema a nivel piloto operará de la misma forma, la operación será semi-batch, sólo que se incluirá un sistema de recirculación de CO_2 , para aprovechar este fluido debido al incremento en consumo causado por el cambio de escala. En la Figura 7.1 se presenta un diagrama esquemático del proceso.

FIGURA 7.1 Diagrama de flujo de proceso.



7.3 Dimensionamiento de equipo.

7.3.1. Introducción.

La planta a nivel piloto se escaló con respecto al equipo de laboratorio utilizando principios de similaridad geométrica y dinámica. Una vez obtenidas las dimensiones principales del extractor y separador, se compararon contra los estándares máximos permitidos para plataformas de trailer tanto en la República Mexicana como en el resto de Norteamérica. Ya que cumplieron satisfactoriamente se procedió a dimensionar el equipo auxiliar (compresor y tanque de CO_2) y se efectuó un arreglo general de equipo incluyendo tuberías, válvulas, manómetros y tanque de recirculación de CO_2 en la plataforma de un trailer de dimensiones restringidas.

7.3.2. Escalamiento del tanque de extracción.

El principio de similaridad se refiere a las relaciones físicas de sistemas de diferente tamaño, y es el fundamento para el escalamiento a mayor o menor tamaño de los procesos físicos y químicos. La similaridad se puede definir de dos formas, a) especificando las relaciones de las medidas de un cuerpo o b) por la correspondencia de las medidas de dos cuerpos diferentes.

En la ingeniería química existen una gran cantidad de condiciones de similaridad entre las que podríamos mencionar: similaridad geométrica, similaridad mecánica, similaridad térmica, similaridad química y similaridad dinámica. Para el escalamiento del proceso simulado en laboratorio, se utilizará el principio de similaridad geométrica, esto debido a que el proceso no depende de intercambio de calor, ni ocurren reacciones químicas.

El principio de similaridad geométrica nos dice que " Dos cuerpos son geoméricamente similares cuando cada uno de sus puntos tiene una correspondencia con los puntos del otro cuerpo".⁶

Las relaciones generales del equipo de laboratorio para el tanque extractor son las siguientes:

La relación existente entre la altura(L) y el diámetro(D) es: $L/D = 3$.

La capacidad utilizada del tanque extractor era aproximadamente de 1/4 con respecto al volumen total del mismo (150 ml).

El tiempo de residencia de la muestra en el equipo fue de 1 hora.

En base a lo anterior y al gasto a manejar en la planta piloto (4 lpm) tendríamos lo siguiente:

Volumen de agua residual en 1 hora: 240 litros.

Volumen del tanque extractor: $240 * (4/1) = 960$ litros.

Diámetro del Tanque:

$$V = \frac{\pi D^2 L}{4}$$

$$\text{sí } L/D = 3$$

$$D = \sqrt[3]{(4V)/(3\pi)}$$

$$D = \sqrt[3]{(4 * 0.96 \text{ m}^3)/(3\pi)} = 0.741 \text{ metros.}$$

Altura del tanque:

$$L/D = 3$$

$$L = 3 * 0.741 \text{ metros} = 2.223 \text{ metros.}$$

No sería correcto escalar el espesor de la pared del tanque bajo el principio de similaridad geométrica, debido a que este depende más bien de las propiedades del material y de la presión interna a la que se operará en el mismo.

Para el cálculo del espesor de la pared debemos de considerar los criterios de la ASME para el diseño de recipientes a presión por lo que utilizamos la siguiente fórmula para el cálculo de el espesor de pared en tanques presurizados⁷:

$$\text{Espesor} = P_g R / (S E - 0.60 P_g)$$

Donde:

P_g = Presión máxima de operación en psi.

R = Radio interno del tanque en pulgadas.

S = Esfuerzo máximo permisible del material.

E = Eficiencia.

De la información requerida para calcular el espesor de la pared, tenemos:

$$\text{Radio} = (0.741 \text{ m}/2) * (1 \text{ pulgada}/0.0254 \text{ m}) = 14.58 \text{ pulg}$$

$$\text{Presión máxima} = \text{Presión operación} * (1.5)$$

$$1200 \text{ psi} * (1.5) = 1800 \text{ psi.}$$

Eficiencia: Se recomienda considerar 0.85⁷

Esfuerzo máximo permisible: S

Según las especificaciones de la A.S.M.E. en la Tabla 7.1 se presentan los esfuerzos máximos permisibles para el acero al carbón y el acero inoxidable.

Tabla 7.1
Valores de esfuerzos máximos
permisibles para aceros.

Esp. A.S.M.E. No.	Grado	Comp.Nominal	Resist. mín a tensión	Para temp. max 200°F
Acero al carbón.				
SA-515	70	C-Si	70000 psi	17500 psi
Acero inoxidable				
SA240	304	18Cr-8Ni	75000 psi	15600 psi
SA-240	304L	18Cr-8Ni	70000 psi	13300 psi
SA-240	316	16Cr-12Ni-2Mo	75000 psi	16100 psi

Fuente: Tablas 6.57 y 6.59, Transporte y almacenamiento de fluidos, Robert Perry y Cecil Chilton, Manual del Ing. Químico.

Descartando el acero inoxidable 304L por ser el más bajo y utilizando el inmediato superior para calcular el espesor, tendríamos una resistencia máxima permisible de 13300 psi a condiciones de operación, por lo que el espesor resultante sería de:

$$\text{Espesor} = \frac{(1800 \text{ psi})(14.58 \text{ pulg.})}{(15600 \text{ psi})(0.85) - 0.60(1800 \text{ psi})} = 2.155 \text{ pulg.}$$

Lo que sería un espesor de 2" 5/32 de pulgada.

El principio de similaridad fluidodinámica se logra al mantener constante el número de Schmidt, el cual esta dado por la siguiente relación:

$$\text{Schmidt} = \mu / \rho D$$

donde μ es la viscosidad del fluido, ρ su densidad y D su difusividad, como estas tres propiedades son función de P y T , se efectuó el escalamiento manteniendo la misma presión y temperatura de operación, logrando con esto mantener constante el número de Schmidt.

7.3.3. Dimensionamiento del tanque de almacen de CO₂.

Para calcular los requerimientos de almacenaje de CO₂ debemós de considerar primero cual será nuestro consumo. Según se observó durante la experimentación en laboratorio, cuando se trata de mezclas complejas de contaminantes se requirió de la totalidad de la capacidad del compresor, sí consideramos esta capacidad para el volumen de muestra problema tenemos:

$$\frac{(460 \text{ ml CO}_2 / \text{hr})}{(40 \text{ ml muestra/hr})} = \frac{11.5 \text{ ml CO}_2}{\text{ml muestra.}}$$

y si el gasto a manejar en el equipo piloto es de 240 l/hr de muestra:

$$\text{Consumo de CO}_2 = 240 \text{ l} * 11.5 = 2,760 \text{ l CO}_2 / \text{hr.}$$

La densidad del CO₂ en estado líquido es de 1.02 kg/lt. por lo que nuestro consumo sería de 2815.2 kg/hr. En el mercado para proporciones mayores a los cilindros de laboratorio la capacidad mínima es de 10 toneladas¹ de CO₂ por lo que tendríamos entonces una reserva de operación de 3.48 horas, esto claro sin considerar la recuperación del mismo.

Las dimensiones del tanque de almacen considerando un diámetro menor al ancho de las dimensiones de las plataformas de trailer (2.50 m) serían:

$$\text{Volumen} = (10,000 \text{ kg CO}_2) / (1.02 \text{ kg CO}_2 / \text{lt}) = 9.8039 \text{ m}^3.$$

$$\text{Diámetro} = 2.0 \text{ metros.}$$

$$\text{Largo} = 4 * V / (\pi * D^2) =$$

$$4 * 9.8039 \text{ m}^3 / (\pi * 2.0^2 \text{ m}^2) = 3.121 \text{ metros.}$$

¹ Liquid Carbonic & Infra.

7.3.4. Cálculo del compresor.

Debido a que la parte esencial para el proceso de extracción supercrítica son las condiciones de presión superiores al punto crítico, se tendrá que calcular un compresor que sea capaz de llevar el CO₂ líquido desde 600 psi hasta por lo menos 1250 psi para poder estar por encima de nuestra presión de operación.

El tipo de compresor a utilizar sería recíprocante de desplazamiento positivo, del tipo no lubricado. El compresor a emplear será de una etapa, debido a que el número de estas depende de la elevación de temperatura en cada etapa, que suele estar limitada a 250°F, y de la relación de compresión, que suele ser hasta de 3.0 por etapa⁸.

Un método rápido y de exactitud razonable para determinar el caballaje requerido para un compresor recíprocante es el método del "caballaje por millón"⁸.

Los datos básicos para el cálculo son: Capacidad requerida en millones de pies cúbicos por día, razón de calores específicos, presión, compresibilidad y temperatura a la succión, presión y compresibilidad en la descarga y número de etapas. El desarrollo del método se presenta a continuación:

Datos:

Capacidad nominal a condiciones estándar:		Q _n
(112729.75 lt/hr) (m ³ /1000 lt) (pie/0.3048 m) ³ (24 hr/día)		(MMPC/10 ⁶ pies ³) =
		0.095544325 MMPCD.
Relación de calores específicos:	k	1.304 ⁽⁹⁾
Presión de succión:	P _s	600 psi
Temperatura succión:	T _s	528 °R
Presión de descarga:	P _d	1250 psi
Factor de compresibilidad a condiciones de succión:	Z _s	0.71960 ⁽¹⁰⁾
Factor de compresibilidad a condiciones de descarga:	Z _d	0.70264 ⁽¹⁰⁾
Número de etapas:	n	1

Metodología:

Relación de compresión:	$R_c = P_d/P_s =$	2.083
Caida de presión entre etapas:	$CP = 0.1 (P_d)^{0.7} =$	14.718 psi
Pérdida en el amortiguador:	$PA = 0.01 P_s =$	6.000 psi
Presión real de descarga:	$Prd = P_d - (CP + PA) =$	1240 psi.
Temperatura de descarga:	$T_d = T_s (R_c)^{(k-1/k)} =$	626.5 °R
Capacidad real en la succión:	$Q_r = Q_n (14.69/P_s)(T_s/520)(Z_s/1.0) =$	1.18695618 pies ³ /min st.

Capacidad en la succión a T_s y 14.4 psi

$$Q_{rm} = Q_r P_s / (10000 Z_s) =$$

0.098967996 MMPCD.

En la Gráfica 7.1 con k y R_c obtenemos: BHP/MMPCDE = 43.9

Aplicando la corrección por gravedad específica (1.02) para el CO_2 en la Gráfica 7.2 tenemos: $F_c = 1.05$

Compresibilidad promedio: $Z_{s+} Z_d / 2 =$ 0.71112

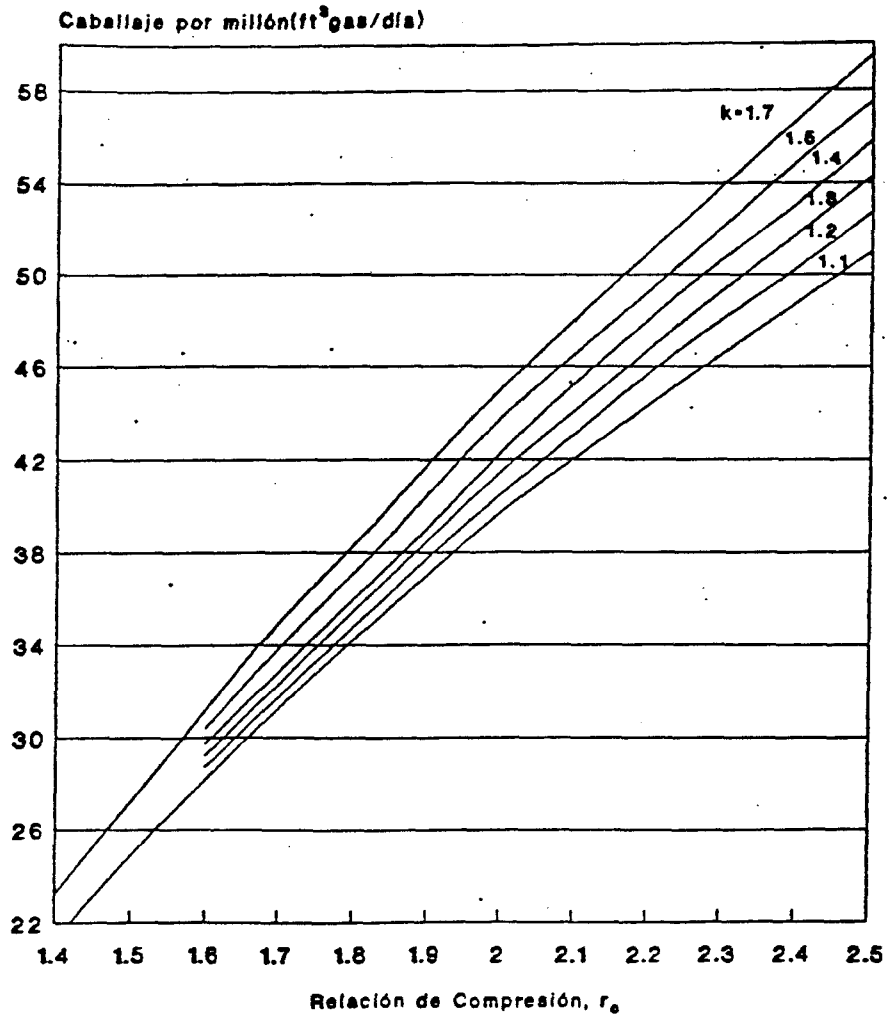
Potencia requerida:

$$HP = (BHP/MMPCDE) (Q_{rm}) (F_c) (Z_{prom}) = 3.244 \text{ hp}$$

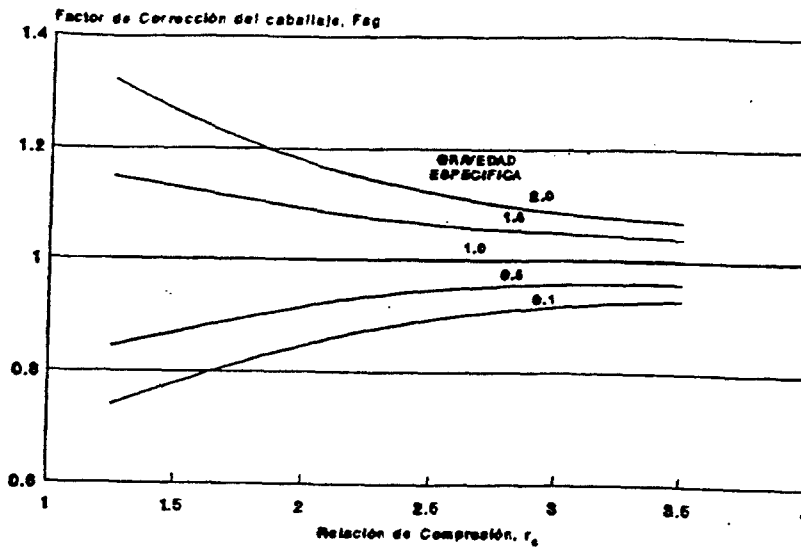
Como se especificó construcción no lubricada se aumenta en un 5% y si consideramos una eficiencia del motor del compresor de un 60% la potencia mínima requerida para el compresor sería de 5.45 hp.

Debido a que el gasto a manejar en el agua contaminada es mucho menor que el del compresor de CO_2 y como la potencia resultante fue baja se considerará un compresor igual para el manejo del agua contaminada.

Potencia necesaria para Compresores Reciprocantes



Gráfica 7.2
Factor de corrección del Caballaje
por Gravedad Específica



7.3.5. Arreglo general de equipo.

En todo arreglo de equipo la palabra clave es "espacio", se debe de acomodar el equipo de proceso en un espacio limitado y debe estar dispuesto de forma tal que nos permita el adecuado manejo del mismo. Como ya se ha mencionado en nuestro caso la limitación de espacio estará dada por las dimensiones de plataforma de un trailer.

Las regulaciones para el tamaño de estos vehículos varía de país a país, por lo que se investigaron estas para los países de México, Estados Unidos y Canada. Las restricciones para ancho, largo y altura se presentan en la Tabla 7.2.

Tabla 7.2.
Dimensiones máximas
permitidas para plataformas de trailer.

País	Ancho	Altura	Longitud
México	2.5 m	4.20 m	17.0 m
Canada	2.6 m	4.15 m	12.5 m *
U.S.A.	2.6 m	4.12 m *	11.3 m *

Fuente: Actualización Ministerio de Obras Públicas 11/89.

Actualización Regional authorities of Canada 4/91.

Actualización American Trucking Association 7/91.

Transport International Pool.

* Las dimensiones varían de Estado a Estado y se toma la menor.

Además de estas consideraciones generales, no se debe de olvidar que la restricción de altura incluye las llantas del vehículo las cuales en promedio se pudieran considerar de 1.40 metros. En base a lo anterior expuesto y si queremos que nuestra planta pueda circular por Norteamérica las dimensiones generales de la misma estarían limitadas a :

Altura: 2.72 metros.
Ancho: 2.50 metros.
Largo: 11.30 metros.

La funcionalidad de la arreglo del equipo de una planta es vital importancia para poder llevar a cabo una adecuada operación. Para la distribución del equipo en la plataforma se efectuaron las siguientes consideraciones:

- * El tanque de almacén de CO₂ deberá estar en uno de los extremos de la plataforma para poder llevar a cabo el llenado del mismo cuando así se requiera.

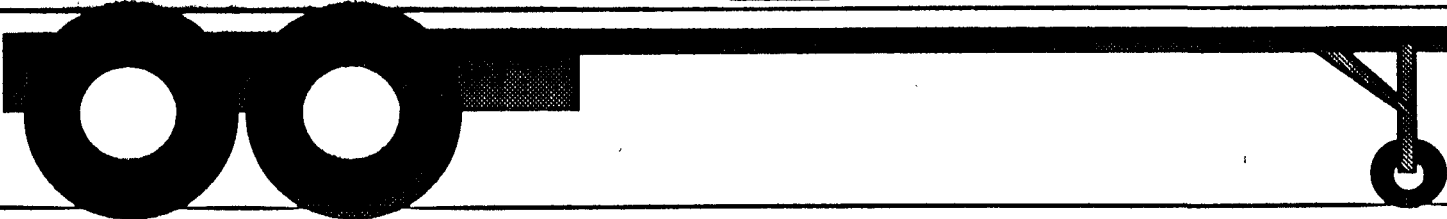
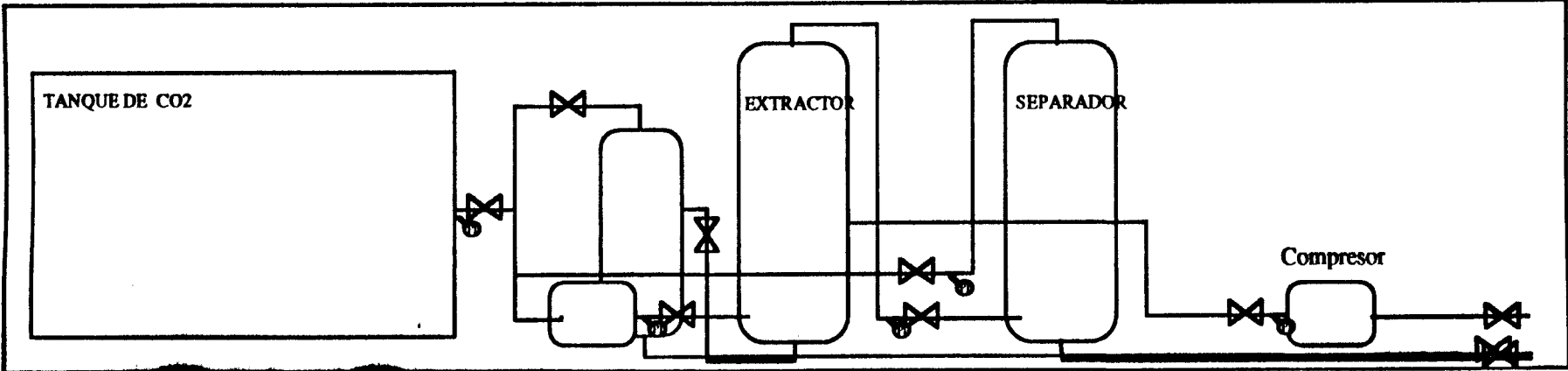
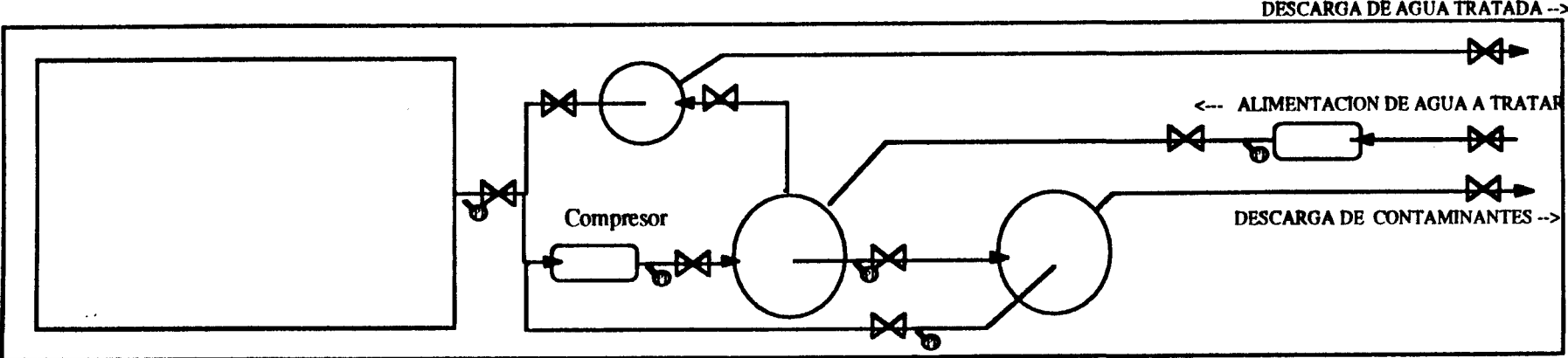
- * La alimentación del agua contaminada, así como la descarga de los contaminantes y del agua tratada se efectuará también por un extremo, de preferencia por el mismo, para que de esta forma, la planta en la que se desee probar la tecnología, tenga los mínimos inconvenientes para conectarse a la planta.

- * Los tanques de extracción y separación, que son donde se efectua el proceso principal, deberán de estar lo más cercanos posibles para facilitar su control.

- * Se dejará un espacio libre dentro de la plataforma para que se pueda instalar el equipo de análisis de muestras o almacén de estas para su posterior análisis.

En la Figura 7.2 se presenta un arreglo general de la planta piloto, en la que se presentan a escala y de forma esquemática los equipos, tanto en vista frontal como superior.

FIGURA 7.2 ARREGLO GENERAL DE EQUIPO EN PLANTA.



VIII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

8.1 Conclusiones.

Al comparar las constantes que rigen el equilibrio durante el periodo en que se alcanza el límite de máxima solubilidad del compuesto, se puede ver que la velocidad de extracción del tolueno es la mayor de estos contaminantes (0.15671 min^{-1} , gráfica 6.4), seguida esta por la del benceno (0.13333 min^{-1} , gráfica 6.2) y la de los xilenos (0.09667 min^{-1} , gráfica 6.6). De igual forma el valor de la constante de Henry es mayor para el Tolueno ($69.6191 \text{ atm-lt/molgr}$) que para el benceno y xileno (51.8267 y $42.8398 \text{ atm-lt/molgr}$, respectivamente). De acuerdo con lo anterior se pudo observar el efecto de estas velocidades de extracción al observarse la selectividad del CO_2 por el tolueno (mayor velocidad de extracción) y por el xileno (mayor concentración), con respecto al benceno, al trabajarse con las muestras compuestas.

El equilibrio deja de operar al alcanzarse el límite de solubilidad del contaminante en el fluido supercrítico, a partir de este momento, sin importar el tiempo de residencia, la concentración de contaminante ya no es reducida de manera significativa, ya que el mecanismo que gobierna es la difusión.

Durante la experimentación con contaminantes aislados, se encontró el consumo requerido de CO_2 para llevar la extracción del contaminante al nivel de la norma. El consumo requerido para el benceno fue de 17.23 mg (40 minutos a 30% de capacidad), el del tolueno de 14.21 mg (33 minutos a 30% de capacidad) y el de xileno 19.38 mg (45 minutos a 30% de capacidad).

Las concentraciones residuales mínimas alcanzadas para cada uno de los compuestos fueron: Benceno 0.0565 mg/l , Tolueno 0.0743 mg/l y Xileno 0.8536 mg/l .

Se encontró una relación directa entre el nivel de concentración residual, con propiedades propias de la conformación molecular del compuesto, como el momento dipolar. A menor momento dipolar, menor concentración residual de contaminante (El valor del momento dipolar para los compuestos estudiados es: Benceno: 0.0, Tolueno: 0.36, p-Xileno: 0.1, m-Xileno: 0.3 y o-Xileno: 0.62 ⁽³¹⁾). Por conformación molecular se entiende la distribución espacial de los radicales sustituyentes en el núcleo principal de la molécula (tolueno: un radical metilo, xileno: dos radicales metilos). Resumiendo en los contaminantes estudiados el nivel de concentración mínima es mayor conforme aumenta la conformación molecular del compuesto independientemente de su velocidad de extracción.

El nivel de concentración residual, guarda también relación con otras propiedades como el coeficiente de partición octanol/agua, el cual se define como la relación de la concentración de equilibrio de una sustancia disuelta en un sistema de dos fases compuesto por dos solventes inmiscibles, en este caso octanol y agua. El valor del log P octanol/agua para los compuestos estudiados el siguiente: Benceno: 2.1, Tolueno: 2.8, o-Xileno: 2.78, m- Xileno 3.18 y p-Xileno 3.12 ⁽¹⁸⁾.

En las pruebas con mezcla de contaminantes al alcanzar el consumo de 50 mg de CO₂ todos los componentes orgánicos se encuentran en una concentración igual o menor a 1 ppm. Este consumo es prácticamente igual al registrado en la sumatoria del consumo de las pruebas individuales (50.82 mg).

De acuerdo con estos resultados, el objetivo planteado en esta tesis se logró completa y satisfactoriamente, a nivel laboratorio, ya que fue posible llevar la concentración de los contaminantes estudiados desde la concentración de los efluentes de las plantas de tratamiento de refinerías estudiadas por la EPA⁴ hasta un nivel de remoción que nos permita cumplir con normas de descarga del nivel de la impuesta en Estados Unidos (1.0-1.5 mg/l). Lo anterior se logró al trabajar bajo las condiciones de operación de 1200 psi de presión, una temperatura de 98 °F, 1 hora de tiempo de residencia y contacto con el CO₂ a un flujo de 460 ml/hr, y una muestra compuesta con los tres contaminantes bajo estudio.

8.2 Recomendaciones.

Para fundamentar los resultados prácticos obtenidos en esta tesis, a nivel laboratorio, se recomienda un estudio para la determinación de las fuerzas de Van der Waals entre los centros de mínima densidad electrónica y los de máxima densidad electrónica, a condiciones supercríticas para diferentes disolventes, efectuando para ello mediciones de variables cuantificables tales como la constante dieléctrica.

Se recomienda ampliar en los estudios de control de contaminación ambiental, los efectos que se producen al encontrarse presentes más de un contaminante en el agua, para obtener información más relacionada a problemas de separación de compuestos de mezclas complejas, por ser estas las que más frecuentemente se encuentran en la industria.

Teniendo en cuenta los resultados alcanzados con estos compuestos orgánicos, se recomienda probar esta tecnología para la remoción de otros compuestos orgánicos, en especial aquellos que por sus características tienen un impacto ambiental nocivo a la salud, tales como mercaptanos y compuestos orgánicos no polares.

Se efectuó un diseño a nivel de ingeniería básica de una planta a nivel piloto de extracción piloto, en esta, se podrían optimizar los resultados alcanzados en laboratorio para la remoción de los contaminantes orgánicos estudiados.

El propósito fundamental de las características de movilidad del equipo es el de darle a la industria de México, la oportunidad de utilizar nuevas tecnologías, que a un menor costo, sirvieran de alternativa para resolver el problema del control de la contaminación del agua.

IX. BIBLIOGRAFIA.

1. Berkowitz, Joan B., "Solvent Extraction.", Standard Handbook of Hazardous Waste Treatment and Disposal. Mc Graw-Hill.
2. Akgerman A., Roop R., Hess R & Yeo S., Supercritical extraction in enviromental control.
3. Hoyer Gale G., Extraction with supercritical fluids, ChemTech July 1985.
4. Moses John M., "Use of liquefied gas solvent extraction in hazardous waste site closures", Prepared for presentation at AIChE 1988, Denver Colorado Aug 1988.
5. Gaceta Ecológica Volumen I 1989, Secretaria de Desarrollo Urbano y Ecología.
6. Robert Edgeworth & Meredith Wooldrige, Pilot Plants Models, and Scale-Up Methods in Chemical Engineering. McGraw-Hill 1957.
7. Mulet Antonio, Corripio Armando & Evans Lawrence, Estimate costs of pressure vessels via correlations, Chemical Engineering Oct 5 1981.
8. Neerken Richard F, "Claves para la seleccón de compresores", Greene Richard W. Compresores Selección, uso y mantenimiento, Mc Graw-Hill.
9. International Critical Tables, Vol. 5. pp 80-82.
10. Reid Robert, Prausnitz John, Poling Bruce, The properties of gases and liquids.
11. Cygnarowicz Miriam & Seider Warren, "Design and control of supercritical extraction processes- a review.
12. Supercritical fluids: still seeking acceptance, Chemical engineering, Feb 4, 1985.
13. Mc Govern William & Rice Paul, "Critical fluid extraction treatment of organic wastewater" Pollution engineering, september, 1988.
14. Balzhiser Richard & Samuels Michael, Termodinámica para Ingenieros, Editorial Prentice/Hall Internacional, 1979.
15. Brunner G., "Selectivity of supercritical compounds and entretainers with respect to model substances", Fluid Phase Equilibria, 10 (1983) 289-298.
16. Hamilton, Simpson & Ellis, Cálculos de química analítica, 7ma Edición, McGraw-Hill.
17. Lahiere Richard & Fair James, "Novel Techinque to measure equilibria of supercitical solvents and liquid mixtures", Journal of chemical & engineering data, 1989, 34, 275.
18. Verschueren Karel, Handbook of enviromental data on organic chemicals, 2nd Edition, Van Nostrand Reinhold, New York.
19. Kirk, R.E. & Othmer D.F., Encyclopedia of Chemical Technology, Suplement Volumen, Wiley-Interscience, 1978.

20. Johnson Larry D. & James Ruby H. "Sampling and analysis of hazardous wastes" Standard Handbook of Hazardous Waste Treatment and Disposal, Harry M. Freeman, McGraw-Hill.
21. Malcolm Pirnie, Phoenix Arizona, Oct. 1991.
22. Patterson, J.W. and Kodukala, "Biodegradation of Hazardous Organic Pollulants", Chemical Engineering Progress, 77,48 1981.
23. Richards, DJ & Shieh W.K., "Biological fate of organic priority pollulants in the aquatic enviroment", Water Res. 20, 1077,1986.
24. Bridie, A.L., Wolff, C.J. & Winter, M. "BOD and COD for some petrochemicals", Water, Res., 13,627,1979.
25. Baben, L. & Vaishnar, D.D. , "Prediction of biodegradability of selected orgánic chemicals", J. Ind. Microbiol. , 2, 107, 1987.
26. Fuente:Moses John M., Use of liquefied gas solvent extraction in hazardous waste site closures, Prepared for presentation at AIChE 1988, Denver Colorado Aug 1988.
27. Bennett Gary & Philip Thomas, "Industrial Wastewater pretreatment, Water Conservation/Product Recovery/Pollution Abatement/Waste Minimization" Course memories, The University of Toledo, Ohio.
28. Treybal Robert E., Operaciones de Transferencia de Masa, 1980, 2da edición, McGraw-Hill.
29. O'Brien Gerald J., "Design or the removal of organic priority pollulants in an industrial wastewater treatment plant." Du Pont de Nemours & Company, Wilmington, Delaware 19898.
30. Mac Kay D., Shiu W.Y. & R.P. Sutherland, "Determination on water of Henry's constant on hydrofobic pollulants" Env. Journal of Tech.,13(3),333 1979.
31. Weast Robert C. Handbook of Chemistry and Physics. The Chemical Robber Co. 54th Edition. 1973-1974.

APENDICE A:
Definición de términos.

A continuación se definen algunos términos termodinámicos que se emplean al manejar los diagramas de fases de presión-temperatura.

Estado: La condición en que existe un sistema en un instante particular.

Fase: Es un estado material completamente homogéneo y uniforme.

Fluido: Es una sustancia que se deforma continuamente bajo un esfuerzo de corte.

Fluido supercrítico: Es un fluido que se encuentra arriba de la temperatura y presión crítica.

Gas: Estado de la materia que no tiene forma ni volumen definido.

Gas denso o comprimido: Gas a presiones cercanas al punto crítico.

Línea de congelación: Es la línea de equilibrio entre las fases sólida y líquida.

Línea de presión de vapor: Es la línea de equilibrio entre las fases líquida y gaseosa.

Línea de sublimación: Es la línea de equilibrio entre las fases sólida y gaseosa.

Líquido: Estado de la materia que posee un volumen determinado pero no tiene una forma determinada.

Líquido crítico: Líquido a temperaturas cercanas al punto crítico.

Presión crítica: Es la máxima presión a la que existe el equilibrio líquido-gas.

Punto crítico: Es la más alta temperatura y presión a la cual pueden coexistir en equilibrio las fases líquida y gaseosa.

Punto triple: Es el punto en el que se intersectan las tres líneas de equilibrio, coexistiendo en este las tres fases.

Sólido: Estado de la materia en el que posee un volumen y forma definidos a una temperatura y presión determinada y sus moléculas están dispuestas en una configuración geométrica determinada.

Temperatura crítica: Es la máxima temperatura a la que existe el equilibrio líquido-gas.

APENDICE B:

Resultados experimentales.

Prueba 01/F:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	101 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	15 minutos.
Contaminante:	Benceno.
Concentración Inicial:	11.25 mg/l
Volumen de muestra:	35 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración.	Peso.
Benceno	11.25 ppm	393.75 µg
Agua destilada	99.998875%	34.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración.	Peso.
Benceno	0.3881 ppm	13.5835 µg
Agua destilada		34.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Benceno: 96.55 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 02/1005:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	103 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	30 minutos.
Contaminante:	Benceno.
Concentración Inicial:	11.25 mg/l
Volumen de muestra:	35 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración.	Peso.
Benceno	11.25 ppm	393.75 µg
Agua destilada	99.998875%	34.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración.	Peso.
Benceno	0.3435 ppm	12.0225 µg
Agua destilada		34.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Benceno: 96.95 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 03/E:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	99 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	45 minutos.
Contaminante:	Benceno.
Concentración Inicial:	11.25 mg/l
Volumen de muestra:	35 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración.	Peso.
Benceno	11.25 ppm	393.75 µg
Agua destilada	99.998875%	34.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración.	Peso.
Benceno	0.0565 ppm	1.9775 µg
Agua destilada		34.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Benceno: 99.49 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 04/1004:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	101 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	60 minutos.
Contaminante:	Benceno.
Concentración Inicial:	11.25 mg/l
Volumen de muestra:	35 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso
Benceno	11.25 ppm	393.75 µg
Agua destilada	99.998875%	34.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso
Benceno	0.0635 ppm	2.2225 µg
Agua destilada		34.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Benceno: 99.44 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 05/1003:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	99 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	90 minutos.
Contaminante:	Benceno.
Concentración Inicial:	11.25 mg/l
Volumen de muestra:	35 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso
Benceno	11.25 ppm	393.75 µg
Agua destilada	99.998875%	34.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso
Benceno	0.064 ppm	2.24 µg
Agua destilada		34.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Benceno: 99.43 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 06/A:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	100 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	15 minutos.
Contaminante:	Tolueno.
Concentración Inicial:	11.07 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	11.07 ppm	442.8 µg
Agua destilada	99.998893%	39.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	0.2895 ppm	11.58 µg
Agua destilada		39.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Tolueno: 97.38 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 07/1007:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	102 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	30 minutos.
Contaminante:	Tolueno.
Concentración Inicial:	11.07 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	11.07 ppm	442.8 µg
Agua destilada	99.998893%	39.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	0.1761 ppm	7.044 µg
Agua destilada		39.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Tolueno: 98.41 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 08/B:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	102 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	45 minutos.
Contaminante:	Tolueno.
Concentración Inicial:	11.07 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	11.07 ppm	442.8 µg
Agua destilada	99.998893%	39.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	0.0826 ppm	3.304 µg
Agua destilada		39.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Tolueno: 99.25 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 09/1008:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	98 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	60 minutos.
Contaminante:	Tolueno.
Concentración Inicial:	11.07 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	11.07 ppm	442.8 µg
Agua destilada	99.998893%	39.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	0.0779 ppm	3.116 µg
Agua destilada		39.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Tolueno: 99.30 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 10/1006:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	103 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	90 minutos.
Contaminante:	Tolueno.
Concentración Inicial:	11.07 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	11.07 ppm	442.8 µg
Agua destilada	99.998893%	39.9996 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
Tolueno	0.0743 ppm	2.972 µg
Agua destilada		39.9996 gr

Porcentaje de Remoción de Tolueno: 99.33 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 11/D:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	98 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	15 minutos.
Contaminante:	Xileno.
Concentración Inicial:	78.30 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Xileno	78.30 ppm	3.132 mg
Agua destilada	99.99217 %	39.9968 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
o-Xileno	1.4378 ppm	57.512 µg
m-Xileno	* ppm	* µg
p-Xileno	9.6120 ppm	384.480 µg
Total Xilenos	11.0498 ppm	441.992 µg
Agua destilada		39.9968 gr

Porcentaje de Remoción de Xilenos: 85.89 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 12/1009:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	101 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	30 minutos.
Contaminante:	Xileno.
Concentración Inicial:	78.30 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Xileno	78.30 ppm	3.132 mg
Agua destilada	99.99217 %	39.9968 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
o-Xileno	0.5549 ppm	22.196 µg
m-Xileno	3.2421 ppm	129.684 µg
p-Xileno	5.3369 ppm	213.476 µg
Total Xilenos	9.1339 ppm	365.356 µg
Agua destilada		39.9968 gr

Porcentaje de Remoción de Xilenos: 88.33 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 13/C:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	97 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	45 minutos.
Contaminante:	Xileno.
Concentración Inicial:	78.30 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Xileno	78.30 ppm	3.132 mg
Agua destilada	99.99217 %	39.9968 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
o-Xileno	0.5145 ppm	20.580 µg
m-Xileno	* ppm	* µg
p-Xileno	0.5223 ppm	20.892 µg
Total Xilenos	1.0368 ppm	41.472 µg
Agua destilada		39.9968 gr

Porcentaje de Remoción de Xilenos: 98.67 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 14/1010:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	98 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	60 minutos.
Contaminante:	Xileno.
Concentración Inicial:	78.30 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Xileno	78.30 ppm	3.132 mg
Agua destilada	99.99217 %	39.9968 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
o-Xileno	0.2979 ppm	11.916 µg
m-Xileno	0.3179 ppm	12.716 µg
p-Xileno	0.4315 ppm	17.260 µg
Total Xilenos	1.0473 ppm	41.892 µg
Agua destilada		39.9968 gr

Porcentaje de Remoción de Xilenos: 98.66 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 15/1011:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	104 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	90 minutos.
Contaminante:	Xileno.
Concentración Inicial:	78.30 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Xileno	78.30 ppm	3.132 mg
Agua destilada	99.99217 %	39.9968 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
o-Xileno	0.2584 ppm	10.336 µg
m-Xileno	0.2507 ppm	10.028 µg
p-Xileno	0.3445 ppm	13.780 µg
Total Xilenos	0.8536 ppm	34.144 µg
Agua destilada		39.9968 gr

Porcentaje de Remoción de Xilenos: 98.91 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 16/1012:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	101 °F
Flujo de CO ₂ :	138 ml/hr
Tiempo de residencia:	60 minutos.
Contaminante:	Benceno, Tolueno y Xileno.
Concentración Inicial:	11.25, 16.70 y 82.40 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Benceno	11.25 ppm	450 µg
Tolueno	16.70 ppm	668 µg
Xileno	82.40 ppm	3296 µg
Agua destilada	99.99217 %	39.9956 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
o-Xileno	0.0000 ppm	0.0 µg
m-Xileno	1.1676 ppm	46.7 µg
p-Xileno	2.0259 ppm	81.0 µg
Total Xilenos	3.1935 ppm	127.7 µg
Tolueno	0.2920 ppm	11.7 µg
Benceno	4.6989 ppm	188.0 µg
Agua destilada		39.9956 gr

Porcentaje de Remoción de Benceno:	58.20 %
Porcentaje de Remoción de Tolueno:	98.25 %
Porcentaje de Remoción de Xilenos:	96.12 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 17/1013:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	97 °F
Flujo de CO ₂ :	276 ml/hr
Tiempo de residencia:	60 minutos.
Contaminante:	Benceno, Tolueno y Xileno.
Concentración Inicial:	11.25, 16.70 y 82.40 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Benceno	11.25 ppm	450 µg
Tolueno	16.70 ppm	668 µg
Xileno	82.40 ppm	3296 µg
Agua destilada	99.99217 %	39.9956 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
o-Xileno	0.0000 ppm	0.0 µg
m-Xileno	No detectado ppm	0.0 µg
p-Xileno	1.6894 ppm	11.9 µg
Total Xilenos	1.6894 ppm	67.576 µg
Tolueno	0.0667 ppm	2.668 µg
Benceno	0.3383 ppm	13.532 µg
Agua destilada		39.9956 gr

Porcentaje de Remoción de Benceno:	98.06 %
Porcentaje de Remoción de Tolueno:	99.60 %
Porcentaje de Remoción de Xilenos:	97.94 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

Prueba 18/1013:

Condiciones de Operación:

Presión:	1200 psi
Temperatura:	101 °F
Flujo de CO ₂ :	460 ml/hr
Tiempo de residencia:	60 minutos.
Contaminante:	Benceno, Tolueno y Xileno.
Concentración Inicial:	11.25, 16.70 y 82.40 mg/l
Volumen de muestra:	40 ml.

Balance de Materia:

Alimentación:

Componente	Concentración	Peso.
Benceno	11.25 ppm	450 µg
Tolueno	16.70 ppm	668 µg
Xileno	82.40 ppm	3296 µg
Agua destilada	99.99217 %	39.9956 gr

Residuo:

Componente	Concentración	Peso.
o-Xileno	0.0000 ppm	0.0 µg
m-Xileno	0.4050 ppm	16.2 µg
p-Xileno	0.2970 ppm	11.9 µg
Total Xilenos	0.7020 ppm	28.1 µg
Tolueno	0.0650 ppm	2.6 µg
Benceno	0.2180 ppm	8.7 µg
Agua destilada		39.9956 gr

Porcentaje de Remoción de Benceno:	98.07 %
Porcentaje de Remoción de Tolueno:	99.61 %
Porcentaje de Remoción de Xilenos:	99.15 %

En el apéndice C se presenta el cromatograma correspondiente a la prueba.

APENDICE C:
Análisis Cromatográficos.

Calibration Last Updated: Fri Mar 05 17:31:35 1993
 External Standard Report - Summary

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO\0501001.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 5 Mar 93 4:28 pm
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA 1005
 Misc Info: Análisis de benceno, 1 mL de muestra
 Vial Number: 5

Quantitation Settings:

Reference Peak Window: 5 Percent
 Non-Reference Peak Window: 5 Percent
 Correlation Window: 0.03 Minutes
 Default Multiplier: 1.0313
 Default Sample Amount: 0
 Peak Type Decoding:
 * -> Time Reference Peak
 m -> Manually re-integrated

#	Compound	Ret Time	Amount	Peak Type
1	DICLOROMETANO	6.61	-48.6 ug/Kg	#
2	TRANS-1,2-DICLOROETENO	6.70	-1.6 ug/Kg	#
3	1,1,1-TRICLOROETANO	7.40	-1.4 ug/Kg	#
4	BENCENO	7.61	343.5 ug/Kg	#
5	TRICLOROETENO	*****	NOT FOUND	*****
6	BROMODICLOROMETANO	8.22	-3.0 ug/Kg	#
7	CLOROETILVINIL ETER	8.72	-0.0 ug/Kg	#
8	TRANS-1,3-DICLOROPROPENO	*****	NOT FOUND	*****
9	CIS-1,3-DICLOROPROPENO	9.30	-0.4 ug/Kg	#
0	1,1,2-TRICLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****
1	DIBROMOCLOROMETANO	9.89	-1.8 ug/Kg	#
2	TETRACLOROETENO	10.22	-0.4 ug/Kg	#
3	CLOROBENCENO	*****	NOT FOUND	*****
4	ETILBENCENO	11.50	3.3 ug/Kg	#
5	1,1,2,2-TETRACLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****
6	1,2-DICLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****

) OF REPORT

Qualifiers Not Satisfied

Calibration Last Updated: Fri Mar 05 17:31:35 1993
 External Standard Report - Summary

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO\0401001.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 5 Mar 93 3:50 pm
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA 1004
 Disc Info: Análisis de benceno, 1 mL de muestra
 Vial Number: 4

Quantitation Settings:

Reference Peak Window: 5 Percent
 Non-Reference Peak Window: 5 Percent
 Correlation Window: 0.03 Minutes
 Default Multiplier: 1.0313
 Default Sample Amount: 0
 Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
 m -> Manually re-integrated

Comp #	Compound	Ret Time	Amount	Peak Type
1	DICLOROMETANO	6.53	-48.4 ug/Kg	
2	TRANS-1,2-DICLOROETENO	6.91	-1.6 ug/Kg	#
3	1,1,1-TRICLOROETANO	7.40	-1.4 ug/Kg	
4	BENCENO	7.59	63.5 ug/Kg	#
5	TRICLOROETENO	*****	NOT FOUND	*****
6	BROMODICLOROMETANO	8.23	-3.0 ug/Kg	
7	CLOROETILVINIL ETER	8.66	-0.1 ug/Kg	#
8	TRANS-1,3-DICLOROPROPENO	*****	NOT FOUND	*****
9	CIS-1,3-DICLOROPROPENO	9.33	-0.4 ug/Kg	#
0	1,1,2-TRICLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****
1	DIBROMOCLOROMETANO	9.92	-1.8 ug/Kg	#
2	TETRACLOROETENO	10.25	-0.4 ug/Kg	#
3	CLOROBENCENO	*****	NOT FOUND	*****
4	ETILBENCENO	11.72	3.4 ug/Kg	#
5	1,1,2,2-TETRACLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****
5	1,2-DICLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****

) OF REPORT

Qualifiers Not Satisfied

Calibration Last Updated: Fri Mar 05 17:31:35 1993
 External Standard Report - Summary

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO\0301001.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 5 Mar 93 3:14 pm
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA 1003
 Misc Info: Análisis de benceno, 1 mL de muestra
 Vial Number: 3

Quantitation Settings:

Reference Peak Window: 5 Percent
 Non-Reference Peak Window: 5 Percent
 Correlation Window: 0.03 Minutes
 Default Multiplier: 1.0313
 Default Sample Amount: 0
 Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
 m -> Manually re-integrated

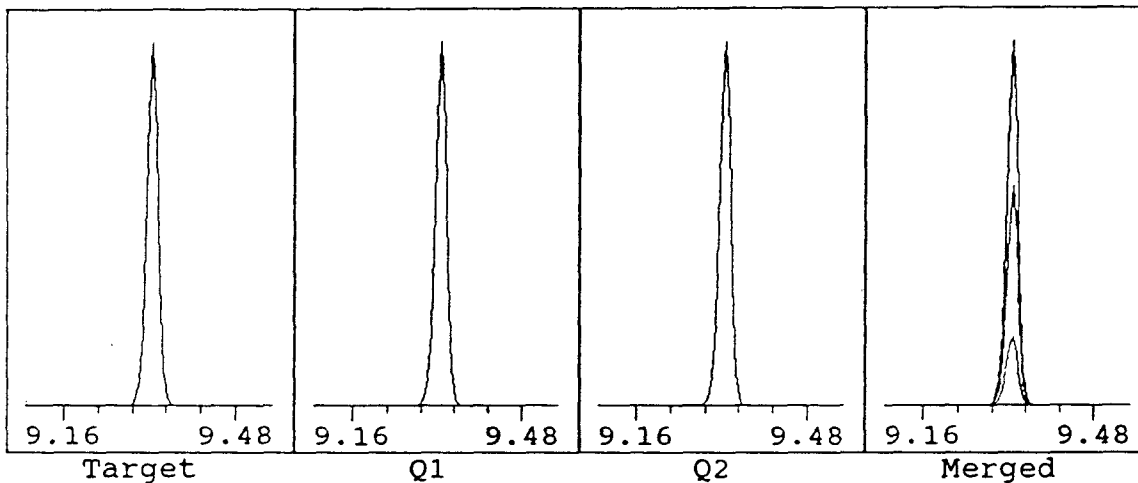
k #	Compound	Ret Time	Amount	Peak Type
1	DICLOROMETANO	6.55	-48.3 ug/Kg	
2	TRANS-1,2-DICLOROETENO	6.71	-1.6 ug/Kg	#
3	1,1,1-TRICLOROETANO	7.42	-1.4 ug/Kg	
4	BENCENO	7.62	64.0 ug/Kg	#
5	TRICLOROETENO	*****	NOT FOUND	*****
6	BROMODICLOROMETANO	8.25	-3.1 ug/Kg	
7	CLOROETILVINIL ETER	8.65	-0.1 ug/Kg	#
8	TRANS-1,3-DICLOROPROPENO	*****	NOT FOUND	*****
9	CIS-1,3-DICLOROPROPENO	9.35	-0.3 ug/Kg	#
0	1,1,2-TRICLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****
1	DIBROMOCLOROMETANO	9.94	-1.8 ug/Kg	#
2	TETRACLOROETENO	10.28	-0.4 ug/Kg	#
3	CLOROBENCENO	*****	NOT FOUND	*****
4	ETILBENCENO	11.53	3.3 ug/Kg	
5	1,1,2,2-TETRACLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****
5	1,2-DICLOROETANO	*****	NOT FOUND	*****

) OF REPORT

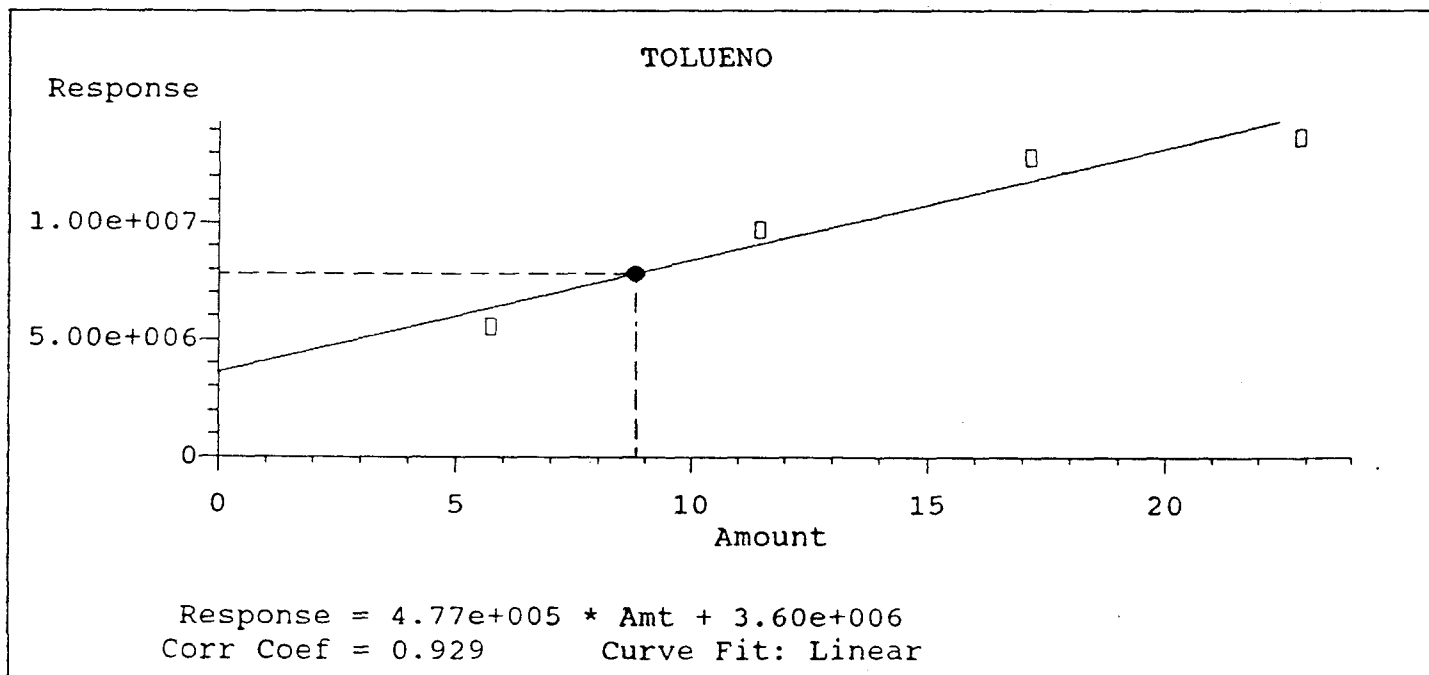
Qualifiers Not Satisfied

VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0301001.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 9:35 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 2
 Misc Info: Muestras 1004, 1007 y 1010; 250 uL c/u
 Vial Number: 3
 Compound: TOLUENO
 Ret Time: 9.33
 Amount: 176.07 ug/L
 Pk # and Type: 2

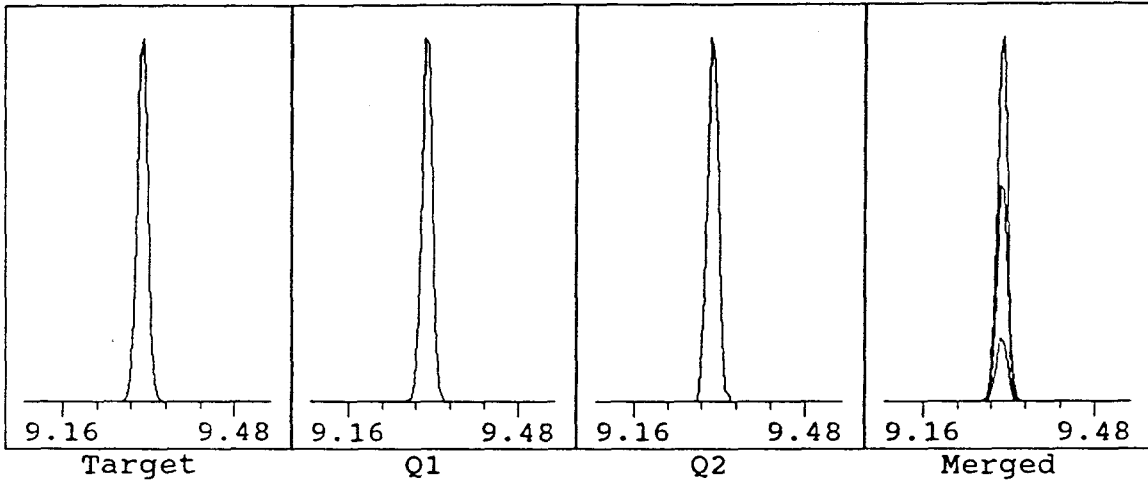


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		9.33	9.09	7796628	EVENTS
Q1	92.00	60.0	47.6- 71.4	9.33	to	4681140	EVENTS
Q2	65.00	19.0	14.6- 22.0	9.33	9.56	1484463	EVENTS
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

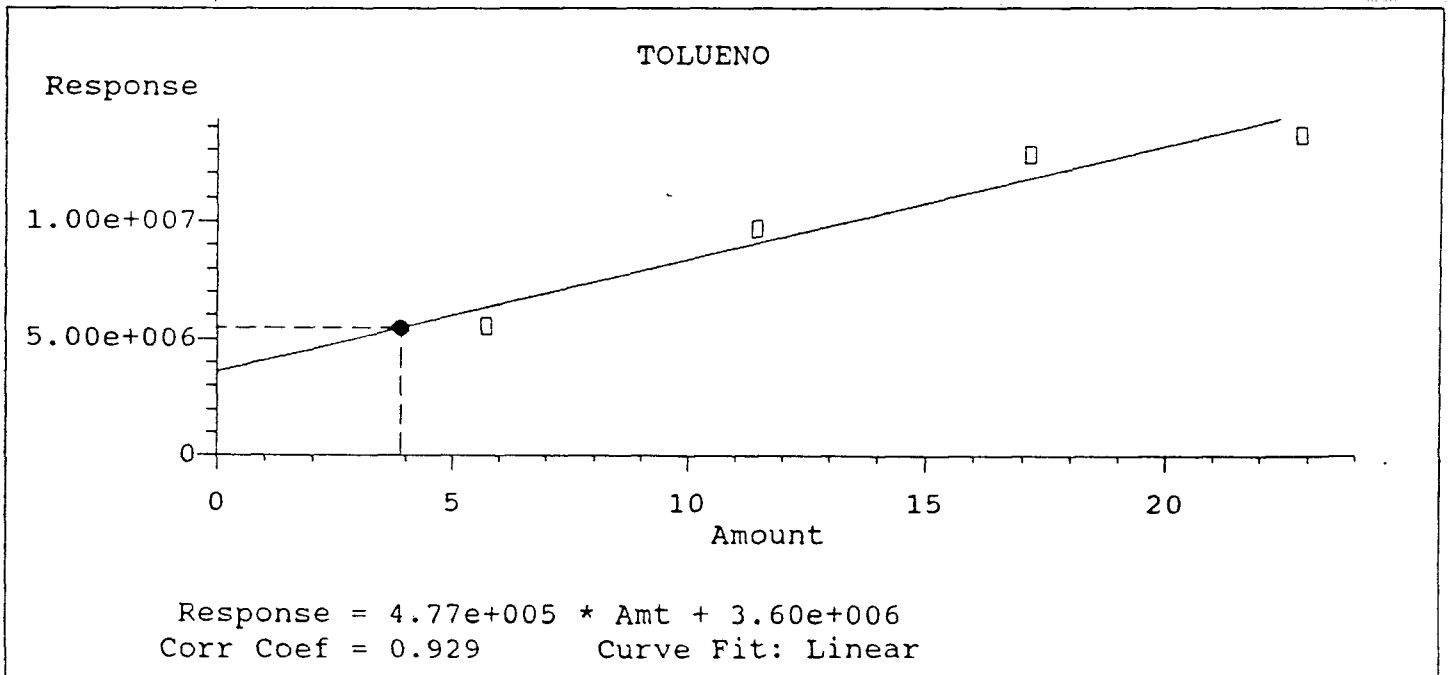


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0401002.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 10:19 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 3
 Misc Info: Muestras 1005, 1008 y 1011; 250 uL c/u
 Vial Number: 4
 Compound: TOLUENO
 Ret Time: 9.31
 Amount: 77.88 ug/L
 Pk # and Type: 2

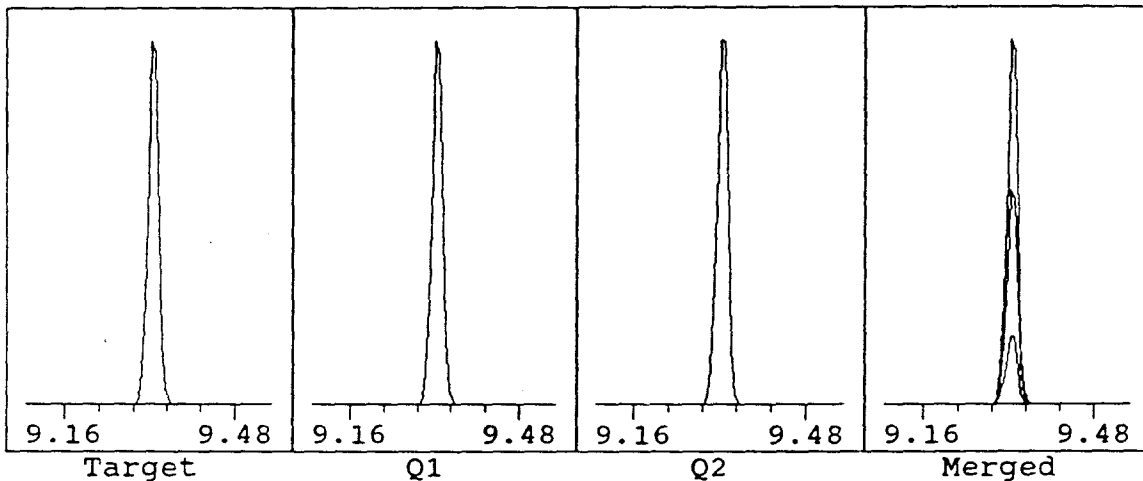


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		9.31	9.09	5454207	EVENTS
Q1	92.00	59.8	47.6- 71.4	9.31	to	3263411	EVENTS
Q2	65.00	18.3	14.6- 22.0	9.31	9.56	998849	EVENTS
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

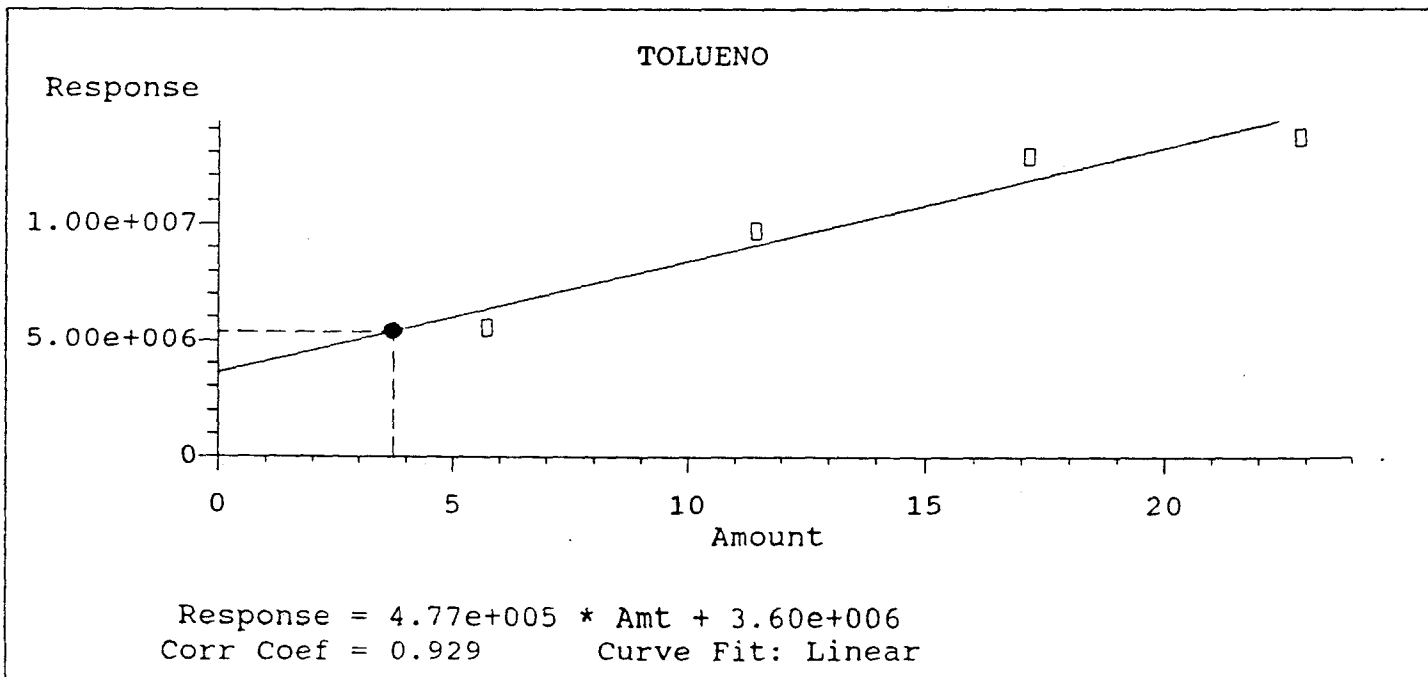


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0201002.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 8:29 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 1
 Misc Info: Muestras 1003, 1006 y 1009; 250 uL c/u
 Vial Number: 2
 Compound: TOLUENO
 Ret Time: 9.33
 Amount: 74.33 ug/L
 Pk # and Type: 2

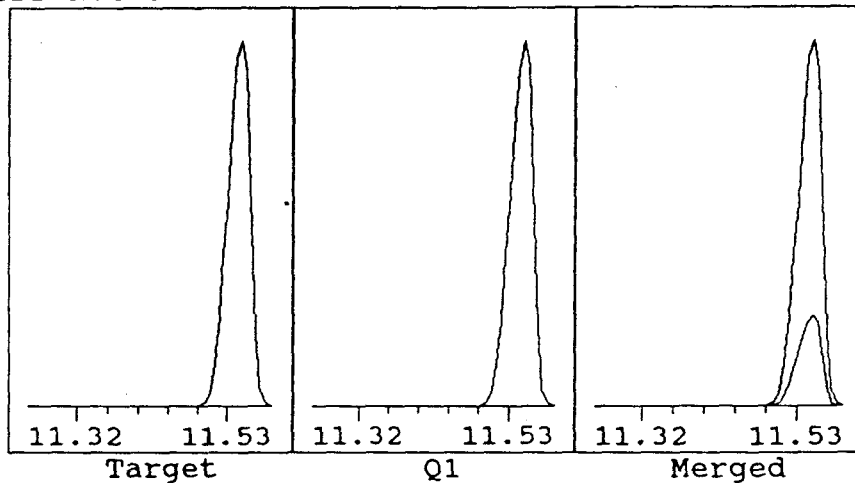


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		9.33	9.09	5369546	EVENTS
Q1	92.00	58.5	47.6- 71.4	9.33	to	3139319	EVENTS
Q2	65.00	19.2	14.6- 22.0	9.33	9.56	1030403	EVENTS
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

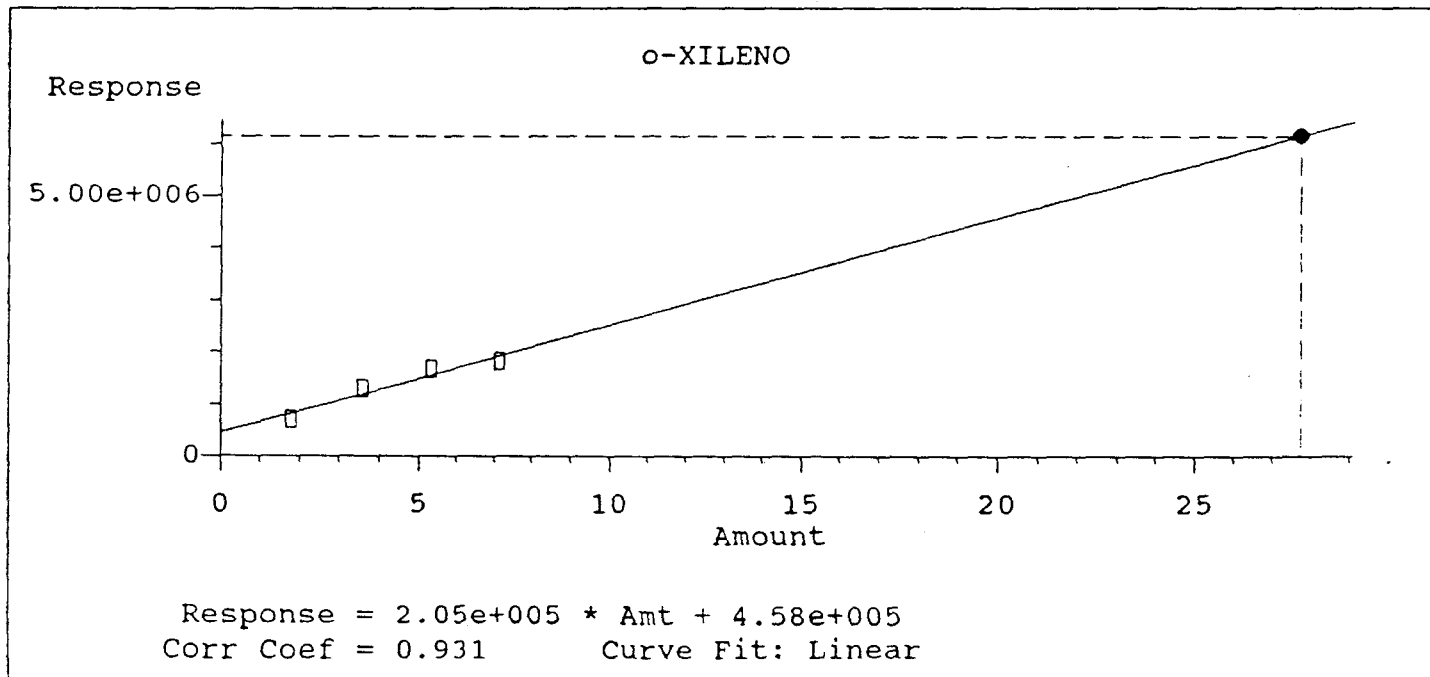


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0201002.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 8:29 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 1
 Misc Info: Muestras 1003, 1006 y 1009; 250 uL c/u
 Vial Number: 2
 Compound: o-XILENO
 Ret Time: 11.56
 Amount: 554.87 ug/L
 Pk # and Type: 3
 # Qualifiers Not Satisfied

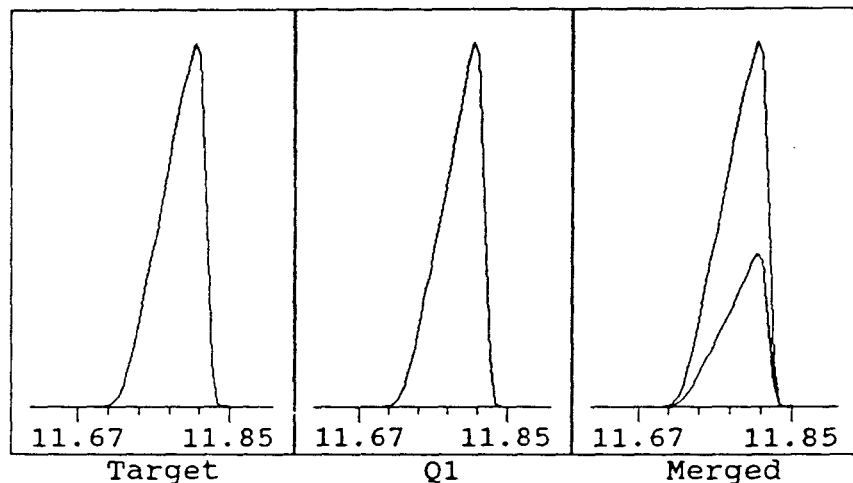


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		11.56	11.25	6155263	EVENTS
Q1	106.00	35.6	0.0- 0.0	11.56	to	2189422	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	11.83	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

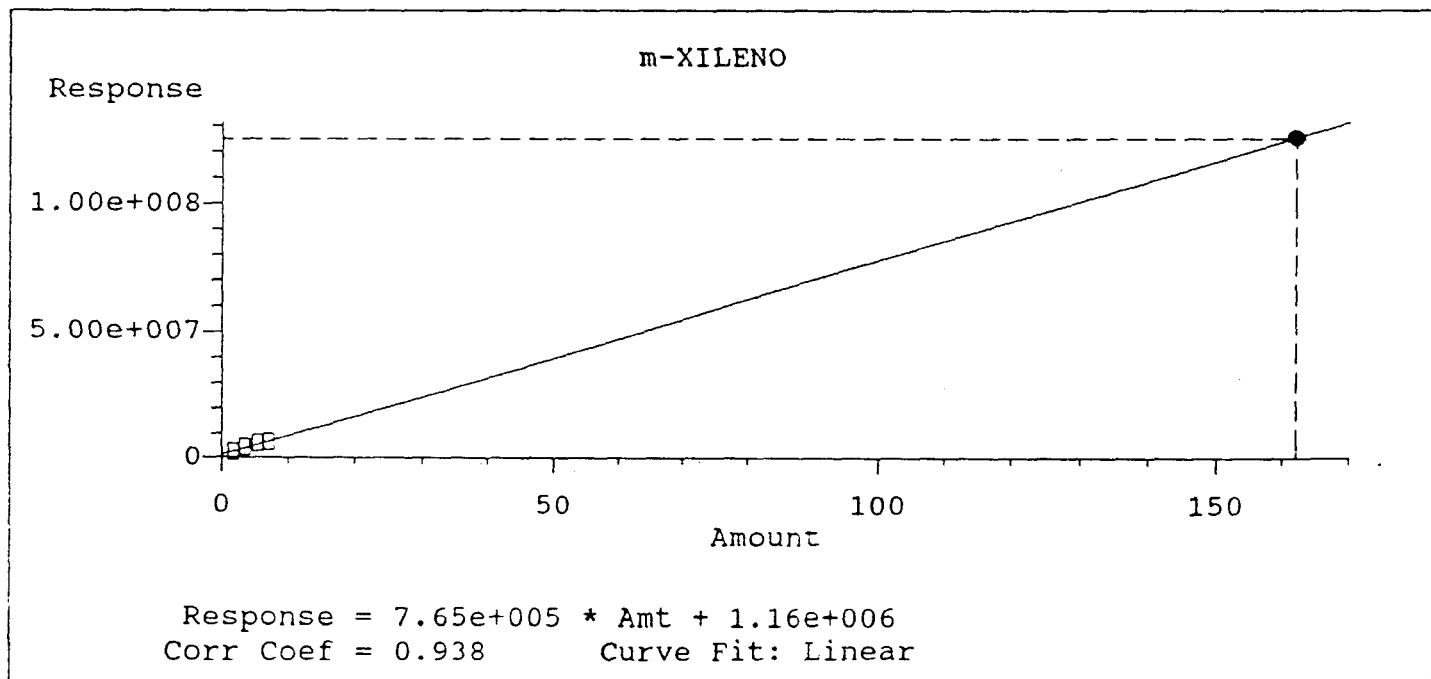


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0201002.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 8:29 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 1
 Misc Info: Muestras 1003, 1006 y 1009; 250 uL c/u
 Vial Number: 2
 Compound: m-XILENO
 Ret Time: 11.81
 Amount: 3242.07 ug/L
 Pk # and Type: 4

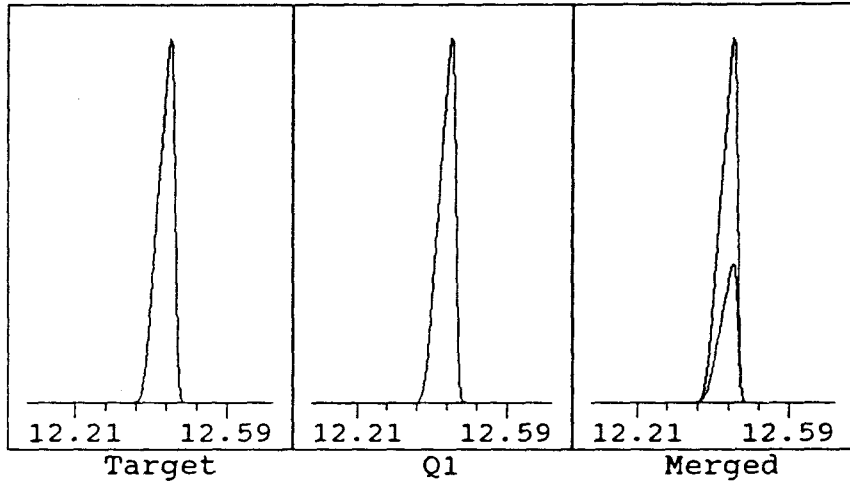


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		11.81	11.45	1.25215e+008	EVENTS
Q1	106.00	40.1	31.4- 47.0	11.81	to	50150974	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.04	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

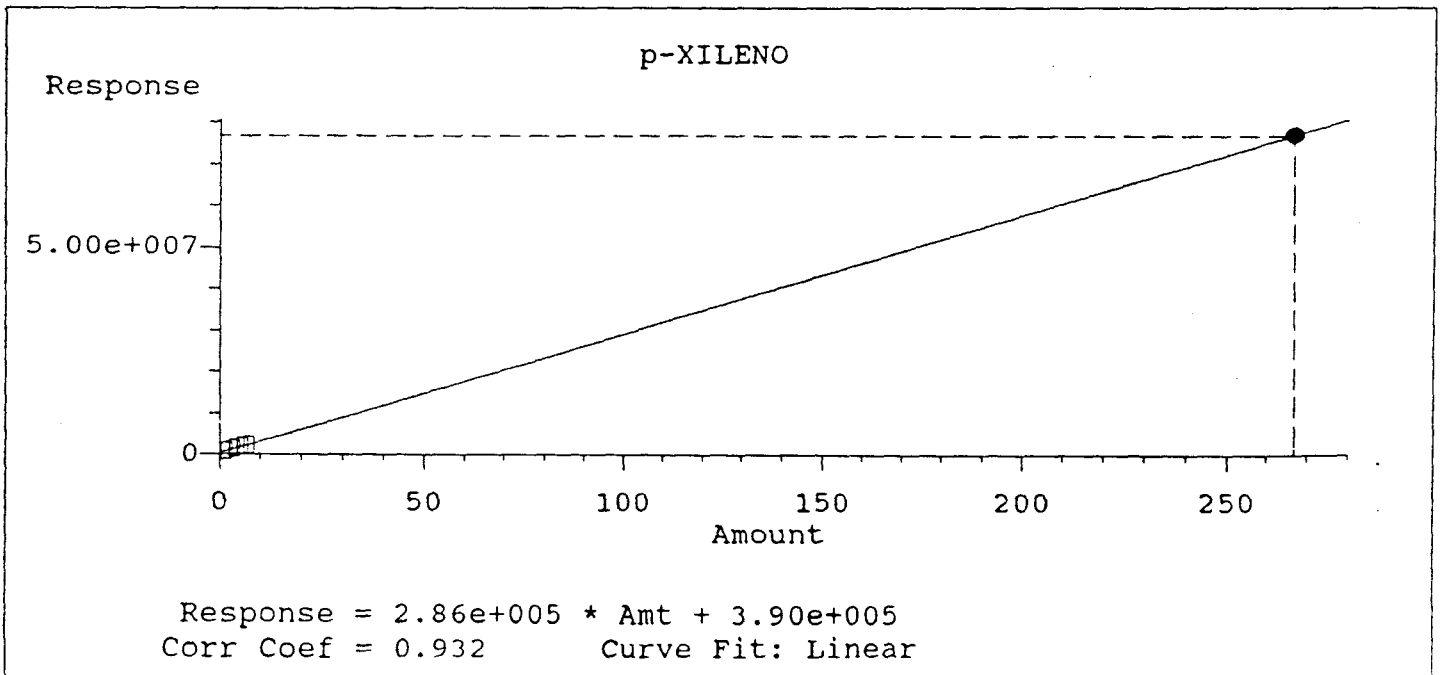


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0201002.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 8:29 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 1
 Misc Info: Muestras 1003, 1006 y 1009; 250 uL c/u
 Vial Number: 2
 Compound: p-XILENO
 Ret Time: 12.46
 Amount: 5336.90 ug/L
 Pk # and Type: 5

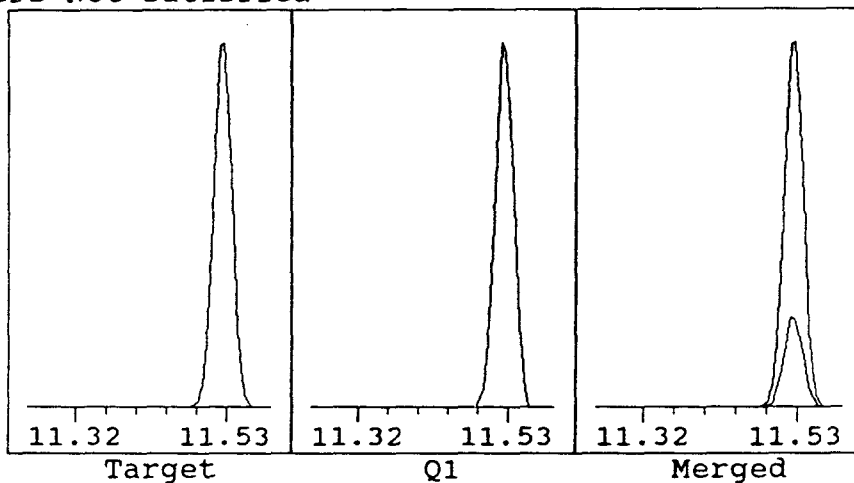


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		12.46	12.10	76627764	EVENTS
Q1	106.00	38.0	27.9- 41.9	12.46	to	29142299	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.72	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

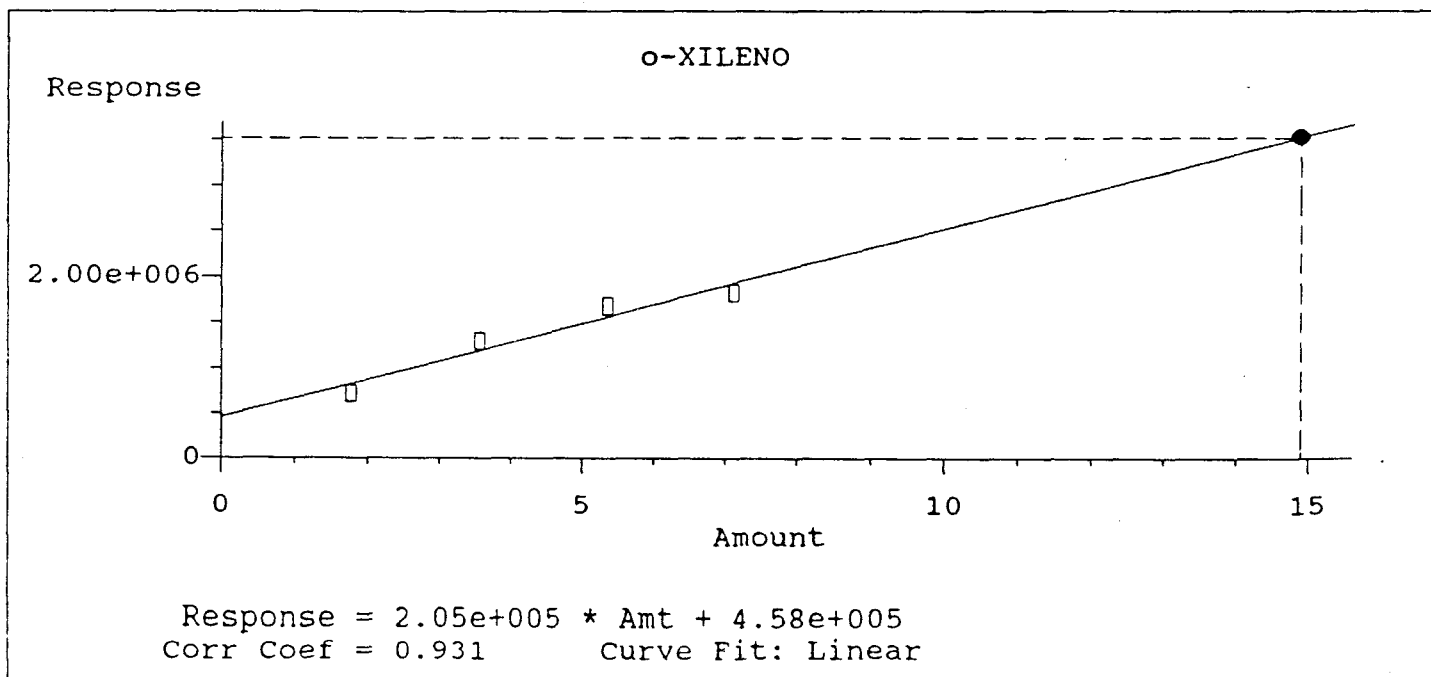


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0301001.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 9:35 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 2
 Misc Info: Muestras 1004, 1007 y 1010; 250 uL c/u
 Vial Number: 3
 Compound: o-XILENO
 Ret Time: 11.53
 Amount: 297.85 ug/L
 Pk # and Type: 3
 # Qualifiers Not Satisfied

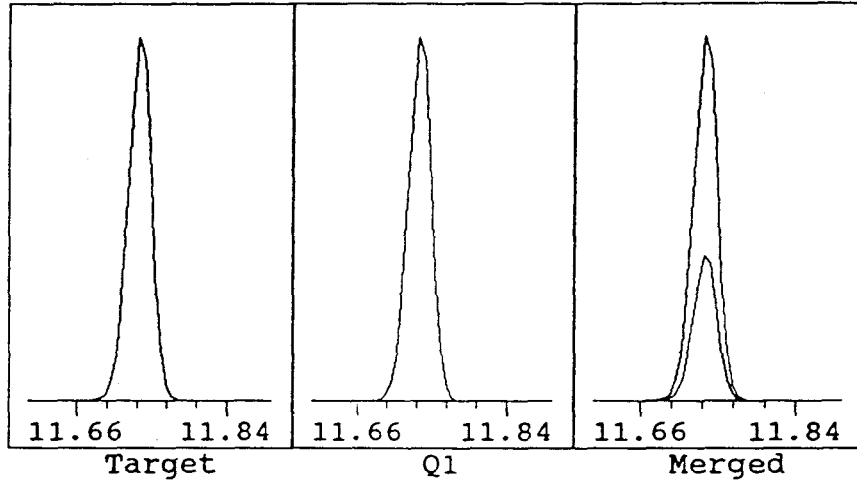


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		11.53	11.25	3516431	EVENTS
Q1	106.00	24.4	0.0- 0.0	11.53	to	857730	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	11.83	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

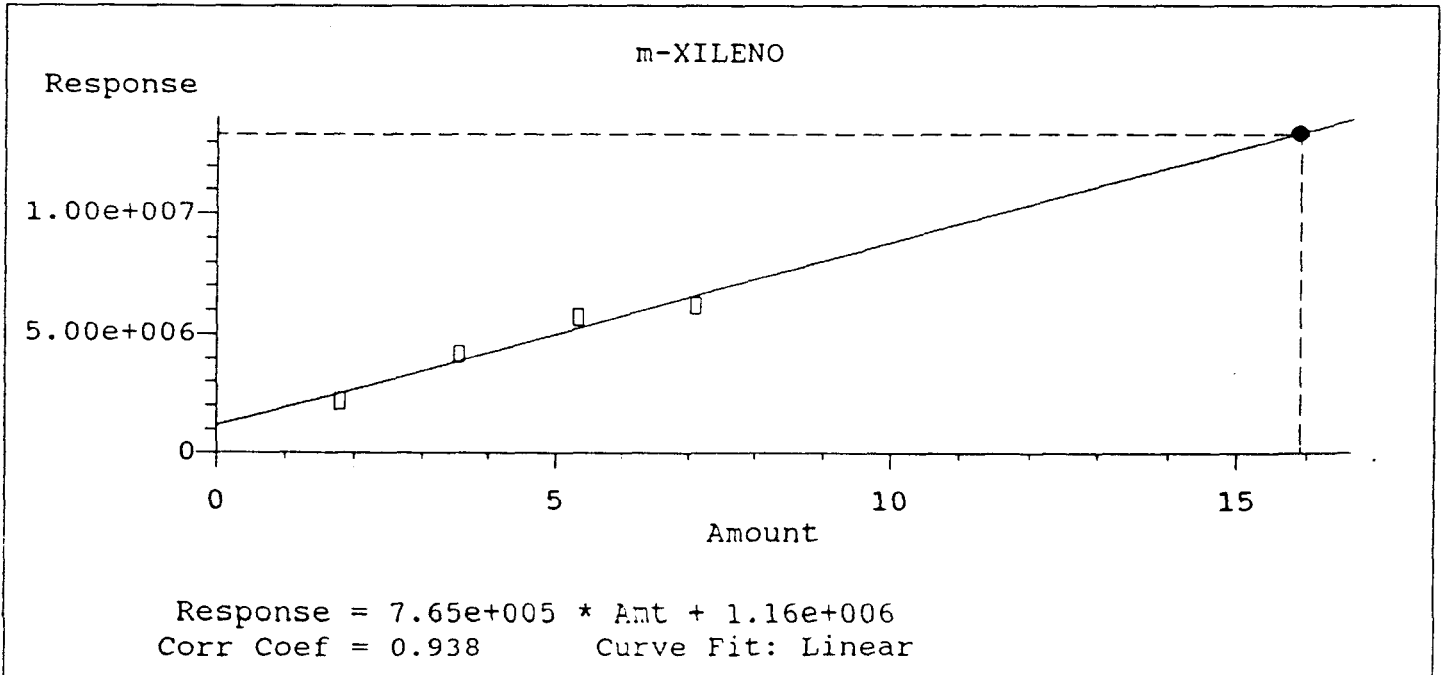


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0301001.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 9:35 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 2
 Misc Info: Muestras 1004, 1007 y 1010; 250 uL c/u
 Vial Number: 3
 Compound: m-XILENO
 Ret Time: 11.74
 Amount: 317.99 ug/L
 Pk # and Type: 4

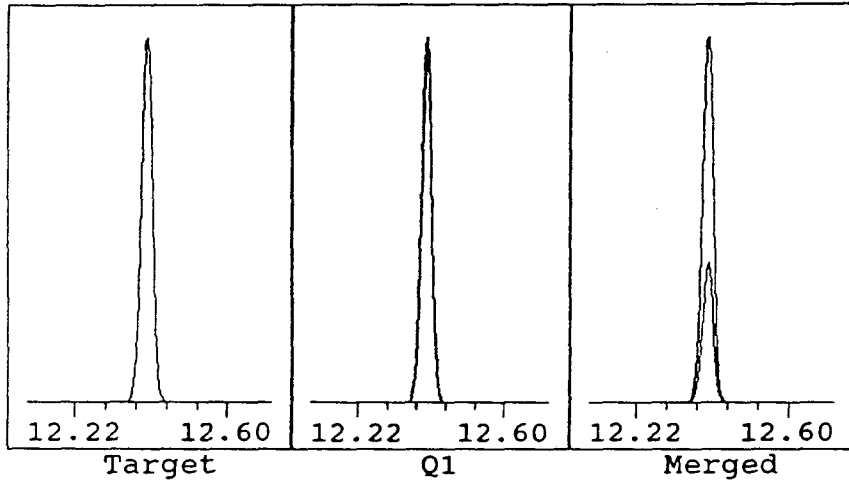


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		11.74	11.45	13323863	EVENTS
Q1	106.00	39.0	31.4- 47.0	11.74	to	5201534	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.04	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

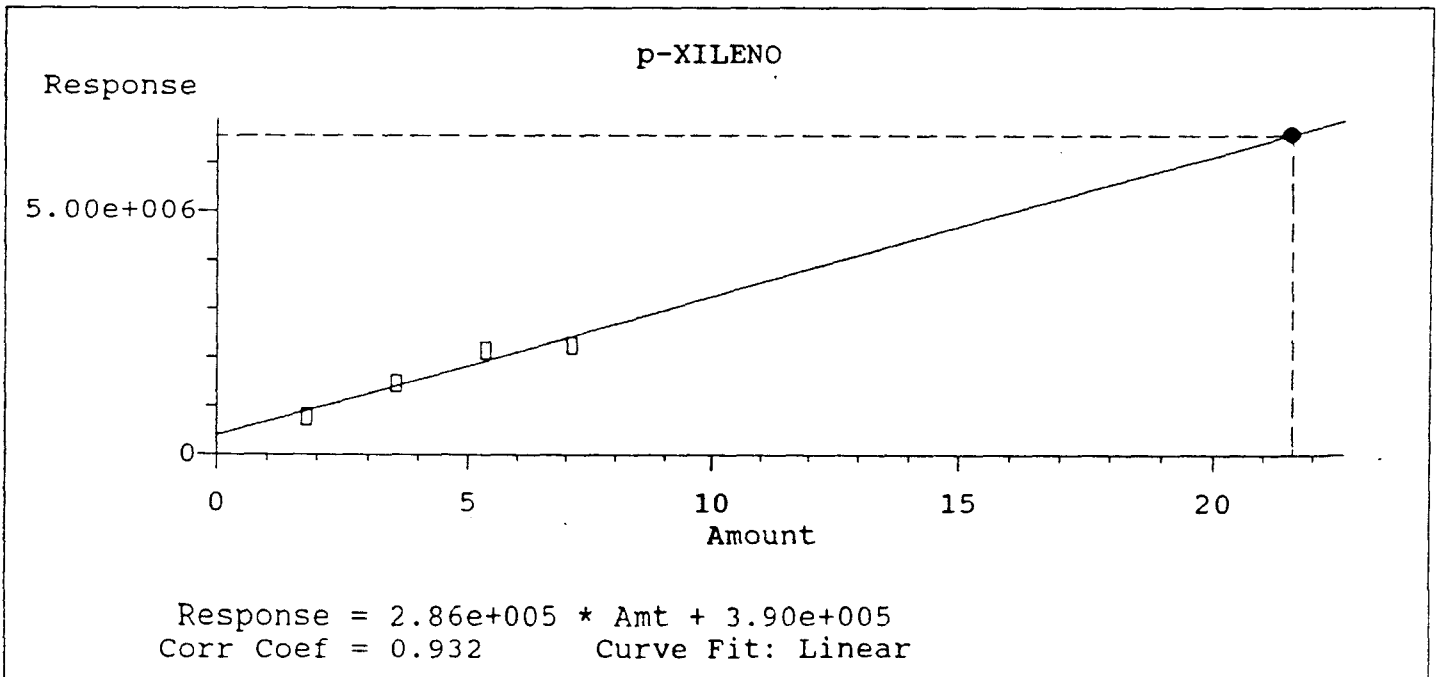


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0301001.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 9:35 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 2
 Misc Info: Muestras 1004, 1007 y 1010; 250 uL c/u
 Vial Number: 3
 Compound: p-XILENO
 Ret Time: 12.40
 Amount: 431.51 ug/L
 Pk # and Type: 5

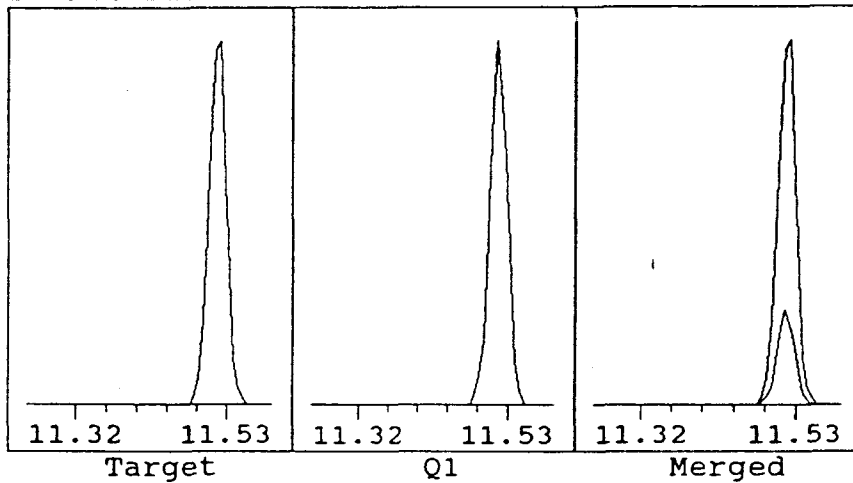


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		12.40	12.10	6554149	EVENTS
Q1	106.00	35.9	27.9- 41.9	12.40	to	2355170	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.72	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

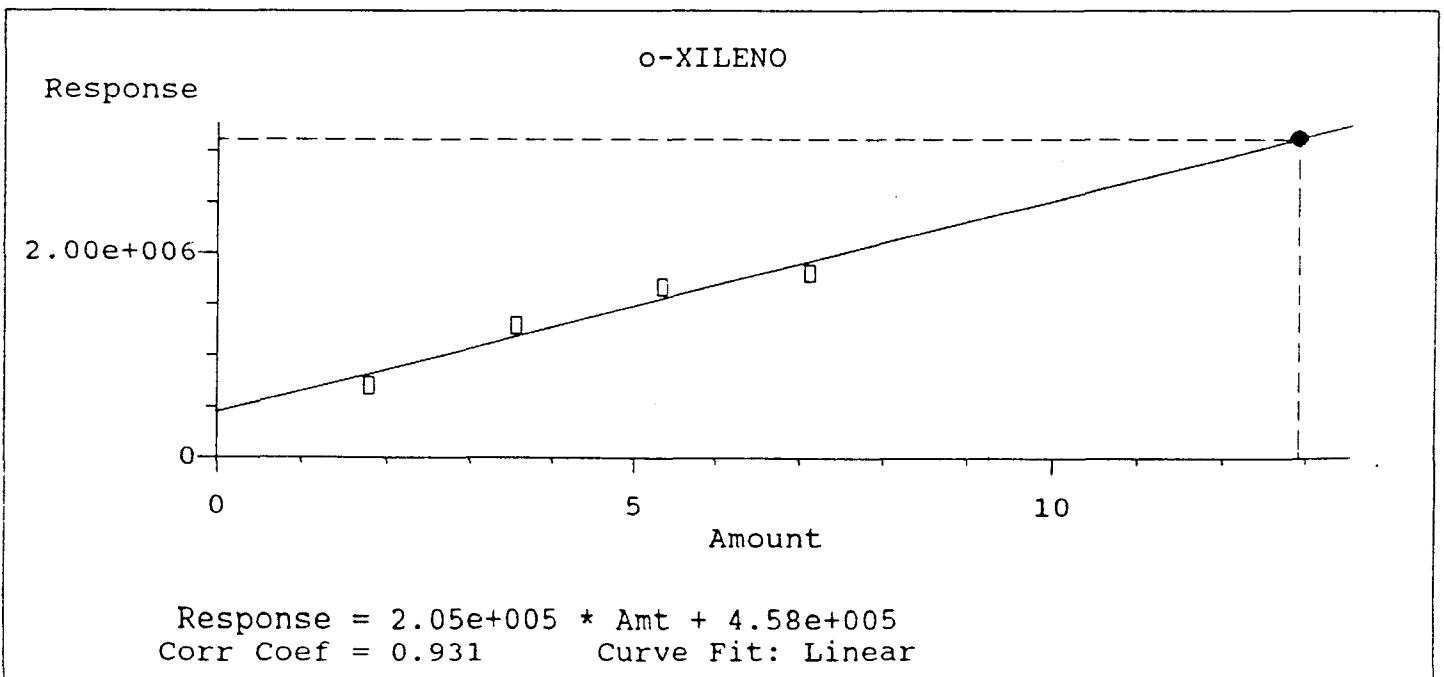


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0401002.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 10:19 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 3
 Misc Info: Muestras 1005, 1008 y 1011; 250 uL c/u
 Vial Number: 4
 Compound: o-XILENO
 Ret Time: 11.53
 Amount: 258.42 ug/L
 Pk # and Type: 3
 # Qualifiers Not Satisfied

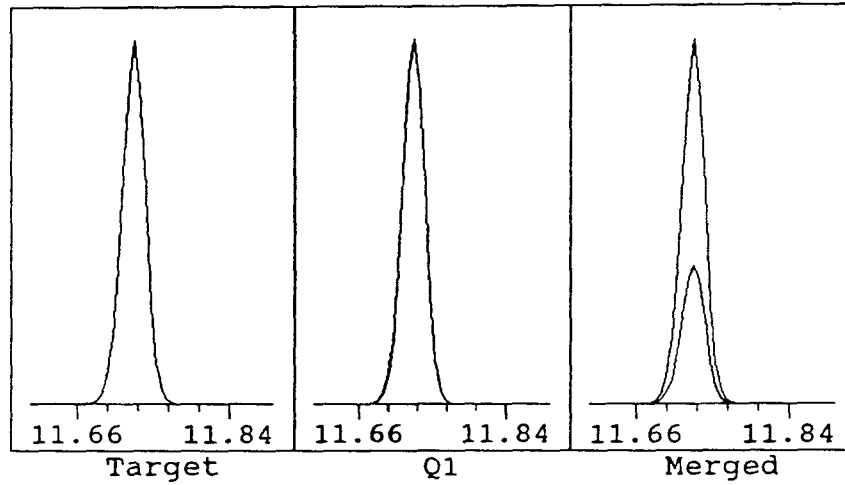


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		11.53	11.25	3111688	EVENTS
Q1	106.00	24.5	0.0- 0.0	11.52	to	760925	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	11.83	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

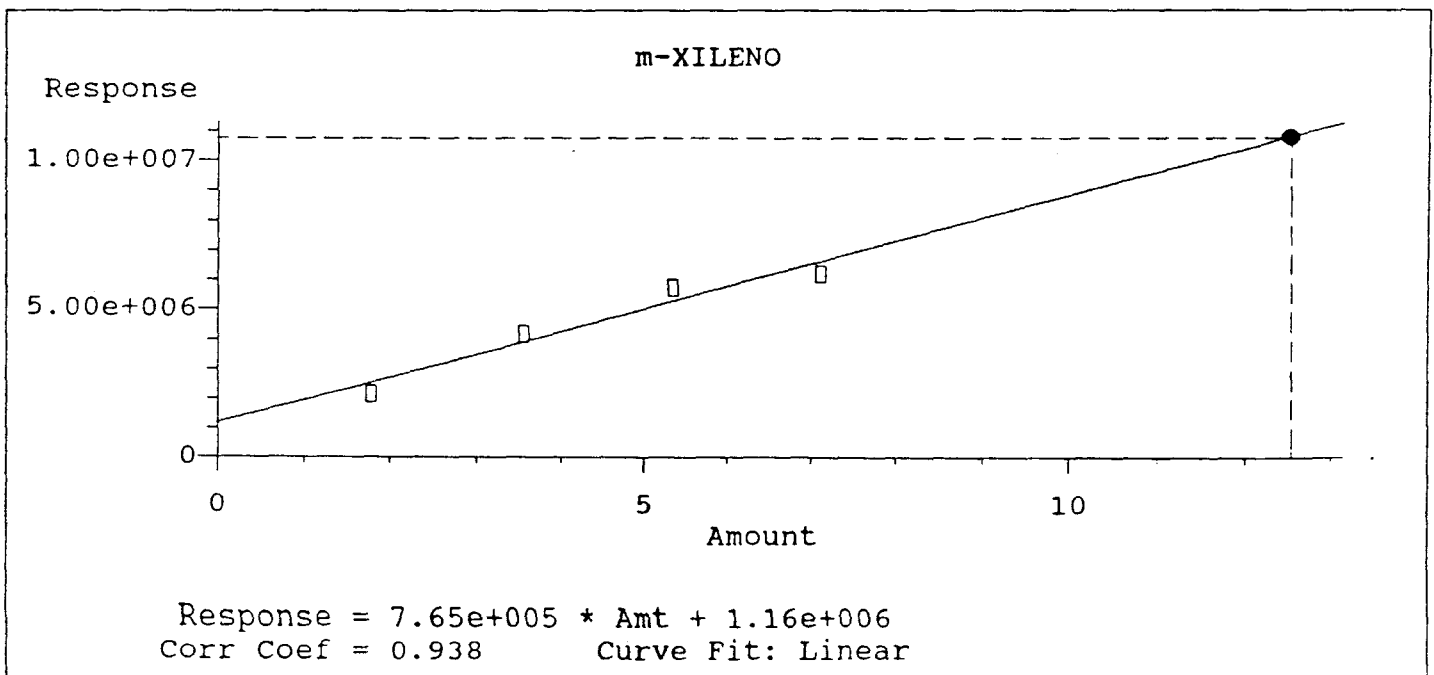


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0401002.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 10:19 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 3
 Misc Info: Muestras 1005, 1008 y 1011; 250 uL c/u
 Vial Number: 4
 Compound: m-XILENO
 Ret Time: 11.73
 Amount: 250.75 ug/L
 Pk # and Type: 4

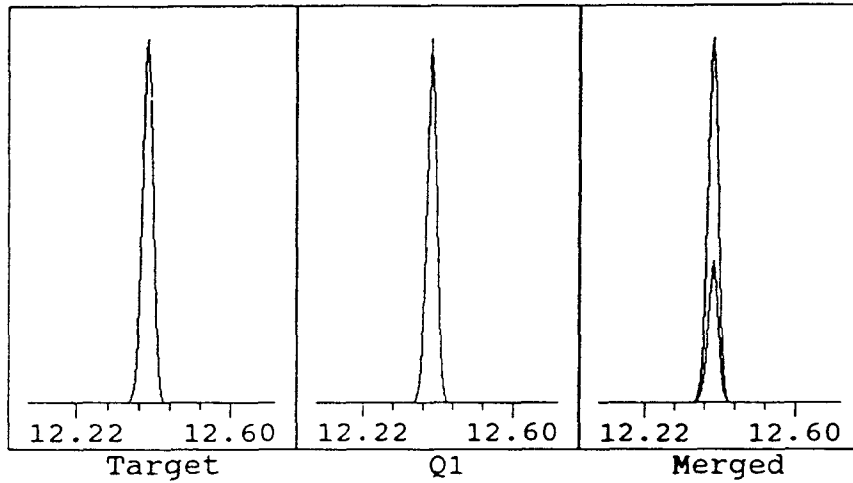


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		11.73	11.45	10750850	EVENTS
Q1	106.00	38.9	31.4- 47.0	11.73	to	4180590	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.04	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

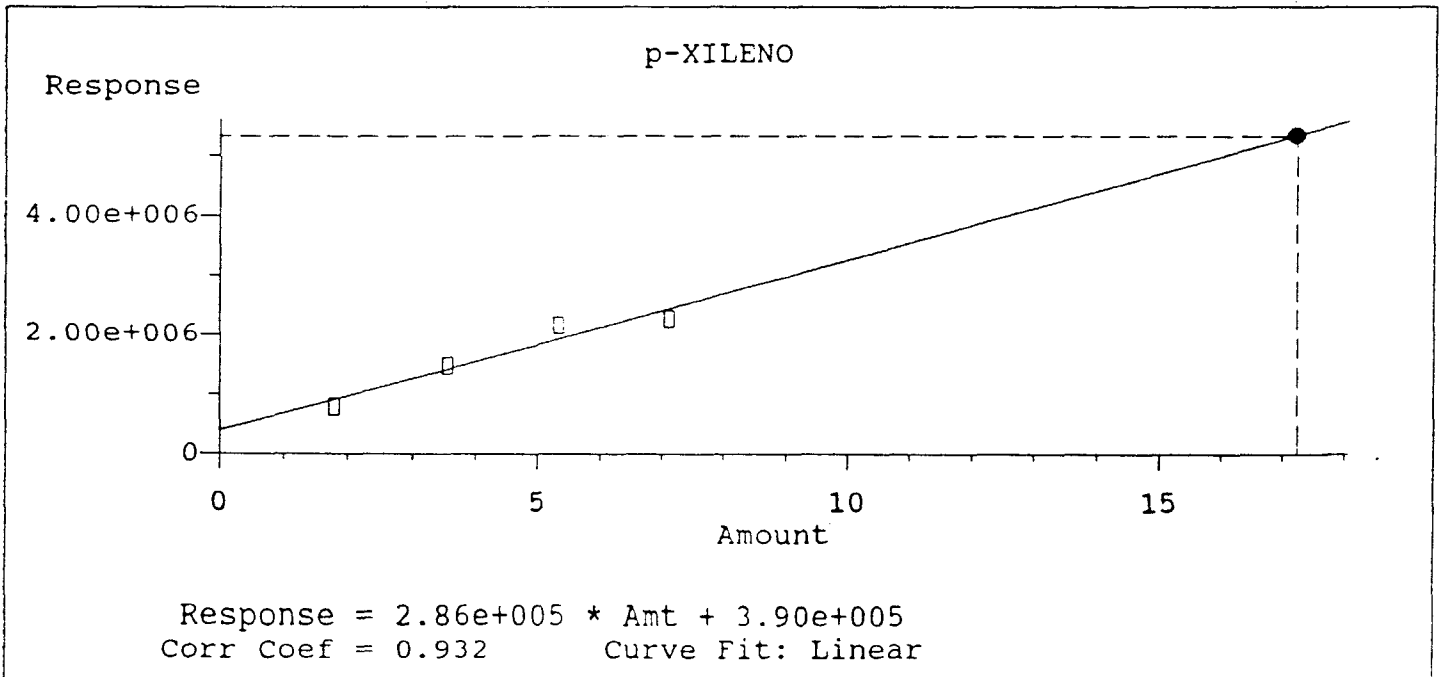


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\BENCENO1\0401002.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 1 Apr 93 10:19 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MEZCLA No. 3
 Misc Info: Muestras 1005, 1008 y 1011; 250 uL c/u
 Vial Number: 4
 Compound: p-XILENO
 Ret Time: 12.39
 Amount: 344.54 ug/L
 Pk # and Type: 5

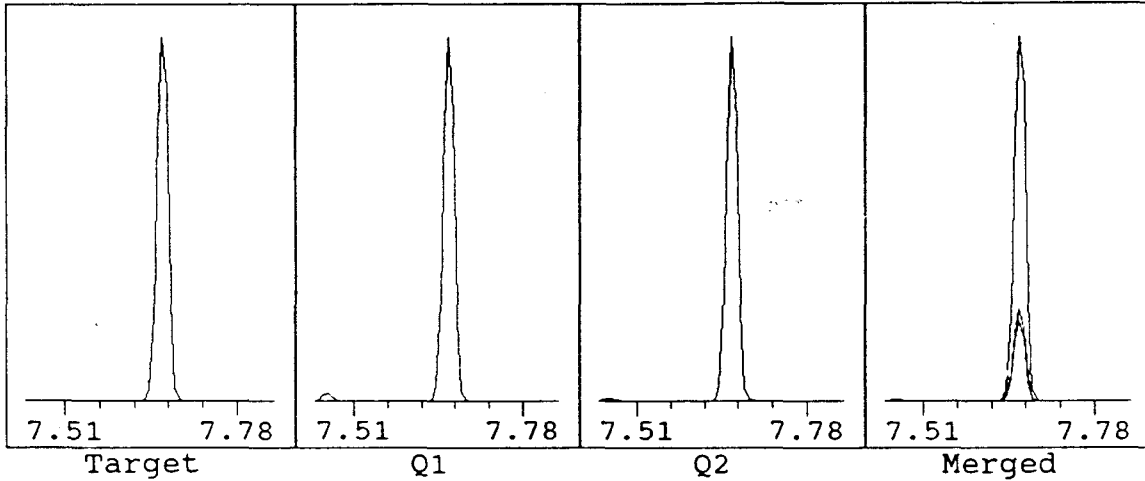


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		12.39	12.10	5311728	EVENTS
Q1	106.00	36.3	27.9- 41.9	12.39	to	1929607	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.72	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

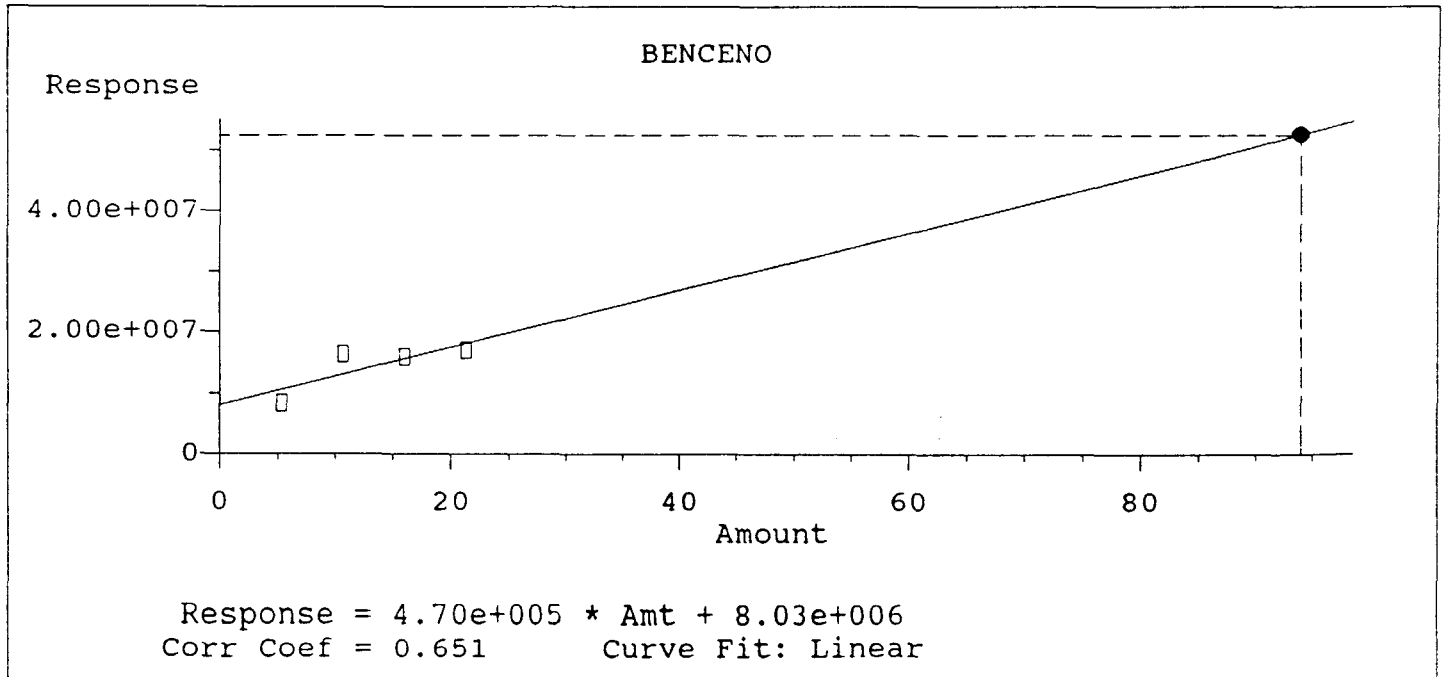


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\ENZIM\0501005.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 2 Apr 93 9:42 pm
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA 1012
 Misc Info: Dilución 1/50
 Vial Number: 5
 Compound: BENCENO
 Ret Time: 7.66
 Amount: 4698.87 ug/L
 Pk # and Type: 1

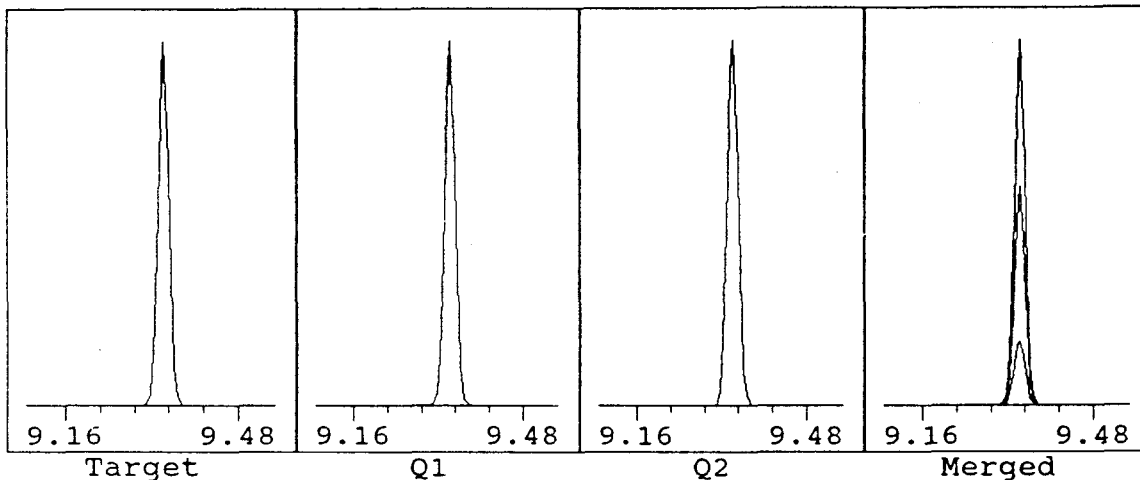


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	78.00	100.0%		7.66	7.45	52221104	EVENTS
Q1	52.00	21.2	18.0- 27.0	7.66	to	11047950	EVENTS
Q2	51.00	24.7	22.8- 34.2	7.66	7.84	12872545	EVENTS
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

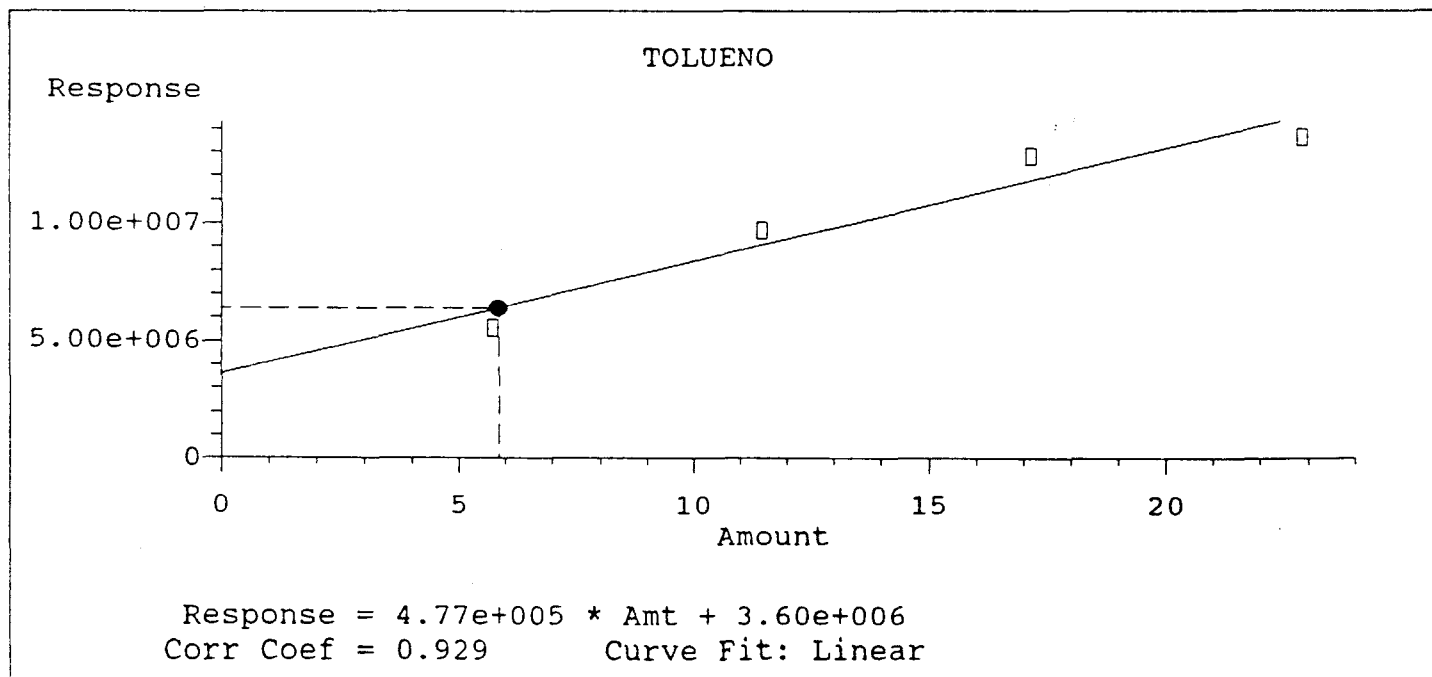


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\ENZIM\0501005.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 2 Apr 93 9:42 pm
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA 1012
 Misc Info: Dilución 1/50
 Vial Number: 5
 Compound: TOLUENO
 Ret Time: 9.35
 Amount: 292.03 ug/L
 Pk # and Type: 2



	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		9.35	9.09	6383027	EVENTS
Q1	92.00	60.1	47.6- 71.4	9.35	to	3838660	EVENTS
Q2	65.00	18.6	14.6- 22.0	9.35	9.56	1185137	EVENTS
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

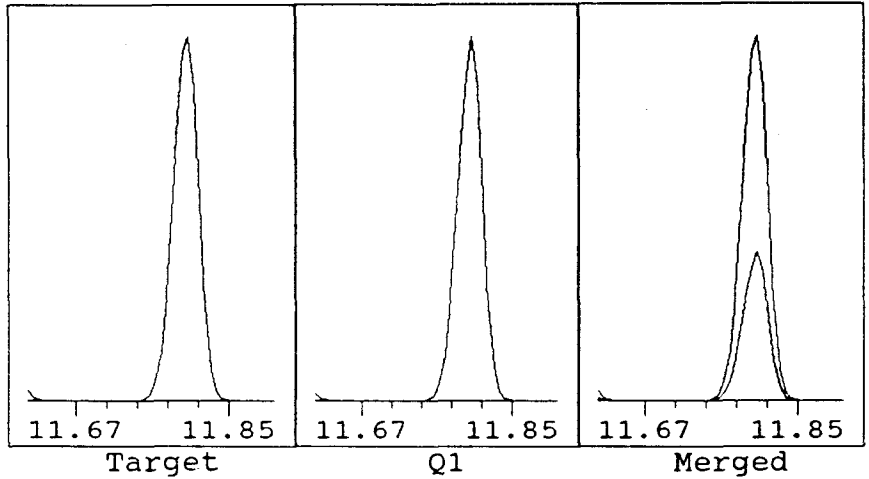


VOC's

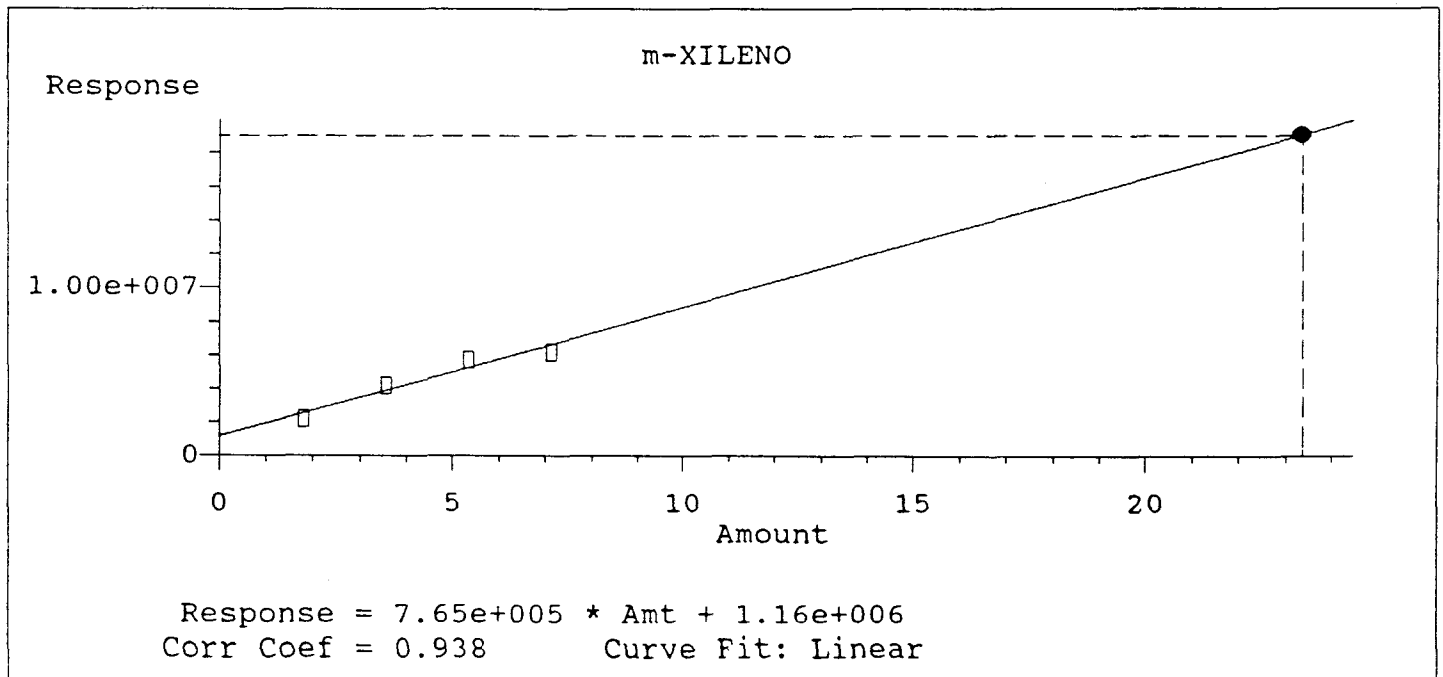
File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\ENZIM\0501005.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 2 Apr 93 9:42 pm
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA 1012
Misc Info: Dilución 1/50
Vial Number: 5
Compound: o-XILENO
Ret Time:
Amount:
Pk # and Type: 3
***** NOT FOUND *****

VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\ENZIM\0501005.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 2 Apr 93 9:42 pm
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA 1012
 Misc Info: Dilución 1/50
 Vial Number: 5
 Compound: m-XILENO
 Ret Time: 11.80
 Amount: 1167.62 ug/L
 Pk # and Type: 4

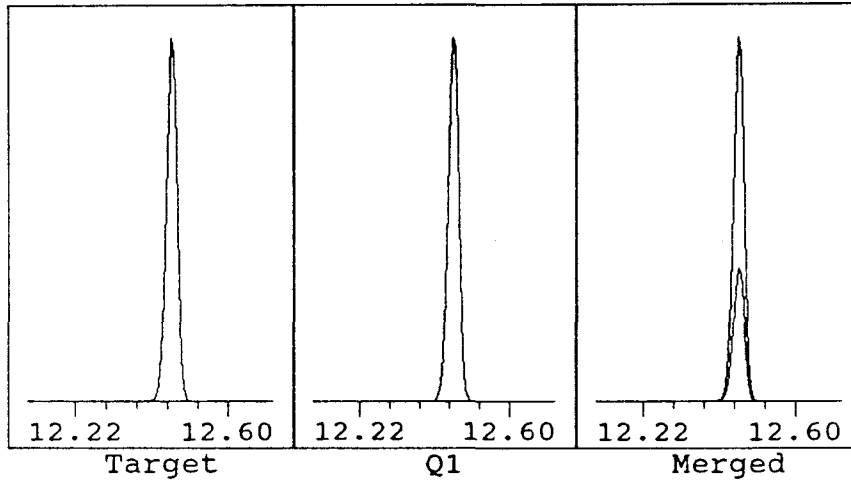


	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		11.80	11.45	19027704	EVENTS
Q1	106.00	39.7	31.4- 47.0	11.80	to	7555291	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.04	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto

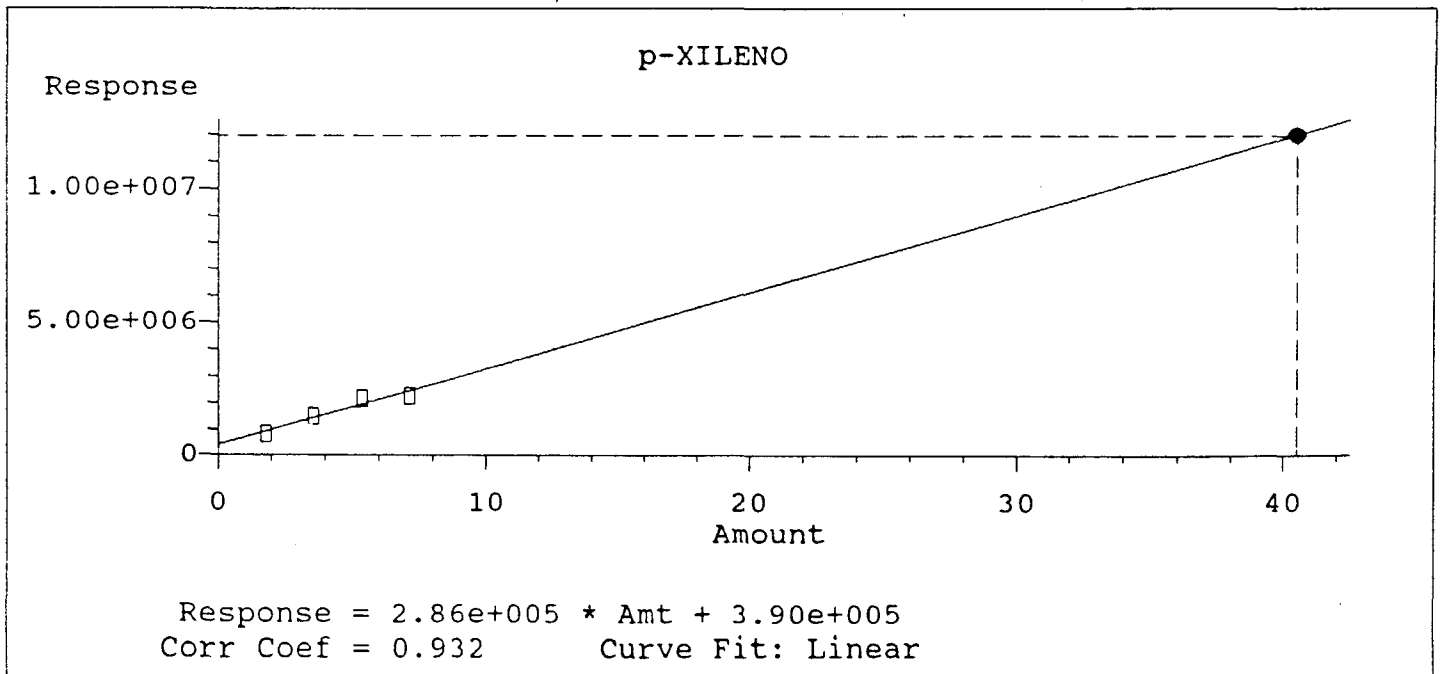


VOC's

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\ENZIM\0501005.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 2 Apr 93 9:42 pm
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA 1012
 Misc Info: Dilución 1/50
 Vial Number: 5
 Compound: p-XILENO
 Ret Time: 12.46
 Amount: 2025.94 ug/L
 Pk # and Type: 5



	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		12.46	12.10	11966247	EVENTS
Q1	106.00	37.1	27.9- 41.9	12.46	to	4438863	EVENTS
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.72	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto



MALCOLM PIRNIE

Calibration Last Update: Fri May 07 08:31:40 1993
 External Standard Report - Summary

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\ENZIM\0601013.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 7 May 93 11:00 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: Muestra 1013
 Misc Info: Dilución 1/50
 Vial Number: 5

Quantitation Settings:

Reference Peak Window: 5 Percent
 Non-Reference Peak Window: 5 Percent
 Correlation Window: 0.03 Minutes
 Default Multiplier: 1.0313
 Default Sample Amount: 0
 Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
 m -> Manually re-integrated

Pk #	Compound	Ret Time	Amount	Peak Type
1	DICLOROMETANO	6.61	-25.4 ug/Kg	#
2	TRANS-1,2-DICLOROETENO	*****	NOT FOUND *****	
3	1,1,1-TRICLORETANO	7.40	-1.4 ug/Kg	#
4	BENCENO	7.61	218.0 ug/Kg	
5	BROMODICLOROMETANO	8.23	-5.2 ug/Kg	#
6	TRANS-1,3-DICLOPROEPENO	*****	NOT FOUND *****	
7	CIS-1,3-DICLOROPROPENO	9.23	-1.7 ug/Kg	#
8	TOLUENO	9.31	65.0 ug/Kg	
9	TETRACLOROETANO	10.21	- 0.3 ug/Kg	
10	O-XILENO	*****	NOT FOUND *****	
11	M-XILENO	11.73	405.0 ug/Kg	#
12	P-XILENO	12.44	297.0 ug/Kg	#

END OF REPORT

Qualifiers Not Satisfied

Calibration Last Updated: Sat May 15 09:02:36 1993
External Standard Report - Detailed (Single Compound)

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\AJDIANI\0901008.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 25 Jun 93 11:36 pm
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA A, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de tolueno, Jorge Chaveznava
Vial Number: 9

Quantitation Settings:

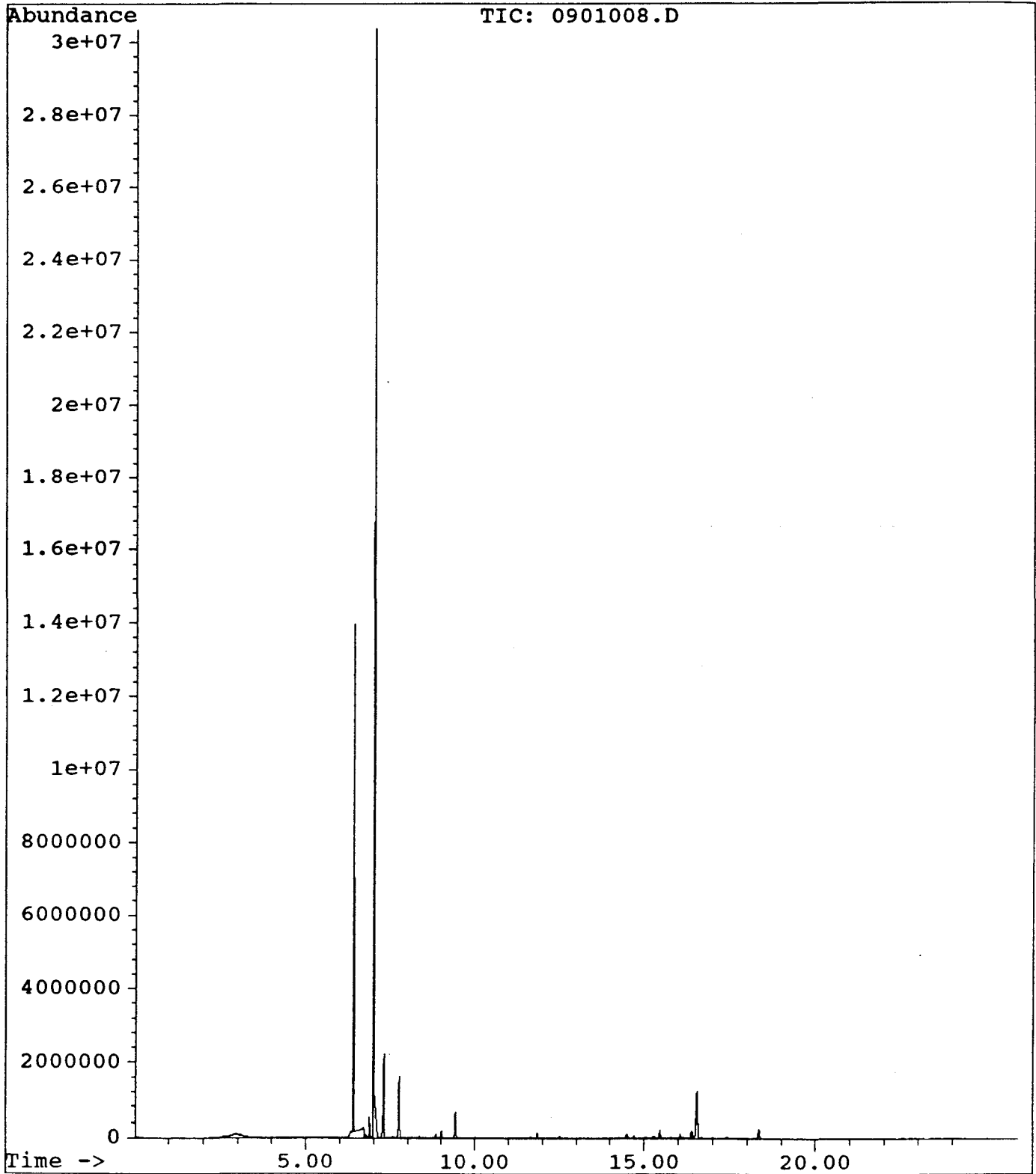
Reference Peak Window: 5 Percent
Non-Reference Peak Window: 5 Percent
Correlation Window: 0.03 Minutes
Default Multiplier: 10
Default Sample Amount: 0
Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
m -> Manually re-integrated

Number of Compounds in Database: 18

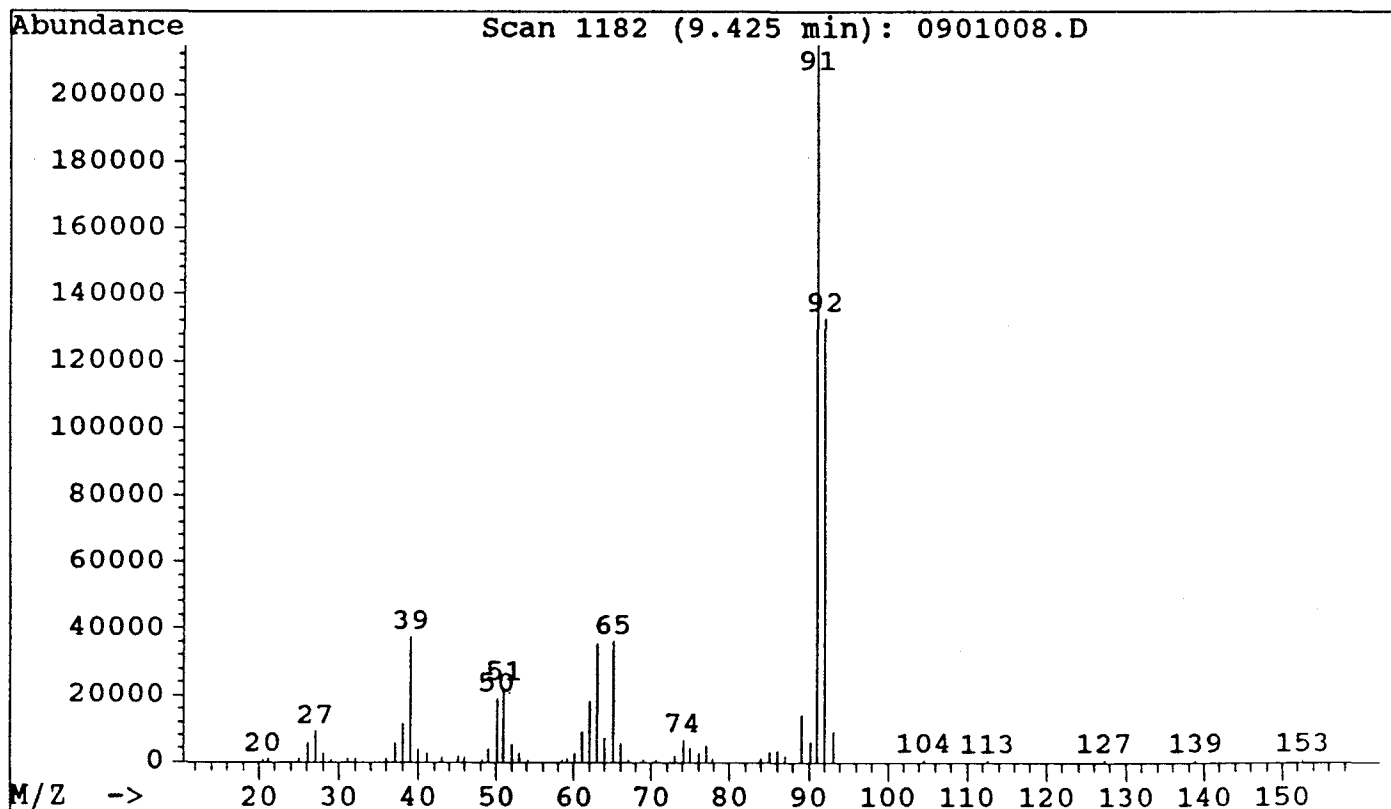
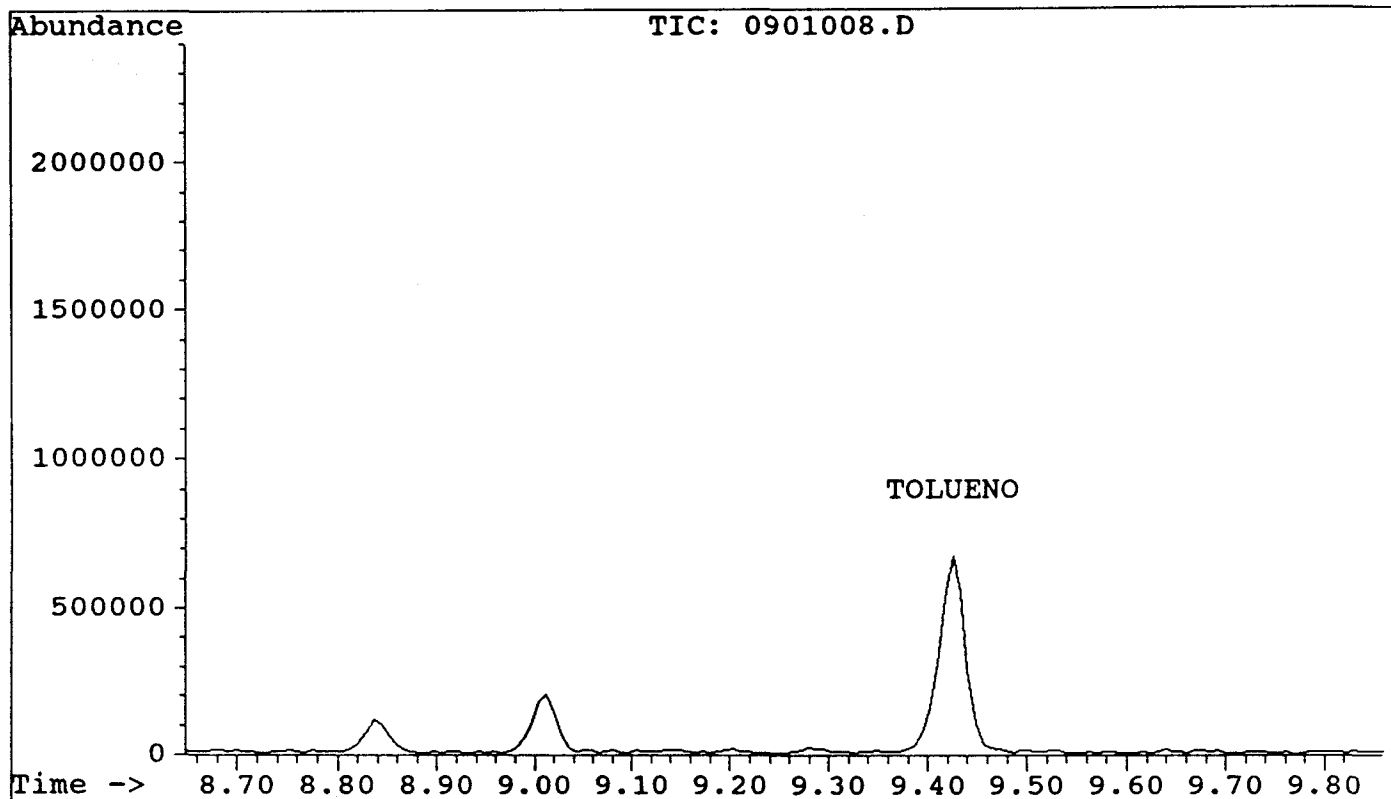
Time Reference Peaks:

Compound	Expected RT	Actual RT
-----	-----	-----

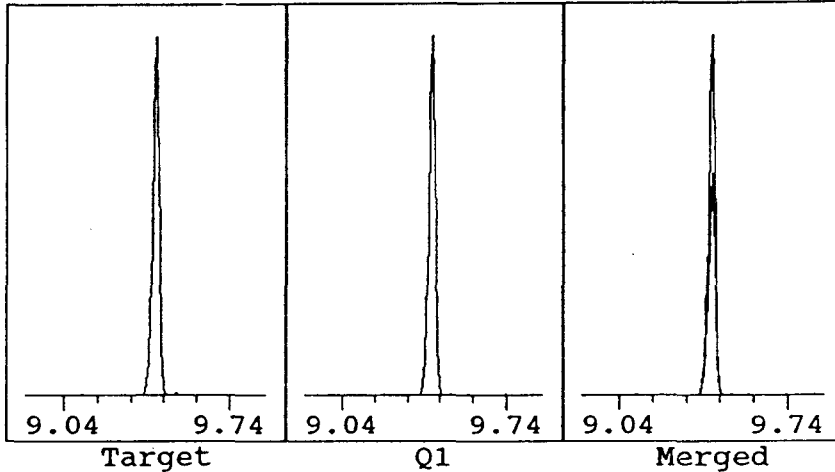
File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\AJDIANI\0901008.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 25 Jun 93 11:36 pm
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA A, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de tolueno, Jorge Chaveznava
ALS vial: 9



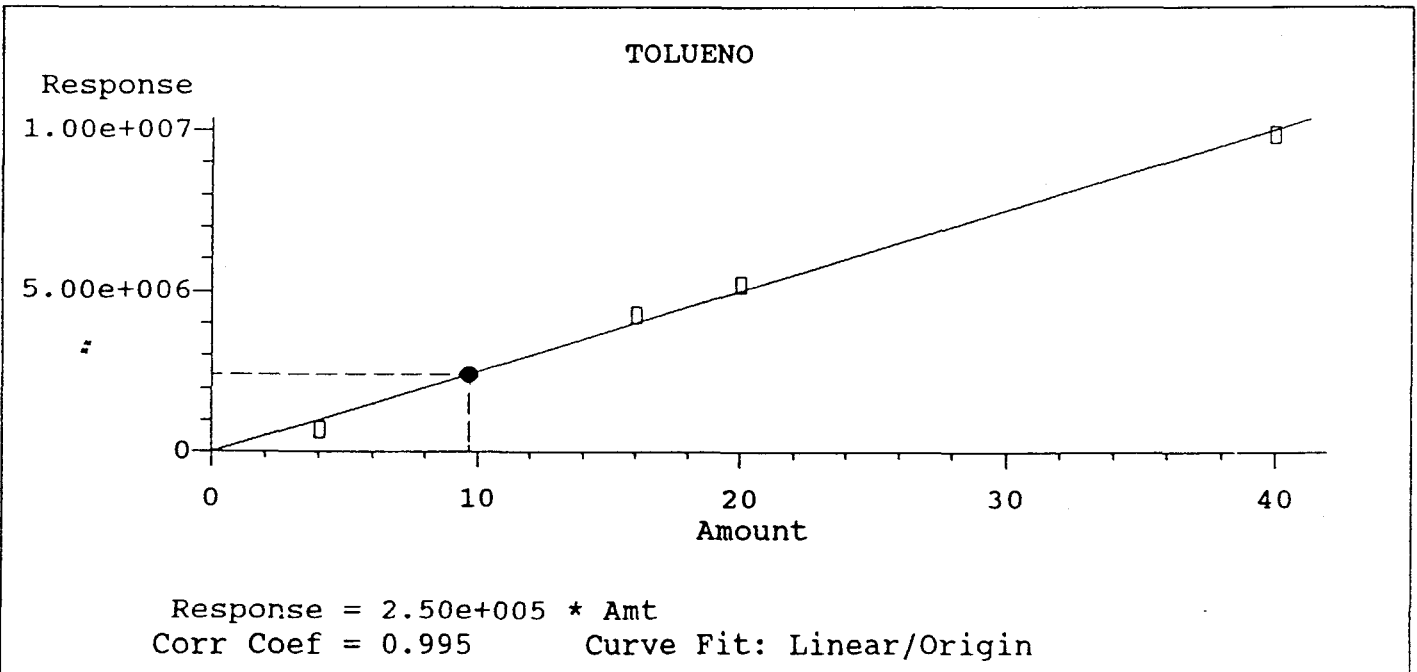
File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\AJDIANI\0901008.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 25 Jun 93 11:36 pm
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA A, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de tolueno, Jorge Chaveznava
ALS vial: 9



File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\AJDIANI\0901008.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 25 Jun 93 11:36 pm
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA A, DIL 1/10
 Misc Info: Análisis de tolueno, Jorge Chaveznava
 Vial Number: 9
 Compound: TOLUENO
 Ret Time: 9.43
 Amount: 289.50 ppb
 Pk # and Type: 12



	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	92.00	100.0%		9.43	9.16	2415317	auto
Q1	91.00	166.5	143.8- 215.8	9.43	to	4020475	auto
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	9.63	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto



Calibration Last Updated: Sat May 15 09:02:36 1993
External Standard Report - Detailed (Single Compound)

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\AJDIANI\1001009.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 26 Jun 93 0:25 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA B, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de tolueno, Jorge Chaveznava
Vial Number: 10

Quantitation Settings:

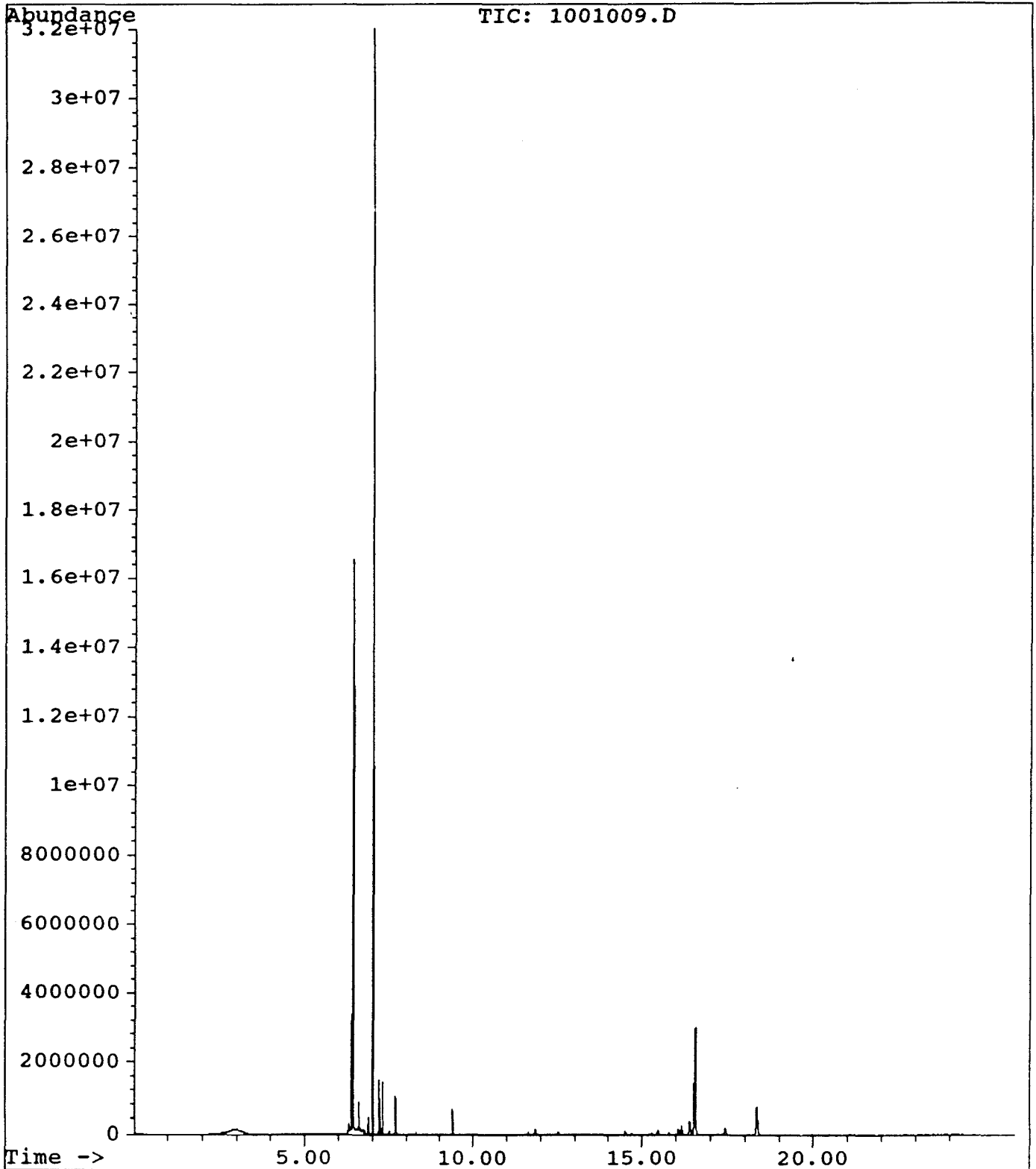
Reference Peak Window: 5 Percent
Non-Reference Peak Window: 5 Percent
Correlation Window: 0.03 Minutes
Default Multiplier: 10
Default Sample Amount: 0
Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
m -> Manually re-integrated

Number of Compounds in Database: 18

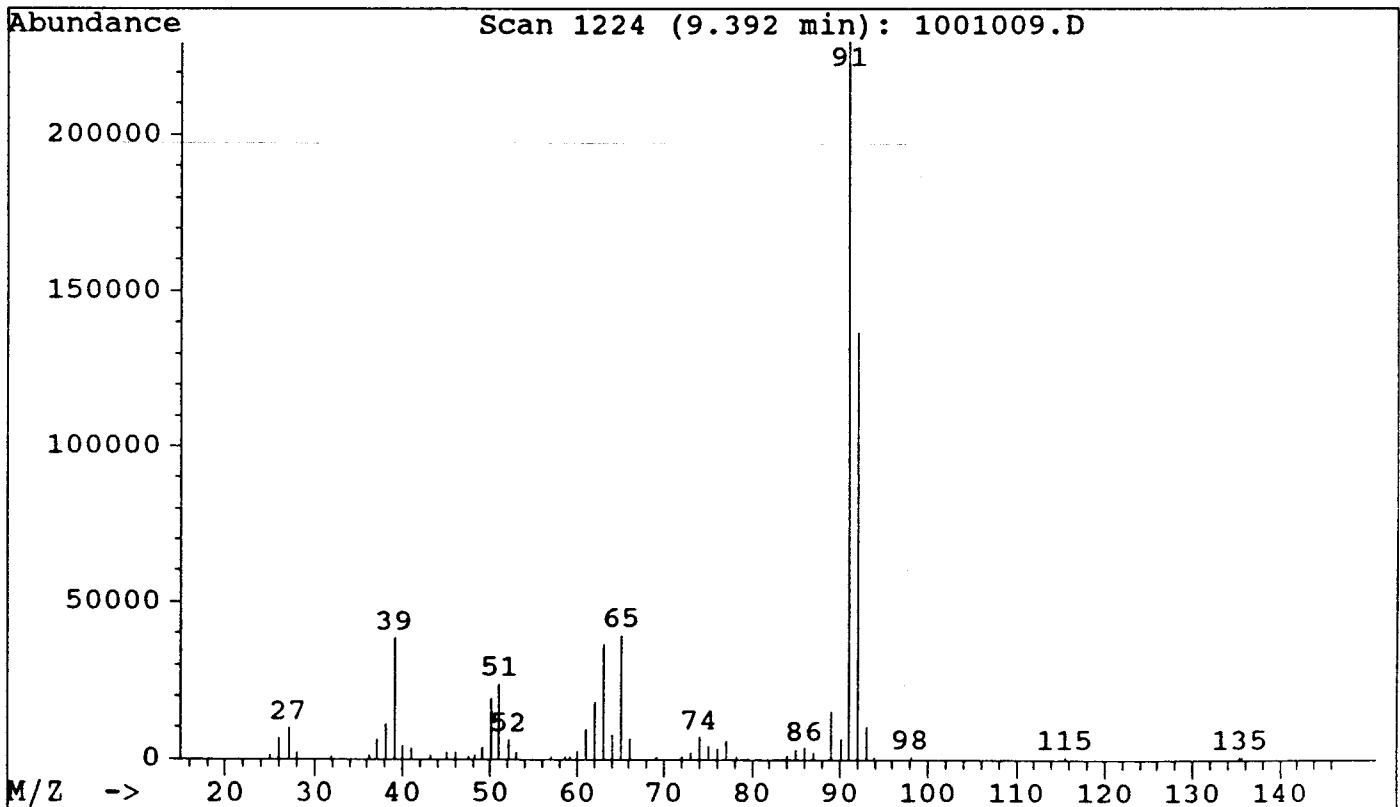
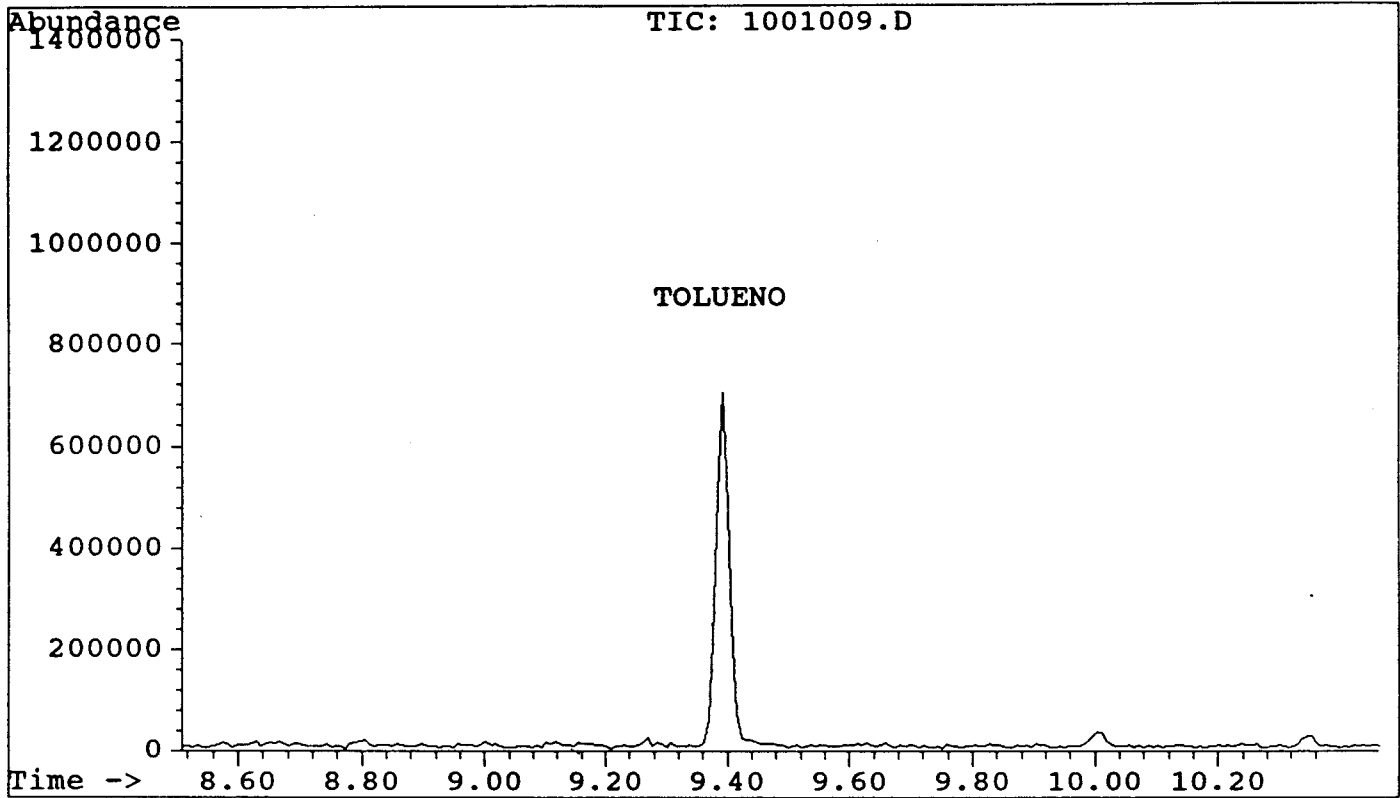
Time Reference Peaks:

Compound	Expected RT	Actual RT
-----	-----	-----

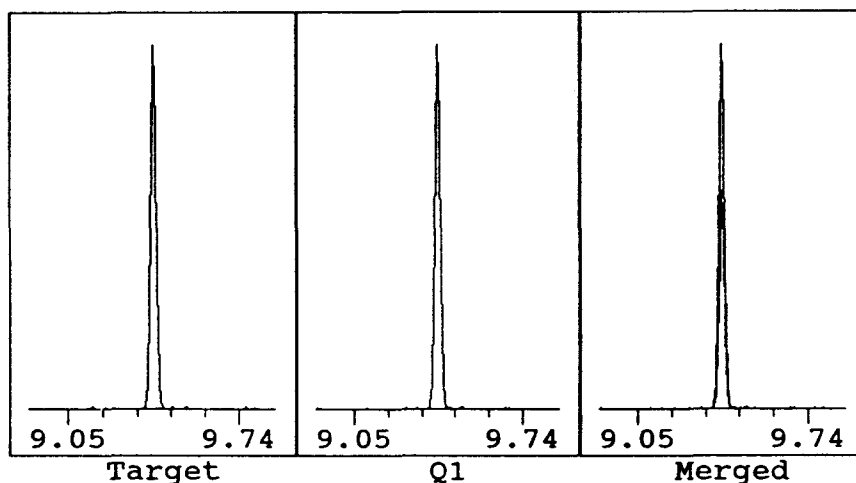
File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\AJDIANI\1001009.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 26 Jun 93 0:25 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA B, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de tolueno, Jorge Chaveznava
ALS vial: 10



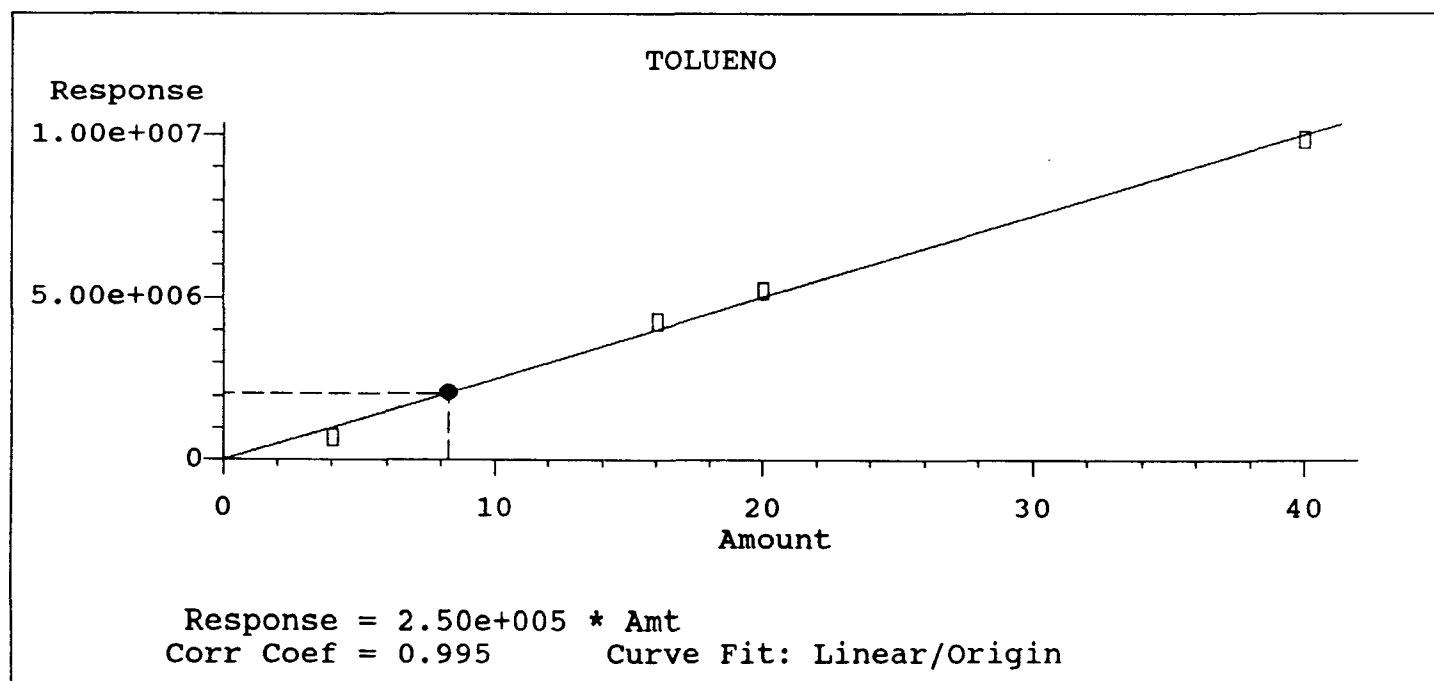
File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\AJDIANI\1001009.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 26 Jun 93 0:25 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA B, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de tolueno, Jorge Chaveznava
ALS vial: 10



File: C:\CHEMPC\DATA\VOC\AJDIANI\1001009.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 26 Jun 93 0:25 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA B, DIL 1/10
 Misc Info: Análisis de tolueno, Jorge Chaveznava
 Vial Number: 10
 Compound: TOLUENO
 Ret Time: 9.40
 Amount: 82.59 ppb
 Pk # and Type: 12



	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	92.00	100.0%		9.40	9.16	2067462	auto
Q1	91.00	168.4	143.8- 215.8	9.40	to	3481977	auto
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	9.63	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto



MALCOLM PIRNIE

Calibration Last Update: Thu Jul 08 15:27:02 1993
 External Standard Report - Summary

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1301013.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 10 Jul 93 11:00 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: Muestra C
 Misc Info: Dilución 1/10
 Vial Number: 4

Quantitation Settings:

Reference Peak Window: 5 Percent
 Non-Reference Peak Window: 5 Percent
 Correlation Window: 0.03 Minutes
 Default Multiplier: 10
 Default Sample Amount: 0
 Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
 m -> Manually re-integrated

Pk #	Compound	Ret Time	Amount	Peak Type
1	DICLOROMETANO	6.61	-23.4 ug/Kg	#
2	TRANS-1,2-DICLOROETENO	*****	NOT FOUND *****	#
3	1,1,1-TRICLORETANO	7.40	-1.1 ug/Kg	#
4	BENCENO	7.61	-0.0 ug/Kg	#
5	BROMODICLOROMETANO	8.23	-5.0 ug/Kg	#
6	TRANS-1,3-DICLOPROEPENO	*****	NOT FOUND *****	#
7	CIS-1,3-DICLOROPROPENO	9.23	-1.7 ug/Kg	#
8	TOLUENO	9.31	-0.0 ug/Kg	#
9	TETRACLOROETANO	*****	NOT FOUND *****	#
10	O-XILENO	11.61	514.5 ug/Kg	
11	M-XILENO	*****	NOT FOUND *****	
12	P-XILENO	12.44	522.3 ug/Kg	

END OF REPORT

Qualifiers Not Satisfied

MALCOLM PIRNIE

Calibration Last Update: Thu Jul 08 15:27:02 1993
 External Standard Report - Summary

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIVPYOSA\1301013.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 10 Jul 93 11:00 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: Muestra D
 Misc Info: Dilución 1/10
 Vial Number: 4

Quantitation Settings:

Reference Peak Window: 5 Percent
 Non-Reference Peak Window: 5 Percent
 Correlation Window: 0.03 Minutes
 Default Multiplier: 10
 Default Sample Amount: 0
 Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
 m -> Manually re-integrated

Pk #	Compound	Ret Time	Amount	Peak Type
1	DICLOROMETANO	6.61	-25.4 ug/Kg	#
2	TRANS-1,2-DICLOROETENO	*****	NOT FOUND *****	
3	1,1,1-TRICLORETANO	7.40	-1.4 ug/Kg	#
4	BENCENO	7.61	-0.0 ug/Kg	
5	BROMODICLOROMETANO	8.23	-5.2 ug/Kg	#
6	TRANS-1,3-DICLOPROEPENO	*****	NOT FOUND *****	
7	CIS-1,3-DICLOROPROPENO	9.23	-1.7 ug/Kg	#
8	TOLUENO	9.31	-0.2 ug/Kg	#
9	TETRACLOROETANO	10.21	- 0.3 ug/Kg	
10	O-XILENO	11.61	1437.8 ug/Kg	
11	M-XILENO	*****	NOT FOUND *****	
12	P-XILENO	12.44	9612.0 ug/Kg	

END OF REPORT

Qualifiers Not Satisfied

Calibration Last Updated: Thu Jul 08 15:27:02 1993
External Standard Report - Detailed (Single Compound)

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1301013.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 9 Jul 93 1:45 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA E, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de benceno, Jorge Chaveznava
Vial Number: 13

Quantitation Settings:

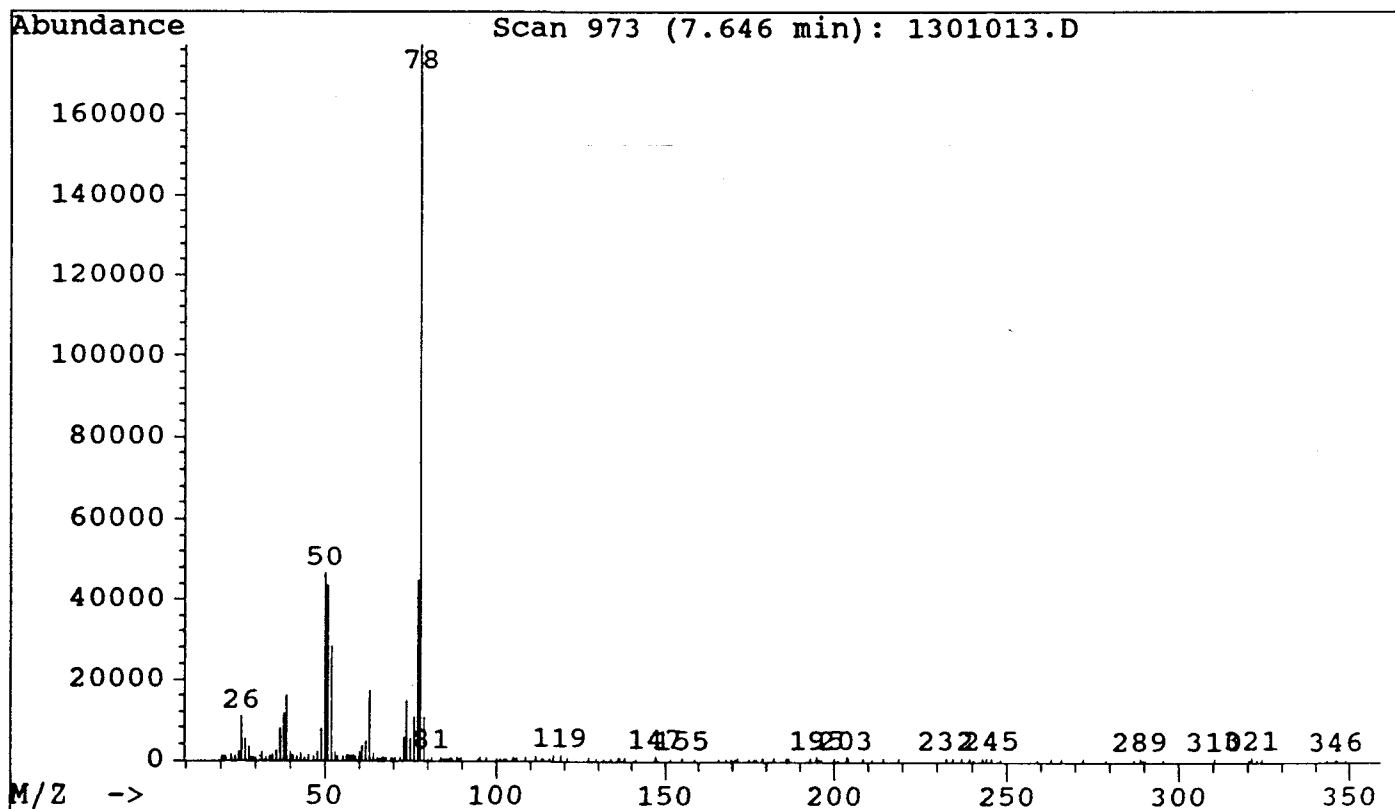
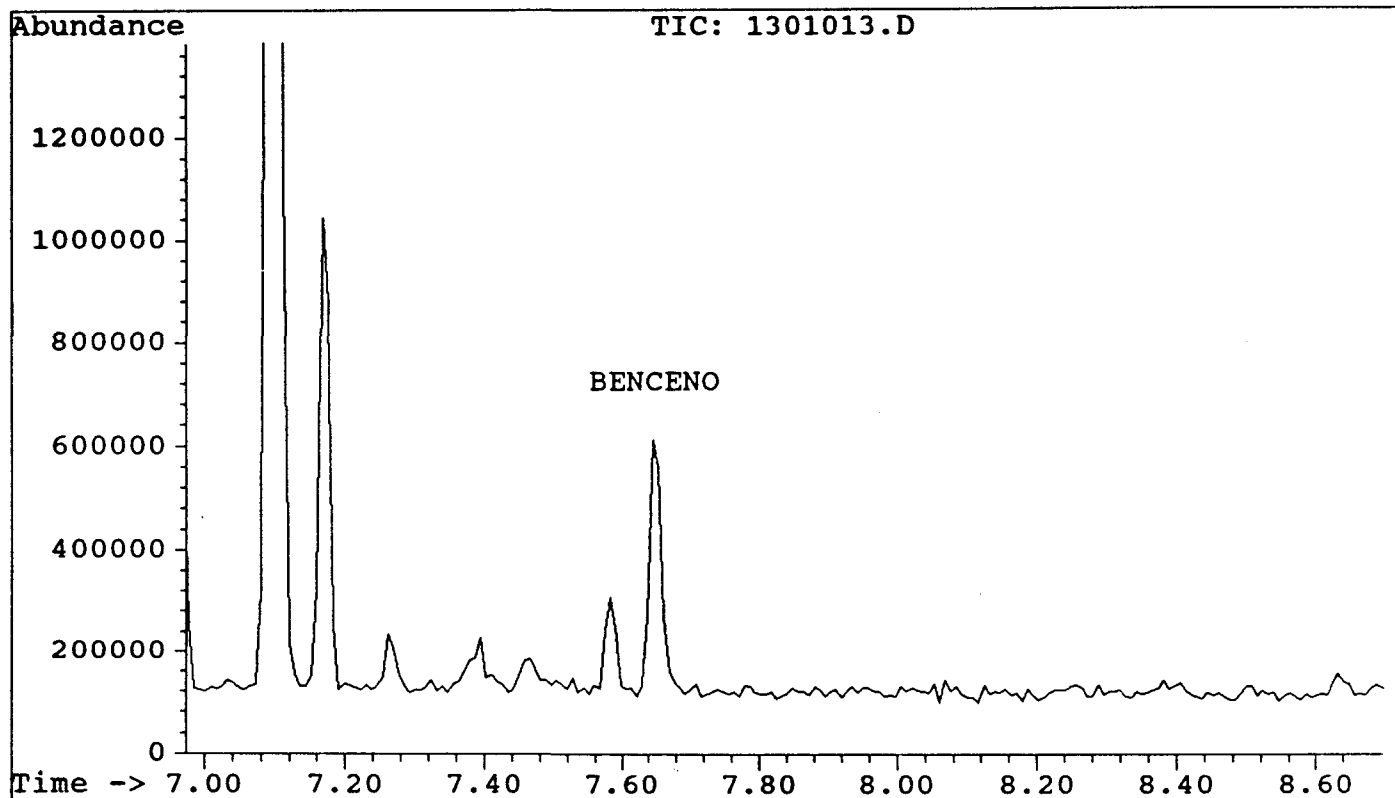
Reference Peak Window: 5 Percent
Non-Reference Peak Window: 5 Percent
Correlation Window: 0.03 Minutes
Default Multiplier: 10
Default Sample Amount: 0
Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
m -> Manually re-integrated

Number of Compounds in Database: 18

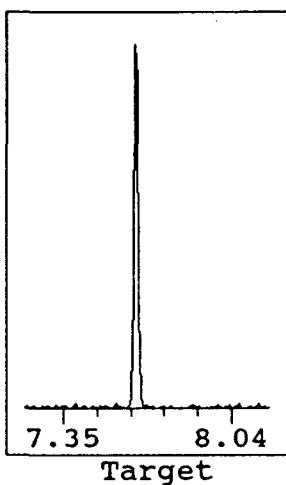
Time Reference Peaks:

Compound	Expected RT	Actual RT
-----	-----	-----

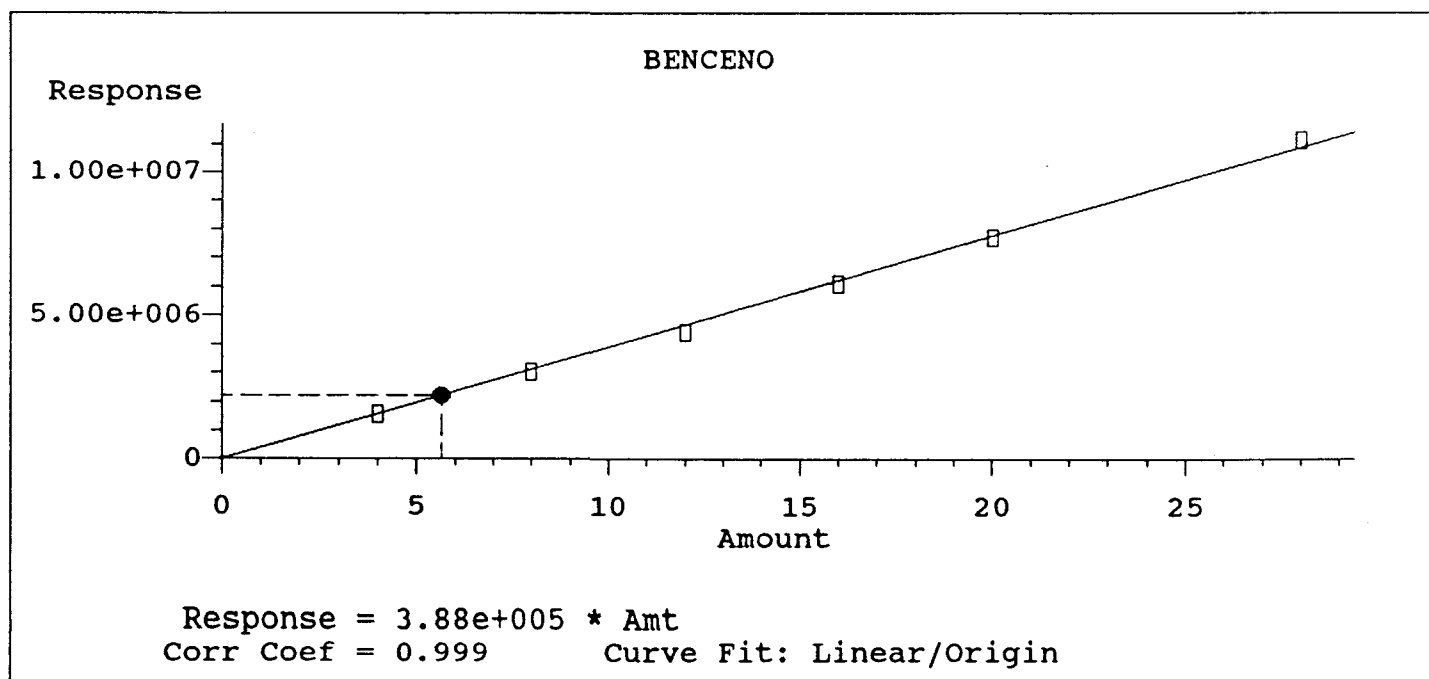
File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1301013.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 9 Jul 93 1:45 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA E, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de benceno, Jorge Chaveznava
ALS vial: 13



File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1301013.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 9 Jul 93 1:45 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA E, DIL 1/10
 Misc Info: Análisis de benceno, Jorge Chaveznava
 Vial Number: 13
 Compound: BENCENO
 Ret Time: 7.65
 Amount: 56.45 ppb
 Pk # and Type: 7



	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	78.00	100.0%		7.65	7.50	2190633	auto
Q1	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	to	0	auto
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	7.89	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto



Calibration Last Updated: Thu Jul 08 15:27:02 1993
External Standard Report - Detailed (Single Compound)

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1401014.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 9 Jul 93 2:36 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA F, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de benceno, Jorge Chaveznava
Vial Number: 14

Quantitation Settings:

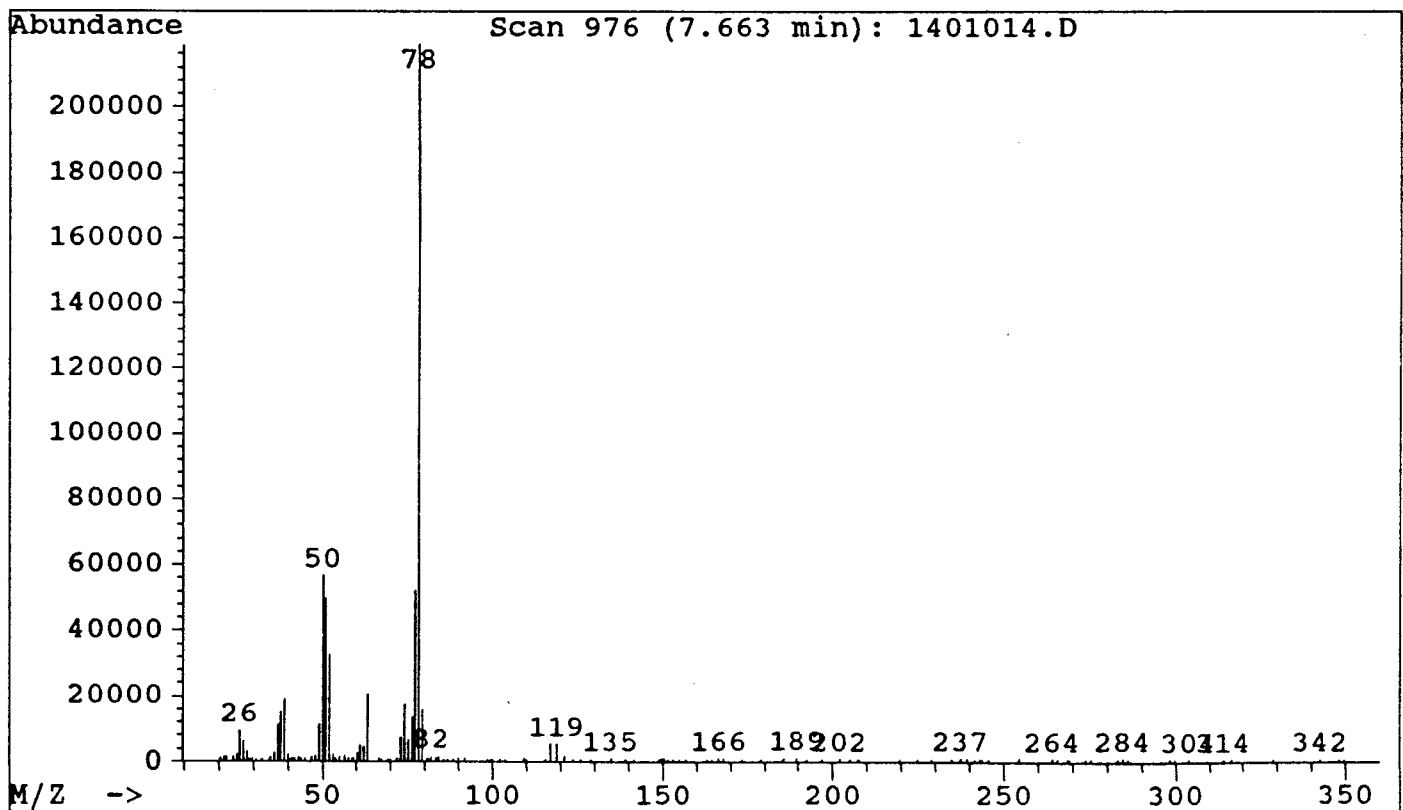
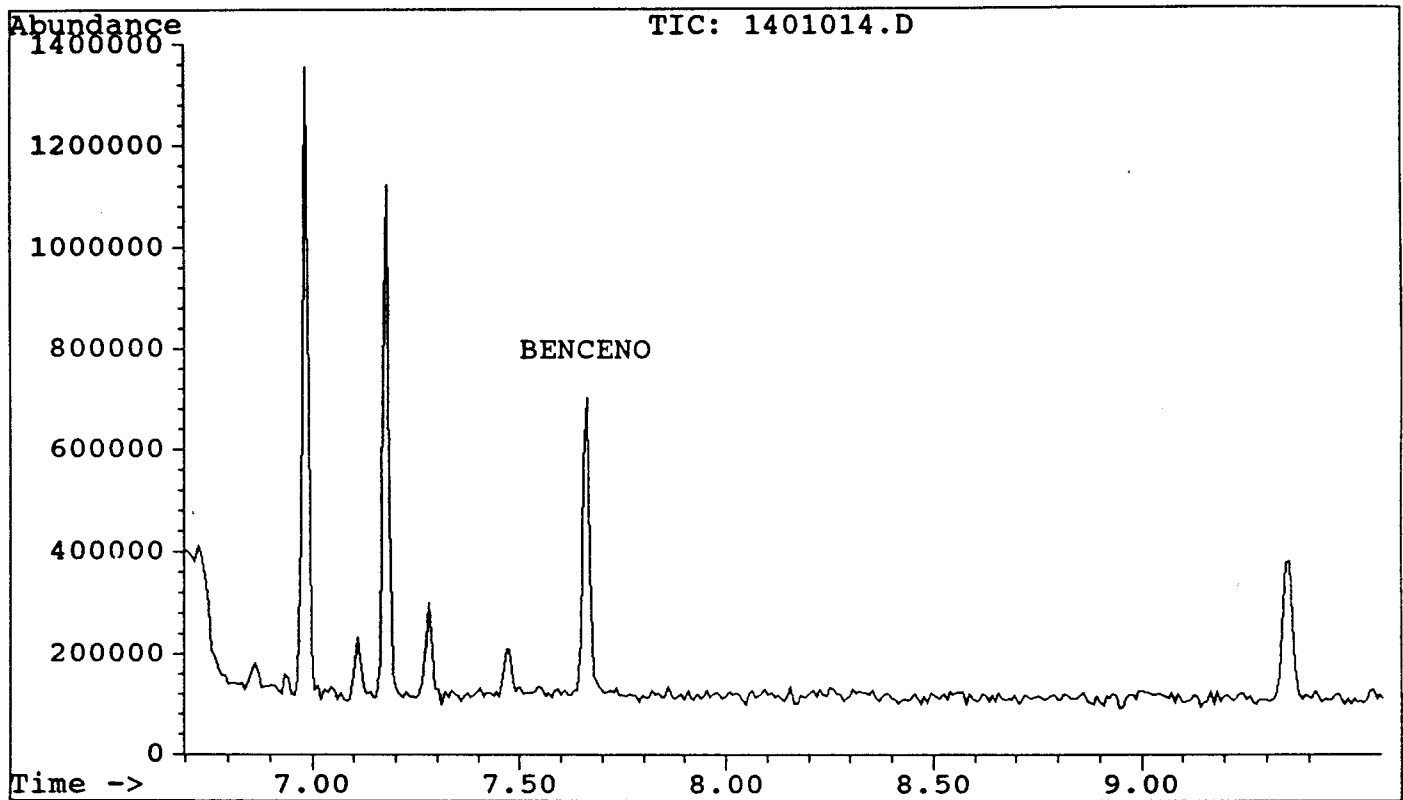
Reference Peak Window: 5 Percent
Non-Reference Peak Window: 5 Percent
Correlation Window: 0.03 Minutes
Default Multiplier: 10
Default Sample Amount: 0
Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
m -> Manually re-integrated

Number of Compounds in Database: 18

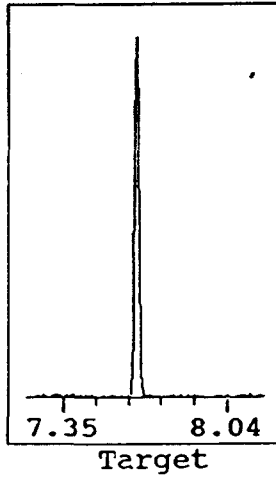
Time Reference Peaks:

Compound	Expected RT	Actual RT
-----	-----	-----

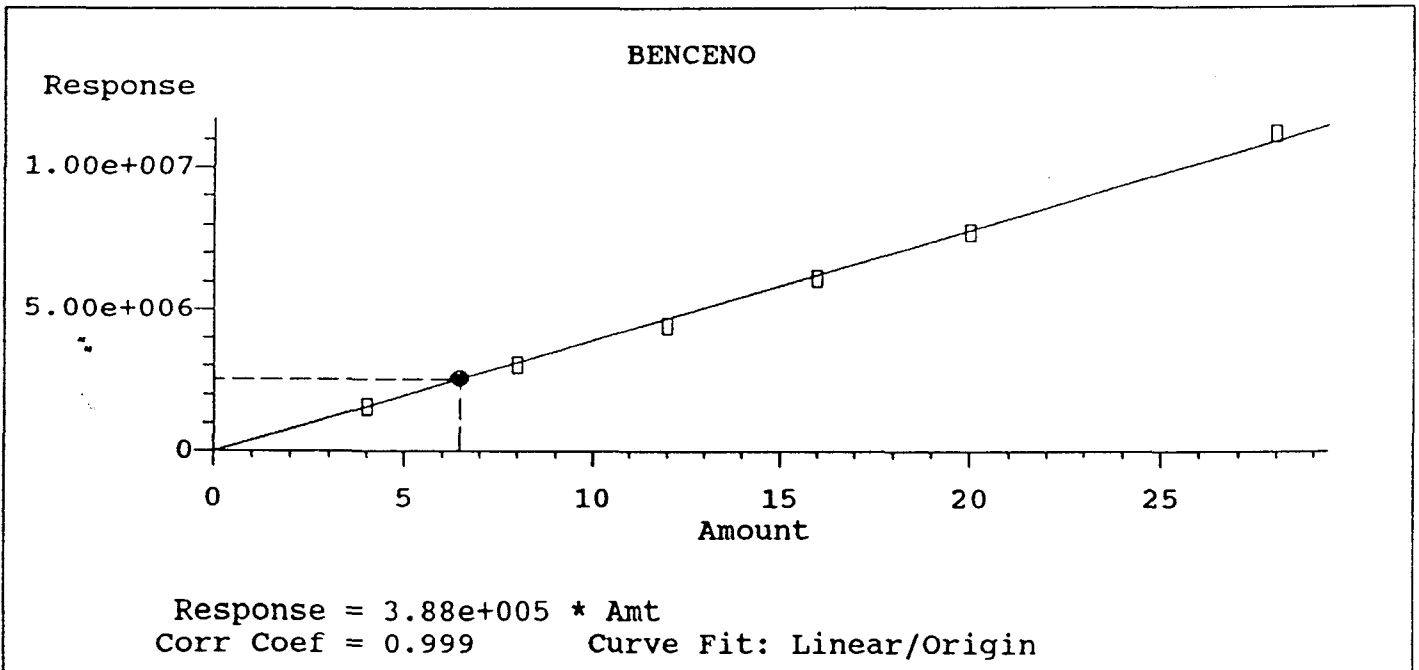
File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1401014.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 9 Jul 93 2:36 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA F, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de benceno, Jorge Chaveznava
ALS vial: 14



File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1401014.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 9 Jul 93 2:36 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA F, DIL 1/10
 Misc Info: Análisis de benceno, Jorge Chaveznava
 Vial Number: 14
 Compound: BENCENO
 Ret Time: 7.66
 Amount: 388.10 ppb
 Pk # and Type: 7



	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	78.00	100.0%		7.66	7.50	2509952	auto
Q1	0.00	0.0	0.0-	0.0	to	0	auto
Q2	0.00	0.0	0.0-	0.0	7.89	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0-	0.0	0.00	0	auto



Calibration Last Updated: Thu Jul 08 15:27:02 1993
External Standard Report - Detailed (Single Compound)

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1501015.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 9 Jul 93 3:28 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA G, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de mezcla de VOC's, J. Chaveznava
Vial Number: 15

Quantitation Settings:

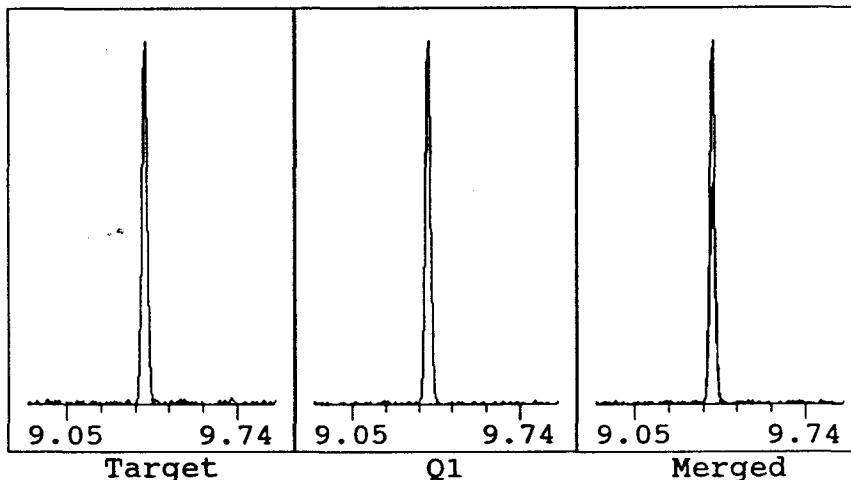
Reference Peak Window: 5 Percent
Non-Reference Peak Window: 5 Percent
Correlation Window: 0.03 Minutes
Default Multiplier: 10
Default Sample Amount: 0
Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
m -> Manually re-integrated

Number of Compounds in Database: 18

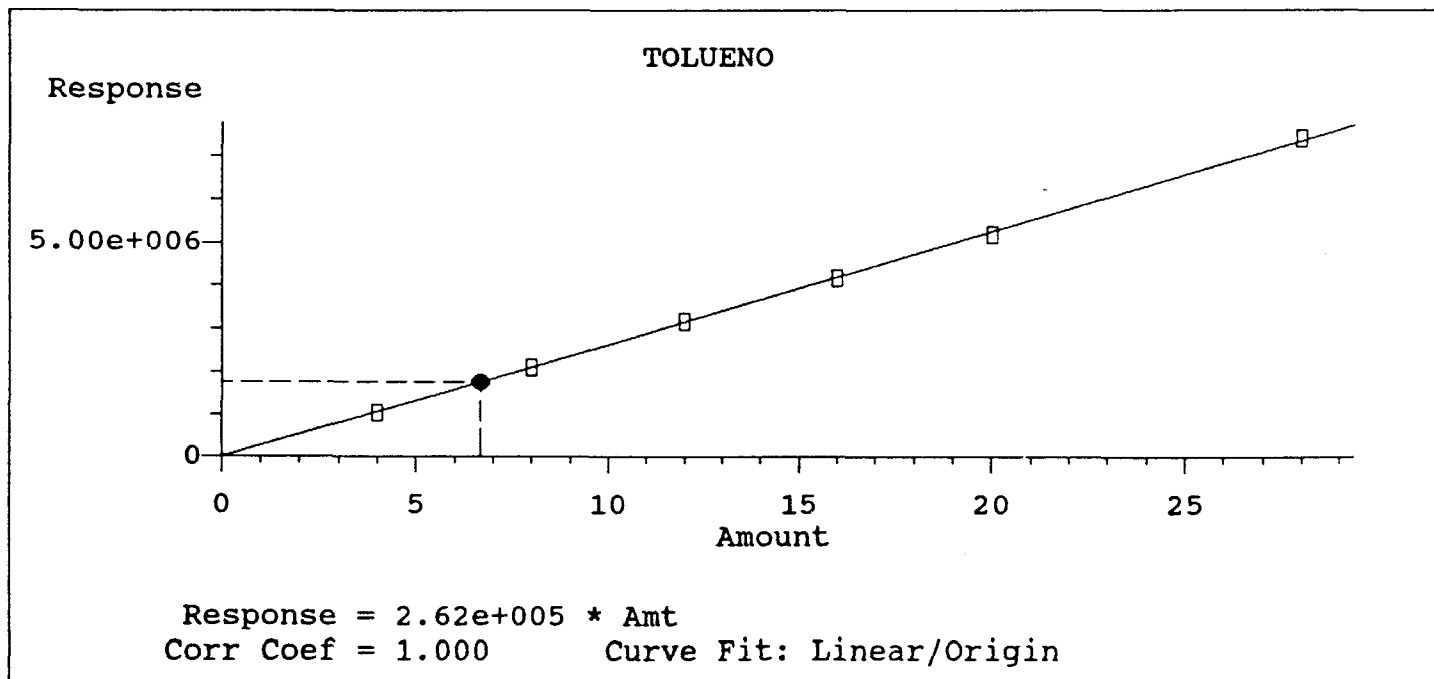
Time Reference Peaks:

Compound	Expected RT	Actual RT
-----	-----	-----

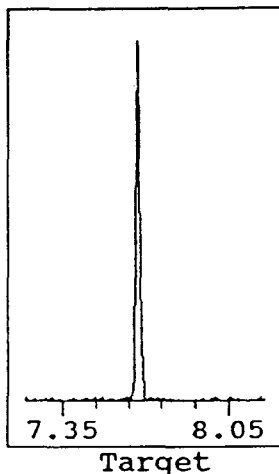
File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1501015.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 9 Jul 93 3:28 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA G, DIL 1/10
 Misc Info: Análisis de mezcla de VOC's, J. Chaveznava
 Vial Number: 15
 Compound: TOLUENO
 Ret Time: 9.37
 Amount: 66.71 ppb
 Pk # and Type: 12



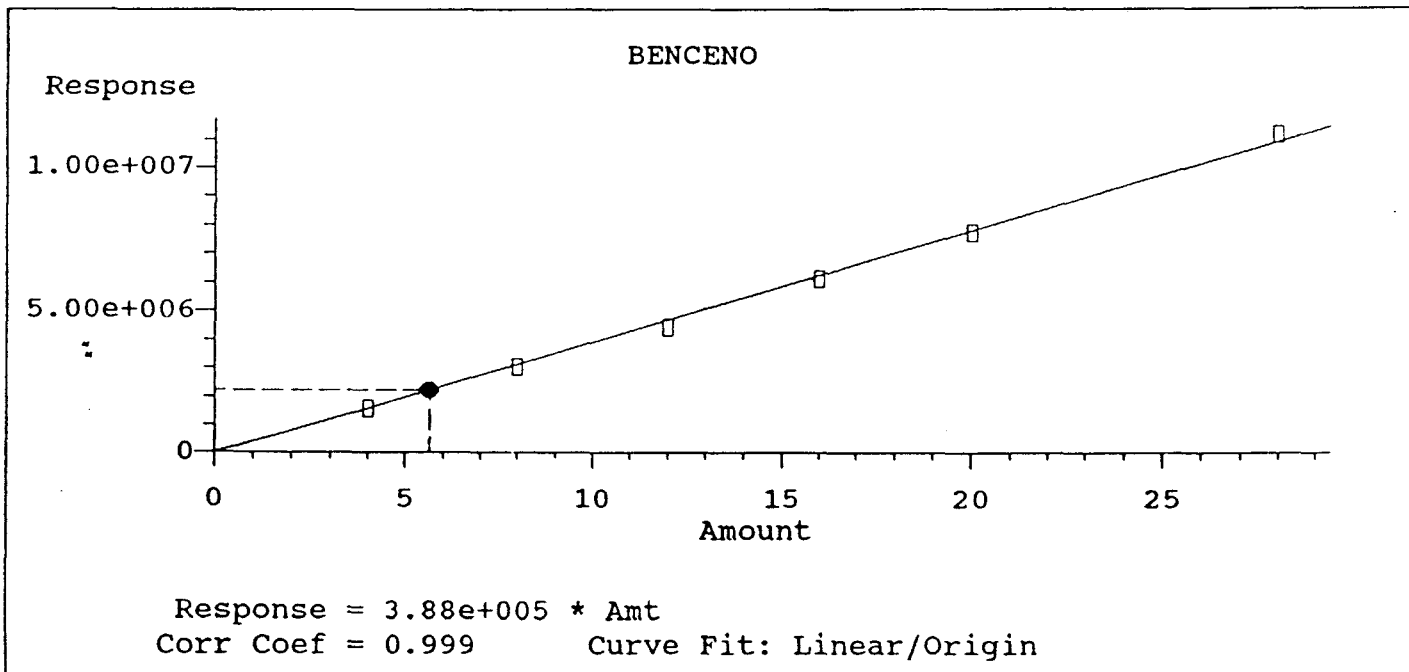
	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	92.00	100.0%		9.37	9.16	1746997	auto
Q1	91.00	165.1	143.8- 215.8	9.37	to	2884815	auto
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	9.63	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto



File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1501015.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 9 Jul 93 3:28 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA G, DIL 1/10
 Misc Info: Análisis de mezcla de VOC's, J. Chaveznava
 Vial Number: 15
 Compound: BENCENO
 Ret Time: 7.67
 Amount: 338.30 ppb
 Pk # and Type: 7



	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	78.00	100.0%		7.67	7.50	2187735	auto
Q1	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	to	0	auto
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	7.89	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto



Calibration Last Updated: Tue Jul 20 17:58:05 1993
External Standard Report - Detailed (Single Compound)

Information from Data File:

File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1501015.D
Operator: Federico Alonso
Date Acquired: 9 Jul 93 3:28 am
Method File: VOCPRAC.M
Sample Name: MUESTRA G, DIL 1/10
Misc Info: Análisis de mezcla de VOC's, J. Chaveznava
Vial Number: 15

Quantitation Settings:

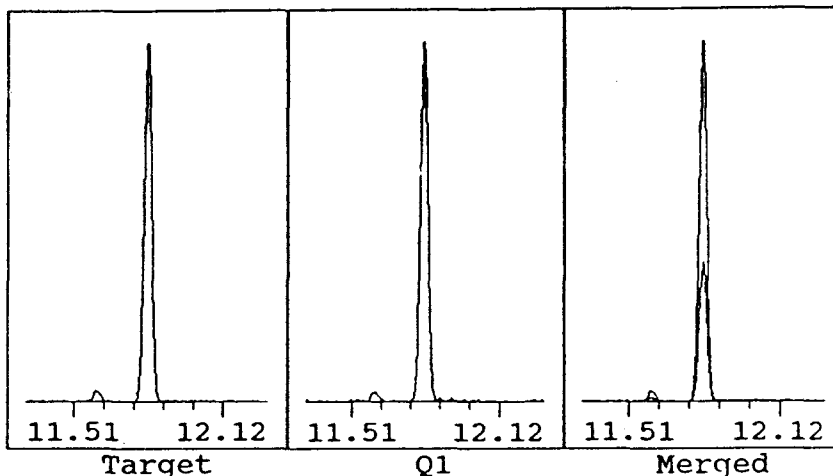
Reference Peak Window: 5 Percent
Non-Reference Peak Window: 5 Percent
Correlation Window: 0.03 Minutes
Default Multiplier: 10
Default Sample Amount: 0
Peak Type Decoding: * -> Time Reference Peak
m -> Manually re-integrated

Number of Compounds in Database: 18

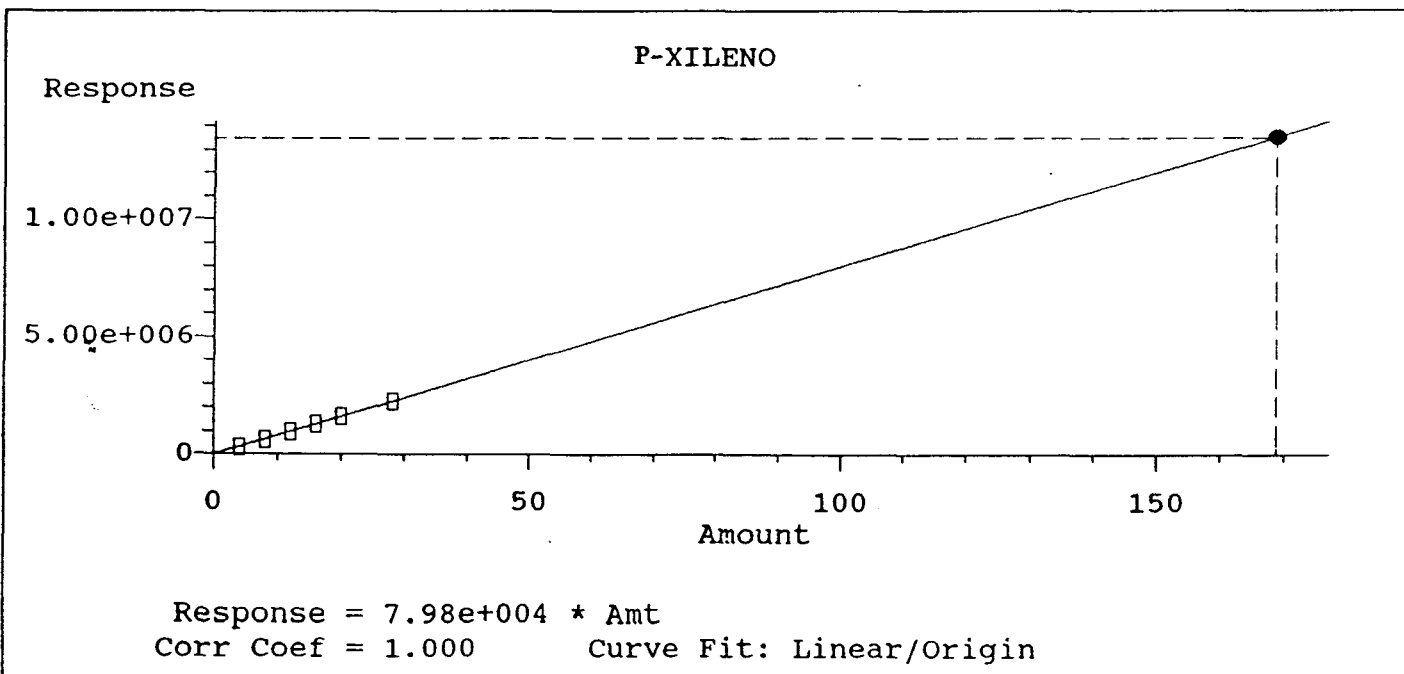
Time Reference Peaks:

Compound	Expected RT	Actual RT
-----	-----	-----

File: C:\CHEMPC\DATA\CRETIV\PYOSA\1501015.D
 Operator: Federico Alonso
 Date Acquired: 9 Jul 93 3:28 am
 Method File: VOCPRAC.M
 Sample Name: MUESTRA G, DIL 1/10
 Misc Info: Análisis de mezcla de VOC's, J. Chaveznava
 Vial Number: 15
 Compound: P-XILENO
 Ret Time: 11.81
 Amount: 1689.43 ppb
 Pk # and Type: 16



	Signal	Ratios	Limits	RT	Limits	Area	Integ Type
Tgt	91.00	100.0%		11.81	11.51	13480464	auto
Q1	106.00	39.5	32.0- 48.0	11.81	to	5324990	auto
Q2	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00	12.11	0	auto
Q3	0.00	0.0	0.0- 0.0	0.00		0	auto



APENDICE D:

Propiedades de compuestos estudiados.

Compuesto: Benceno.

Peso Molecular:	78.11
Punto de fusión:	5.5 °C
Punto de ebullición:	80.1 °C
Presión de vapor:	60 mm a 15 °C 76 mm a 20 °C 118 mm a 30 °C
Gravedad específica:	0.8786 20/4 °C
Solubilidad en agua:	1780 mg/l a 20°C
Concentración de saturación:	319 mg/l a 20°C 485 mg/l a 30 °C

Compuesto: Tolueno.

Peso Molecular:	92.1
Punto de fusión:	- 95.1 °C
Punto de ebullición:	110.8 °C
Presión de vapor:	10 mm a 6.4 °C 22 mm a 22 0 °C 40 mm a 31.8 °C
Gravedad específica:	0.867 20/4 °C
Solubilidad en agua:	515 mg/l a 20°C
Concentración de saturación:	110 mg/l a 20°C 184 mg/l a 30 °C

Compuesto: o-Xileno.

Peso Molecular:	106.17
Punto de fusión:	-25. °C
Punto de ebullición:	144.4 °C
Presión de vapor:	5 mm a 20 °C 9 mm a 30 °C
Gravedad específica:	0.88 20/4 °C
Solubilidad en agua:	175 mg/l a 20°C
Concentración de saturación:	29 mg/l a 20°C 50 mg/l a 30 °C

Compuesto: m- Xileno.

Peso Molecular:	106.17
Punto de fusión:	-48.0 °C
Punto de ebullición:	139.0 °C
Presión de vapor:	6 mm a 20 °C 11 mm a 30 °C
Gravedad específica:	0.864 20/4 °C
Concentración de saturación:	35.0 mg/l a 20°C 61.0 mg/l a 30 °C

Compuesto: p-Xileno.

Peso Molecular:	106.17
Punto de fusión:	13.0 °C
Punto de ebullición:	138.4 °C
Presión de vapor:	6.5 mm a 20 °C 12 mm a 30 °C
Gravedad específica:	0.86 20/4 °C
Solubilidad en agua:	198 mg/l a 20°C
Concentración de saturación:	38 mg/l a 20°C 67 mg/l a 30 °C

APENDICE E:

Vita.

Curriculum Vitae

Jorge Nicolás Chaveznava Treviño nació el 15 de Agosto de 1966 en la ciudad de Monterrey, N.L., es el mayor de 3 hermanos; Emilia y Carlos. Sus padres son Jorge L. Chaveznava Siller y Emilia Maria Treviño de Chaveznava.

Se recibió de Ingeniero Químico Administrador en la Universidad de Monterrey el año de 1987, su trabajo de tesis se tituló: "Diseño de un horno vertical piloto para calcinación de óxido de magnesio.", se graduó con Mención Honorífica y su cédula profesional es 1316298, F137/L145.

Realizó sus estudios de postgrado en el Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, iniciando en enero de 1990 y concluyendo en 1993, obteniendo el grado de Maestría en Ingeniería Química, siendo su especialidad Sistemas de Proceso y su área menor Ingeniería Ambiental.

Entre sus estudios de actualización se encuentran:

- 1991 Municipal Wastewater Treatment Seminar.
Malcolm Pirnie, Monterrey, N.L.
- 1990-91 Curso Ingles IX, Ingles X. (Círculos de conversación).
Escuela Normal Superior de Nuevo León, Centro de Idiomas.
- 1990 Simulación de Procesos Químicos con Aspen Plus.
Aspen Technology, Boston Massachusetts, USA.
- 1989 Taller de trabajo sobre Química y Metalurgia Extractiva.
Missouri Rolla University, USA.
- 1986 Diplomado en Alta Dirección.
Instituto Panamericano de Alta Dirección de Empresas. (IPADE).

En el semestre de enero a mayo de 1988 fue Profesor de Termodinámica I para el plan de estudios de la carrera de Ingeniero Mecánico Administrador en la Universidad de Monterrey.

En abril de 1993 participó como expositor en el curso "Alternativas de Tratamiento de Aguas Residuales", el cual forma parte del programa de capacitación del personal de la CNA mismo que se efectuó en la ciudad de Guadalajara, Jalisco.

Su experiencia profesional comienza en 1986, cuando trabajó como practicante en el Centro de Investigación y Desarrollo de Peñoles, mismo en donde en junio de 1987 ingresó como Investigador en Fisicoquímica, para en noviembre de 1988 formar parte del grupo de Investigadores en Metalurgia; entre sus trabajos desarrollados se encuentran:

- * Participación en el arranque de la planta de Lixiviación de Speiss para obtención de cementos de Cobre en Bermejillo, Durango.
- * Desarrollo de un Simulador de la planta de ácido sulfúrico #3 de MetMex, capaz de evaluar y predecir la respuesta de la planta para poder controlar las emisiones de SO₂ en la chimenea y optimizar su operación.
- * Instructor de curso de Aspen Plus para los investigadores de la compañía.
- * Arranque de microscopio electrónico de barrido Zeiss DSM-950.
- * Desarrollo de simulador de cristalizadores en serie de sal glauber de la planta de sulfato de sodio de Química del Rey, S.A. de C.V.
- * Participación en el arranque de la planta de Sulfato de Amonio en MetMex, Torreón, en las áreas de cristalización y de absorción.
- * Obtención de Carbonato de Calcio precipitado para la industria papelera a partir de gases de chimenea de horno de calcinación de dolima en Química del Mar, Tampico.

Desde noviembre de 1990 a la fecha se encuentra trabajando en Atlatec, una empresa del grupo CYDSA, dedicada al tratamiento de aguas. En esta empresa ha participado entre otros proyectos en:

- * Responsable del arranque y puesta en marcha de las Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales de Cadereyta , N.L. y Allende N.L.
- * Ingeniería Básica y de Detalle para la Construcción de Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales para SISTELEON, en las ciudades de Allende (50 lps) y Cadereyta (60 lps).
- * Estudio de Factibilidad e Ingeniería Básica de las Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales de la ciudad de Puebla.
- * Proyecto Ejecutivo de las Obras de Conducción e Ingeniería Básica de la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales para el parque "El Chamizal", en Cd. Juárez.
- * Proyecto Ejecutivo de la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de la Zona Norte de la ciudad de Monterrey, Capacidad: 2500 lps.
- * Estudio de Tratabilidad y Caracterización para el Tratamiento de las aguas residuales de la ciudad de León Guanajuato.
- * Primera Fase del Plan Maestro para Tratamiento de Aguas Residuales de las Plantas del Complejo Ruiz Cortines.

Centro de Información-Biblioteca



30002005347265