



DESODORIFICACIÓN DE COMBUSTIBLE LÍQUIDO  
PROVENIENTE DE LA GASIFICACIÓN DEL CAUCHO

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ingeniería



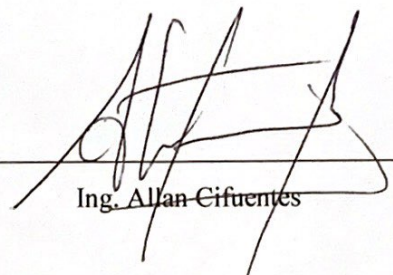
DESODORIFICACIÓN DE COMBUSTIBLE LÍQUIDO  
PROVENIENTE DE LA GASIFICACIÓN DEL CAUCHO

Trabajo de graduación presentado por Cynthia Pamela Salvatierra Véliz  
para optar al grado académico de Licenciada en Ingeniería Química

Guatemala, 2016

Vo. Bo. :

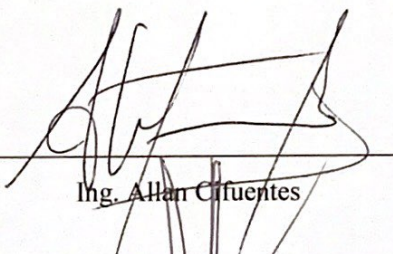
(f)



Ing. Allan Cifuentes

Tribunal Examinador

(f)



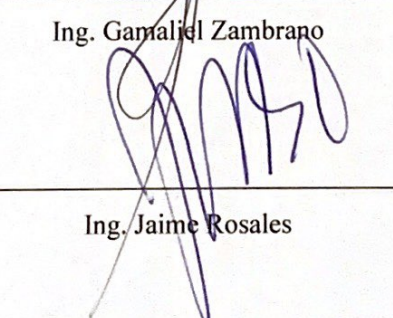
Ing. Allan Cifuentes

(f)



Ing. Gamaliel Zambrano

(f)



Ing. Jaime Rosales

Fecha de aprobación: Guatemala 08 de junio del 2016

## PREFACIO

El siguiente trabajo presenta los resultados del proceso de desodorificación de un combustible líquido obtenido mediante la gasificación de caucho. En donde se emplea el término de gasificación en relación a un proceso pirolítico debido a que uno de sus productos es gaseoso. Por facilidad de la empresa se empleará el término de gasificación en vez de proceso pirolítico.

El combustible, al ser obtenido de una pirólisis de caucho, presenta un olor similar a hule quemado, el cual es percibido como olor desagradable debido a la presencia de compuestos sulfurados. Con el fin de disminuir el aroma desagradable del combustible, el trabajo presenta una alternativa por medio de un proceso de adsorción utilizando carbón activado.

## CONTENIDO

PREFACIO.....	v
LISTA DE CUADROS .....	ix
LISTADO DE FIGURAS.....	x
RESUMEN .....	xii
I. INTRODUCCIÓN .....	1
II. OBJETIVOS .....	2
A. Objetivo general.....	2
B. Objetivos específicos .....	2
III. JUSTIFICACIÓN .....	3
IV. Marco teórico.....	4
A. Combustible .....	4
B. Ruedas neumáticas .....	4
1. Composición.....	5
C. Productos obtenidos de neumáticos reciclados .....	5
D. Caracterización de la Materia Prima .....	6
1. Tamaño de llanta.....	6
2. Estado de la llanta.....	6
E. Perfil técnico .....	6
F. Gasificación .....	7
G. Pirólisis .....	7
H. Destilación simple.....	8
I. Cromatografía de gases .....	8
J. Transferencia de masa.....	9
K. Extracción de solventes.....	9

L.	Adsorción.....	9
1.	Tipos de fenómenos de adsorción:.....	10
a.	Adsorción física:.....	10
b.	Adsorción química:.....	10
2.	Naturaleza de los adsorbentes:.....	10
3.	Principales adsorbentes con aplicación en combustibles:.....	10
a.	Tierras de Fuller:.....	10
b.	Arcillas activadas:.....	11
c.	Bauxita:.....	11
d.	Carbón activado:.....	11
e.	Carbón activado de malla molecular:.....	11
M.	Carbón activado.....	11
1.	Elaboración de carbón activado:.....	12
2.	Regeneración del carbón activo.....	12
3.	Desecho de carbón activado.....	12
N.	Ji-cuadrado.....	12
O.	Tanques agitados.....	14
1.	Impulsores (agitadores):.....	15
a.	Hélices (propulsores):.....	15
b.	Turbinas:.....	15
2.	Diseño Estándar de turbina.....	15
P.	Suspensión de partículas sólidas.....	16
1.	Consumo de potencia:.....	16
Q.	Filtración.....	17
R.	Filtro prensa.....	17
V.	Metodología.....	18

VI.	Resultados.....	22
VII.	Análisis de resultados .....	24
VIII.	Conclusiones.....	30
IX.	Recomendaciones .....	31
X.	Bibliografía.....	32
XI.	Anexos.....	34



## LISTA DE CUADROS

No.	Página
Cuadro No. 1: Distribución de ji-cuadrado.....	14
Cuadro No. 2: Compuesto sulfurado causante del odor en el combustible líquido .....	22
Cuadro No. 3: Resultado de las pruebas organolépticas.....	22
Cuadro No. 4: Dimensionamiento del tanque de mezclado.....	22
Cuadro No. 5: Filtro prensa .....	22
Cuadro No. 6: Descripción de equipos .....	23
Cuadro No. 7: Datos originales para las pruebas organolépticas.....	57
Cuadro No. 8: Datos originales para el balance de masa.....	62
Cuadro No. 9: Datos calculados para el balance de masa.....	62
Cuadro No. 10: Datos calculados para el volumen y las dimensiones del tanque .....	64
Cuadro No. 11: Datos calculados para las dimensiones del agitador y potencia .....	66

## LISTADO DE FIGURAS

<b>No.</b>	<b>Página</b>
Figura No. 1: Partes de un neumático.....	5
Figura No. 2 : Destilación simple.....	8
Figura No. 3: Estructura del carbón activo.....	11
Figura No. 4: Tabla de contingencia general para la comparación de dos variables dicotómicas.....	13
Figura No. 5: Proporciones para el diseño de un tanque y su agitador.....	15
Figura No. 6: Mediciones de turbina.....	15
Figura No. 7: Potencia requerida para la suspensión completa de sólidos en tanques agitados utilizando turbinas de palas inclinadas.....	16
Figura No. 8: Filtro prensa equipado para operación automática.....	17
Figura No. 9: Columna de Adsorción a escala laboratorio.....	19
Figura No. 10: Filtración del combustible a través del carbón activado.....	20
Figura No. 11: Muestras para análisis organoléptico, el beaker a la izquierda contiene el combustible filtrado mientras que el beaker a la derecha contiene el combustible sin filtrar.....	21
Figura No. 12: Diagrama de proceso.....	23
Figura No. 13: Resultados de Análisis MEM.....	34
Figura No. 14: Cromatografía 1.....	35
Figura No. 15: Cromatografía 1, pág. 1.....	36
Figura No. 16: Cromatografía 1, pág. 2.....	37
Figura No. 17: Cromatografía 1, pág. 3.....	38
Figura No. 18: Cromatografía 1, pág. 4.....	39
Figura No. 19: Cromatografía 1, pág. 5.....	40
Figura No. 20: Cromatografía 2.....	41
Figura No. 21: Cromatografía 2, pág. 1.....	42
Figura No. 22: Cromatografía 2, pág. 2.....	43
Figura No. 23: Cromatografía 2, pág. 3.....	44
Figura No. 24: Cromatografía 2, pág. 4.....	45
Figura No. 25: Cromatografía 2, pág. 5.....	46
Figura No. 26: Cromatografía 2, pág. 6.....	47
Figura No. 27: Cromatografía 2, pág. 7.....	48
Figura No. 28: Cromatografía 2, pág. 8.....	49

Figura No. 29: Cromatografía 2, pág. 9.....	50
Figura No. 30: Cromatografía 2, pág. 10.....	51
Figura No. 31: Cromatografía 2, pág. 11.....	52
Figura No. 32: Cromatografía 2, pág. 12.....	53
Figura No. 33: Cromatografía 2, pág. 13.....	54
Figura No. 34: Cromatografía 2, pág. 14.....	55
Figura No. 35: Cromatografía 2, pág. 15.....	56
Figura No. 36: Resultados de la primera prueba .....	58
Figura No. 37: Distribución de ji-cuadrado.....	58
Figura No. 38: Resultados tercera prueba.....	59
Figura No. 39: Comparación de resultados .....	60
Figura No. 40: Sistema de filtración con carbón activado.....	61
Figura No. 41: Balance de masa a escala laboratorio .....	61
Figura No. 42: Balance de masa planta piloto.....	61
Figura No. 43: Diseño final del tanque en metros .....	67
Figura No. 44: Diseño final de la turbina de pala inclinada en metros.....	68
Figura No. 45: Viscosidad vr. Temperatura .....	70

## RESUMEN

En el presente trabajo se buscó la desodorificación de un combustible líquido proveniente de la gasificación del caucho por medio de la extracción de compuestos sulfurados. Esto se realizó determinando el compuesto sulfurado causante del odor en el combustible líquido y la extracción de dicho compuesto por medio de un proceso de transferencia de masa que en este caso es un proceso de adsorción empleando carbón activado.

El proceso consistió en una mezcla de 8ml de combustible y 1.5g de carbón activado. Esta se mezcló durante un minuto para realizar la transferencia de masa de compuestos azufrados hacia el carbón. Posteriormente para separar el carbón activado del combustible, se pasó la mezcla en un filtro de diez micras para asegurar el paso únicamente del combustible. La relación obtenida anteriormente se corroboró previamente por medio de encuestas en las cuales se demostró que las personas logran percibir un cambio significativo en la disminución del aroma.

Sabiendo que la relación anterior es aceptada, se realizó un escalamiento de proceso, el cual consiste en un tanque de mezclado y un filtro prensa para la separación del carbón activado del combustible. El tanque es de 0.87m de diámetro y de 1.04m de alto, posee un agitador de tipo turbina de aspas inclinadas de 445.81W (0.60hp) de potencia.

De los resultados obtenidos se puede decir que la opción del tanque de agitación con carbón activado es factible ya que logra disminuir el aroma del combustible sin embargo se recomienda probar realizar pruebas con zeolitas u otro adsorbente que logre quitar por completo el aroma.

# I. INTRODUCCIÓN

La producción de combustible mediante la combustión de neumáticos, es un proceso que aprovecha la energía que se produce a través de la combustión de sus componentes. Este proceso se lleva a cabo por medio de pirólisis, el cual es un método específico de la valorización energética por gasificación.

Para llevar a cabo este tipo de proceso se debe de tener una temperatura de operación de 673.15 a 1073.15 K (400 a 800°C) y con una velocidad rápida de enfriamiento para aumentar la producción de productos líquidos. La alimentación en este caso debe ser de menor tamaño del de una llanta, para aumentar la superficie de reacción.

El combustible líquido que se obtiene es un líquido café con un olor fuerte, este contiene azufre al 0.71%. (MEM, 2014)

Los compuestos azufrados (o sulfurados) poseen un olor fuerte y en concentraciones grandes es tóxico. Por lo que el presente trabajo tiene como objetivo la desodorificación del combustible líquido proveniente de la gasificación de caucho por medio de la extracción de compuestos sulfurados. Para ella es necesaria la aplicación de un proceso de transferencia de masa para lograr extraer el compuesto predominante en el combustible, que genera el mal olor.

Se determinó la composición de dicho combustible por medio de un análisis de cromatografía de gases, el cual consistió en la volatilización de los componentes mediante el tiempo y por medio de su punto de ebullición, la determinación cuantitativa de cada uno de sus componentes.

Para obtener mejores resultados en el análisis cromatográfico, se realizaron destilaciones del combustible y así se logró la determinación de compuestos sulfurados en él.

A partir de esto se seleccionó la operación de transferencia de masa para la separación de este compuesto del combustible. El cual consistió en un proceso de adsorción donde el adsorbente utilizado fue el carbón activado. Para saber si el cambio de la disminución aromática era perceptible se realizaron pruebas organolépticas sencillas en las cuales se logró determinar la relación de carbón activado/combustible perceptible y aceptable.

Al ser el objetivo, buscar una solución a la problemática del aroma en el combustible se realizó un dimensionamiento del equipo necesario para 342.96Kg (100gal) de combustible al día.

## II. OBJETIVOS

### A. Objetivo general

Desodorificación de un combustible líquido proveniente de la gasificación del caucho por medio de la extracción de compuestos sulfurados.

### B. Objetivos específicos

- Determinar el compuesto sulfurado causante del olor en el combustible líquido, mediante análisis cromatográficos de gases y destilaciones.
- Extraer el compuesto que genera el olor por medio de un proceso de adsorción, para disminuir el aroma en el combustible.
- Realizar un dimensionamiento de proceso de separación para poder disminuir el olor presente en el combustible líquido.

### III. JUSTIFICACIÓN

En la actualidad, los combustibles son utilizados en todo el mundo, debido a que son la principal fuente energética existente. Otorgan energía a los distintos medios de transporte, ayudan en el accionamiento de máquinas o simplemente proporcionan energía térmica. Esto hace que los combustibles tengan una alta demanda en el mercado (Srivastava & Hancsók, 2014)

Entre los combustibles más utilizados se encuentra el combustible líquido o *fuel oil*, el cual es un combustible que se obtiene mediante la destilación fraccionada de petróleo crudo. (Srivastava & Hancsók, 2014)

Kimura S. A. es una empresa que vende combustible líquido, pero a diferencia del combustible líquido convencional, este se obtiene por medio de un proceso pirolítico utilizando caucho (conocido en la empresa como gasificación de caucho). Al ser su materia prima llantas, este combustible es considerado como derivado de petróleo, sin embargo, es un método poco usual de extracción de combustible.

Las ventajas que se obtienen de este tipo de combustible líquido son, el bajo punto de relámpago, el cual hace que el combustible pueda ser usado a temperatura ambiente, conservando sus propiedades, a diferencia del *bunker* que necesita ser precalentado. A su vez, este combustible presenta una emisión baja de azufre a comparación de los demás. Esto ayuda a disminuir la contaminación ambiental, siendo este su principal atractivo a los consumidores.

Sin embargo, una de las propiedades que posee, el combustible líquido, es un fuerte aroma producido por compuestos sulfurados, los cuales poseen un fuerte olor y a grandes concentraciones puede ser tóxico. Lo que hace que este producto reduzca su atractivo al consumidor.

La importancia de este proyecto es proporcionar una alternativa a la empresa Kimura S. A., para disminuir el aroma del combustible líquido.

## IV. MARCO TEÓRICO

### A. Combustible

La combustión toma lugar cuando un combustible, normalmente un combustible fósil, reacciona con el oxígeno en el aire para producir calor. El calor que se genera por esta combustión es usado para la operación de diversos equipos. Los combustibles están compuestos por los combustibles fósiles y los biocombustibles. (Biarnes, 2015)

Los combustibles fósiles son el petróleo, el carbón y el gas natural, estos están formados de plantas que hace muchos años. Estos son un recurso no renovable, ya que a pesar de que estos recursos pueden renovarse, toma mucho tiempo y actualmente se están utilizando en grandes proporciones lo que puede causar que se agoten. (Biarnes, 2015)

El petróleo provee el 38% de la energía total en el mundo. Pero este recurso cada vez es más difícil de obtenerse ya que la mayoría de pozos producen cada vez menos petróleo al año y no es muy fácil encontrar nuevos yacimientos. (Jr, 2013)

Como remplazo de este, se tiene el gas natural. El gas ha tenido un alto crecimiento, como fuente de energía, desde 1970. Sin embargo, el gas natural está con el petróleo, lo que hace su extracción difícil. (Biarnes, 2015) (Jr, 2013)

El carbón, a diferencia de los anteriores, posee la ventaja de su existencia en abundancia. Por esta razón su uso aumenta cada año, a nivel mundial. Aproximadamente cuenta con una reserva de mínimo 250 veces la cantidad que se usa en un año. El uso del carbón en grandes cantidades presenta muchos problemas, uno de ellos es el transporte, ya que requiere de grandes inversiones. También está la problemática de las plantas generadoras y las calderas operadas con carbón, ya que su operación y construcción es de gran valor. Sin embargo, el principal problema en el uso de carbón, es el incremento de los niveles de dióxido de carbono en la atmósfera, lo que produce contaminación en el aire, destrucción de la tierra y daño a las comunidades bióticas. (Jr, 2013)

### B. Ruedas neumáticas

Las ruedas neumáticas están compuestas por un aro o llanta, el cual es el responsable de contener el neumático, este está formado por una cubierta que se describe como un cuerpo flexible, de forma toroidal, su elemento principal es la carcasa. (Rodriguez, 2003)

La carcasa está conformada por un tejido de alta resistencia a la tracción, formando lonas las cuales se fijan a dos aros de cables de acero, que le da un acoplamiento firme que corresponde a los asientos de la llanta. (Soriano & Ruiz, 2008)



## 1. Composición

- Carcasa: lonas de cima o cintura. Está compuesta por cables delgados de fibras textiles dispuestos en ángulos rectos y pegados al caucho.
- Los talones: son la parte cubierta en contacto con la llanta.
- El cinturón: lonas que forman un anillo superpuesto a la carcasa
- Banda de rodamiento: Es la parte de contacto al terreno, está formada por una faja de goma aplicada sobre las lonas de cima.
- Revestimiento interior: capa de goma de caucho sintético que hermetiza el neumático. (Soriano & Ruiz, 2008)

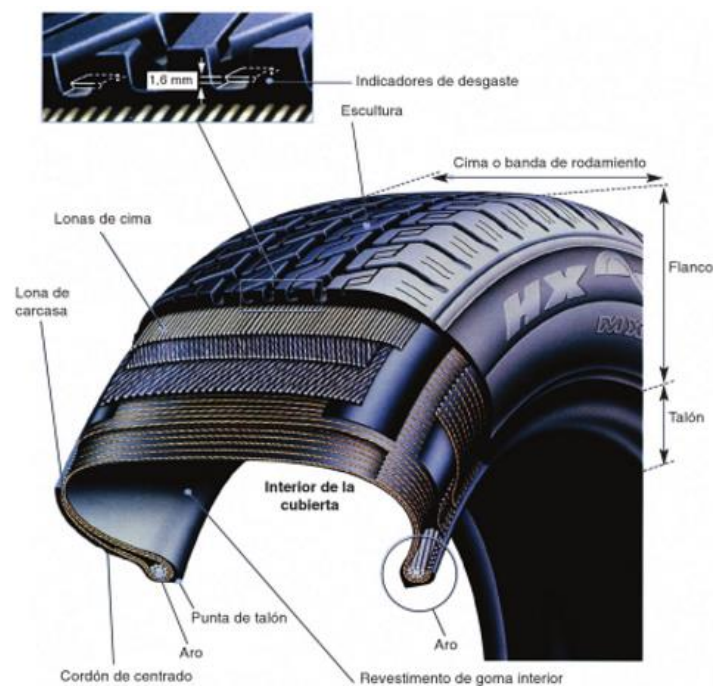


Figura No. 1: Partes de un neumático

(Soriano & Ruiz, 2008)

## C. Productos obtenidos de neumáticos reciclados

Las llantas usadas pueden ser utilizadas para muchas cosas, se pueden reencauchar y seguir utilizándola, de manera artesanal se realizan bolsas, mochilas, mesas, camas para animales, muebles, etc.

Se utilizan también para realizar loseta y adoquín de caucho, adoquín ecuestre o caucho granulado, para la elaboración de productos de construcción.

La llanta molida se puede utilizar en reductores de velocidad, muros anti ruido, asfalto, alfombras, calzado, frenos, pavimentos, pistas deportivas, etc. (Castro, G. 2007)

En la actualidad se puede implementar también como fuente energética convirtiendo las llantas en combustibles utilizando la pirólisis.

## D. Caracterización de la Materia Prima

El proceso pirolítico es una combustión sin presencia de oxígeno donde se emplean, en este caso, llantas como materia prima. La elección de la materia prima adecuada es en base a lo siguiente:

### 1. Tamaño de llanta

El tamaño de la llanta puede ser grande o pequeña, sin embargo, esta debe de poder ser fragmentada por lo que se utilizan llantas de vehículo para facilitar el corte. Se podría utilizar la llanta completa, en donde no importaría el tamaño de la llanta mientras estas puedan ser introducidas en el reactor.

Para poder obtener una mayor conversión de producto líquido es necesario que la llanta este fragmentada en trozos de 50X50mm. Generando una mayor área de contacto dentro del reactor y que se tenga un proceso de producción con mayor eficiencia.

### 2. Estado de la llanta

Las llantas pueden ser nuevas o recicladas, pero para disminuir costos se emplean llantas usadas.

## E. Perfil técnico

Para iniciar se debe de extraer el alambre presente en las llantas, luego se fragmentan a trozos de 50x50mm. Estos trozos son transportados al reactor pirolítico con un catalizador de baja temperatura que ayuda a remover el azufre por medio del uso de un alimentador automático de sello caliente. El líquido caliente se debe de bombear continuamente utilizando una bomba de alta temperatura al reactor de pirólisis para que circule el calor por el material. El material tendrá una temperatura baja y constante la cual debe ser determinada al inicio del proceso. (Monroy, n.d.)

Donde se obtienen los siguientes componentes:

- Gas no condensado:  $H_2 + CH_4 + C_2H_4 + C_2H_6 + C_3H_8 + C_3H_6 + C_4H_8 + C_4H_{10}$
- Carbón negro: C
- Componentes livianos del crudo:  $C_5H_{10} - C_{12}H_{24}$
- Componentes diesel:  $C_{12}H_{26} - C_{20}H_{42}$
- Componente pesado:  $> C_{20}H_{42}$

Cuando se enfría el crudo se obtiene combustible liviano, diesel y gas no condensable. El gas se debe de llevar a un sistema de lavado de gases para luego quemarlo en un horno. (Monroy, n.d.)

## F. Gasificación

Proceso que, por medio de la oxidación parcial a temperatura elevada, convierte una materia prima, la cual es generalmente sólida, en un gas con un poder calorífico moderado, llamado syngas. Mientras que del proceso pirolítico se puede obtener producto líquido, sólido o gaseoso. (Castells & García, 2012)

En la gasificación, la energía química contenida en el sólido pasa a ser energía química contenida en gas. El gas es más flexible a la hora de manipularlo. Para poder realizar una gasificación se necesita que la materia prima tenga un alto contenido de carbono. (Castells & García, 2012)

## G. Pirólisis

Es la degradación térmica de biomasa, fracciones pesadas de petróleo, arenas petrolíferas, esquisto bituminoso, carbón, etc. en ausencia de un agente oxidante. Este proceso tiene como resultado un producto líquido. (Schobert, 2013)

El proceso de pirólisis, conducido sin una fuente externa adicional de hidrógeno, está restringida por el hidrógeno que está disponible originalmente en la materia prima. Debido a que se debe tener una formación de productos ricos en alto contenido de hidrógeno H/C, se debe tener una materia prima con altos contenidos de hidrógeno. Al no ser este el caso del caucho, la combustión pirolítica, produce líquidos, pero también se obtiene un alto contenido de residuos sólidos. (Schobert, 2013)

El rendimiento de líquido que se obtiene es menor que el 50%, y normalmente se encuentra en un intervalo de  $20\pm 10\%$ . Este proceso es un proceso sencillo para la obtención de combustibles líquidos, sin embargo, este proceso se realiza principalmente para la obtención de los productos sólidos y gaseosos. El uso de este método de obtención, no es económico debido al alto nivel de desperdicio que se obtiene. (Schobert, 2013)

Normalmente, la materia prima posee 1-2% de nitrógeno, 1-5% de sulfuro y de 2-25% de oxígeno. Algunos de estos compuestos, se incorporan en estructuras relativamente refractarias de la materia prima, tales como benzoquinolina o dibenzotiofenos. Esto hace que sea normal obtener un líquido pirolítico con un contenido alto de compuestos aromáticos, compuestos nitrogenados, azufrados y compuestos con oxígeno y también que se tenga una viscosidad alta. Un beneficio de esto, es que la materia mineral se queda en el producto sólido. (Schobert, 2013)

El líquido producido directamente del proceso pirolítico, no es apto para un uso directo combustible en los equipos de combustión estacionaria o motores. Por lo tanto, se requiere de procesos *downstream* para garantizar la calidad técnica requerida en los combustibles líquidos y poder comercializarlo. (Schobert, 2013)

A temperaturas bajas, se puede refinar de manera exitosa y producir gasolina o diesel. Una de las características del combustible líquido pirolítico es su formación de *tar o alquitrán crudo*, el cual es una mezcla líquida bituminosa, viscosa y negra, formada de hidrocarburos y carbonos libres. Al pasar por un proceso de refinado, lo que se busca es tratar este alquitrán. (Schobert, 2013)

El tratamiento del alquitrán crudo con hidróxido de sodio acuoso, remueve los fenoles y luego con una combinación apropiada de hidrotatamiento, se reduce el contenido de azufre y de nitrógeno. La

hidrogenación ayuda a saturar los compuestos aromáticos para abrir los anillos de cicloalcano o reduce el tamaño de los alcanos, dando un combustible líquido limpio. (Schobert, 2013)

## H. Destilación simple

Método utilizado para separar los componentes presentes en una solución. Este método consiste en la producción de vapor por medio de la ebullición de la solución líquida que se desea separa y la condensación de los vapores evitando que el líquido regrese nuevamente a la solución líquida inicial. (McCabe, Smith, Harriot, & Piombo Herrera, 2007)

El objetivo principal de la destilación es separar una mezcla de distintos componentes por medio de las volatilidades distintas de cada uno o simplemente para separar los materiales volátiles de los no volátiles. (Química General Práctica, n.d.)

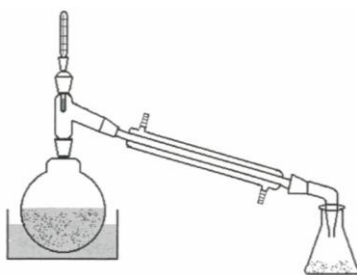


Figura No. 2 : Destilación simple

(Análisis Ultravioleta-visible. la Teoría Y la Práctica en El Ejercicio Profesional., n.d.)

## I. Cromatografía de gases

Es un proceso de separación donde se tiene una fase móvil, el cual es un gas, y una fase estacionaria, la cual es un líquido no volátil o un sólido. (Harris, 2006)

En una cromatografía de gases, se hace pasar el analito (gas o líquido volátil) en forma gaseosa a través de la columna, arrastrado por una fase móvil gaseosa conocida como gas portador. (Harris, 2006)

Este tipo de cromatografía está dividida en cromatografía gas-líquido de reparto y la cromatografía gas-sólido de adsorción. En la primera, la fase estacionaria es un líquido no volátil que recubre la pared interior de la columna o un soporte sólido, mientras que en la segunda el analito se adsorbe directamente sobre las partículas sólidas de la fase estacionaria. (Harris, 2006)

Para inyectar la muestra, se utilizan un septo, el cual es un diafragma de silicona, que pasa la muestra del líquido o del gas a un inyector caliente, para evaporar la muestra. El vapor obtenido se arrastra a través de la columna por el gas portador, ya sea helio, nitrógeno o hidrógeno, y los analitos después de separados pasan a un detector, el cual proyecta la respuesta en una pantalla. (Harris, 2006)

Para que este proceso se lleve a cabo, la columna debe estar caliente, ya que si no lo está los analitos no alcanzan la presión de vapor adecuada y no eluyen en un tiempo razonable. El detector debe tener una

temperatura superior a la que se está utilizando en la columna para que los analitos se encuentren siempre en forma gaseosa. (Harris, 2006)

## J. Transferencia de masa

Operaciones que se caracterizan por transferir una sustancia a través de otras a escala molecular. La transferencia de masa se da por resultado a la diferencia de concentraciones o gradiente, donde la sustancia que se difunde abandona de mayor a menor concentración. (Treybal, 1980)

La mayoría de operaciones de transferencia de masa que se utilizan, son para separar los componentes de una solución, esto por medio del contacto de la solución a separarse con otra fase insoluble. Donde la rapidez con la que un componente se transfiere de una fase a otra depende del coeficiente de transferencia de masa y del grado de desviación del sistema del equilibrio. Un proceso de transferencia termina cuando se llega al equilibrio. (Treybal, 1980)

## K. Extracción de solventes

El término de extracción de solventes, tiene muchos significados. Como en el caso del tratamiento del carbón con un solvente para disolver algunos componentes del carbón. Este proceso requiere de varias reacciones químicas. El solvente se debe de remover para recuperar el extracto o la mezcla de solvente con el extracto. Si el extracto se va a utilizar como combustible, se deben de realizar uno o más procesos *downstream*, para refinar y que se obtengan las especificaciones aceptables para el combustible. (Schobert, 2013)

También se puede utilizar un tratamiento de carbón con un solvente reactivo, por lo genera un hidroaromático para producir una transferencia de hidrogeno a los fragmentos moleculares que son liberados del carbón. A este proceso se le conoce como licuefacción de solvente-donador. (Schobert, 2013)

Para la extracción de solventes se utilizan solventes como cloroformo, acetona, benceno o éter dietílico con un 10% de carbón. En otros casos también se emplea la piridina, quinolina y el 1,2-diaminoetano donde se disuelve aproximadamente 40% del carbón. Muchos de estos solventes mencionados anteriormente, contienen por lo menos un átomo de nitrógeno o de oxígeno con pares no compartidos de electrones. (Schobert, 2013)

## L. Adsorción

Proceso de transferencia de masa en el que se da una transferencia en dirección de un fluido ya sea líquido o gaseoso a un sólido. (Treybal, 1980)

Las operaciones de adsorción buscan explotar la capacidad de sólidos para hacer que sustancias específicas de una solución se concentren en la superficie de la misma. Entre las separaciones típicas de líquidos se tiene la eliminación de humedad disuelta en gasolina, decoloración de productos de petróleo, eliminación de olores desagradables y el fraccionamiento de mezclas de hidrocarburos aromáticos y parafínicos. (Treybal, 1980)

La adsorción está definida como el proceso donde uno o más componentes dentro de una corriente de gas o de líquido pasan por una superficie sólida produciendo una separación. El adsorbente posee forma de partículas sobre un lecho fijo. El fluido pasa a través de este lecho y las partículas sólidas retienen los componentes del fluido. (Geankoplis, 2003)

## 1. Tipos de fenómenos de adsorción:

### a. Adsorción física:

Conocida también como la adsorción de van der Waals, este es un fenómeno reversible, se debe al resultado de las fuerzas intermoleculares de atracción entre las moléculas del sólido y la sustancia adsorbida. (Treybal, 1980)

### b. Adsorción química:

Conocida como quémisorción o adsorción activada, se da por la interacción química entre el sólido y la sustancia adsorbida. En este proceso la fuerza de adhesión es mayor que en la adsorción física. El calor liberado de este proceso es grande y es muy similar al calor de una reacción química. Este proceso es irreversible. (Treybal, 1980)

## 2. Naturaleza de los adsorbentes:

Los sólidos adsorbentes se usan en forma granular, donde se varía el tamaño. Los sólidos poseen una capacidad específica para adsorber grandes cantidades de sustancias, donde la naturaleza química del sólido tiene mucho que ver con sus características de adsorción. (Treybal, 1980)

Si se utilizan en un lecho fijo a través del cual se tendrá un flujo de un líquido o de un gas, no se debe generar una caída de presión grande, ni deben de ser arrastrados con facilidad por el fluido, también se debe de contar con una mayor área superficial para poder tener disponibles una mayor cantidad de sitios activos. (Treybal, 1980)

## 3. Principales adsorbentes con aplicación en combustibles:

### a. Tierras de Fuller:

Arcillas naturales, principalmente silicatos de aluminio y magnesio, bajo la forma de atapulguita y montmorilonita. Esta se utiliza para decolorar, neutralizar y secar productos de petróleo como aceites lubricantes, aceites de transformador, querosenos y gasolinas. (Treybal, 1980)

b. Arcillas activadas:

Bentonitas u arcillas que se activan con un tratamiento de ácido sulfúrico o clorhídrico. Después del tratamiento se lava, seca y reduce a polvo fino, la arcilla. Esta ayuda a decolorar productos de petróleo. (Treybal, 1980)

c. Bauxita:

Esta es una forma de alúmina hidratada natural que se activa con calentamiento de 450-1500°F. Se utiliza para decolorar productos del petróleo y para secar gases. (Treybal, 1980)

d. Carbón activado:

Se obtiene mediante la carbonización de cáscaras de coco, semillas de fruta, carbón, lignina y madera. Para activarlo se utiliza un proceso de oxidación parcial por medio de un tratamiento de aire o vapor caliente. Este es utilizado para la recuperación de vapores de disolventes y especialmente para disminución del color y el aroma de líquidos (Treybal, 1980)

e. Carbón activado de malla molecular:

Forma preparada con aberturas de poro controladas, estos aceptan hidrocarburos, parafínicos, pero no dejan pasar isoparafinas de diámetros moleculares grandes. (Treybal, 1980)

## M. Carbón activado

El carbón es un mineral constituido principalmente de carbono, su formación se da como resultado de la condensación gradual de la materia de plantas parcialmente descompuestas a lo largo de millones de años.

El carbón activado es un producto que posee una estructura cristalina reticular similar a la estructura del grafito, es poroso y llega a desarrollar áreas superficiales de hasta 1,500 m<sup>2</sup>/g de carbón. Este tipo de carbón se obtiene de manera artificial por medio de un proceso de carbonización para exhibir un elevado grado de porosidad y una alta superficie interna. (Universidad de Sevilla, 2015)

La estructura del carbón activado está dada por una combinación en forma de placas graníticas como se observa en la siguiente figura:

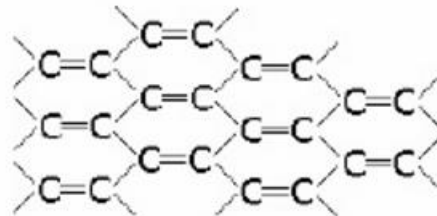


Figura No. 3: Estructura del carbón activo (Universidad de Sevilla, 2015)

Como las placas tienen una separación y distintas orientaciones, se crean espacios llamados poros, los cuales son los causantes del aumento en el área superficial generando una alta capacidad de adsorción. (Universidad de Sevilla, 2015)

### 1. Elaboración de carbón activado:

A nivel industrial, por costo y disponibilidad se utiliza como materia prima la madera de pino, carbón mineral bituminoso y concha de coco.

El carbón activado se obtiene calentando la materia prima a rojo vivo para expulsar los hidrocarburos, pero sin aire suficiente para que se dé una combustión completa. Posteriormente se expone a un gas oxidante a altas temperaturas para desarrollar una estructura porosa en el carbón natural favoreciendo la aparición de superficies internas. De este proceso se obtienen ambos tipos de carbón activado, en polvo y granular. Por lo que tras el proceso de activación se realiza una separación o división de los tipos de carbón. (Universidad de Sevilla, 2015)

### 2. Regeneración del carbón activo

Luego de agotar su capacidad de adsorción, se debe regenerar el carbón activado para poder reutilizarlo haciendo viable económicamente la aplicación del carbón activado. Este se regenera fácilmente por medio de un proceso de oxidación y su posterior eliminación de la superficie del carbón en un horno. Este proceso destruye de 5-10% el carbón por lo que se debe reemplazar por carbón nuevo. Conforme su uso, el carbón activado va perdiendo su capacidad de adsorción y al regenerarlo aumenta nuevamente su capacidad, pero es ligeramente inferior a la capacidad obtenida por un carbón virgen. (Universidad de Sevilla, 2015)

Si el carbón se encuentra contaminado con impurezas de baja ebullición, el carbón se puede activar de manera parcial o total en un horno de 200-400°C o con vapor de baja presión y luego secado.

### 3. Desecho de carbón activado

El carbón activado no se encuentra clasificado como un desecho peligroso por lo que solo se debe incinerar o trasladar a un depósito sanitario en instalaciones autorizadas.

## N. Ji-cuadrado

Para una comparación de dos o más grupos respecto a una variable categórica, se deben de presentar los resultados en forma de tablas de doble entrada conocidas como tablas de contingencia. Estas ayudan para realizar comparaciones de manera simple de dos variables cualitativas en donde ambas poseen únicamente dos opciones posibles de respuesta. (“Asociación de variables cualitativas: test de Chi-cuadrado,” n.d.)



**Tabla 1. Tabla de contingencia general para la comparación de dos variables dicotómicas.**

Característica B	Característica A		Total
	Presente	Ausente	
Presenta	a	b	a + b
Ausente	c	d	c + d
Total	a + c	b + d	n

Figura No. 4: Tabla de contingencia general para la comparación de dos variables dicotómicas

Con este tipo de tablas se puede determinar si existe una relación estadísticamente significativa entre las variables estudiadas. Para el análisis de las tablas de contingencia es necesario del uso de procedimientos estadísticos como la prueba  $X^2$  la cual se usa como método estándar de análisis en el caso de grupos de variables independientes aleatorias y cualitativas. (“Asociación de variables cualitativas: test de Chi-cuadrado,” n.d.)

Para obtener ji-cuadrado para una tabla 2X2 se utiliza la siguiente expresión:

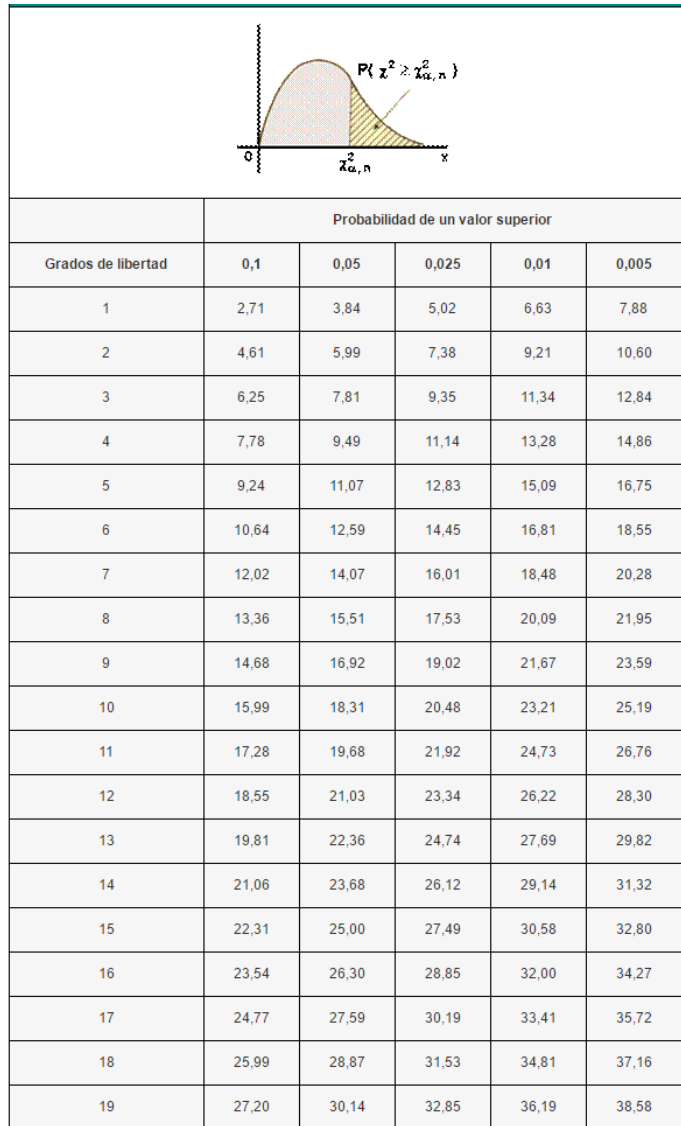
Ecuación No. 1: ji-cuadrado

$$\chi^2 = \frac{n(ad - bc)^2}{(a+b)(c+d)(a+c)(b+d)}$$

Donde la a, b, c, d y n están dados de acuerdo a la Figura No.3

Posteriormente se debe de calcular los grados de libertad en una tabla de contingencia de 2x2 son de 1. Estos se utilizan para encontrar el valor de ji-cuadrado teórico en el siguiente cuadro, sabiendo la confianza a la que se desea trabajar. (“Asociación de variables cualitativas: test de Chi-cuadrado,” n.d.)

Cuadro No. 1: Distribución de ji-cuadrado



Si el valor real obtenido de ji-cuadrado es menor al valor teórico se aprueba la hipótesis nula si es por el contrario mayor se acepta la hipótesis alternativa. (“Asociación de variables cualitativas: test de Chi-cuadrado,” n.d.)

## O. Tanques agitados

Los líquidos se agitan con más frecuencia en tanques cilíndricos y provistos de un eje vertical. La profundidad del líquido es igual o mayor al diámetro del tanque. Un agitador va instalado sobre un eje suspendido, el cual es accionado por un motor que a su vez se conecta a un reductor de velocidad. (McCabe *et al.*, 2007)

## 1. Impulsores (agitadores):

Estos se encuentran divididos en dos clases, los de corrientes paralelas al eje del impulsor o impulsores de flujo axial; y los de corrientes en dirección tangencial o impulsores de flujo radial.

Los principales tipos de impulsores para líquidos de baja o mediana viscosidad son las hélices, turbinas e impulsores de alta eficiencia. Para líquidos muy viscosos se utilizan los de hélices y agitadores de anclaje. (McCabe *et al.*, 2007)

### a. Hélices (propulsores):

Impulsor de flujo axial y alta velocidad para líquidos de bajas viscosidades

### b. Turbinas:

Las turbinas sencillas de palas rectas empujan el líquido de forma radial y tangencial, casi sin movimiento vertical al agitador. Las corrientes generadas se desplazan hacia fuera hasta la pared del tanque haciendo que fluyan hacia arriba y abajo. Son útiles para la dispersión de un gas en un líquido. Las turbinas de palas inclinadas se utilizan para una circulación global.

## 2. Diseño Estándar de turbina

La localización del agitador, el tipo, proporciones del tanque, el número y las proporciones de los deflectores afectan la velocidad de circulación del líquido, los patrones de velocidad y el consumo de potencia. Por lo tanto se debe partir de las siguientes proporciones típicas: (McCabe *et al.*, 2007)

$$\frac{D_a}{D_t} = \frac{1}{3} \quad \frac{H}{D_t} = 1 \quad \frac{j}{D_t} = \frac{1}{12}$$
$$\frac{E}{D_t} = \frac{1}{3} \quad \frac{W}{D_a} = \frac{1}{5} \quad \frac{L}{D_a} = \frac{1}{4}$$

Figura No. 5: Proporciones para el diseño de un tanque y su agitador.

Sabiendo las siguientes mediciones:

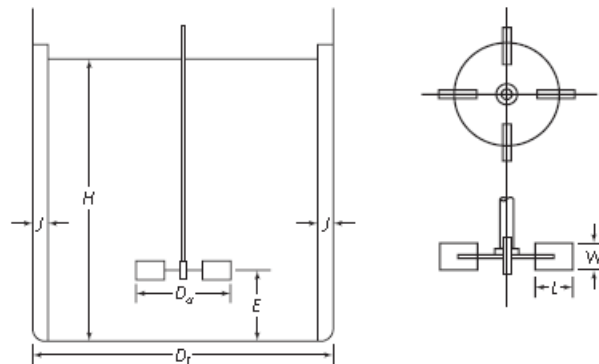


Figura No. 6: Mediciones de turbina

## P. Suspensión de partículas sólidas

Este es un proceso de mezclado entre un líquido y un sólido con el objetivo de producir una mezcla homogénea para alimentación a una unidad de proceso, disolver sólidos, catalizar una reacción química o promover el crecimiento de un producto cristalino en una solución sobresaturada. (McCabe et al., 2007)

### 1. Consumo de potencia:

Se refiere a la potencia requerida para la suspensión de sólidos durante el proceso de agitación. De acuerdo al agitador seleccionado, la potencia se puede obtener mediante la Figura No. 4.

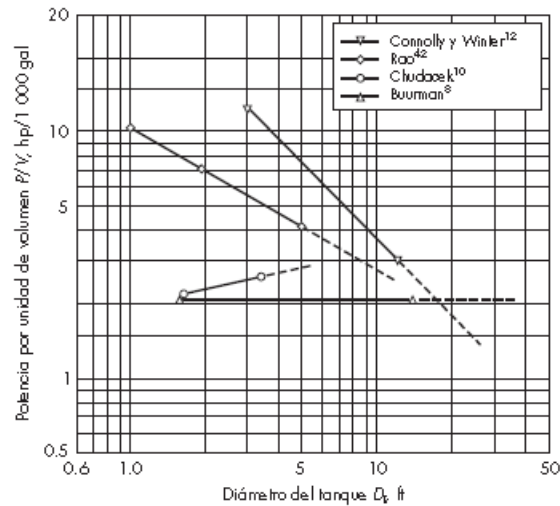


Figura No. 7: Potencia requerida para la suspensión completa de sólidos en tanques agitados utilizando turbinas de palas inclinadas

Ya que las pruebas de Buurman están diseñadas para tanques de fondo redondo y aplicando agitadores de cuatro palas con  $W/Da=0.25$ , se seleccionó para encontrar la potencia requerida. Buurman encontró que se tenía una suspensión casi homogénea con  $Da/Dt=1/3$  y  $E/Dt=1/4$ . Sabiendo esto, de la Figura No.4 se obtiene que la relación  $P/V$  para Buurman, y teniéndose el volumen de diseño del tanque, se obtiene la potencia requerida. (McCabe et al., 2007)

La Figura No. 6 está dada para un tanque con agua y con arena, por lo tanto, es necesario hacer una corrección de la diferencia entre las propiedades físicas y concentraciones de sólidos a partir de la siguiente ecuación:

$$nc = D_p^{0.2} \Delta_p^{0.45} B^{0.13}$$

Donde:

$$D_p = \text{tamaño medio de la partícula}$$

$$\Delta_p = \text{diferencia de la densidad}$$

$$B = 100 * \text{peso del sólido/peso del líquido}$$

Las propiedades de la arena son:

$$D_p = 200 \mu m$$

$$\Delta\rho = 1.59 \text{ g/cm}^3$$

$$B = 11.1$$

## Q. Filtración

Es la separación de partículas sólidas a partir de un fluido utilizando un medio filtrante o pared separadora sobre el cual se depositan los sólidos. El fluido puede ser líquido o gaseoso. Los filtros se dividen en tres grupos principales:

1. Filtro torta
2. Filtros clarificadores
3. Filtros de flujo transversal

Los filtros torta separan grandes cantidades de sólidos en forma de una torta de cristales o un lodo. Los clarificadores se encargan de retirar pequeñas cantidades de sólidos para producir un gas limpio o líquidos transparentes. En los filtros de flujo transversal la suspensión de la alimentación fluye bajo presión a velocidades ligeramente altas atravesando el medio filtrante. (McCabe *et al.*, 2007)

## R. Filtro prensa

Este es un filtro de presión discontinuo de tipo filtro torta, este contiene un conjunto de placas para proporcionar una serie de compartimentos en los que se pueden recoger los sólidos. Las capas están recubiertas por un filtro. (McCabe *et al.*, 2007)

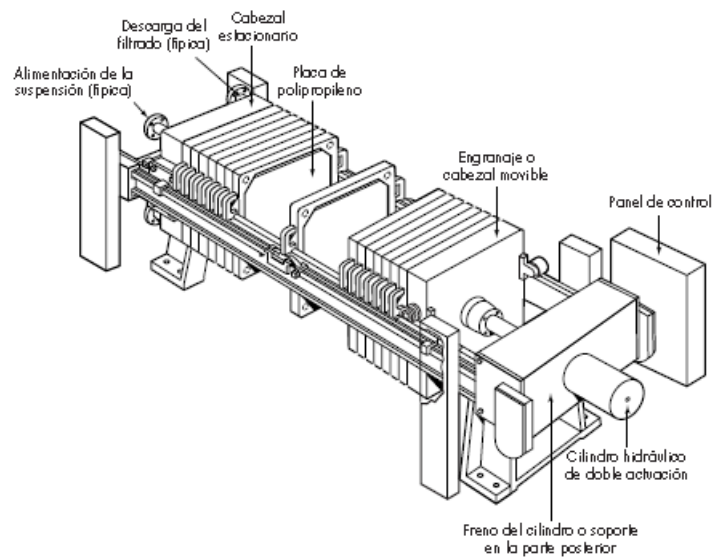


Figura No. 8: Filtro prensa equipado para operación automática

## V. METODOLOGÍA

Para la disminución del aroma se realizó lo siguiente:

1. Descripción del combustible a trabajar:

a. Análisis del Ministerio de energía y minas:

Este es un laboratorio técnico el cual se realizó con el objetivo de describir las propiedades principales del combustible. Dicho análisis se adjunta en el Anexo A.

b. Análisis de Viscosidad:

Se midió la viscosidad del combustible de -5 a 25°C, utilizando un viscosímetro rotativo. Anexo F.

c. Análisis de Cromatografía de gases:

Para determinar los compuestos presentes en el combustible e identificar el causante del olor.

1) Primer análisis. Se tomó directamente al combustible.

2) Segundo análisis. Se realizó un proceso de destilación donde se tomó una muestra del destilado que aun poseía el olor. A dicha prueba se le realizó la cromatografía. Anexo B.

2. Identificación del compuesto responsable del olor:

En primer análisis cromatográfico se buscó la presencia de compuestos con azufre, al no haber presencia de dicho compuesto se realizó un segundo análisis con el combustible destilado, buscando nuevamente la presencia de azufre.

3. Elección del adsorbente:

Se identificaron algunos adsorbentes que pudieran extraer el aroma, de donde se seleccionó el carbón activado como posible solución al problema

4. Diseño a escala laboratorio:

Se diseñó una columna de adsorción que simulara las condiciones esperadas a nivel industrial para comprobar si el carbón activado era adecuado para la disminución del aroma

a. Primera prueba:

1) Materiales:

- a) Tubo de ensayo (grande de 200 x 28 mm)
- b) Papel filtro estándar
- c) Carbón activado en polvo (2 micrómetros, densidad de 900 kg/m<sup>3</sup>)
- d) Soporte universal
- e) Pinzas
- f) Vidrio reloj
- g) 2 beakers (50 ml)

2) Ensamblaje:

- a) Se cortó el fondo del tubo de ensayo para simular una columna de tal forma en que ambos lados quedarán abiertos. Para ello se lijó el tubo con una lima de metal para evitar que el tubo se rajara. Para quitar las astillas causadas por la lija se utilizó una lija 1500.
- b) Se cortaron cuadros de papel filtro de aproximadamente 4X4 cm.
- c) Se colocó la pinza en el soporte universal y se agarró el tubo de ensayo cortado en uno de los extremos de la pinza.
- d) En el vidrio reloj se pesó 0.5g de carbón activado.
- e) El primer cuadro de filtro se introdujo simulando una canasta a una altura de 3 cm, a el segundo filtro se le agregaron aproximadamente 0.5g de carbón activado y se introdujo aproximadamente 4 cm arriba del primer filtro y el último filtro con 0.5g de carbón activado, se introdujo en la parte superior del tubo de ensayo. Ver Figura No. 2.



Figura No. 9: Columna de Adsorción a escala laboratorio (Laboratorio de Operaciones Unitarias en la Universidad del Valle de Guatemala)

- 3) Procedimiento: agregar poco a poco 8 ml de combustible lentamente procurando que esté no sobrepase el carbón activado en el filtro. Esperar a que caiga el combustible al beaker ubicado en la parte inferior de la columna, como se muestra en la Figura No. 3.



Figura No. 10: Filtración del combustible a través del carbón activado (Laboratorio de Operaciones Unitarias en la Universidad del Valle de Guatemala)

- 4) Pruebas organolépticas: para comprobar si se tuvo una disminución aromática se colocaron 2 beakers de 50 ml, el primero con 5 ml del combustible filtrado y en el otro 5 ml de combustible sin filtrar. A 15 personas en el departamento de Ingeniería Química de la Universidad del Valle, se les dio ambas muestras y se les pidió indicar cuál de ambas muestras era la que poseía un olor menos fuerte. Se contó la cantidad de personas que indicaron que el combustible filtrado tenía un olor menor al no filtrado y viceversa. Para aceptar o rechazar la prueba se comprobó de manera estadística utilizando la distribución de ji-cuadrado (Anexo C) como parámetro. Al rechazar la prueba se realizó una segunda prueba, como se describe en el siguiente paso.





Figura No. 11: Muestras para análisis organoléptico, el beaker a la izquierda contiene el combustible filtrado mientras que el beaker a la derecha contiene el combustible sin filtrar (Laboratorio de Operaciones Unitarias en la Universidad del Valle de Guatemala)

- b. Segunda prueba: se repitió el procedimiento de la primera prueba, pero esta vez con
  - c. 0.5g, 1g, 1.5g, 2g y 5 g de carbón activado respectivamente y colocando 5ml de cada uno de los filtrados en beakers iguales.
    - 1) Pruebas organolépticas: a 15 personas se les solicitó indicar cuál de los beakers anteriores poseía un olor menor.
  - d. Tercera prueba: Del resultado obtenido de la segunda prueba, se seleccionó el combustible filtrado en el que la mayor parte de personas logró percibir una disminución aromática (1.5g de carbón activado) y se realizó una prueba organoléptica similar a la del inciso iv. de la primera prueba, pero a 30 personas y nuevamente se corroboró por medio de la distribución de Pearson la percepción del aroma.
5. Escalamiento a planta piloto
- a. Se realizó el esquema del sistema de adsorción y el balance de masa respectivo. Ver Anexo D
  - b. Determinar el volumen del tanque y sus dimensiones. Ver Anexo E
  - c. Calcular las dimensiones del agitador y la potencia requerida. Ver Anexo E
  - d. Calcular dimensiones del filtro prensa

## VI. RESULTADOS

Cuadro No. 2: Compuesto sulfurado causante del odor en el combustible líquido

Descripción	Nombre
Compuesto sulfurado presente en el combustible	1H-Tieno[3,4-d] imidazol-4- ácido propanoico, hexahidro – 2-oxo-, [3as-(3 <sup>a</sup> . Alfa., 4. Beta., 6 <sup>a</sup> . Alfa.)]-ácido sulfuroso, ciclo hexil metil hexadecil éster, acido oxálico, ciclohexilmetil decil éster.

Cuadro No. 3: Resultado de las pruebas organolépticas

Descripción	Resultado
Disminución del aroma	Positivo

Cuadro No. 4: Dimensionamiento del tanque de mezclado

Descripción	Valor
Volumen efectivo (m <sup>3</sup> )	0.51
Volumen de diseño (m <sup>3</sup> )	0.56
Diámetro del tanque (m)	0.87
Altura del tanque (m)	1.04
Flujo volumétrico de combustible (m <sup>3</sup> /día)	0.6
Flujo volumétrico de carbón activado (m <sup>3</sup> /día)	0.1

Cuadro No. 5: Filtro prensa

Descripción	Valor
Volumen de filtrado(cm <sup>3</sup> )	32,000
Número de marcos	16
Área de filtración del filtro prensa (m <sup>2</sup> )	20.48
Tiempo de filtración (h)	1.44

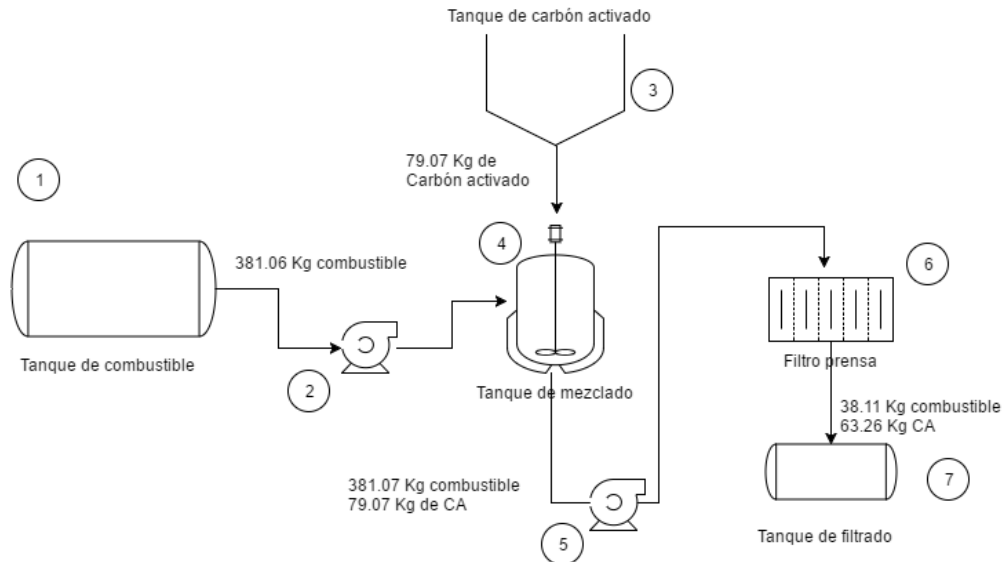


Figura No. 12: Diagrama de proceso

Cuadro No. 6: Descripción de equipos

Número	Nombre	Descripción
1	Tanque de combustible	Tanque cilíndrico horizontal cerrado (AISI316) (Dimensiones: Diámetro: 1.08m, longitud: 2.05m, altura: 0.30m, espesor pared: 5mm, con 1 entrada y 1 salida. a presión atmosférica y temperatura ambiente)
2	Bomba de combustible 1	Centrífuga (AISI316) (Dimensiones: cabeza total: 10m, velocidad: 1750rpm, potencia: 186.428W, diámetro de succión: 1.00ft, diámetro de descarga: 0.25ft, a presión atmosférica y temperatura ambiente)
3	Tanque de carbón activado	Tanque abierto con tolva, ubicado justamente sobre el reactor para tener una caída por gravedad. (Acero laminado y conformado S235JR y S275JR)
4	Tanque de mezclado	Tanque cilíndrico vertical cerrado con agitación (AISI316) (ver especificaciones en resultados)
5	Bomba de combustible 2	Centrífuga (AISI316) (Dimensiones: cabeza total: 10m, velocidad: 1750rpm, potencia: 186.428W, diámetro de succión: 1.00ft, diámetro de descarga: 0.25ft, a presión atmosférica y temperatura ambiente)
6	Filtro prensa	Prensa horizontal (AISI316) (ver especificaciones en resultados)
7	Tanque de filtrado	Tanque cilíndrico horizontal cerrado (AISI316) (Dimensiones: Diámetro: 0.5m, longitud: 1.00m, altura: 0.14m, espesor pared: 5mm, con 1 entrada y 1 salida. a presión atmosférica y temperatura ambiente)

## VII. ANÁLISIS DE RESULTADOS

La pirólisis es un proceso de degradación térmica operada a una temperatura de 300°C en el cual se tiene una restricción de hidrógeno. Los factores más influyentes en la producción de combustible por medio de caucho son la materia prima y la temperatura de operación. La materia prima a utilizar debe de poseer un alto contenido de hidrógeno y al no ser este el caso del caucho se da una producción de combustible líquido y a su vez un alto contenido de residuos sólidos. Al ser nuestro producto de interés el combustible líquido obtenido de este proceso, es importante saber que el rendimiento de la obtención de combustible líquido es menor al 50%, lo cual incrementa el nivel de desperdicio obtenido. Por lo tanto, para poder aumentar el rendimiento de producción de combustible líquido, sabiendo que la materia prima en este caso se encuentra restringida, se debe de tener una mayor manipulación en la temperatura. Es decir que se debe de operar el reactor pirolítico a una temperatura de 400°C, ya que a esta temperatura se aumenta la producción de combustible líquido y se disminuye la cantidad de residuos sólidos (Nkosi,2014).

El caucho posee de 1-5% de sulfuro, lo cual hace que se obtenga un combustible líquido pirolítico con un porcentaje alto de compuestos azufrados (Schobert, 2013). Los compuestos azufrados son responsables del intenso aroma del combustible pirolítico, razón por la cual el objetivo principal de este trabajo consistió en realizar una desodorificación a un combustible líquido proveniente de la gasificación del caucho por medio de la extracción de compuestos sulfurados.

Para ello fue necesario determinar el compuesto responsable del olor en el combustible, es decir, la presencia de compuestos sulfurados utilizando un análisis cromatográfico. A partir de ello se buscó un método que ayudara a extraer el compuesto utilizando transferencia de masa y con esto lograr la disminución del aroma y así luego dimensionar el proceso de separación para 100 galones por día. Para la realización de los objetivos de este trabajo fue necesaria la implementación de un sistema a escala laboratorio que simulara de manera experimental el comportamiento de adsorción y separación.

Para iniciar el trabajo se realizó un análisis en el ministerio de Energía y Minas en el cual se logró determinar las características principales del combustible y donde se demostró que se tenía presente un 0.71% de azufre (Anexo A) en el combustible, dando por cierta la afirmación de la presencia de compuestos azufrados. El azufre, al ser un componente que posee un aroma muy fuerte, no necesita estar en grandes concentraciones para causar dicho olor, sin embargo, en grandes concentraciones este puede ser tóxico.

Para poder determinar que compuesto azufrado era el causante del olor a llanta quemada en el combustible, se realizó un análisis cromatográfico utilizando un cromatógrafo de gases, ya que este es utilizado para confirmar la presencia o la ausencia de componentes en una mezcla por medio de la comparación de patrones. Este tipo de análisis es empleado para muestras orgánicas complejas como es el caso de los combustibles.

Al realizar el primer análisis cromatográfico se logró determinar la presencia de 49 compuestos distintos, pero ninguno que tuviera azufre. Ya que la primera cromatografía contenía únicamente los compuestos presentes en mayor concentración, se realizó una destilación simple logrando evaporar y recuperar los compuestos aromáticos en el destilado.

En el destilado recuperado aún se sentía la presencia de compuestos azufrados, mientras que en el residuo no, ya que ahora estos estaban presentes en mayor concentración que al inicio de la destilación. Como se mencionó anteriormente, el análisis cromatográfico indica únicamente los compuestos presentes en mayor concentración por lo tanto se realizó un segundo análisis, pero esta vez al combustible destilado, ya que este era el que poseía el olor a llanta quemada. Al observar los resultados (Anexo B), se logró encontrar únicamente un compuesto con azufre, como se muestra en el Cuadro No. 2, el cual fue el *1H-Tieno[3,4-d]imidazol-4-ácido propanoico, hexahidro – 2-oxo-, [3as-(3ª. Alfa., 4. Beta., 6ª. Alfa.)]-ácido sulfuroso, ciclohexil metil hexadecil éster, ácido oxálico, ciclohexilmetil decil éster.*

Al ser este un compuesto complejo, no se pudo garantizar la extracción completa y más importante, no se logró extraer únicamente dicho compuesto. Por lo tanto, para comprobar que se disminuyera el aroma en el combustible se optó por corroborar resultados a través de pruebas organolépticas.

En los procesos de transferencia de masa, se tiene una gran pérdida de material, por lo que es importante tratar de minimizar las pérdidas al seleccionar el mejor proceso y que este no afecte las características del combustible. De tal manera que se decidió realizar un proceso de adsorción líquido-sólido para evitar la mayor cantidad de pérdida de combustible, como en el caso de la destilación. El proceso de absorción líquido-sólido es un proceso físico ya que no requiere calor para que se lleve a cabo la transferencia de masa y no se da una reacción química en el proceso más que una separación física de compuestos. En este trabajo se buscaba la extracción del azufre, sin que se vieran afectadas las propiedades químicas del combustible. Al ser la adsorción un proceso en el cual no se da una reacción química este proceso se vuelve la mejor

alternativa en cuanto a la conservación del combustible. A diferencia de la destilación, ya que durante la destilación se evaporan los compuestos más volátiles haciendo una pérdida mayor que en una adsorción.

El adsorbente utilizado para las pruebas de laboratorio fue el carbón activado de poro pequeño, de aproximadamente dos micrómetros, este posee una densidad de  $900 \text{ kg/m}^3$ . Este se seleccionó debido a que su alta capacidad de adsorción se utiliza para reducir el olor y el color en líquidos. (Treybal, 1980) Por la naturaleza apolar del carbón activo y las fuerzas implicadas por la adsorción, el carbón activado retiene preferentemente moléculas apolares y de alto volumen molecular como en el caso de los hidrocarburos, fenoles y colorantes.

Para poder realizar el proceso de adsorción sólido-líquido, se montó un sistema de separación que consistió en un tubo de ensayo con el fondo cortado para simular una columna de adsorción, la cual poseía filtros que contenían carbón activado. El flujo de entrada a la columna fue de 8ml en 5 minutos, para evitar saturar el filtro y provocar que se diera un rebalse. Para la primera prueba se colocó únicamente 1 g de carbón activado y con este arreglo se recolectaron 5 ml de combustible los cuales se colocaron en un beaker al final de la columna de adsorción.

En este proyecto se debió de cuantificar la concentración de azufre y por medio de una curva de ruptura evaluar el punto de saturación del adsorbente. Sin embargo, para poder realizar este tipo de pruebas se debe de trabajar con un volumen elevado ya que la concentración de azufre del combustible se encuentra a baja concentración y en este caso, para poder cuantificarlo se tenían que realizar destilaciones del combustible para que el cromatógrafo de gas pudiera detectar el azufre. Por lo tanto, para poder solucionar este proyecto se debió de buscar un método alternativo de medición de concentración en el cual se disminuyeran las pérdidas de combustible y se pudiera percibir cambio. Razón por la cual se decidió realizar pruebas organolépticas.

Al ser el olfato un sentido muy sensible y subjetivo, debe ser corroborado con pruebas estadísticas, por lo cual se realizaron entrevistas y de esta forma medir la percepción de las personas. La primera prueba organoléptica consistió en preguntarles a 15 personas, cuál de las muestras entregadas poseía un olor menor. A cada persona se le dieron ambas muestras, las cuales consistían en dos beakers de 50ml de la misma marca, uno con 5 ml de combustible después de pasar la columna de adsorción, y el otro con 5 ml de combustible sin tratamiento. De las 15 personas a las que se les consultó, 4 dijeron que la muestra sin tratamiento poseía un olor más fuerte que la otra muestra, 2 personas indicaron que no sentía diferencia y las 9 personas restantes

indicaron que el cambio era muy notorio y que el beaker que poseía el combustible tratado poseía un olor menor.

Al observar los resultados se podría decir que con un 60% de asertividad, las pruebas se consideran positivas indicando que con 1g de carbón activado se genera una disminución perceptible del aroma, sin embargo al corroborar estadísticamente, las pruebas dan negativo ya que con un 99% de confianza y un grado de libertad, la prueba de ji-cuadrado da como resultado 0.5333, y debería de ser mayor a 6.63 de acuerdo a la tabla de distribución de ji-cuadrado, y en cuanto a la prueba de dos colas de P, donde el resultado obtenido (0.4652) es mayor a 0.05. Por lo tanto, se rechaza la hipótesis alternativa y se comprueba que con 1 g de carbón activado no se genera una disminución perceptible del aroma. Anexo C.

Como el resultado de la primera prueba dio negativo, se realizó una segunda prueba, la cual consistió en colocar 5 beakers iguales con 5 ml de combustible. La primera muestra se obtuvo de la adsorción con 0.5g de carbón activado, la segunda de 1g, la tercera de 1.5g, la 4 de 2g y la quinta de 5g. Se procedió a indicarles a 15 personas al azar que indicaran en cual beaker se sentía un olor menor. Esto con el fin de determinar con que cantidad de carbón activado se sentía un cambio de aroma. Con 0.5g de carbón activado se puede decir que no se sintió ningún cambio aromático debido a que ninguna persona afirmó que este poseía un olor menor. Con la muestra de 1g, únicamente 1 persona indicó que era la que olía menos fuerte, lo cual comprueba que la primera prueba no es la que presenta un mejor resultado. Con 1.5g de carbón activado 9 personas (60%) sintieron que era la muestra que poseía menor olor. La muestra de 2g fue seleccionada por 3 personas lo que indica un descenso de percepción al ser comparada con la muestra de 1.5 g y por último, la muestra de 5g de carbón activado que la eligieron únicamente 2 personas.

Al ver los resultados de la segunda prueba, se ve un cambio notorio en la selección de muestras, la mayor parte de personas percibieron un mayor cambio al implementar 1.5g de carbón activado en vez de únicamente 1g, sin embargo, en la primera prueba se muestra que el 60% de las personas percibe un cambio de aroma a pesar de no ser estadísticamente significativo. Debido a esto, se decidió realizar nuevamente la primera prueba, pero esta vez se entrevistó a 30 personas y se utilizaron 1.5g de carbón activado.

En la tercera prueba se obtuvo que 24 personas perciben que la muestra tratada posee un olor menor que la muestra sin tratamiento, 3 personas indicaron que la muestra sin tratamiento olía menos fuerte que la muestra tratada y 3 personas no sintieron cambio entre muestras. Al comparar estos resultados con los de la

primera prueba, se puede observar que en la tercera prueba el 80% de las personas percibe un cambio aromático, mientras que en la primera prueba únicamente el 60% percibió el cambio.

Al corroborar de manera estadística la tercera prueba se obtiene un resultado positivo como se observa en el Cuadro No. 3, ya que con un 99% de confianza y un grado de libertad, la prueba de ji-cuadrado da como resultado 19.2667 la cual es mayor a 6.63 de acuerdo a la tabla de distribución de ji-cuadrado, y en cuanto a la prueba de dos colas de P, donde el resultado obtenido (0.0000113674) es menor a 0.05. Por lo tanto, se rechaza la hipótesis nula y se comprueba que con 1.5 g de carbón activado se genera una disminución perceptible del aroma. Anexo C.

Una vez sabiendo la relación carbón/combustible y que esta es estadísticamente significativa, se puede proceder a realizar un dimensionamiento a planta piloto para poder desodorificar 100 galones. Existen distintos arreglos posibles para este proceso, pero por la granulometría del adsorbente, y ya que este posee densidad similar a la del combustible, no se recomienda realizar un tanque sedimentador. Es por eso que se eligió un tanque mezclador el cual propicia un mayor contacto carbón/combustible y genera una suspensión de los sólidos. Este tipo de tanque provoca una mejor transferencia de masa.

Ya que se cuenta con similitud geométrica, no se tiene variación en las propiedades físicas del fluido lo que hace que el comportamiento del fluido sea constante en ambos sistemas y su densidad y viscosidad sean las mismas, es decir que la relación efectuada experimentalmente en el laboratorio, puede ser utilizada en el modelo a planta piloto.

Sabiendo las pérdidas que se tienen en el proceso de filtración, y sabiendo que lo que se desea producir son 100 galones diarios con menor aroma, se deberá generar un aumento en la producción de combustible a 160 galones como se muestra en el balance de masa del Anexo D.

A partir del balance, con la relación de 1.5g C.A/5ml de combustible, (es necesario del uso de 79.1Kg/día de carbón activado y 381.1 Kg/día de combustible, con una densidad ponderada de 903.56 Kg/m<sup>3</sup>) se obtuvo un flujo volumétrico de 0.51m<sup>3</sup>/día. Con base en los datos anteriores se obtuvo un volumen efectivo de 0.51 m<sup>3</sup>, volumen de diseño de 0.56 m<sup>3</sup> es decir de 147.98 gal. Sabiendo esto se calculó que el tanque de mezclador para la disminución aromática del combustible sería de 0.87m de diámetro y 1.03m de alto, como se muestra en el Cuadro No. 4.



Para poder realizar una suspensión efectiva es necesario de una selección adecuada de agitador, para este caso es útil una turbina de aspas inclinadas a  $45^\circ$ , este es considerado un impulsor de alta eficiencia el cual ayuda a generar corrientes paralelas al eje del impulsor produciendo un flujo axial. Este es adecuado para viscosidades medias y bajas. Al tener una viscosidad mayor a  $10 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  no es necesario el uso de deflectores. (McCabe *et al.*, 2007)

Las dimensiones para este impulsor son de 0.29m para el diámetro del agitador, 0.22m para la altura del impulsor, 0.07m para el ancho de la pala y de 0.06m para el largo de la pala como se muestra en el Anexo E. Utilizando la Figura No. 6 y sabiendo que el diámetro del tanque es de 2.84 ft, según Buurman, se tiene una potencia de 0.60hp y una velocidad crítica de agitación de 5.79 r/s.

Debido a que lo que se desea únicamente es el combustible y no la suspensión en sí, se debe de realizar un proceso de separación, el cual, en este caso, consiste en un filtro prensa, ya que ayuda a la separación del fluido y carbón. El volumen de filtrado que se requiere para este arreglo es de  $32,000\text{cm}^3$ , con 16 marcos, un área de filtración para el filtro prensa de  $20.48\text{m}^2$  y un tiempo de 1.44horas.

Los materiales a utilizar para los equipos involucrados en el proceso de desodorificación son, acero carbón y acero inoxidable 316 como se ve en el Cuadro No. 6. La diferencia de elección se debe a el riesgo que se tiene de producción de reacciones. En los procesos donde hay interacción con el combustible se tiene un mayor riesgo de corrosión debido a la afinidad del combustible por lo tanto es necesario de la implementación de equipos con mayor resistencia como en el caso del acero inoxidable, a diferencia del tanque de carbón activado el cual no se ve afectado.

## VIII. CONCLUSIONES

1. Se logró disminuir el olor de un combustible líquido proveniente de la gasificación del caucho por medio de la extracción de compuestos sulfurados.
2. El compuesto responsable del olor en el combustible líquido es el *1H-Tieno[3,4-d]imidazol-4-ácido propanoico, hexahidro – 2-oxo-, [3as-(3ª. Alfa., 4. Beta., 6ª. Alfa.)]-ácido sulfuroso, ciclo hexil metil hexadecil éster, ácido oxálico, ciclohexilmetil decil éster*, el cual se logró determinar utilizando un análisis cromatográfico de gases.
3. La extracción del compuesto sulfurado se realizó utilizando un proceso de adsorción líquido-sólido con carbón activado, en donde se disminuyó el aroma en el combustible.
4. Se logró demostrar un cambio en el aroma del combustible posterior al uso de carbón activado por medio de pruebas organolépticas.
5. Para el dimensionamiento del proceso de disminución aromática se propuso emplear un tanque agitado de 0.56m<sup>3</sup> y un filtro prensa de 16 marcos con un volumen de filtrado de 32,000cm<sup>2</sup>

## IX. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda realizar nuevamente un análisis cromatográfico, pero esta vez al destilado del combustible posterior al proceso de adsorción.
2. El carbón activado logró disminuir el olor del combustible, sin embargo, se recomienda probar realizar pruebas con las zeolitas u otro adsorbente que logre quitar por completo el aroma.
3. Es importante tomar en cuenta que al pasar el combustible por el carbón activado el compuesto azufrado queda contenido en él y al reactivar el carbón activado este compuesto sale al ambiente de manera gaseosa, por lo tanto, se recomienda tratar los gases.
4. Se recomienda encontrar un método alternativo de medición de concentración de compuestos azufrados para poder emplear una curva de saturación y obtener resultados con mayor respaldo cuantitativo.
5. Para mejorar el proceso de extracción aromática del combustible es recomendable realizar una curva de saturación con carbón activado a la temperatura y presión de operación.

## X. BIBLIOGRAFÍA

- Análisis Ultravioleta-visible. la Teoría Y la Práctica en El Ejercicio Profesional.* (n.d.). UADY.
- Asociación de variables cualitativas: test de Chi-cuadrado.* (n.d.). Retrieved May 17, 2016, from <https://www.fisterra.com/mbe/investiga/chi/chi.asp>
- Biarnes. (2015). *Combustion Training | What is Combustion?* Retrieved November 3, 2015, from <http://www.e-inst.com/combustion/>
- Castells, X. E., & García, E. V. (2012). *La gasificación: Tratamiento y valorización energética de residuos.* Ediciones Díaz de Santos.
- Castro, G. (2007). *Reutilización, reciclado y disposición final de neumáticos.* Visto por ultima vez el 23/11/2015. En: <http://materias.fi.uba.ar/6717/Sobre%20Neumaticos%20Fuera%20de%20Uso.pdf>
- Geankoplis, C. J. (2003). *Transport Processes and Separation Process Principles: Includes Unit Operations.* Prentice Hall Professional Technical Reference.
- Harris, D. C. (2006). *Análisis químico cuantitativo.* Reverte.
- Jr, C. E. B. (2013). *The John Zink Hamworthy Combustion Handbook, Second Edition: Volume 3 – Applications.* CRC Press.
- McCabe, W. L., Smith, J. C., Harriot, P., & Piombo Herrera, A. C. (2007). *Operaciones unitarias en ingeniería química.* México, D.F.: McGraw-Hill Interamericana.
- Ministerio de Energía y Minas-MEM. 2014. *Resultado de Análisis, Kimura, S.A.*
- Monroy, H. (n.d.). *Planta de reciclaje de llantas para obtención de diesel.* MC Engineering & Consulting.
- Nkosi, N., Muzenda, E. (2014). *A review and discussion of waste tyre pyrolysis and derived products.* IAENG.
- Química General Práctica.* (n.d.). ELIZCOM S.A.S.
- Rodriguez, P. (2003). *Investigación de accidentes de tráfico.* Universidad de Oviedo.
- Schobert, H. (2013). *Chemistry of Fossil Fuels and Biofuels.* Cambridge University Press.
- Soriano, E. J. D., & Ruiz, J. F. (2008). *PCPI - Mecánica del vehículo.* Editex.

Srivastava, S. P., & Hancsók, J. (2014). *Fuel Additives*. In *Fuels and Fuel-Additives* (pp. 177–269). John Wiley & Sons, Inc. Retrieved from

<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9781118796214.ch5/summary>

Treybal, R. E. (1980). *Operaciones de transferencia de masa*. McGraw-Hill.

Universidad de Sevilla. (2015). *Manual del carbón activo. Máster en ingeniería del agua*. EU. Politécnica.

# XI. ANEXOS

## A. Análisis MEM del combustible

<b>LABORATORIOS TECNICOS</b>		PAGINA 1 DE (1) LAB-REP-2238-14 ORDEN No. L-1033-14 GUATEMALA, 19-12-14	
<b>RESULTADOS DE ANALISIS</b>			
<p>MUESTRA: <b>Kimura Oil</b>  PRESENTADA POR: Kimura, S.A.  RESPONSABLE DEL MUESTREO: Kimura, S.A.  PROCEDENCIA: Kimura, S.A.  LOCALIZACION: Guatemala, Guatemala  FECHA DE MUESTREO: Desconocida  FECHA DE RECEPCION DE MUESTRA Y PAPELERIA: 12-12-14  FECHA DE ANALISIS: del 16 al 24-12-14  PRECIO DE ANALISIS: \$ 74.00  ANALISTA: Max Pérez</p>			
DESCRIPCION	METODO DE ANALISIS	ESPECIFICACION (a)	RESULTADOS (b)
PUNTO DE INFLAMABILIDAD, °C	ASTM D 93	-----	< 28
AZUFRE, % masa	ASTM D 129	-----	0.71
PODER CALORIFICO SUPERIOR, MJ/kg	ASTM D 240	-----	[4] 43.45
GRAVEDAD API, 15.56 °C, 15/1	ASTM D 287	-----	24.8
GRAVEDAD ESPECIFICA, 15.56 °C	ASTM D 267	-----	0.9699
VISCOSIDAD DINAMICA, 40 °C, mPa (c)	ASTM D 446	-----	2.7
DENSIDAD, % masa	ASTM D 462	-----	0.808
DENSIDAD, 15 °C, kg/m <sup>3</sup>	ASTM D 1298	-----	808
AGUA Y SEDIMENTO, % volumen	ASTM D 1700	-----	0.28
DESPILADOR, 180 mm/kg en base a recuperado, °C	ASTM D 386	-----	VOLUMEN % PUNTO INICIAL
			74
			8
			176
			18
			194
			28
			175
			38
			393
			40
			237
			50
			271
			60
			365
			70
			333
			80
			364
			90
			361
			94
			350
			100
			358
			PUNTO FINAL (c)
			358

**OBSERVACIONES:**

a) En el Acuerdo Ministerial No. 508-2012 no existen especificaciones para este producto.  
b) Los resultados son válidos solo para el volumen de muestra presentado en este laboratorio.  
c) 1 mm<sup>3</sup> es equivalente a 1 cSt.  
d) 43.45 MJ/kg es equivalente a 10378 Kcal/kg y a 16681 Btu/lb.  
e) Punto final de recuperación.

  
**Ing. Julio Villalón**  
**AREA DE HIDROCARBUROS**

  
**Bco. Ing. Mayra Méndez**  
**COORDINADORA LABORATORIOS TECNICOS**

  
**LABORATORIOS  
TECNICOS  
AREA DE  
HIDROCARBUROS  
GUATEMALA, G. A.**

  
**LABORATORIOS  
TECNICOS**

El presente informe no puede ser modificado ni reproducido sin autorización del Laboratorio Técnico

**Ministerio de Energía y Minas**  
 Diagonal 17, 29-78 zona 11 Las Charcas. Guatemala, Centroamérica.  
 Teléfonos: (502) 2419-6464 - www.mem.go.b.gt

Figura No. 13: Resultados de Análisis MEM

## B. Análisis de cromatografía

### 1. Primer análisis cromatográfico

File : C:\mschem\1\DATA\SERVICIO\URL\140825-003.D  
Operator : Adelm  
Acquired : 25 Aug 2014 15:47 using AcqMethod CONGENERICOS ETA DBWMSCAN 2.M  
Instrument : GC-MSD  
Sample Name : Combustible  
Misc Info : megaproyecto pirrolisis  
Vial Number : 3

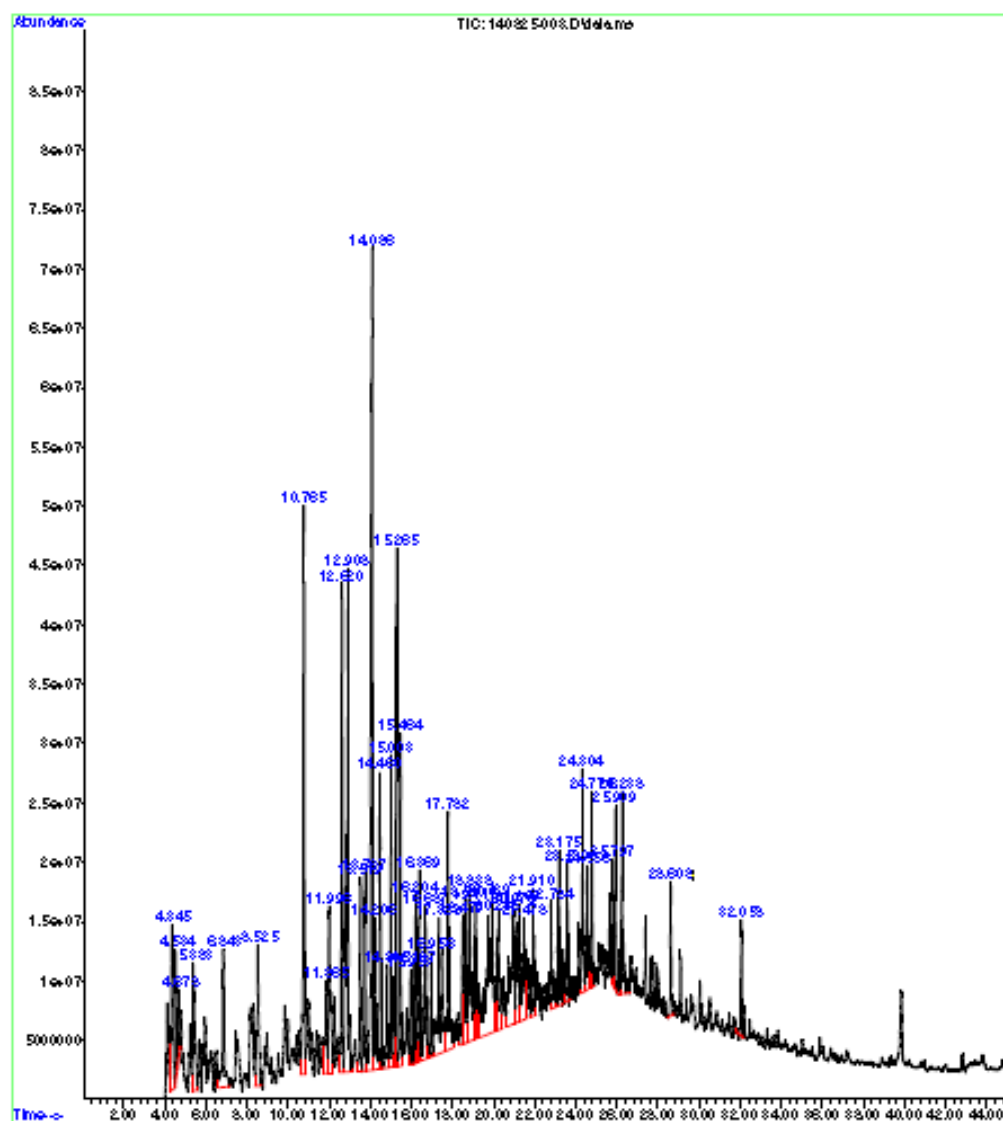


Figura No. 14: Cromatografía 1

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\URL\  
 Data File : 140825-003.D  
 Title :  
 Acq On : 25 Aug 2014 15:47  
 Operator : Adem  
 Sample : Combustible  
 Misc : Proyecto pirrolysis  
 NLS Vial : 3 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - levadural.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
1	4.345	1.74	C:\Database\NIST05a.L 2-Butene, 2-methyl- Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, cis- Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, trans	553 568 571	000513-35-9 000930-18-7 002402-06-4	87 87 83
2	4.531	1.01	C:\Database\NIST05a.L 1,3-Butadiene, 2-methyl- 1,4-Pentadiene 1,3-Pentadiene, (E)-	448 427 441	000078-79-5 000591-93-5 001574-41-0	91 90 87
3	4.677	0.53	C:\Database\NIST05a.L Pentane, 3-methylene- Furan, 2,3-dihydro-3-methyl- 2-Pentene, 3-methyl-, (E)-	1463 1418 1450	000760-21-4 001708-27-6 000922-62-3	52 49 46
4	5.382	2.13	C:\Database\NIST05a.L Cyclopentene, 1-methyl- 1,4-Pentadiene, 2-methyl- Cyclohexene	1218 1229 1167	000693-89-0 000763-30-4 000110-83-8	90 64 55
5	6.842	2.10	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexene, 3-methyl- Cyclohexene, 1-methyl- Cyclopentane, 1-methyl-2-methylene	2811 2812 2866	000591-48-0 000591-49-1 041158-41-2	91 90 90
6	8.525	2.02	C:\Database\NIST05a.L Benzene Benzene Benzene	998 1000 1002	000071-43-2 000071-43-2 000071-43-2	95 94 91
7	10.767	5.16	C:\Database\NIST05a.L Toluene Toluene Toluene	2400 2396 2395	000108-88-3 000108-88-3 000108-88-3	93 87 83
8	11.864	1.24	C:\Database\NIST05a.L Hydrazine, 1-ethyl-2-phenyl- Cyclohexene, 1-ethyl-6-ethylidene- 1,3-Cyclopentadiene, 5,5-dimethyl- 1-ethyl-	15680 15269 9746	000622-82-2 061141-57-9 1000162-25-7	41 38 38
9	11.996	2.50	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methyl- thienyl)-, (S)- Cyclohexene, 4-ethenyl-1,4-dimethyl- 1- 1,5-Cyclooctadiene, 1,5-dimethyl-	15365 15277 15252	005989-54-8 001743-61-9 003760-14-3	81 81 76
10	12.619	3.57	C:\Database\NIST05a.L Ethylbenzene Ethylbenzene p-Xylene	4957 4955 4950	000100-41-4 000100-41-4 000106-42-3	90 81 76
11	12.910	6.37	C:\Database\NIST05a.L o-Xylene p-Xylene o-Xylene	4953 4947 4945	000095-47-6 000106-42-3 000095-47-6	94 91 91

ACIDOS GRAS...8 SCRIB BIO.M Tue Aug 26 10:54:15 2014

Page: 1

Figura No. 15: Cromatografía 1, pág. 1



LICR Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\URL\  
 Data File : 140825-003.D  
 Title :  
 Acq On : 25 Aug 2014 15:47  
 Operator : Adem  
 Sample : Combustible  
 Misc : Hqsaproyecto pirrolisis  
 ALS Vial : 3 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - levadual.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
12	13.519	1.34	C:\Database\NIST05a.L Benzene, (1-methylethyl)-	9120	000098-92-8	90
			Benzene, (1-methylethyl)-	9119	000098-92-8	90
			Benzene, (1-methylethyl)-	9121	000098-92-8	87
13	13.738	1.39	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,3-dimethyl-	4970	000108-38-3	97
			p-Xylene	4947	000106-42-3	97
			p-Xylene	4946	000106-42-3	97
14	14.088	10.81	C:\Database\NIST05a.L D-Limonene	15162	005989-27-5	94
			D-Limonene	15165	005989-27-5	94
			Limonene	15153	000138-96-3	93
15	14.206	1.44	C:\Database\NIST05a.L Benzene, propyl-	9109	000103-65-1	87
			Benzene, propyl-	9111	000103-65-1	83
			N-Benzyl-2-phenethylamine	65152	003847-71-0	72
16	14.461	2.49	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-ethyl-2-methyl-	9129	000611-14-3	94
			Benzene, 1-ethyl-4-methyl-	9131	000622-96-8	93
			Benzene, 1-ethyl-3-methyl-	9130	000620-14-4	93
17	14.907	0.77	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,3,5-trimethyl-	9124	000108-67-8	95
			Benzene, 1,2,3-trimethyl-	9125	000526-73-8	93
			Benzene, 1,3,5-trimethyl-	9123	000108-67-8	92
18	15.002	1.83	C:\Database\NIST05a.L Styrene	4749	000100-42-5	97
			Styrene	4751	000100-42-5	96
			Bicyclo[4.2.0]octa-1,3,5-triene	4759	000694-87-1	96
19	15.266	3.36	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,2,4,5-tetramethyl-	14395	000095-93-2	87
			1,3-Cyclopentadiene, 1,2,3,4-tetra methyl-5-methylene-	14460	076099-59-3	87
			Benzene, 1-ethyl-2,4-dimethyl-	14394	000874-41-9	87
20	15.466	1.88	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,2,4-trimethyl-	9127	000095-63-6	93
			Benzene, 1,3,5-trimethyl-	9124	000108-67-8	81
			Benzene, 1-ethyl-3-methyl-	9133	000620-14-4	76
21	15.953	0.51	C:\Database\NIST05a.L Benzene, butyl-	14341	000104-51-8	76
			Benzene, butyl-	14337	000104-51-8	76
			Benzene, butyl-	14339	000104-51-8	76
22	16.126	0.49	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl )-	14421	000535-77-3	95
			Benzene, 1-ethyl-3,5-dimethyl-	14391	000934-74-7	95
			Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl	14430	000527-84-4	94

ACIDOS GRAS...8 SCRIB BLO.M Tue Aug 26 10:54:15 2014

Page: 2

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\URL\  
 Data File : 140825-003.D  
 Title :  
 Acq On : 25 Aug 2014 15:47  
 Operator : Adelm  
 Sample : Combustible  
 Misc : Mqaproyecto pirrolisis  
 ALS Vial : 3 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - levadura1.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			)-			
23	16.203	0.98	C:\Database\NIST05a.L .alpha.-Methylstyrene .alpha.-Methylstyrene .alpha.-Methylstyrene	8689 8692 8693	000098-83-9 000098-83-9 000098-83-9	94 93 90
24	16.367	1.28	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,3,5-trimethyl- Benzene, 1,2,3-trimethyl- Benzene, 1,2,3-trimethyl-	9124 9125 9115	000108-67-8 000526-73-8 000526-73-8	95 95 94
25	16.685	2.04	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl )- Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl )- Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl )-	14420 14428 14429	000527-84-4 000527-84-4 000527-84-4	94 93 93
26	16.958	0.61	C:\Database\NIST05a.L Tetracyclo[3.3.1.0(2,8).0(4,6)]-no n-2-one Benzene, cyclopropyl- Benzene, 1-ethenyl-2-methyl-	8707 8688 8698	1000191-13-7 000873-49-4 000611-15-4	81 81 74
27	17.327	2.82	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-ethenyl-3-ethyl- Benzene, (2-methyl-2-propenyl)- Benzene, (2-methyl-1-propenyl)-	13610 13615 13615	007525-62-4 003290-53-7 000788-49-0	86 83 81
28	17.781	2.39	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethen yl)- Benzene, (2-methyl-1-propenyl)- Benzene, (2-methyl-1-propenyl)-	13649 13619 13620	001195-32-0 000788-49-0 000788-49-0	96 93 90
29	18.477	1.28	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 2,3-dihydro-4-methyl- Benzene, (1-methyl-1-propenyl)-, (E)- 1H-Indene, 2,3-dihydro-5-methyl-	13627 13646 13626	000824-22-6 000788-00-3 000874-35-1	90 87 87
30	18.591	1.16	C:\Database\NIST05a.L Indene Indene Benzene, 1-propynyl-	8167 8169 8173	000095-13-6 000095-13-6 000873-32-5	95 90 81
31	18.837	2.95	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 2,3-dihydro-4-methyl- 1H-Indene, 2,3-dihydro-5-methyl- 3-Phenylbut-1-ene	13627 13626 13589	000824-22-6 000874-35-1 000334-10-1	94 94 91
32	19.114	0.93	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 2,3-dihydro-1,6-dimethy l- 1H-Indene, 2,3-dihydro-1,2-dimethy	20826 20824	017059-48-2 017057-82-8	94 94

ICIDOS GRAS...8 SCRN BIO.M Tue Aug 26 10:54:15 2014

Page: 3

Figura No. 17: Cromatografía 1, pág. 3

LIBRA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\URLA  
 Data File : 140825-003.D  
 Title :  
 Acq On : 25 Aug 2014 15:47  
 Operator : Adelf  
 Sample : Combustible  
 Misc : Bqaproyecto pirrolisis  
 NLS Vial : 3 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - levadural.e

PK#	RT	Area#	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
			1- 1H-Indene, 2,3-dihydro-1,3-dimethy 1-	20825	004175-53-5	91
33	19.728	5.29	C:\Database\NIST05a.L Benzocycloheptene 2-Ethyl-2,3-dihydro-1H-indene Benzene, cyclopentyl-	20777 20796 20785	001075-16-7 056147-63-8 000700-88-9	89 70 64
34	20.233	1.87	C:\Database\NIST05a.L 2-Methylindene 1H-Indene, 1-methyl- Benzene, 1-butynyl-	12678 12686 12692	002177-47-1 000787-59-9 000622-76-4	93 91 90
35	20.975	3.44	C:\Database\NIST05a.L Heptadecane Hexadecane Heptadecane	95525 75099 95524	000629-78-7 000544-76-3 000629-78-7	86 80 60
36	21.211	1.75	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 1,3-dimethyl- 1H-Indene, 4,7-dimethyl- 1H-Cyclopenta [b]naphthalene, 1a,2, 7,7-tetrahydro-	19675 19672 19695	002177-48-2 006974-97-6 006571-72-8	89 81 76
37	21.480	2.17	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 1,3-dimethyl- 1H-Indene, 2,3-dimethyl- 1H-Indene, 4,7-dimethyl-	19675 19674 19672	002177-48-2 004773-82-4 006974-97-6	86 76 76
38	21.912	1.56	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene Naphthalene Naphthalene	11575 11578 11576	000091-20-3 000091-20-3 000091-20-3	94 90 90
39	22.785	1.18	C:\Database\NIST05a.L 1,2,3-Trimethylindene (1-Methylpenta-1,3-dienyl)benzene 1,2,3-Trimethylindene	28444 28470 28443	004773-83-5 116669-49-9 004773-83-5	93 87 81
40	23.176	1.34	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 1-methyl- Naphthalene, 2-methyl- Naphthalene, 1-methyl-	18566 18568 18564	000090-12-0 000091-57-6 000090-12-0	96 94 93
41	23.590	0.78	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 1-methyl- Naphthalene, 2-methyl- Naphthalene, 1-methyl-	18566 18568 18564	000090-12-0 000091-57-6 000090-12-0	96 94 93
42	24.304	1.72	C:\Database\NIST05a.L Benzothiazole Benzothiazole Benzothiazole	14953 14951 14952	000095-16-9 000095-16-9 000095-16-9	90 81 81
43	24.554	1.05	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2-ethenyl-	25997	000827-54-3	87

MSDOS GRAS...8 SCRIN BIO.M Tue Aug 26 10:54:15 2014

Page: 4

Figura No. 18: Cromatografía 1, pág. 4

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\URL\  
 Data File : 140825-003.D  
 Title :  
 Acq On : 25 Aug 2014 15:47  
 Operator : Adelf  
 Sample : Combustible  
 Misc : bbqaproyecto pirrolysis  
 NLS Vial : 3 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - levadura.le

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
			Biphenyl	25992	000092-52-4	55
			Biphenyl	25998	000092-52-4	55
44	24.768	1.13	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2,3-dimethyl-	27200	000581-40-8	97
			Naphthalene, 2,6-dimethyl-	27286	000581-42-0	97
			Naphthalene, 1,3-dimethyl-	27293	000575-41-7	96
45	25.796	0.68	C:\Database\NIST05a.L Quinoline, 1,2-dihydro-2,2,4-trime thyl-	38546	000147-47-7	50
			Quinoline, 1,2-dihydro-2,2,4-trime thyl-	38548	000147-47-7	45
			Quinoline, 1,2-dihydro-2,2,4-trime thyl-	38547	000147-47-7	43
46	25.910	0.97	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 1,6,7-trimethyl-	36486	002245-38-7	98
			Naphthalene, 1,4,6-trimethyl-	36482	002131-42-2	97
			Naphthalene, 2,3,6-trimethyl-	36488	000829-26-5	97
47	26.237	1.90	C:\Database\NIST05a.L Quinoline, 2,4-dimethyl-	27983	001198-37-4	96
			Quinoline, 2,4-dimethyl-	27984	001198-37-4	94
			Quinoline, 2,7-dimethyl-	27981	000093-37-8	90
48	28.607	1.14	C:\Database\NIST05a.L Hexadecanenitrile	82236	000629-79-8	98
			Hexadecanenitrile	82237	000629-79-8	94
			Heptadecanenitrile	82767	005399-02-0	93
49	32.060	0.92	C:\Database\NIST05a.L Heptadecanenitrile	82767	005399-02-0	99
			Octadecanenitrile	102040	000638-65-3	99
			Octadecanenitrile	102039	000638-65-3	96

2. Segundo análisis cromatográfico

File : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\151016-000.D  
 Operator : Adelm  
 Acquired : 16 Oct 2015 13:40 using AcqMethod SOLVENTES\_SCAN.M  
 Instrument : GC-MSD  
 Sample Name : Muestra 6  
 Misc Info : Combustible destilado  
 Vial Number : 6

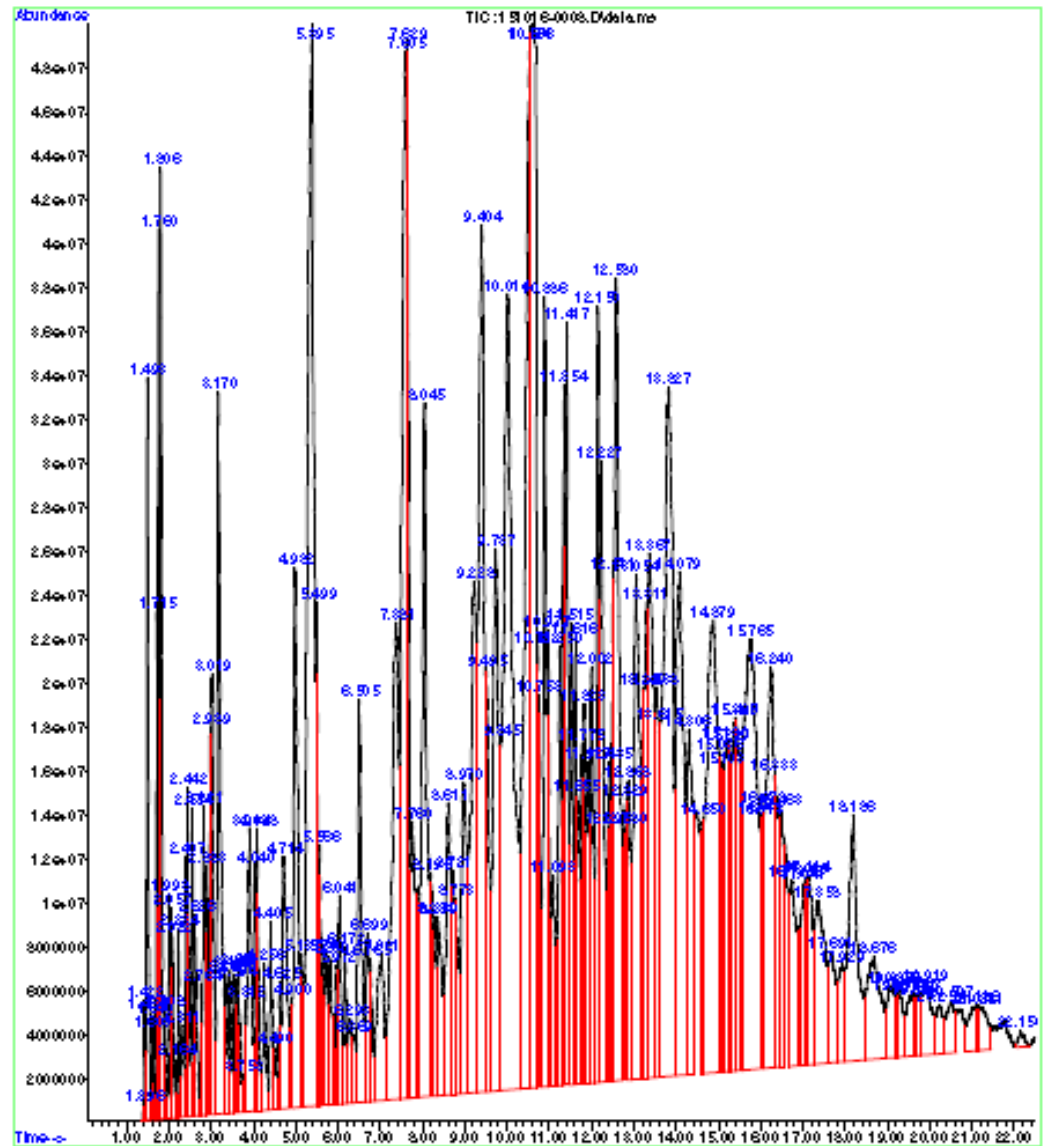


Figura No. 20: Cromatografía 2

LIQR Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adelm  
 Sample : Muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
1	1.396	0.01	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethane	20	000074-84-0	96
			Ethylene	13	000074-85-1	96
			Ethane	19	000074-84-0	9
2	1.424	0.06	C:\Database\NIST05a.L			
			Propene	56	000115-07-1	91
			Cyclopropane	58	000075-19-4	91
			Propene	57	000115-07-1	58
3	1.463	0.04	C:\Database\NIST05a.L			
			Isobutane	231	000075-28-5	93
			Isobutane	229	000075-28-5	93
			Isobutane	230	000075-28-5	93
4	1.491	0.58	C:\Database\NIST05a.L			
			1-Propene, 2-methyl-	183	000115-11-7	90
			1-Propene, 2-methyl-	182	000115-11-7	90
			1-Propene, 2-methyl-	184	000115-11-7	76
5	1.604	0.04	C:\Database\NIST05a.L			
			1-Butene, 3-methyl-	554	000563-45-1	91
			Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, cis-	568	000930-18-7	90
			1-Butene, 3-methyl-	552	000563-45-1	97
6	1.637	0.06	C:\Database\NIST05a.L			
			Butane, 2-methyl-	700	000078-78-4	94
			Butane, 2-methyl-	699	000078-78-4	91
			Butane, 2-methyl-	698	000078-78-4	91
7	1.716	0.30	C:\Database\NIST05a.L			
			2-Pentene	538	000109-68-2	93
			2-Pentene, (E)-	544	000546-04-8	90
			2-Pentene, (Z)-	543	000527-20-3	90
8	1.761	0.55	C:\Database\NIST05a.L			
			1,3-Pentadiene	423	000504-60-9	94
			1,3-Butadiene, 2-methyl-	449	000078-79-5	94
			1,3-Butadiene, 2-methyl-	448	000078-79-5	94
9	1.806	0.89	C:\Database\NIST05a.L			
			2-Pentene, (E)-	548	000546-04-8	76
			Cyclopropane, 1,1-dimethyl-	564	001630-94-0	64
			Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, trans	570	002402-06-4	64
10	1.907	0.10	C:\Database\NIST05a.L			
			1,3-Cyclopentadiene	362	000542-92-7	97
			1,3-Cyclopentadiene	363	000542-92-7	72
			3-Penten-1-yne, (E)-	364	001574-40-9	64
11	1.997	0.16	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclopentene	419	000142-29-0	97
			Cyclopentene	417	000142-29-0	91
			Cyclopentene	414	000142-29-0	91
12	2.058	0.11	C:\Database\NIST05a.L			
			Butane, 2,3-dimethyl-	1802	000079-29-8	98

SCITECH ESE...GRN SCRIN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 1

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Mdel  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CS#	Qual
			Furan, tetrahydro-	658	000109-99-9	37
			Butane, 2,3-dimethyl-	1901	000079-29-8	35
13	2.091	0.14	C:\Database\NIST05a.L 2-Butene, 2,3-dimethyl-	1478	000563-79-1	76
			2-Pentene, 4-methyl-, (E)-	1485	000691-38-3	74
			2-Butene, 2,3-dimethyl-	1476	000563-79-1	72
14	2.165	0.04	C:\Database\NIST05a.L Pentane, 3-methyl-	1794	000096-14-0	72
			Pentane, 3-methyl-	1796	000096-14-0	64
			Pentane, 3-methyl-	1797	000096-14-0	64
15	2.232	0.17	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexane	1433	000110-82-7	91
			1-Pentene, 2-methyl-	1452	000763-29-1	90
			1-Pentene, 2-methyl-	1462	000763-29-1	87
16	2.311	0.10	C:\Database\NIST05a.L Hexane	1791	000110-54-3	90
			Hexane	1792	000110-54-3	64
			Hexane	1790	000110-54-3	50
17	2.407	0.16	C:\Database\NIST05a.L 1-Butene, 2,3-dimethyl-	1475	000563-79-0	91
			2-Butene, 2,3-dimethyl-	1478	000563-79-1	91
			2-Pentene, 2-methyl-	1456	000625-27-4	91
18	2.440	0.39	C:\Database\NIST05a.L 2-Pentene, 3-methyl-, (E)-	1483	000922-62-3	90
			2-Pentene, 3-methyl-, (E)-	1486	000616-12-6	81
			2-Pentene, 3-methyl-	1447	000922-61-2	81
19	2.553	0.26	C:\Database\NIST05a.L 2-Pentene, 3-methyl-	1447	000922-61-2	93
			2-Pentene, 3-methyl-, (E)-	1486	000616-12-6	93
			2-Pentene, 3-methyl-, (E)-	1488	000922-62-3	93
20	2.626	0.24	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexane	1432	000110-82-7	86
			1-Pentene, 2-methyl-	1462	000763-29-1	83
			Cyclopentane, methyl-	1468	000096-37-7	81
21	2.766	0.10	C:\Database\NIST05a.L 1,3-Pentadiene, 2-methyl-, (E)-	1239	000926-54-5	95
			2,4-Hexadiene	1172	000592-46-1	94
			4-methyl-1,3-pentadiene	1207	000926-56-7	94
22	2.922	0.31	C:\Database\NIST05a.L 1,3-Pentadiene, 3-methyl-, (E)-	1240	002787-43-1	62
			1,3-Hexadiene, cis	1177	000592-48-3	55
			1,3-Hexadiene, cis	1178	000592-48-3	55
23	2.994	0.36	C:\Database\NIST05a.L 1,3-Cyclopentadiene, 1-methyl-	1077	000096-39-9	60
			1,3,5-Hexatriene, (E)-	1067	002612-46-6	60
			Cyclopentene, 3-methylene-	1072	000930-26-7	55

ACEITES ESE...GRN SCRN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 2

Figura No. 22: Cromatografía 2, pág. 2

LARK LIBRARY SEARCH REPORT

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adelm  
 Sample : Muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
24	2.991	0.31	C:\Database\NIST05a.L			
			Isopropenylcyclopropane	1205	004563-22-3	87
			Cyclopentene, 4-methyl- 1,4-Hexadiene, (E)-	1206	001759-91-5	87
25	3.019	0.54	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclopentene, 1-methyl- 1,3-Hexadiene, cis	1218	000593-89-0	90
			Isopropenylcyclopropane	1179	000592-48-3	60
26	3.170	1.47	C:\Database\NIST05a.L			
			Benzene	1000	000071-43-2	97
			Benzene 1,3-Hexadien-5-yne	1001	000071-43-2	91
27	3.344	0.17	C:\Database\NIST05a.L			
			Benzene	1000	000071-43-2	93
			Benzene Benzene	1001	000071-43-2	70
28	3.445	0.19	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclohexene	1166	000110-83-8	81
			Cyclohexene Ethylidenecyclobutane	1165	000110-83-8	81
29	3.558	0.11	C:\Database\NIST05a.L			
			Butane, 2,2,3,3-tetramethyl-	7473	000594-82-1	59
			Butane, 2,2,3,3-tetramethyl- Pentane, 2,2,4-trimethyl-	7472	000594-82-1	59
30	3.591	0.11	C:\Database\NIST05a.L			
			1-Hexene, 4-methyl-	3257	003769-23-1	58
			1-Hexene, 5-methyl- 1-Hexene, 4-methyl-	3252	003524-73-0	53
31	3.653	0.18	C:\Database\NIST05a.L			
			1-Heptene	3229	000592-76-7	93
			Isopropylcyclobutane 1-Heptene	3267	000872-56-0	99
32	3.754	0.03	C:\Database\NIST05a.L			
			2-Pentene, 3-ethyl-	3250	000816-79-5	89
			3-Hexene, 2-methyl-, (E)- 2-Pentene, 3-ethyl-	3314	000692-24-0	76
33	3.810	0.09	C:\Database\NIST05a.L			
			Heptane	3886	000142-82-5	87
			Heptane Heptane	3885	000142-82-5	87
34	3.917	0.60	C:\Database\NIST05a.L			
			1,4-Hexadiene, 4-methyl-	2838	001116-90-1	93
			1,3-Pentadiene, 2,3-dimethyl- 1,3-Pentadiene, 2,4-dimethyl-	2856	001113-56-0	93
35	4.041	0.24	C:\Database\NIST05a.L			

SCIENTS ESE...GRN SCRN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 3

Figura No. 23: Cromatografía 2, pág. 3



LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : XMEM  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
			1-Pentene, 2,4,4-trimethyl-	6588	000107-39-1	76
			1-Pentene, 2,4,4-trimethyl-	6587	000107-39-1	58
			2-Hexene, 5,5-dimethyl-, (Z)-	6600	029761-61-0	53
36	4.086	0.36	C:\Database\NIST05a.L 3,5-Dimethylcyclopentene	2832	007459-71-4	90
			Cyclopentene, 1,5-dimethyl-	2847	016491-15-9	74
			Cyclopentene, 4,4-dimethyl-	2849	019037-72-0	72
37	4.254	0.25	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexane, methyl-	3269	000108-87-2	70
			Cyclohexane, methyl-	3271	000108-87-2	64
			Cyclohexane, methyl-	3273	000108-87-2	52
38	4.406	0.25	C:\Database\NIST05a.L 2-Pentene, 2,4,4-trimethyl-	6578	000107-40-4	70
			2-Pentene, 2,4,4-trimethyl-	6584	000107-40-4	70
			1-3,4,4-Trimethyl-2-pentene	6580	029761-64-3	68
39	4.490	0.09	C:\Database\NIST05a.L Cyclopentane, ethyl-	3268	001640-89-7	58
			2-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-	6395	023758-27-2	52
			3-Heptene, 2-methyl-, (E)-	6567	000692-96-6	43
40	4.625	0.15	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexene, 4-methyl-	2816	000591-47-9	95
			Cyclohexene, 1-methyl-	2818	000591-49-1	87
			Cyclohexene, 4-methyl-	2817	000591-47-9	87
41	4.714	0.68	C:\Database\NIST05a.L 1,3,5-Hexatriene, 3-methyl-, (E)-	2570	024587-26-6	93
			1,3-Cyclopentadiene, 1,2-dimethyl-	2575	004794-86-5	92
			1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-	2567	004313-57-9	92
42	4.900	0.12	C:\Database\NIST05a.L 1,3,5-Hexatriene, 2-methyl-	2561	019264-50-7	90
			1,3,5-Hexatriene, 3-methyl-, (Z)-	2571	024587-27-7	90
			Bicyclo[4.1.0]hept-2-ene	2553	002566-57-6	90
43	4.984	1.19	C:\Database\NIST05a.L Cyclobutane, (1-methylethylidene)-	2865	001528-22-9	87
			Cyclopentene, 4,4-dimethyl-	2849	019037-72-0	80
			3,5-Dimethylcyclopentene	2832	007459-71-4	78
44	5.136	0.24	C:\Database\NIST05a.L 1,3,5-Hexatriene, 2-methyl-	2561	019264-50-7	89
			Bicyclo[4.1.0]hept-2-ene	2553	002566-57-6	89
			1,3,5-Hexatriene, 3-methyl-, (Z)-	2571	024587-27-7	89
45	5.394	3.94	C:\Database\NIST05a.L Toluene	2397	000108-88-3	87
			Toluene	2398	000108-88-3	81
			Toluene	2400	000108-88-3	81
46	5.501	0.48	C:\Database\NIST05a.L 2-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-	6399	023758-27-2	47
			Cyclohexane, 1,3-dimethyl-, cis-	6630	000638-04-0	41

LIBRARY SEARCH REPORT

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adelm  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 NLS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			Cyclohexane, 1,3-dimethyl-, cis-	6632	000638-04-0	41
47	5.568	0.35	C:\Database\NIST05a.L 1,3,5-Cycloheptatriene	2413	000544-25-2	53
			Cyclopentane, 3-ethenyl-	2551	026727-45-7	30
			Tricyclo[4.1.0.0(2,7)]heptane	2566	000287-13-8	30
48	5.703	0.25	C:\Database\NIST05a.L 2,2-Dimethyl-1-oxa-spiro[2.3]hexan	6421	1000194-04-4	49
			1-Heptene, 2-methyl-	6502	015870-10-7	46
			Cyclopentanone, 2,2-dimethyl-	6401	004641-32-6	43
49	5.798	0.28	C:\Database\NIST05a.L Cyclopentane, 1-ethyl-3-methyl-	6617	003726-47-4	76
			Cyclohexane, pentyl-	6509	002511-91-3	76
			2-Octene, (E)-	6469	007642-04-8	70
50	5.972	0.14	C:\Database\NIST05a.L 2,4-Hexadiene, 2,5-dimethyl-	5841	000764-13-6	55
			2,4-Hexadiene, 2,5-dimethyl-	5840	000764-13-6	55
			4-ethyl-1,4-heptadiene	5790	013857-55-1	55
51	6.040	0.39	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexane, 1,2-dimethyl-, cis-	6625	002207-01-4	50
			Cyclohexane, 1,2-dimethyl-	6566	000583-57-3	43
			Cyclohexane, 1,2-dimethyl-, cis-	6622	002207-01-4	43
52	6.174	0.21	C:\Database\NIST05a.L 2,4-Hexadiene, 2,5-dimethyl-	5841	000764-13-6	91
			Cyclopentane, 1,2,3-trimethyl-	5846	000473-91-6	87
			1,3-Dimethyl-1-cyclohexene	5824	002808-76-6	86
53	6.292	0.18	C:\Database\NIST05a.L (E,E,E)-2,4,6-Octatriene	5304	015192-80-0	70
			Cyclopentane, 1,2-dimethyl-4-methyl-	5372	003615-96-7	64
			ene-	5348	004430-91-5	62
54	6.371	0.10	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexene, 1,6-dimethyl-	5812	001759-64-4	68
			3-Octyne	5736	015232-76-5	68
			1-ethyl-2-methylenecyclohexane	5852	002808-76-6	64
55	6.506	0.82	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexene, 3,5-dimethyl-	5822	000823-17-6	90
			Bicyclo[3.1.0]hexane, 1,5-dimethyl	5875	1000142-17-5	90
			1,3-Dimethyl-1-cyclohexene	5817	002808-76-6	90
56	6.697	0.31	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexene, 4-ethenyl-	5296	000100-40-3	64
			Cyclopentane, cyclopropylidene-	5339	014949-48-5	47
			1,3,6-Octatriene	5262	000929-20-4	44
57	6.764	0.23	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexane, 1,4-bis(methylene)-	5350	004882-20-1	46
			Cyclohexane, 1,4-bis(methylene)-	5346	004882-20-1	46
			Spiro[2.4]heptane, 4-methylene-	5344	024808-54-1	46

RCEITES ESE...GRRN SCRN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 5

Figura No. 25: Cromatografía 2, pág. 5

LIDR Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adem  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
58	7.022	0.57	C:\Database\NIST05a.L Octa-2,4,6-triene (E,E,E)-2,4,6-Octatriene Cyclopentene, 3-ethylidene-1-methyl-	5266 5304 5370	1000192-48-8 015192-80-0 062338-00-5	64 64 64
59	7.382	1.95	C:\Database\NIST05a.L Ethylbenzene o-Xylene Ethylbenzene	4957 4945 4955	000100-41-4 000095-47-6 000100-41-4	81 81 81
60	7.606	2.37	C:\Database\NIST05a.L p-Xylene p-Xylene Benzene, 1,3-dimethyl-	4947 4950 4970	000106-42-3 000106-42-3 000108-38-3	90 90 90
61	7.629	1.50	C:\Database\NIST05a.L p-Xylene Benzene, 1,3-dimethyl- p-Xylene	4946 4970 4950	000106-42-3 000108-38-3 000106-42-3	91 91 87
62	7.758	0.65	C:\Database\NIST05a.L Ethane, 1-(2-methyl-2-cyclopentyl- n-1-yl)- Cyclohexene, 3-(2-propenyl)- Cyclohexene, 3-(2-propenyl)-	10250 9714 9716	001767-84-6 015232-95-8 015232-95-8	59 47 47
63	8.044	1.99	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[4.2.0]octa-1,3,5-triene Styrene Styrene	4759 4752 4751	000594-87-1 000100-42-5 000100-42-5	86 86 86
64	8.196	0.33	C:\Database\NIST05a.L 3-Methylene-cycloheptene Cyclobutane, 1,2-diethylidene- Cyclohexane, 1,2-bis(methylene)-	5294 5338 5347	034564-56-2 024517-05-3 002919-48-9	50 46 45
65	8.286	0.27	C:\Database\NIST05a.L Fentaleno[1,2-b]oxirino, octahidro- (1a.alpha.,1b.alpha.,4a.beta.,5a.alpha.)- Benzenemethanol, .alpha.-methyl-, (+)- 3-Methylene-cycloheptene	10261 9687 5294	055449-71-3 013323-81-4 034564-56-2	49 38 38
66	8.370	0.48	C:\Database\NIST05a.L 2,4,6-Octatriene, 2,6-dimethyl- 2,4,6-Octatriene, 2,6-dimethyl-, (E,E)- 1,3-Cyclohexadiene, 1,5,5,6-tetramethyl-	15244 15293 15306	000673-84-7 007216-56-0 000514-94-3	70 64 64
67	8.611	0.95	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-ethyl-4-methyl- Benzene, 1-ethyl-2-methyl- Benzene, 1-ethyl-3-methyl-	9136 9134 9135	000522-96-8 000511-14-3 000520-14-4	38 38 38

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adem  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
68	8.718	0.31	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[4.1.0]heptane, 3,7,7-trime thyl-, [1S-(1.alpha.,3.alpha.,6.alpha.)] - Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2,3-trime thyl- Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methyle thylidene)-	16451	006069-97-2	89
				16403	000473-19-8	60
				15339	000586-62-9	55
69	8.774	0.41	C:\Database\NIST05a.L 3-Octyne, 5-methyl- 1,3-Heptadiene, 5,5-dimethyl- Pentaleno[1,2-b]oxirane, octahydro -, (1a.alpha.,1b.beta.,9a.alpha.,5 a.alpha.)-	10293	062108-33-2	49
				10354	029818-86-8	41
				10262	055449-70-2	38
70	8.971	0.96	C:\Database\NIST05a.L 1,3,6-Heptatriene, 2,5,6-trimethyl 1,2,3,4,8a,5,6,9a-Octahydro-naphth alone 3-Methyl-cis-3a,4,7,7a-tetrahydroi ndan	15273	042123-66-0	64
				15291	031244-58-3	50
				15286	1000144-04-4	49
71	9.229	1.66	C:\Database\NIST05a.L 1,5-Cyclooctadiene, 1,5-dimethyl- 1,5-Cyclooctadiene, 1,5-dimethyl- 1,5-Cyclooctadiene, 3-methyl-	15260	003780-14-3	89
				15252	003780-14-3	70
				9721	056564-88-6	58
72	9.403	2.78	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-ethyl-2-methyl- Benzene, 1-ethyl-3-methyl- Benzene, 1,2,4-trimethyl-	9129	000611-14-3	83
				9135	000620-14-4	76
				9113	000095-63-6	76
73	9.493	0.96	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,3,5-trimethyl- Benzene, 1,2,4-trimethyl- Benzene, 1,3,5-trimethyl-	9122	000108-67-8	55
				9127	000095-63-6	55
				9123	000108-67-8	49
74	9.735	1.68	C:\Database\NIST05a.L 2,4,6-Octatriene, 2,6-dimethyl- 2,4,6-Octatriene, 2,6-dimethyl-, (E, E)- 2,4,6-Octatriene, 2,6-dimethyl-	15244	000673-84-7	76
				15293	007216-56-0	62
				15245	000673-84-7	60
75	9.847	0.19	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, decahydro-, cis- Naphthalene, decahydro-, cis- 5H-Inden-5-one, octahydro-, cis-	16343	000493-01-6	53
				16344	000493-01-6	53
				16965	004680-91-1	52
76	10.015	4.34	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,2,4-trimethyl- 1,3-Cyclopentadiene, 5-(1-methylpro pylidene)- Benzene, 1,2,3-trimethyl-	9113	000095-63-6	49
				9169	003141-02-4	46
				9115	000526-73-8	46
77	10.554	3.34	C:\Database\NIST05a.L			

ACEITES ESE...GRN SCRN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 7

LIQR Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adelm  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
			Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)-	14426	000535-77-3	42
			Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	14423	000099-87-6	42
			1,4-Cyclohexadiene, 3-ethenyl-1,2-dimethyl-	14449	062338-57-2	41
78	10.605	2.92	C:\Database\NIST05a.L Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-, (S)- D-Limonene Limonene	15365 15162 15154	005999-54-8 005999-27-5 000138-96-3	91 89 87
79	10.723	0.27	C:\Database\NIST05a.L Cycloheptene, 5-ethylidene-1-methyl- 1- Cyclohexene, 5-methyl-3-(1-methylethyl)-, trans-(-)- Bicyclo[4.1.0]heptane, 7-(1-methylethylidene)-	15278 15381 15342	015402-94-5 056816-08-1 053282-47-6	84 46 43
80	10.751	0.38	C:\Database\NIST05a.L Indane Benzene, cyclopropyl- Tetracyclo[3.3.1.0(2,8).0(4,6)]-non-2-ene	8677 8691 8707	000496-11-7 000873-49-4 1000191-13-7	55 49 49
81	10.886	1.32	C:\Database\NIST05a.L Indane Indene Benzene, 1-propynyl-	8167 8169 8173	000095-13-6 000095-13-6 000673-32-5	95 93 93
82	10.976	0.54	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 2-ethyl-1,4-dimethyl- Benzene, 1-ethyl-3,5-dimethyl- Benzene, 1-ethyl-3,5-dimethyl-	14405 14396 14398	001758-88-9 000374-74-7 000374-74-7	94 93 93
83	11.093	0.40	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-methylene-, (1S)- Necdihydrocarveol Camphene	15387 25546 15160	005794-04-7 018675-34-8 000079-92-5	64 46 45
84	11.251	0.70	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)- )- Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl)- )- Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- )-	14421 14430 14425	000535-77-3 000527-84-4 000099-87-6	95 94 94
85	11.352	0.98	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.1.0]hexane, 6-isopropylidene-1-methyl- Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)- Bicyclo[4.1.0]hept-2-ene, 3,7,7-tr	15364 15334 15322	024524-57-0 000596-62-9 000554-61-0	91 90 90

RECITES ESE...GRRN SCRN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 8

Figura No. 28: Cromatografía 2, pág. 8

LIQR Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adem  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			imethyl-			
86	11.419	0.98	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	13649	001195-32-0	96
			Benzene, 1-methyl-2-(2-propenyl)-	13641	001587-04-8	95
			Benzene, 4-ethenyl-1,2-dimethyl-	13628	027831-13-6	94
87	11.515	0.68	C:\Database\NIST05a.L 4-Methylphenyl acetone	21745	002096-86-8	11
			Benzene, (1-methylbutyl)-	21897	002719-52-0	10
			1-Propanone, 3-hydroxy-1-phenyl-	23499	005650-41-9	10
88	11.616	0.54	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 2-ethyl-1,4-dimethyl-	14403	001758-88-9	70
			Benzene, 1,2,4,5-tetramethyl-	14379	000095-93-2	70
			Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)-	14427	000535-77-3	70
89	11.655	0.46	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,3-diethyl-5-methyl-	21905	002050-24-0	43
			Benzene, 1,2,4,5-tetramethyl-	14385	000095-93-2	41
			Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	14423	000099-87-6	38
90	11.773	0.36	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,2,4,5-tetramethyl-	14385	000095-93-2	34
			Benzene, 1,2,4,5-tetramethyl-	14379	000095-93-2	33
			Benzene, 1,2,3,4-tetramethyl-	14377	000488-23-3	33
91	11.823	0.54	C:\Database\NIST05a.L Benzofuran, 2,3-dihydro-2-methyl-	14856	001746-11-8	42
			Benzofuran, 2,3-dihydro-2-methyl-	14857	001746-11-8	38
			Ethanone, 1-(2-methylphenyl)-	14843	000577-16-2	35
92	11.919	0.44	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 2-ethenyl-1,4-dimethyl-	13624	002039-89-6	53
			Benzene, 1-ethyl-2,4,5-trimethyl-	21918	017851-27-3	46
			Benzene, 1-ethyl-4-(1-methylethyl)-	21922	004218-48-8	45
93	12.003	0.77	C:\Database\NIST05a.L Benzene, (1-methyl-1-propenyl)-, (	13645	000787-99-7	64
			l)-			
			Benzene, 2-ethenyl-1,3-dimethyl-	13625	002039-90-9	64
			1H-Indene, 2,3-dihydro-5-methyl-	13626	000874-35-1	64
94	12.149	1.18	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1-butynyl-	12682	000622-76-4	92
			2-Methylindene	12678	002177-47-1	90
			1H-Indene, 3-methyl-	12687	000787-60-2	83
95	12.228	1.35	C:\Database\NIST05a.L 2-Methylindene	12678	002177-47-1	93
			1H-Indene, 1-methyl-	12683	000787-59-9	93
			Benzene, (1-methyl-2-cyclopropen-1-yl)-	12712	065051-82-4	90

Figura No. 29: Cromatografía 2, pág. 9

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adem  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
96	12.396	0.22	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 2-ethenyl-1,3,5-trimethyl Benzene, 2-ethenyl-1,3,5-trimethyl Benzene, (3-methyl-2-butenyl)-	20821 20822 20810	000769-25-5 000769-25-5 004489-84-3	95 55 50
97	12.435	0.37	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 2-ethenyl-1,3,5-trimethyl Naphthalene, 1,2,3,4-tetrahydro-5-methyl- Benzene, (1-methyl-1-butenyl)-	20821 20846 20802	000769-25-5 002809-64-5 053172-84-2	99 96 96
98	12.509	0.48	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 2,3-dihydro-1,2-dimethyl- 1- .alpha.,.beta.,.beta.-Trimethylstyrene 1H-Indene, 2,3-dihydro-2,2-dimethyl	20824 20823 20820	017057-92-8 000769-57-3 020836-11-7	94 93 90
99	12.582	2.35	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene 1H-Indene, 1-methylene- Naphthalene	11578 11580 11576	000091-20-3 002471-84-3 000091-20-3	93 86 64
100	12.778	0.22	C:\Database\NIST05a.L Tricyclo[4.3.1.0(2,5)]decane 2-Naphthol, 1,2,3,4,4a,5,6,7-octahydro-8a-methyl- 4-Tridecen-6-yne, (E)-	15223 33450 41736	042210-02-6 091253-94-0 74744-43-7	38 35 25
101	12.829	0.23	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indazole, 5,7-dimethyl- Benzene, 2-ethenyl-1,3,5-trimethyl p-Propargyloxystoluene	21259 20821 20719	043067-41-0 000769-25-5 005651-90-1	96 92 38
102	12.868	0.56	C:\Database\NIST05a.L 4H-1,4-Epoxy-8a,7-methanonaphthalene, 1,5,6,7,8,8a-hexahydro-, (1.alpha.,4.alpha.,8a.alpha.,7.alpha.,7.alpha.,2.beta.)- Tetracyclo[5.2.1.0(2,6).0(3,5)]decane, 4,4-dimethyl- Benzene, 2-ethenyl-1,3,5-trimethyl	30798 30913 20821	032763-64-7 074646-38-1 000769-25-5	52 38 35
103	13.053	1.85	C:\Database\NIST05a.L 4-Cyananthracenol Thieno[2,2-c]pyridine Benzothiazole	14954 14956 14951	036801-01-1 000272-14-0 000095-16-9	72 68 62
104	13.238	0.41	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 4,7-dimethyl- 1H-Indene, 1,3-dimethyl- 1H-Cyclopropa[b]naphthalene, 1a,2,7,8-tetrahydro-	19672 19675 19695	006974-97-6 002177-48-2 006571-72-8	70 70 70
105	13.311	0.64	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 4,7-dimethyl- (1-Methylbuta-1,3-dienyl)benzene	19672 19695	006974-97-6 054758-36-0	91 87

SCIENTES ESE...GRN SCRN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 10

LJQR Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adem  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
			1H-Indene, 2,3-dimethyl-	19674	004773-82-4	87
106	13.368	1.64	C:\Database\NIST05a.L 1H-Indene, 1,3-dimethyl- 1H-Indene, 2,3-dimethyl- 1H-Indene, 4,7-dimethyl-	19675 19674 19672	002177-49-2 004773-82-4 006974-97-6	78 60 60
107	13.536	0.92	C:\Database\NIST05a.L 5-Benzocyclooctenol, 5,6,7,8-tetra- hydro-, (E)- 1,4-Methanonaphthalen-9-ol, 1,2,3, 4-tetrahydro-, stereoisomer Pentacyclo[5.4.0.0(2,10).0(3,6).0( 9,11)]dodec-6(7)-ene	39011 29516 29494	069576-89-1 013999-10-5 1000223-17-5	55 46 46
108	13.615	0.16	C:\Database\NIST05a.L 2-Propenal, 3-(4-methylphenyl)- 1H-Pyrrolo[2,3-b]pyridine, 2-ethyl 4-Ethoxy-6-methylhexahydropyrimidi- n-2-thione	20745 21380 39225	001504-75-2 023612-49-9 097482-00-3	15 11 11
109	13.928	3.62	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2-methyl- Naphthalene, 2-methyl- Naphthalene, 1-methyl-	18567 18568 18566	000091-57-6 000091-57-6 000090-12-0	64 64 64
110	14.081	2.23	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2-methyl- Naphthalene, 1-methyl- Naphthalene, 1-methyl-	18568 18565 18564	000091-57-6 000090-12-0 000090-12-0	60 60 60
111	14.305	1.02	C:\Database\NIST05a.L 2-Ethoxy-4-methylpent-2-enoic aci 2-Thiopheneacetic acid, allyl este 1,2-Ethanediol, 1,2-di-2-furanyl-	28754 45026 52277	1000190-08-9 1000278-98-5 004464-77-1	35 30 27
112	14.648	0.33	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,4-bis(1-methylethenyl)- Benzene, 1,4-bis(1-methylethenyl)- Bicyclo[4.2.1]nona-2,4,7-triene, 7- isopropenyl-	28480 28481 28491	001605-18-1 001605-18-1 1000164-41-1	42 42 38
113	14.978	2.74	C:\Database\NIST05a.L (1-Methylpenta-1,3-dienyl)benzene 1,2,3-Trimethylindene Benzene, 1,4-bis(1-methylethenyl)-	28470 28444 28480	116669-49-9 004773-82-5 001605-18-1	55 49 46
114	15.035	0.50	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 1,4-bis(1-methylethenyl)- Acenadendrene, dehydro- 1,3-Cyclohexadien-5-ol, 1-phenyl-	28481 58517 37845	001605-18-1 1000156-12-5 1000159-61-9	35 25 25
115	15.103	0.15	C:\Database\NIST05a.L .beta.-Suaione Benzene, 1-(2-methoxy-1-propenyl)- 4-methyl- Naphthalene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octa-	59807 30764 60048	000088-84-6 053291-92-2 004630-07-3	40 35 25

ACEITES ESE...GRN SCRN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 11

Figura No. 31: Cromatografía 2, pág. 11



LIQR Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adelm  
 Sample : Muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 KLS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CS#	Qual
			Hydro-1,8a-dimethyl-7-(1-methyleth enyl)-, [1R-(1.alpha.,7.beta.,8a.a lpha.)]-			
116	15.181	0.65	C:\Database\NIST05a.L Acridene, 1,2,3,3a,4,5,6,7-octahydr o-1,8-dimethyl-7-(1-methylethenyl) -, [1R-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha. ,7.beta.)]- 1H-Cyclopropa[a]naphthalene, decah ydro-1,1,3a-trimethyl-7-methylene- , [1aS-(1a.alpha.,3a.alpha.,7a.bet a.,7b.alpha.)]- 6-Amino-3,4-dihydro-1H-quinolin-2- one	60069 60072 31290	02256 02007 10003	17-5 42 49-2 25 11-1 18
117	15.226	0.61	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 1,4-dimethyl- Naphthalene, 1,6-dimethyl- (1-Methylpenta-2,4-dienyl)benzene	27312 27315 28469	00057 00057 10002	15-8-4 35 16-1 64 10-1 18
118	15.395	0.63	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2,7-dimethyl- Naphthalene, 2,7-dimethyl- Naphthalene, 2,6-dimethyl-	27295 27294 27304	00058 00058 00058	16-1 64 16-1 64 11-1 18
119	15.423	0.74	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2,7-dimethyl- Naphthalene, 2,7-dimethyl- Naphthalene, 2,6-dimethyl-	27294 27295 27304	00058 00058 00058	16-1 60 16-1 60 11-1 18
120	15.765	3.24	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2,7-dimethyl- Naphthalene, 2,6-dimethyl- Naphthalene, 1,7-dimethyl-	27295 27296 27308	00058 00058 00057	16-1 96 11-1 18 11-1 18
121	16.012	0.16	C:\Database\NIST05a.L Quinoline, 2,8-dimethyl-, 1-oxide Naphthalene, 1,8-dimethyl- Naphthalene, 1,7-dimethyl-	38513 27305 27298	01430 00056 00057	12-0 14 11-5 11 11-1 18
122	16.029	0.09	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2,6-dimethyl- Thujopsene-13 Benzyl alcohol, 4-methoxy-6-fluoro	27302 59798 27729	00058 10001 00040	11-1 18 77-8 25 03-4 25
123	16.074	0.24	C:\Database\NIST05a.L Naphthalene, 2,6-dimethyl- Naphthalene, 1,6-dimethyl- Benzo[b]thiophene, octahydro-2-met hyl- (2.alpha.,3a.alpha.,7a.alph a.)-	27302 27315 27912	00058 00057 02193	11-1 18 11-1 18 03-2 18
124	16.243	1.67	C:\Database\NIST05a.L Quinoline, 2,7-dimethyl- N-(2-(3,4-dihydro-1-isoquinolyl)et hyl)phthalimide	27986 127312	00003 12741	11-1 18 11-1 18

RECIPIES ESE...GRN SCRIN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 12

Figura No. 32: Cromatografía 2, pág. 12

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adem  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
			1-Naphthalenamine, N-methyl-	27991	002216-68-4	49
125	16.333	0.62	C:\Database\NIST05a.L N-Methoxy-2-carbomethoxy-2-carbethoxyoxaziridine	59165	063959-01-8	80
			2,8-Dimethylquinoline	27973	001463-17-8	46
			1-Naphthalenamine, N-methyl-	27991	002216-68-4	39
126	16.462	0.53	C:\Database\NIST05a.L N-Methoxy-2-carbomethoxy-2-carbethoxyoxaziridine	59165	063959-01-8	59
			Naphthalene, 1,2-dihydro-1,5,8-trimethyl-	37893	004506-36-9	30
			2-Naphthalenamine, N-methyl-	27992	002216-67-3	25
127	16.737	0.60	C:\Database\NIST05a.L 2,2-Dimethylpropanoic acid, 4-cyanophenyl ester	59979	1000308-04-3	22
			Octadecane, 1-chloro-	117264	003386-33-2	11
			Octadecane, 1-chloro-	117263	003386-33-2	11
128	17.040	0.43	C:\Database\NIST05a.L Tricyclo[5.3.1.1(2,6)]dodecan-11-ol, 11-methyl-12-methylene-	61496	174226-48-3	47
			Benrene, (2,4-cyclopentadien-1-ylidene)methyl-	26003	007338-50-3	38
			Acenaphthene	25993	000083-32-9	18
129	17.063	0.12	C:\Database\NIST05a.L Tricyclo[5.3.1.1(2,6)]dodecan-11-ol, 11-methyl-12-methylene-	61496	174226-48-3	35
			Benrene, (2,4-cyclopentadien-1-ylidene)methyl-	26003	007338-50-3	30
			1,4-Ethenonaphthalene, 1,4-dihydro	26001	007322-47-6	20
130	17.113	0.60	C:\Database\NIST05a.L 1-Isopropenyl-naphthalene	35108	001955-47-6	46
			Benrene, (2,4-cyclopentadien-1-ylidene)methyl-	26003	007338-50-3	30
			1,4-Ethenonaphthalene, 1,4-dihydro	26001	007322-47-6	30
131	17.360	0.95	C:\Database\NIST05a.L .gamma.-Elemene	59817	030924-67-0	56
			.gamma.-Elemene	59818	030924-67-0	56
			Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2-(1-methylethenyl)-4-(1-methylethylidene)-	59969	003242-08-8	56
132	17.691	0.42	C:\Database\NIST05a.L N-Methoxy-2-carbomethoxy-2-carbethoxyoxaziridine	59165	063959-01-8	79
			N-[2-Cyanoethyl]styrenimine	37747	1000254-11-2	25
			1,4-Dihydro-1,2-dimethylquinolin-4-ylidene methane	37170	1000286-95-9	25
133	17.927	0.34	C:\Database\NIST05a.L 1R,4S,7S,11R-2,2,4,8-Tetramethyltr	59942	1000140-07-6	62

ACEITES ESE...GWS SCRN 2.M Wed Oct 21 12:33:57 2015

Page: 13

Figura No. 33: Cromatografía 2, pág. 13

LIQR Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : NMEM  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Spec  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
			iciclo[5.3.1.0(4,11)]undec-8-ene			
			Naphthalene, 2,3,6-trimethyl-	36488	000929-26-5	49
			Arulene, 4,6,8-trimethyl-	36477	000941-81-1	42
134	19.196	1.30	C:\Database\NIST05a.L			
			Naphthalene, 2,3,6-trimethyl-	36484	000929-26-5	97
			Naphthalene, 2,3,6-trimethyl-	36488	000929-26-5	97
			Naphthalene, 1,6,7-trimethyl-	36486	002245-38-7	97
135	19.674	0.75	C:\Database\NIST05a.L			
			Naphthalene, 1,4,6-trimethyl-	36482	002131-42-2	91
			Naphthalene, 2,3,6-trimethyl-	36488	000929-26-5	81
			Naphthalene, 1,6,7-trimethyl-	36487	002245-38-7	81
136	19.090	0.33	C:\Database\NIST05a.L			
			Arulene, 4,6,8-trimethyl-	36477	000941-81-1	46
			Naphthalene, 2,3,6-trimethyl-	36488	000929-26-5	43
			3-(2-Methyl-propenyl)-1H-indene	36493	1000187-78-5	93
137	19.208	0.04	C:\Database\NIST05a.L			
			Arulene, 4,6,8-trimethyl-	36477	000941-81-1	64
			Naphthalene, 2,3,6-trimethyl-	36488	000929-26-5	58
			Arulene, 4,6,8-trimethyl-	36476	000941-81-1	53
138	19.275	0.22	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclopropanol, 2,2-dimethyl-3-(2-p	47512	1000271-82-1	25
			henylethynyl)-			
			Arulene, 4,6,8-trimethyl-	36477	000941-81-1	20
			1,1,6,8-Tetramethyl-1,2-dihydro-na	47537	1000186-63-1	20
			phthalene			
139	19.578	0.27	C:\Database\NIST05a.L			
			1H-Thieno[3,4-d]imidazole-4-propan	68780	016968-98-2	95
			oic acid, hexahydro-2-oxo-, [3aS-(			
			3a.alpha.,4.beta.,6a.alpha.)]-			
			sulfurous acid, cyclohexylmethyl h	171826	1000309-22-4	38
			exadecyl ester			
			Oxalic acid, cyclohexylmethyl decy	140134	1000309-68-7	38
			l ester			
140	19.662	0.03	C:\Database\NIST05a.L			
			1H-Thieno[3,4-d]imidazole-4-propan	68780	016968-98-2	94
			oic acid, hexahydro-2-oxo-, [3aS-(			
			3a.alpha.,4.beta.,6a.alpha.)]-			
			Acetic acid, 3-(2,2-dimethyl-6-met	92150	1000192-69-2	25
			ylene-cyclohexylidene)-1-methyl-b			
			utyl ester			
			3-Hydroxy-2-methyl-octa-4,6-dieno	46644	1000187-31-3	25
			c acid, methyl ester			
141	19.679	0.02	C:\Database\NIST05a.L			
			Benzo[b]thiophene, 2-ethyl-5,7-dim	49889	019428-05-2	38
			ethyl-			
			Benzo[c]furanone, 3,3,4,7-tetramet	49834	037740-08-2	30
			hyl-			
			2,3,3,4,7-Pentamethyl-2,3-dihydro-	49957	1000189-42-9	25
			benzofuran			

Figura No. 34: Cromatografía 2, pag. 14

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\SERVICIO\  
 Data File : 151016-0008.D  
 Title :  
 Acq On : 16 Oct 2015 13:40  
 Operator : Adelm  
 Sample : muestra 6  
 Misc : Combustible destilado  
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CR#	Qual
142	19.724	0.11	C:\Database\NIST05a.L Acetic acid, 3-(2,2-dimethyl-6-methyl-5-cyclohexylidene)-1-methylbutyl ester Benzo[b]thiophene, 2-ethyl-5,7-dimethyl- Benzo[c]furanone, 3,3,4,7-tetramethyl-	92150 49899 49894	1000192-69-2 018428-05-2 037740-08-2	43 38 38
143	19.921	0.41	C:\Database\NIST05a.L Fluorene Fluorene 3-Trifluoromethylbenzhydryl chloride	33581 33582 105151	000086-73-7 000086-73-7 067240-79-3	53 53 49
144	20.252	0.19	C:\Database\NIST05a.L Bi-1,3,5-cycloheptatrien-1-yl Bi-2,4,6-cycloheptatrien-1-yl 1,1'-Biphenyl, 2-methyl-	44673 44677 35112	035393-05-6 000931-18-5 000643-58-3	52 41 38
145	20.505	0.24	C:\Database\NIST05a.L 1,1'-Biphenyl, 2-methyl- 1,1'-Biphenyl, 2-methyl- Naphthalene, 1-(2-propenyl)-	35111 35119 35121	000643-58-3 000643-58-3 002489-86-3	78 55 55
146	21.072	0.19	C:\Database\NIST05a.L 5-Hydroxymethyl-1,1,4a-trimethyl-6-methylenedecahydronaphthalen-2-ol Methyl dithio-2-methylbenzoate 4-Methoxy-3-methylbenzyl chloride	83885 45124 38902	1000191-00-4 006120-81-6 060736-71-2	44 30 30
147	21.117	0.07	C:\Database\NIST05a.L 1-Cyclopropane-1-pentanol, alpha, epsilon, epsilon, 2-tetramethyl-3-(1-methylethenyl)- Methyl dithio-2-methylbenzoate Naphthalene, 1-methyl-7-(1-methylethyl)-	72996 45124 45194	090165-06-3 006120-81-6 000490-65-3	44 30 30
148	21.229	0.19	C:\Database\NIST05a.L 2-Heptanone, 6-methyl-6-[3-methyl-3-(1-methylethenyl)-1-cyclopropen-1-yl]- Benzoic acid, 4-(bromomethyl)- 1-Octanone, 1-phenyl-, oxime	71442 67581 70529	069296-87-3 006232-88-8 077511-70-2	25 25 25
149	22.156	0.05	C:\Database\NIST05a.L 4-Methyl-2-phenylphenol Naphthalene, 1,2,3,4-tetramethyl- 2,3-Dihydro-1H-1-methylcyclopenta[b]quinazoline	45040 45198 45974	039579-09-4 003031-15-0 026829-21-0	45 18 18

C. Cálculos estadísticos

1. Datos originales

Cuadro No. 7: Datos originales para las pruebas organolépticas

Descripción	Número de personas entrevistadas	Resultado de las encuestas
Primera prueba	15	9 (sí) 4 (no) 2 (igual)
Segunda prueba	15	0 (0.5g de Carbón activado) 1 (1g de Carbón activado) 9 (1.5g de Carbón activado) 3 (2g de Carbón activado) 2 (5g de Carbón activado)
Tercera prueba	30	24 (sí) 3 (no) 3 (igual)

2. Resultados estadísticos de la primera prueba: Todas las pruebas fueron realizadas por medio del software de epi info 7.

a. Se planteó la hipótesis nula y la alternativa

- 1) Hipótesis nula: con 1g de Carbón activado no se genera una disminución perceptible del aroma.
- 2) Hipótesis Alternativa: con 1g de Carbón activado se genera una disminución perceptible del aroma.

b. En StatCalc se seleccionó la opción de tablas (2x2xn) la cuál realiza la distribución de ji-cuadrado:

		Outcome		
		Yes	No	Total
Exposure	Yes	9	6	15
	Row %	60.00 %	40.00 %	100.00 %
	Col %	60.00 %	40.00 %	50.00 %
	No	6	9	15
	Row %	40.00 %	60.00 %	100.00 %
	Col %	40.00 %	60.00 %	50.00 %
Total	15	15	30	
Row %	50.00 %	50.00 %	100.00 %	
Col %	100.00 %	100.00 %	100.00 %	

	Odds-based Parameters			Statistical Tests	
	Estimate	Lower	Upper	$\chi^2$	2 Tailed P
Odds Ratio	2.2500	0.5221	9.6971	Uncorrected	1.2000   0.2733216785
MLE Odds Ratio (Mid-P)	2.1884	0.4992	10.1996	Mantel-Haenszel	1.1600   0.2814655406
Fisher-Exact		0.4209	12.3816	Corrected	0.5333   0.4652088185

	Risk-based Parameters			1 Tailed P		2 Tailed P	
	Estimate	Lower	Upper	Mid-P Exact	Fisher Exact		
Risk Ratio	1.5000	0.7122	3.1594	0.1523008007	0.2330461124		0.4660922248
Risk Difference	20.0000	-15.0615	55.0615				

Figura No. 36: Resultados de la primera prueba

c. Sabiendo que para una tabla de 2X2 se tiene 1 grado de libertad y que para un 99.99% de confianza, se busca el valor de ji-cuadrado en el cuadro No 1.

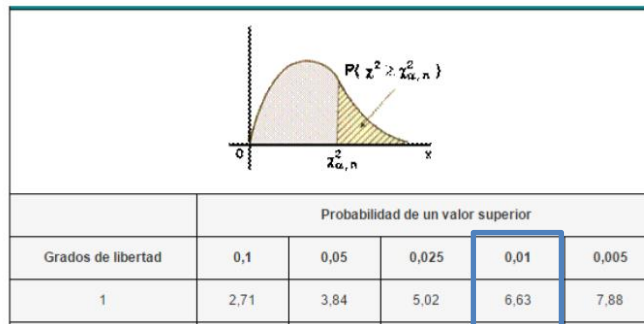


Figura No. 37: Distribución de ji-cuadrado (“Asociación de variables cualitativas: test de Chi-cuadrado,” n.d.)

d. Planteamiento:

- Según ji-cuadrado: Siendo el resultado de ji-cuadrado del inciso anterior de 0.533 y el del cuadro de ji-cuadrado de 6.63 se acepta la hipótesis nula con un 99.99% de confianza.

- 2) Según las 2 colas de p: Al ser p mayor a 0.05, se puede decir que es poco probable que se cumpla la hipótesis alternativa y se rechaza. (p=0.4652)
- e. Resultado: Con 1.0 gramos de carbón activado no se genera una disminución perceptible

3. Resultados estadísticos de la tercera prueba

a. Se planteó la hipótesis nula y la alternativa

- 1) Hipótesis nula: con 1.5g de carbón activado no se genera una disminución perceptible del aroma.
- 2) Hipótesis alternativa: con 1.5g de carbón activado se genera una disminución perceptible del aroma.

b. En StatCalc se seleccionó la opción de tablas (2x2xn) la cuál realiza la distribución de ji-cuadrado:

		Outcome		
		Yes	No	Total
Exposure	Yes	24	6	30
	Row %	80.00 %	20.00 %	100.00 %
	Col %	80.00 %	20.00 %	50.00 %
	No	6	24	30
	Row %	20.00 %	80.00 %	100.00 %
	Col %	20.00 %	80.00 %	50.00 %
Total	30	30	60	
Row %	50.00 %	50.00 %	100.00 %	
Col %	100.00 %	100.00 %	100.00 %	

Odds-based Parameters				Statistical Tests		
	Estimate	Lower	Upper		$\chi^2$	2 Tailed P
Odds Ratio	16.0000	4.5150	56.6994	Uncorrected	21.6000	0.0000033585
MLE Odds Ratio (Mid-P)	15.0303	4.4195	58.4345	Mantel-Haenszel	21.2400	0.0000040522
Fisher-Exact		3.9187	69.2645	Corrected	19.2667	0.0000113674

Risk-based Parameters					
	Estimate	Lower	Upper	1 Tailed P	2 Tailed P
Risk Ratio	4.0000	1.9128	8.3646	Mid-P Exact	0.0000016688
Risk Difference	60.0000	39.7572	80.2428	Fisher Exact	0.0000031594

Figura No. 38: Resultados tercera prueba

c. Sabiendo que para una tabla de 2X2 se tiene 1 grado de libertad y que para un 99.99% de confianza, se busca el valor de ji-cuadrado en el cuadro No.1.

d. Planteamiento:

- 1) Según ji-cuadrado: Siendo el resultado de ji-cuadrado del inciso anterior de 19.2667 y el del cuadro de ji-cuadrado de 6.63 se rechaza la hipótesis nula con un 99.99% de confianza.
- 2) Según las 2 colas de p: Al ser p menor a 0.05, se puede decir que es poco probable que se cumpla la hipótesis nula y se rechaza. ( $p=0.0000113674$ )

e. Resultado: Con 1.5 gramos de Carbón activado se genera una disminución perceptible.

#### 4. Comparación de ambas pruebas

Summary Results			
Odds Ratio	Estimate	Lower	Upper
Crude (Cross Product)	7.5625	2.9707	19.2516
Crude (MLE)	7.3646	2.9371	19.4945
Fisher-Exact		2.7149	21.4756
Adjusted (MH)	6.8333	2.7355	17.0700
Adjusted (MLE)	7.1703	2.6671	20.6699

Risk Ratio	Estimate	Lower	Upper
Crude	2.7500	1.6422	4.6051
Adjusted	2.7500	1.6300	4.6396

Chi Square	$\chi^2$	1 Tailed P	2 Tailed P
Uncorrected (MH)	19.1632		0.0000120005
Corrected (MH)	17.3816		0.0000305774

Figura No. 39: Comparación de resultados

Al comparar ambas pruebas se obtiene que ji-cuadrado es de 17.3816 y p 0.0000305774 por lo cual se puede decir que se tiene una relación estadísticamente significativa.



D. Esquema del sistema de adsorción a planta piloto

1. Sistema de filtración por contacto. Arreglo esquemático para el tratamiento por lotes.

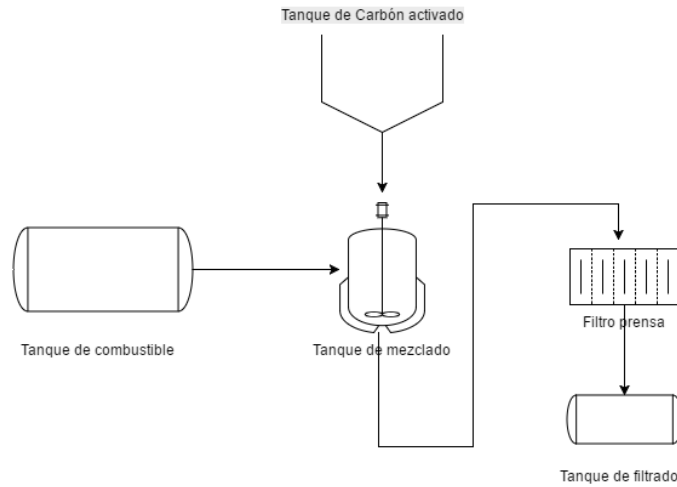


Figura No. 40: Sistema de filtración con carbón activado

2. Balance de masa

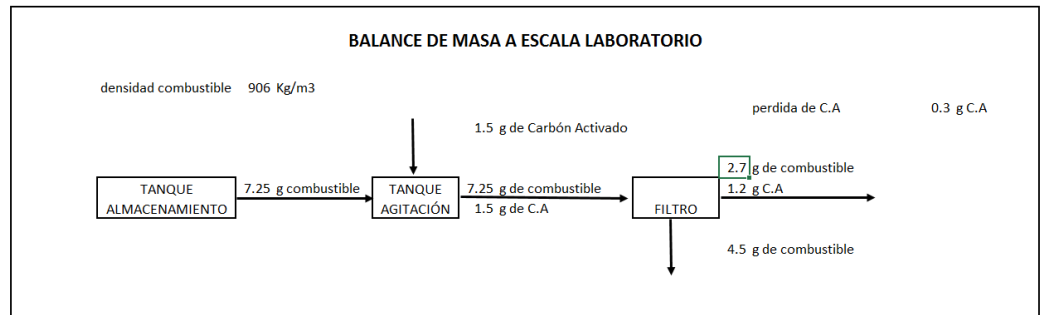


Figura No. 41: Balance de masa a escala laboratorio

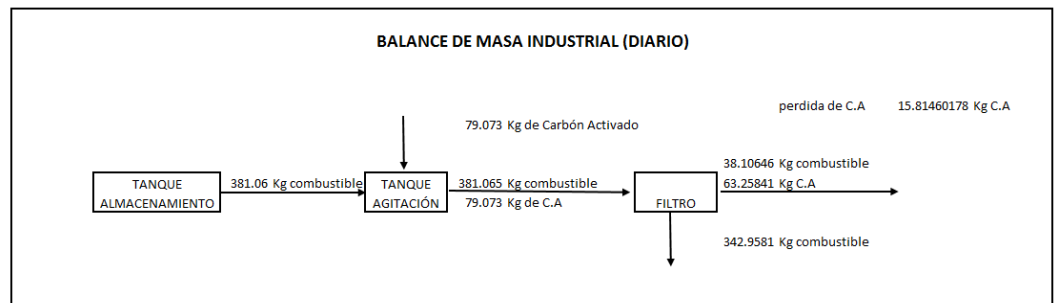


Figura No. 42: Balance de masa planta piloto

E. Cálculos

1. Balance de masa

a. Datos originales:

Cuadro No. 8: Datos originales para el balance de masa

Descripción	Valor
Densidad del combustible (kg/m <sup>3</sup> )	906
Densidad del carbón activado (kg/m <sup>3</sup> )	900
Combustible de entrada (m <sup>3</sup> )	$8.0 \times 10^{-6}$ (8ml)
Carbón activado usado (g)	1.5
Combustible de salida (m <sup>3</sup> )	$5 \times 10^{-6}$ (5ml)
Combustible necesario planta piloto (Kg)	381.06
Perdidas de combustible por filtro	10%
Perdidas de carbón activado por filtro	20%

b. Datos calculados

Cuadro No. 9: Datos calculados para el balance de masa

Descripción	Valor
Relación Carbón activado (Kg/m <sup>3</sup> )	187.5
Combustible requeridos para el tanque de agitación (Kg)	381.07
Combustible perdido en filtración (Kg)	142.90
Carbón activado requerido (Kg)	79.07
Carbón activado a la salida del filtro prensa (Kg)	63.26
Combustible obtenido (Kg)	342.96

c. Cálculos

Cálculo 1: Relación carbón activado combustible

$$\frac{\text{carbón activado usado}}{\text{combustible de entrada}} = \frac{1.5g \text{ de carbón activado}}{8ml \text{ de combustible}}$$

$$= \frac{0.1875gCA}{ml} * \frac{1 Kg}{1000g} * \frac{1000ml}{0.001m^3} = 187.5Kg \frac{Ca}{m^3}$$

Cálculo 2: Galones de combustible requeridos

$$100gal \text{ obtenidos} = galones \text{ requeridos} - galones \text{ perdidos}$$

$$= galones \text{ requeridos} - galones \text{ requeridos} * 10\%$$

$$= galones \text{ requeridos}(1 - 10\%)$$

$$Galones \text{ requerido} = 100galones \frac{\text{obtenidos}}{(1 - 10\%)}$$

$$= 111.11 galones \text{ requeridos} * \frac{3785.41ml}{1 gal} * \frac{0.001 m^3}{1000ml}$$

$$* 906 \frac{kg}{m^3} = 381.06 Kg \text{ de combustible}$$

$$galones \text{ perdidos} = galones \text{ requeridos} - galones \text{ obtenidos}$$

$$= 111.11gal - 100gal$$

$$= 11.11 gal \text{ perdidos} * \frac{3785.41ml}{1 gal} * \frac{0.001 m^3}{1000ml} * 906 \frac{kg}{m^3}$$

$$= 142.90Kg$$

Cálculo 4: Carbón activado requerido

$$g \text{ de CA} = combustible \text{ requerido} * relación \frac{CA}{combustible}$$

$$= 111.11gal \text{ de combustible} * \left( \frac{3785.41 ml}{1 galon} \right)$$

$$* 0.1875 \frac{g CA}{ml} = 79073gCA * \frac{1 Kg}{1000g} = 79.07Kg$$

Cálculo 5: Carbón activado perdido

CA salida del filtro

$$= CA \text{ requerido} - CA \text{ requerido}$$

$$* \% \text{ de perdida por filtro} = 79.07Kg - 79.07Kg * 0.20$$

$$= 63.26 Kg$$

Cálculo 6: Combustible obtenido después de la filtración.

*Combustible obtenido en Kg*

$$= \text{galones obtenidos} * \frac{3785.41 \text{ ml}}{1 \text{ gal}} * \frac{0.001 \text{ m}^3}{1000 \text{ ml}} * 906 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

$$= 342.96 \text{ Kg}$$

2. Volumen y dimensiones del tanque

a. Datos calculados

Cuadro No. 10: Datos calculados para el volumen y las dimensiones del tanque

Descripción	Valor
Flujo másico total (Kg/s)	0.05 (460.1 Kg/día)
Densidad ponderada (Kg/m <sup>3</sup> )	903.55 (56.41 lb/ft <sup>3</sup> )
Flujo volumétrico (m <sup>3</sup> /s)	5.90X10 <sup>-4</sup> (0.51 m <sup>3</sup> /día)
Volumen de diseño (m <sup>3</sup> )	0.56 (147.98 gal)
Diámetro del tanque (m)	0.87 (2.84 ft)
Altura del tanque (m)	1.04

b. Cálculos

Cálculo 7: Flujo másico total de entrada al tanque

*Flujo másico total*

$$= \text{Flujo másico del combustible} + \text{Flujo másico del CA}$$

$$= 381.1 \frac{\text{Kg}}{\text{día}} + 79.1 \frac{\text{Kg}}{\text{día}}$$

$$= 460.1 \frac{\text{Kg}}{\text{día}} * \frac{1 \text{ día}}{24 \text{ h}} * \frac{1 \text{ h}}{60 \text{ min}} * \frac{1 \text{ min}}{60 \text{ s}} = 0.05 \frac{\text{Kg}}{\text{s}}$$

Cálculo 8: Porcentaje presente de CA y de combustible en la relación CA/combustible

$$8 \text{ ml de combustible} * \frac{0.001 \text{ m}^3}{1000 \text{ ml}} * 906 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} * \frac{1000 \text{ g}}{1 \text{ Kg}} = 7.25 \text{ g de combustible}$$

$$\text{Gramos totales} = 5 \text{ g de CA} + 7.25 \text{ g de combustible} = 12.25 \text{ g}$$

$$\% \text{ de CA} = 5 \text{ g de CA} * \frac{100\%}{12.25} = 40.82\%$$

$$\% \text{ de combustible} = 100\% - \% \text{ de CA} = 100\% - 40.82\% = 59.18\%$$

Cálculo 9: Densidad ponderada

$$\begin{aligned}\rho &= (\text{densidad del combustible} * \% \text{de combustible}) \\ &+ (\text{densidad del CA} * \% \text{de CA}) \\ &= \frac{906Kg}{m^3} * 59.18\% + \frac{900Kg}{m^3} * 40.82\% \\ &= \frac{903.55Kg}{m^3} * \frac{2.20462lb}{1Kg} * \frac{1m^3}{35.3147ft^3} = 56.41lb/ft^3\end{aligned}$$

Cálculo 10: Flujo volumétrico

$$\text{Flujo volumétrico} = \frac{\text{flujo másico total}}{\text{densidad ponderada}} = \frac{460.1 \frac{Kg}{\text{día}}}{903.55 \frac{Kg}{m^3}} = 0.51 \frac{m^3}{\text{día}}$$

Cálculo 11: Volumen efectivo

$$V_e = \text{flujo volumétrico} * \text{tiempo} = 0.51 \frac{m^3}{\text{día}} * 1 \text{ día} = 0.51m^3$$

Cálculo 12: Volumen de diseño

$$\begin{aligned}V &= V_e * 10\% + V_e = 0.51m^3 * 10\% + 0.51m^3 = 0.56m^3 * \frac{264.172gal}{1 m^3} \\ &= 147.98gal\end{aligned}$$

Cálculo 13: Determinación del diámetro del tanque

\*Dada la relación:  $\frac{H}{D_t} = 1$  donde  $D_t$  es el diámetro total del tanque. Para el volumen de un cilindro

$$\begin{aligned}V &= \frac{\pi}{4} D_t^2 * H = \frac{\pi}{4} D_t^3 \rightarrow D_t = \sqrt[3]{\frac{4 * V}{\pi}} \rightarrow D_t = \sqrt[3]{\frac{4 * (0.56m^3)}{\pi}} \\ &= 0.87m * \frac{3.28ft}{1m} = 2.84 ft\end{aligned}$$

Cálculo 14: Altura del tanque

$$H = D_t * 20\% + D_t = 0.87m * 20\% + 0.87m = 1.04m$$

### 3. Dimensiones del agitador y potencia

#### a. Datos calculados

Cuadro No. 11: Datos calculados para las dimensiones del agitador y potencia

Descripción	Valor
Diámetro del agitador (m)	0.29 (0.95ft)
Altura del agitador (m)	0.22
Altura de la paleta del agitador (m)	0.06
Ancho de la paleta de agitación (m)	0.07
Potencia (W)	445.81 (0.60hp)
Velocidad crítica de agitación (r/s)	5.79

#### b. Cálculos

Cálculo 15: Diámetro del agitador

$$D_a = \frac{1}{3} D_t = \frac{0.87m}{3} = 0.29m * \frac{3.28ft}{1m} = 0.95ft$$

Cálculo 16: Altura de colocación del agitador

$$E = \frac{1}{4} D_t = \frac{0.87m}{4} = 0.22m$$

Cálculo 17: Altura de la paleta del agitador

$$W = \frac{1}{5} D_a = \frac{0.29m}{5} = 0.06m$$

Cálculo 18: Ancho de la paleta de agitación

$$L = \frac{1}{4} D_a = \frac{0.29m}{4} = 0.07m$$

Cálculo 19: Corrección de las diferencias en las propiedades físicas y concentraciones de sólidos

\*A partir de los valores de la Arena

$$n_c = D_p^{0.2} \Delta \rho^{0.45} B^{0.13} = \left( \frac{20}{200} \right)^{0.2} \left( \frac{6}{1.59} \right)^{0.45} \left( \frac{20.75}{11.1} \right)^{0.13} = 1.24$$

Cambiando en P:

$$n_c^3 = 1.24^3 = 1.93$$

#### Cálculo 20: Potencia

\* De la Figura No. 6, se obtiene el factor P/V según Buurman y a un Dt de 2.84ft.

$$\frac{P}{V} = \text{valor de la figura No. 6} * n_c = 2.1hp * 1.93 = \frac{4.04hp}{1000gal}$$

$$P = \frac{P}{V} * \frac{V}{1000} = 4.04 * \frac{147.98}{1000} = 0.60hp * \frac{0.7457kW}{1hp} = 0.45kW * \frac{1000W}{1kW} = 445.81 W$$

#### Cálculo 21: Velocidad crítica de agitación

\* Sabiendo que  $Da = 0.95ft$ ,  $K_t = N_p = 1.27$  para una turbina de cuatro palas (McCabe *et al.*, 2007)

$$n_c^3 = \frac{Pgc}{N_p \rho D_a^5} = \frac{0.60 * 550 * 32.7}{1.27 * 56.41 * 0.95^5} = 194.52$$

$$n_c = \sqrt[3]{194.52} = 5.79r/s$$

#### 4. Diseño final del tanque

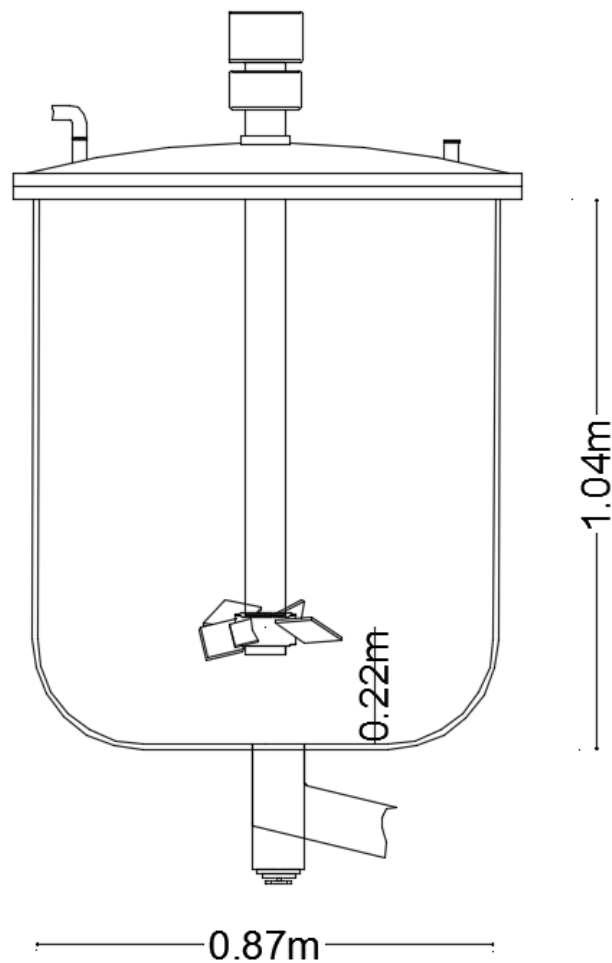


Figura No. 43: Diseño final del tanque en metros

5. Diseño final del agitador

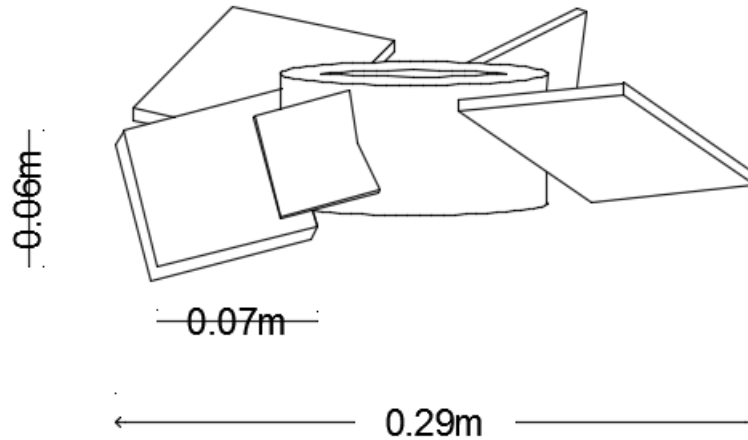


Figura No. 44: Diseño final de la turbina de pala inclinada en metros

6. Dimensionamiento del filtro prensa

a. Cálculos

Cálculo 22: Volumen de filtrado. De acuerdo al mejor tamaño de marco por precio y capacidad se tiene uno de tamaño de 800mm x 800 mm x 50mm

$$\text{Volumen} = \text{alto} * \text{largo} * \text{ancho}$$

$$\text{Volumen} = 800\text{mm} * 800\text{mm} * 50\text{mm} = 32,000,000\text{mm}^3 = 32,000\text{cm}^3$$

Cálculo 23: Constantes para el cálculo de torta incompresible

Según la ecuación de Darcy se puede escribir:

$$\frac{1}{A} \frac{dV}{dt} = \frac{p_1^+ - p_2^+}{\mu \frac{1}{A(1-MS_0)} \alpha_s} = \frac{p_2^+ - p_3^+}{\mu R_f} = \frac{p_1^+ - p_3^+}{\mu \left( \frac{\rho V S_0 \alpha_s}{A(1-MS_0)} + R_f \right)}$$

Integrando la ecuación para tortas incompresibles, entre 0 y V; y entre 0 y t conduce a la ecuación:

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu \rho S_0 \alpha_s}{2(1-MS_0)A^2(P_1 - P_3)} V + \frac{\mu R_f}{A(P_1 - P_3)} \quad (\text{Martín, 2011})$$

Arreglando la ecuación de la siguiente forma:

$$\frac{\mu \alpha}{2\rho_0} = \frac{t \Delta P A^2}{W^2}$$

Dónde:

$\mu$  = Viscosidad del filtrado; Pa·s.



$\alpha$  = Resistencia específica media de la torta, es decir, la resistencia media que ofrecería

$\rho_0$  = Densidad del filtrado; kg/m<sup>3</sup>.

t = tiempo de filtración; s.

P = Presión del líquido en la superficie de separación de torta y medio filtrante; Pa.

A = Área total de la superficie filtrante; m<sup>2</sup>.

W = Masa de torta seca que en un instante dado existe sobre el medio filtrante; kg ( $W^2 = \rho_0 * V$ )

El peso de la torta se puede calcular de la siguiente forma:

$$\frac{\mu\alpha}{2\rho_0} = 300 \text{ s} * 7.89 \frac{\text{kg}}{\text{cm}^2} * \left(\frac{70289 \text{ cm}^3}{63.26 \text{ kg}}\right)^2$$
$$\frac{\mu\alpha}{2\rho_0} = 2.92 \times 10^7 \text{ s} \frac{\text{cm}^2}{\text{kg}}$$

Cálculo 24: Número de marcos

$$\text{Número de marcos} = \frac{\text{Volumen de torta humeda}}{\text{Volumen de un marco}}$$

$$\text{Número de marcos} = 460.1 \text{ kg} * \frac{\frac{70289 \text{ cm}^3}{63.26 \text{ kg}}}{7,500 \text{ cm}^3} = 16 \text{ marcos}$$

Cálculo 25: área de filtración del filtro prensa

$$\text{Área de filtración} = \text{Área por marco} * 2 * \text{Número de marcos}$$

$$\text{Área de filtración} = (0.8 \text{ m} * 0.8 \text{ m}) * 2 * 16 = 20.48 \text{ m}^2$$

Cálculo 26: tiempo de filtración del filtro prensa

$$t = \left(\frac{\mu\alpha}{2\rho_0}\right) \frac{W^2}{\Delta P A^2}$$

$$t = \frac{2.92 \times 10^7 \text{ s} \frac{\text{cm}^2}{\text{kg}} * (460.1 \text{ kg})^2}{\frac{100 \text{ kg}}{\text{cm}^2} * 119,086,000 \text{ cm}^2} = 5194.67 \text{ s} = 86.57 \text{ min} = 1.44 \text{ h}$$

F. Curva de viscosidad

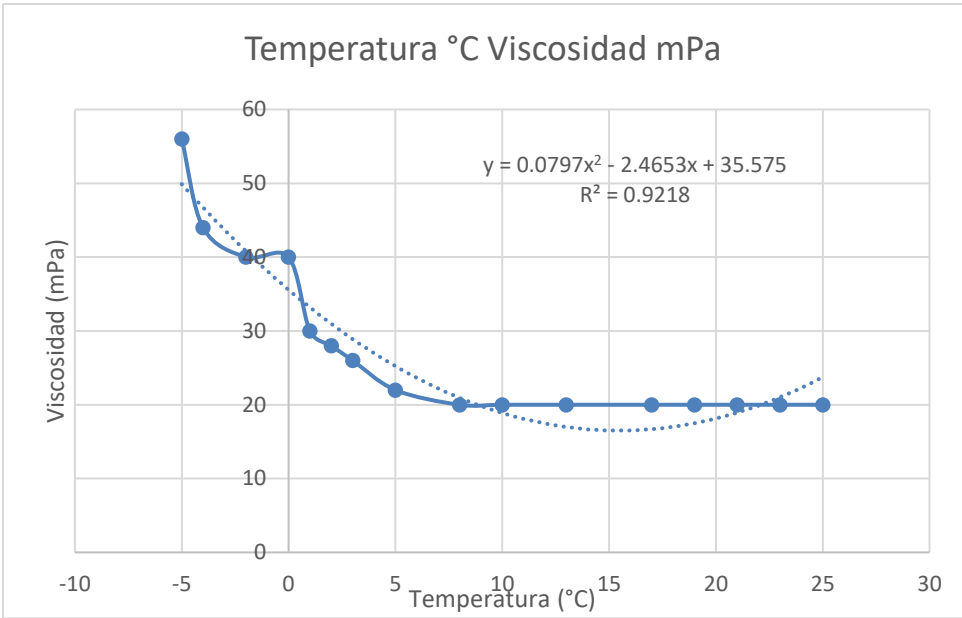


Figura No. 45: Viscosidad vr. Temperatura