

**DESARROLLO DE UNA PROPUESTA DE MEJORA PARA LA VELOCIDAD DE
DESTILACIÓN AL VACÍO DE GLICEROL FORMAL UTILIZANDO UNA
COLUMNA EMPACADA**

ANDRÉS FELIPE OROZCO DE LA PAVA

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERIAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.**

2018

**DESARROLLO DE UNA PROPUESTA DE MEJORA PARA LA VELOCIDAD DE
DESTILACIÓN AL VACÍO DE GLICEROL FORMAL UTILIZANDO UNA
COLUMNA EMPACADA**

ANDRÉS FELIPE OROZCO DE LA PAVA

**Proyecto integral de grado para optar al título de
INGENIERO QUÍMICO**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERIAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.**

2018

Nota de Aceptación

Ing. Edgar Fernando Moreno
Orientador

Ing. Elizabeth Torres Gámez

Ing. Diana Milena Morales
Fonseca

Bogotá D.C. Agosto, 2018

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. JAIME POSADA DÍAZ

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS

Decano de la Facultad de Ingenierías

Ing. JULIO CESAR FUENTES ARISMENDI

Director Programa Ingeniería Química

Ing. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

DEDICATORIA

Dedico este trabajo a mis abuelos, a quienes admiro profundamente por todas las enseñanzas que me dejaron, a partir de las cuales he podido llegar a cumplir mis metas con éxito. Con inmensa gratitud recuerdo a mis abuelos por haberme apoyado en todo aspecto y por ser toda mi vida uno de mis mayores estímulos para crecer y llegar lejos. A mi madre, que al imprimir sobre mí todo su esfuerzo, cariño y apoyo ha hecho que yo tenga las fuerzas para poder alcanzar mis metas. A mi padre por apoyarme y brindarme su compañía incondicional en cada paso para construir lo que soy hoy en día. A María Fernanda Sánchez por sus valiosos aportes, su cariño y su gran apoyo. Agradezco a la empresa Vicar Farmacéutica por hacer posible el desarrollo de este trabajo y al señor Ernesto Silva por todo su apoyo y dedicación para la culminación de este trabajo.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	18
OBJETIVOS	19
1. MARCO TEÓRICO	20
1.1 PRESIÓN DE VAPOR	20
1.2 DESTILACIÓN POR LOTES	21
1.3 DESTILACIÓN AL VACÍO	22
1.4 CAÍDA DE PRESIÓN	23
1.5 TORRES EMPACADAS	23
2. ESTADO ACTUAL Y CONDICIONES DE OPERACIÓN DE LOS EQUIPOS EN EL PROCESO	28
2.1 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE GLICEROL FORMAL	28
2.2 GENERALIDADES SOBRE LA REACCIÓN	30
2.2.1 Cálculos estequiométricos.	31
2.3 IDENTIFICACIÓN DE EQUIPOS	32
2.3.1 Intercambiador de calor de placas.	33
2.3.2 Tanque del reactor. 35	
2.3.2.1 Cálculos para las dimensiones del tanque del reactor. 37	
2.3.3 Columna de destilación empacada.	38
2.3.3.1 Dimensiones de la columna de destilación empacada	39
2.3.4 Bombas (Tipo, caudal, vacío).	39
3. SELECCIÓN DE LA ALTERNATIVA QUE AFECTA EN MAYOR GRADO LA VELOCIDAD DE DESTILACIÓN AL VACÍO DE GLICEROL FORMAL EN LA COLUMNA EMPACADA	41
3.1 CONSIDERACIONES PRELIMINARES	41
3.1.1 Efecto de la presión de vacío y la temperatura en la destilación de glicerol formal	42
3.1.2 Relación de la velocidad de destilación con el caudal de salida y la temperatura de ebullición del glicerol formal	55
3.1.3 Efecto del tipo de empaque en la destilación de glicerol formal.	48
3.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS	52
3.3 DESARROLLO DE LA EXPERIMENTACIÓN	58
3.4 DISCUSIÓN DE RESULTADOS Y SELECCIÓN DE LA MEJOR ALTERNATIVA DE EMPAQUE	62
3.4.1 Efecto de las diferentes alternativas de empaque en la temperatura de ebullición y la velocidad de destilación del glicerol formal.	62
3.4.2 Relación entre las alternativas de empaque y los parámetros de calidad para el glicerol formal	70

3.4.2.1	Parámetros de calidad para las esferas de alúmina neutra.	70
3.4.2.2	Parámetros de calidad para las esferas de sílica fundida.	74
4.	COSTO DE LAS ALTERNATIVAS DE EMPAQUE PROPUESTAS	80
5.	CONCLUSIONES	84
6.	RECOMENDACIONES	85
	BIBLIOGRAFÍA	86
	ANEXOS	88

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Destilación por lotes.	22
Figura 2. Tipos de empaques al azar para columnas.	26
Figura 3. Tipos de empaques uniformes para columnas.	27
Figura 4. Diagrama de Flujo de Bloques (BFD) para la producción de glicerol formal.	28
Figura 5. Diagrama de Tuberías e Instrumentación (P&ID) para la producción de glicerol formal.	29
Figura 6. Reacción para la obtención de glicerol formal.	31
Figura 7. Disposición de las corrientes en el intercambiador de calor.	33
Figura 8. Tanque formado por casquetes cilíndricos.	37
Figura 9. Descenso de la presión de vapor de un compuesto puro en relación con el compuesto en solución.	44
Figura 13. Arreglo romboédrico para un empaque esférico.	52
Figura 14. Metodología para esferas de alúmina neutra.	56
Figura 15. Metodología para esferas de sílica fundida.	57

LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Relación de la presión de vacío en el sistema con el caudal de salida.	46
Gráfica 2. Relación de la presión del sistema con la temperatura de ebullición del glicerol formal.	46
Gráfica 3. Relación de la temperatura de ebullición del glicerol formal y el caudal de salida para el glicerol formal.	47
Gráfica 4. Relación entre la temperatura de ebullición y el caudal de salida para el glicerol formal utilizando un empaque esférico de sílica fundida.	63
Gráfica 5. Relación entre la temperatura de ebullición y el caudal de salida para el glicerol formal utilizando un empaque esférico de alúmina neutra.	63
Gráfica 6. Relación entre el diámetro de partícula de las esferas de alúmina neutra y la temperatura de ebullición del glicerol formal.	64
Gráfica 7. Relación entre la altura de empaque para las esferas de alúmina neutra y la temperatura de ebullición del glicerol formal.	65
Gráfica 8. Relación entre el diámetro de partícula de las esferas de sílica fundida y la temperatura de ebullición del glicerol formal.	66
Gráfica 9. Relación entre la altura de empaque para las esferas de sílica fundida y la temperatura de ebullición del glicerol formal.	66
Gráfica 10. Relación entre el caudal de salida del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de alúmina neutra.	68
Gráfica 11. Relación entre el caudal de salida de destilación del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra.	68
Gráfica 12. Relación entre el caudal de salida del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de sílica fundida.	69
Gráfica 13. Relación entre el caudal de salida del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de sílica fundida.	69
Gráfica 14. Relación entre la pureza del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de alúmina neutra.	70
Gráfica 15. Relación entre la pureza del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra.	71
Gráfica 16. Relación entre el porcentaje de humedad del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de alúmina neutra.	72
Gráfica 17. Relación entre el porcentaje de humedad del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra.	72
Gráfica 18. Relación entre el pH del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de alúmina neutra.	73
Fuente: elaboración propia Gráfica 19. Relación entre el pH del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra.	73
Gráfica 20. Relación entre la pureza del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de sílica fundida.	74
Gráfica 21. Relación entre la pureza del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de sílica fundida.	75

Gráfica 22. Relación entre el porcentaje de humedad del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de sílica fundida.	76
Gráfica 23. Relación entre el porcentaje de humedad del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de sílica fundida.	76
Gráfica 24. Relación entre el pH del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de sílica fundida.	77
Gráfica 25. Relación entre el pH del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de sílica fundida.	78
Gráfica 26. Relación entre la altura de empaque para las esferas de alúmina neutra y el costo total de las alternativas de empaque propuestas.	82
Gráfica 27. Relación entre la altura de empaque para las esferas de sílica fundida y el costo total de las alternativas de empaque propuestas.	83

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Valores correspondientes a la presión manométrica y la presión absoluta que ejerce la bomba.	47
Tabla 2. Dimensiones del relleno esférico irregular para cada material.	58
Tabla 3. Número de experimentos para cada empaque con características distintas.	59
Tabla 4. Resultados obtenidos para cada los distintos empaques de la columna.	61
Tabla 5. Costos Totales para las alternativas de empaque propuestas.	81

LISTA DE CUADROS

	pág.
Cuadro 1. Tipos de materiales distintos para empaques de columnas.	25
Cuadro 2. Relación de variables para la destilación de glicerol formal.	43

LISTA DE ANEXOS

	pág.
ANEXO A. Certificado de análisis para el glicerol formal	89
ANEXO B. Análisis de calidad del glicerol formal (experimento 19)	90
ANEXO C. Factura Comercial para las esferas de alúmina neutra	100
ANEXO D. Costos relacionados a la importación de las esferas de alúmina neutra	101
ANEXO E. Factura comercial para las esferas de sílica fundida	108

GLOSARIO

COLUMNA EMPACADA: son columnas verticales que se han llenado con empaque o con dispositivos de gran superficie. Se utilizan para la destilación, la absorción de gases y extracción líquido-líquido.

CORROSIÓN: deterioro de un material como consecuencia de un ataque electroquímico por su entorno.

DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA: es una descomposición química causada por el calor.

DESTILACIÓN: proceso por el que la sustancia volátil de una mezcla se separa de otra que no lo es mediante evaporación y posterior condensación de la misma.

ESTADO TRANSITORIO: se da cuando las variables de un sistema o proceso varían respecto al tiempo.

FLUIDO DE TRABAJO: en un intercambiador de calor, un fluido de trabajo es aquel que tiene como función enfriar o calentar una sustancia.

FLUJO A CONTRACORRIENTE: fenómeno mediante el cual se tienen dos fluidos que van en direcciones contrarias.

PRESIÓN DE VACÍO: son presiones cercanas a una presión absoluta de cero, en donde un vacío perfecto correspondería a la presión absoluta cero.

PRESIÓN DE VAPOR: es la presión de la fase gaseosa o vapor de un sólido o un líquido sobre la fase líquida, para una temperatura determinada, en la que la fase líquida y el vapor se encuentran en equilibrio dinámico.

PRODUCCIÓN DISCONTÍNUA O POR LOTES (BATCH): es un sistema de producción en el que se obtiene una cantidad limitada de producto y se utiliza comúnmente para productos específicos o de baja demanda. Las características de cada lote son específicas e idénticas.

PUNTO DE EBULLICIÓN: es aquella temperatura en la que la presión de vapor del líquido iguala la presión de vapor del medio en el que se encuentra. Coloquialmente, se dice que es la temperatura a la cual la materia cambia del estado líquido al estado gaseoso.

REHERVIDOR: dispositivo donde se transfiere calor al líquido en el fondo de una columna de destilación.

TRANSFERENCIA DE MASA: es el tránsito de masa como resultado de una diferencia de concentración en una mezcla.

RESUMEN

La empresa Vicar Farmacéutica S.A tiene un proceso de producción determinado para la obtención de glicerol formal, una sustancia utilizada como solución inyectable, excipiente, emulsificante y solubilizante. El glicerol formal se produce a partir de glicerina y paraformaldehído, en el cual se dispone principalmente de un reactor con una columna empacada de destilación y un intercambiador de calor de placas. El glicerol formal se obtiene después de una serie de etapas, donde las principales son: la adición de la materia prima, la reacción, la obtención de productos intermedios o subproductos y finalmente la obtención del glicerol formal como producto de interés. La empresa proporcionó los equipos y el acceso al proceso, además de diferentes tipos de empaque para la columna, permitiendo realizar comparaciones para distintas modificaciones en el empaque de la columna de destilación.

El objeto de la investigación es mejorar la velocidad de destilación del glicerol formal, mediante la identificación de las características del empaque en la columna que afectan la obtención de este producto. En este proceso se identificó que uno de los pilares más importantes para poder obtener el producto de una manera más eficiente por medio de la separación es una columna de destilación al vacío. Debido a esto se procede a revisar la bibliografía existente sobre la destilación al vacío en procesos por lotes o destilación batch al vacío, los tipos de relleno utilizados en este tipo de columnas y las condiciones de operación más convenientes en una destilación al vacío.

Posteriormente se proponen diferentes alternativas de empaque en las cuales se modifican algunas de sus características principales como; el tamaño de partícula, el material de empaque y la altura de empaque. Después de probar cada una de las alternativas de empaque en el proceso, se determina cuál es la mejor, que favorezca tanto la velocidad de destilación como los parámetros de calidad del glicerol formal. Finalmente se especifican los costos para las alternativas de empaque, haciendo énfasis en la opción elegida.

Palabras Clave: destilación batch, columna empacada, presión de vacío, empaque, velocidad de destilación, glicerol formal.

INTRODUCCIÓN

Las operaciones de destilación forman una parte fundamental en varios procesos de la industria, permitiendo obtener productos más puros y de una mejor calidad.¹ En la industria se encuentra una extensa cantidad de clases diferentes de destilación, las cuales se utilizan en distintos procesos dependiendo de los productos que se pretende obtener y de las características de la materia prima que se está manejando. Hace falta profundizar en el estudio de muchas de estas clases de destilación y además especificar su aplicación en varios procesos de la industria.

Para el caso de la producción de glicerol formal se hace énfasis en la destilación al vacío, la cual se utiliza para la separación y purificación de compuestos inestables, llamados así por sus bajas presiones de vapor y su sensibilidad al calor, características que hacen difícil la destilación a presión atmosférica. Esta característica elemental de la destilación al vacío, hace que sea una operación de amplia aplicación que vale la pena estudiar más a fondo. La destilación al vacío tiene connotaciones positivas tanto en el ámbito financiero como ambiental, ya que ayuda a reducir el consumo energético y genera bajos costos de operación.²

El propósito de esta investigación es determinar cómo las características del empaque de la columna afectan principalmente el caudal de destilado del glicerol formal, debido a que el caudal de salida tiene una directa relación con la velocidad de destilación. Finalmente se elige un empaque con el cual se reduzcan los tiempos de destilación, mejorando el vacío dentro de la columna y asegurando una especificación correcta de las características del empaque. El desarrollo de este proyecto proporciona bases teóricas comprobadas en la práctica que permitan realizar mejoras en el proceso, en cuanto a su diseño y su desempeño en la generación del vacío. Además de ello, se profundiza en el concepto de destilación al vacío, incrementando la gama de conocimientos en este tipo de destilación y esclareciendo muchos conceptos teóricos sobre la destilación de glicerol formal de manera experimental. Se analiza la directa influencia que tiene el tipo de relleno en una columna empacada, incluyendo su distribución dentro de la columna, su geometría y el tipo de material utilizado para su fabricación. Se realiza una comparación del sistema de destilación actual, con las modificaciones que se realicen para poder determinar el efecto de los cambios y la incidencia de las modificaciones sobre la presión de vacío.

¹ SEADER, J.D. Separation Process Principles. Chemical and Biochemical Operations. 3 ed. Estados Unidos de América: John Wiley & Sons Inc, 1997. 258 p. ISBN 10: 0470481838.

² Destilación al vacío [en línea]. Disponible en Internet: <https://es.slideshare.net/ElmoReyes/destilacin-al-vaco>

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Desarrollar una propuesta de mejora para la velocidad de destilación al vacío de glicerol formal utilizando una columna empacada.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Valorar el estado y las condiciones de operación de los equipos implicados actualmente para la destilación.
- Proponer diferentes alternativas de empaque que afecten la velocidad de destilación al vacío de glicerol formal en una columna empacada.
- Seleccionar la mejor alternativa de empaque.
- Determinar el costo de la alternativa de empaque seleccionada.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 PRESIÓN DE VAPOR

“La presión de vapor o más comúnmente presión de saturación es la presión a la que a una determinada temperatura las fases líquida y vapor se encuentran en equilibrio; su valor es independiente de las cantidades de líquido y vapor presentes mientras existan ambas. En la situación de equilibrio, las fases reciben la denominación de líquido saturado y vapor saturado.

Un ejemplo es una ampolla de cristal en la que se ha realizado el vacío y que se mantiene a una temperatura constante. Si se introduce una cierta cantidad de líquido en su interior éste se evaporará rápidamente al principio hasta que se alcance el equilibrio entre ambas fases.

Las moléculas de la superficie del líquido que tengan una mayor energía escaparán de la superficie y pasarán a la fase vapor (evaporación) mientras que las moléculas del vapor chocarán con las paredes de la ampolla y entre sí, perderán energía y caerán al líquido (condensación).

Inicialmente sólo se produce la evaporación, debido a que no hay vapor; sin embargo, a medida que la cantidad de vapor aumenta y por tanto la presión, en el interior de la ampolla se va incrementando también la velocidad de condensación, hasta que, transcurrido un cierto tiempo, ambas velocidades se igualan. Llegado este punto, se habrá alcanzado la presión máxima posible en la ampolla (presión de vapor o de saturación), que no podrá superarse salvo que se incremente la temperatura.

El equilibrio se alcanzará más rápidamente cuanto mayor sea la superficie de contacto entre el líquido y el vapor, pues así se favorece la evaporación del líquido, del mismo modo que un charco extenso de agua, pero de poca profundidad, se seca más rápido que uno más pequeño, pero de mayor profundidad, que contenga igual cantidad de agua. Sin embargo, el equilibrio se alcanza en ambos casos con una presión igual.

El factor más importante que determina el valor de la presión de saturación es la propia naturaleza del líquido, de modo que, en general, entre líquidos de naturaleza

similar, la presión de vapor a una temperatura dada es menor cuanto mayor es el peso molecular del líquido.”³

La presión de vapor depende de la temperatura, ya que esta aumenta a medida que aumenta la temperatura. Cuando la presión de vapor es igual a la presión atmosférica o del entorno, entonces se llega al punto de ebullición, donde se empieza a evaporar la sustancia. Entre mayor es la presión de vapor de una sustancia, más bajo es el punto de ebullición, lo que hace a la sustancia más volátil. El punto de ebullición normal de un líquido es la temperatura a la que su presión de vapor es igual a 1 atm.⁴

La relación de la viscosidad con la presión de vapor es la siguiente: A mayor temperatura, menor viscosidad. A mayor temperatura, mayor presión de vapor. Por lo tanto a menor viscosidad, mayor presión de vapor. Como el glicerol formal es más viscoso que el agua se demora más en llegar a su punto de ebullición y tiene una presión de vapor menor.⁵

1.2 DESTILACIÓN POR LOTES

En una destilación por lotes como se ilustra en la Figura 1 se tiene una mezcla líquida que es cargada a una caldera (rehervidor) calentada hasta la evaporación. El vapor formado se remueve continuamente a través de la columna y se condensa para producir un destilado. Las composiciones de la carga inicial y el destilado cambian con el tiempo, es decir que el proceso se encuentra en estado transitorio. La temperatura en la caldera aumenta y la cantidad de componentes con bajos puntos de ebullición dentro de la caldera disminuye a medida que la destilación procede.⁶

La destilación por lotes es un proceso en estado transitorio, es decir que la concentración cambia con el tiempo, lo cual hace que sea un proceso más complejo para manejar. De todas formas la destilación por lotes permite un mayor seguimiento al producto y un menor riesgo cuando hay alguna falla, a diferencia de la destilación continua que si posee alguna falencia se afecta todo el proceso. El

³ Presión de vapor [en línea]. Disponible en Internet: http://enciclopedia.us.es/index.php/Presi%C3%B3n_de_vapor

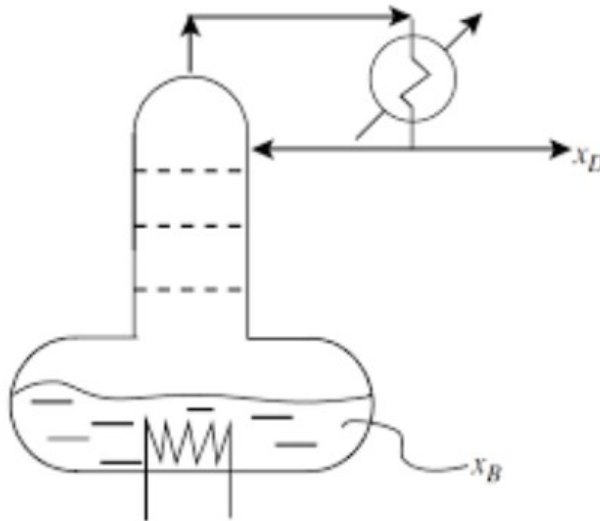
⁴ LEVINE, Ira N. Fisicoquímica. 5 ed. Brooklyn: McGraw-Hill, 2004. 400-430 p. ISBN 84-481-3786-8.

⁵ Relación entre viscosidad y temperatura [en línea]. Disponible en Internet: <http://miguelorduno.blogspot.com/2011/10/relacion-entre-viscosidad-y-temperatura.html>

⁶ SEADER, J.D. Separation Process Principles. Chemical and Biochemical Operations. 3 ed. Estados Unidos de América: John Wiley & Sons Inc, 1997. 473 p. ISBN 10: 0470481838.

fundamento de esta separación se basa en las diferencias de presión de vapor de los constituyentes. Los componentes más ligeros (con el punto de ebullición más bajo) se concentran en la fase de vapor, mientras que los más pesados (con el punto de ebullición más alto) se concentran en la fase líquida.⁷

Figura 1. Destilación por lotes.



Fuente: SALAS, Fernando. Diseño de los sistemas auxiliares de la planta piloto polivalente del Centro de Investigación en Productos Naturales de la Universidad de Costa Rica. Disponible en Internet: https://www.researchgate.net/figure/Figura-24-Sistema-de-destilacion-por-lotes-con-columna-de-rectificacion-Fuente-Smith-R_fig4_321600248

1.3 DESTILACIÓN AL VACÍO

Muchas sustancias orgánicas no pueden calentarse a temperaturas cercanas a su punto de ebullición porque se descompondrían químicamente.⁸ Además las sustancias con altos puntos de ebullición requieren de una gran cantidad de energía. Un líquido empieza a ebullición cuando su presión de vapor iguala la presión de operación.⁹ En estos casos para realizar una separación por destilación se deben aplicar presiones de vacío para disminuir el valor de la temperatura de ebullición de

⁷ Instituto Universitario de Tecnología "Alonso Gamero". Destilación por lotes. Disponible en Internet: <https://laboratoriodeprocesosquimicos.files.wordpress.com/2011/05/destilacion-por-lotes.pdf>

⁸ TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: McGraw-Hill, 1980. 510 p. ISBN 9789686046342.

⁹ NÚÑEZ, Marco Antonio. Operaciones Unitarias 1 [e línea]. Universidad de Sonora. Disponible en Internet: <http://operaciones-unitarias-1.wikispaces.com/Tipos+de+Destilacion>

las sustancias presentes y así evitar su descomposición térmica. La aplicación del vacío se hace mediante una bomba de vacío que succiona el aire dentro de los equipos. Otra gran ventaja de la destilación al vacío es que no necesita de ningún solvente, lo cual ayuda a disminuir el impacto ambiental por la generación de emisiones y disminuye también costos en materia prima. Por otro lado cuando se aplica presión de vacío, el vacío también actúa como aislante de calor, disminuyendo la pérdida de la temperatura. Esta función de aislamiento a partir del vacío se aplica en la chaqueta de aislamiento del reactor.

1.4 CAÍDA DE PRESIÓN

Dentro de una columna de destilación el flujo de vapor tiene caídas de presión a lo largo de la altura de la columna debido a dos factores principales; la fricción con el empaque y el flujo del líquido descendente. De esta caída de presión depende la buena operación del vacío y la ausencia de inundaciones en la columna. Las inundaciones en columnas se dan solo en columnas irrigadas, por lo cual en el proceso de destilación de glicerol formal no puede ocurrir este fenómeno. La cantidad de líquido en el fondo de la columna disminuye al aumentar la velocidad del flujo de vapor. La retención del líquido también depende de propiedades físicas del líquido y del vapor como la viscosidad.¹⁰

1.5 TORRES EMPACADAS

Las columnas empacadas son unidades de separación utilizadas para que exista un contacto continuo entre el líquido y el gas, lo cual hace más efectiva la transferencia de calor y el cambio de fase de líquido a vapor. Dentro de estas torres el líquido se escurre hacia abajo sobre el empaque, exponiendo una gran superficie de contacto con el gas ascendente. Este tipo de columnas son particularmente útiles cuando la caída de presión debe ser pequeña, como en las destilaciones a baja presión. En las torres empacadas se utiliza una amplia gama de empaques de distintos tamaños, materiales y geometrías. Cada empaque debe elegirse de acuerdo a las necesidades de un proceso específico y se debe tener en cuenta la clase de fluidos con los que estará en contacto.

El empaque de una torre debe tener las siguientes características:

- Los empaques deben proporcionar una superficie interfacial grande entre el líquido y el gas.
- Debe haber una fracción de espacios vacíos grande para que se permita el paso de grandes volúmenes de fluido a través de la columna.

¹⁰ CAI, T.J. Pressure drop measurements on distillation columns. El Sevier.

- Debe haber una baja caída de presión del gas, siendo esta caída de presión el resultado de la fricción entre el gas y el empaque.
- El empaque debe ser químicamente inerte respecto a los fluidos tratados.
- El empaque debe ser estructuralmente fuerte.
- El empaque debe tener un bajo costo.¹¹

Según las anteriores características que deben tener los empaques se pueden deducir varios factores que inciden sobre la presión de vacío aplicada en el sistema:

- Hay una directa relación entre los espacios vacíos y la caída de presión del vacío generado en el sistema, debido a que entre menos espacios vacíos existan, mayor dificultad tendrá el gas para ascender a lo largo de la columna y se resultará un menor caudal de flujo a la salida de la columna.
- La aplicación de vacío dentro de la columna ayuda a contrarrestar el efecto de la fricción que ejerce el empaque sobre el gas, permitiendo mitigar el efecto de la fricción sobre el flujo ascendente del gas.
- Es conveniente elegir un empaque que genere poca fricción con el gas ascendente para que este suba más fácilmente y la aplicación de vacío tenga un mayor efecto sobre el aumento del flujo.

Los empaques se pueden fabricar con distintos tipos de materiales como se puede observar en el **Cuadro 1** y cada material tiene ciertas características propias que permiten hacer una mejor elección del material.

¹¹ TREYBAL, Robert E. *Operaciones de Transferencia de Masa*. 2 ed. México: McGraw-Hill, 1980. 472 p. ISBN 9789686046342.

Cuadro 1. Tipos de materiales distintos para empaques de columnas.

Metal	Cerámica	Plástico
<ul style="list-style-type: none"> • Alta capacidad en comparación con la cerámica y el plástico • Amplio rango de geometrías • Resistencias a la compresión y a la ruptura • Con fluidos corrosivos se recomienda acero inoxidable • Flexibilidad para manejar cargas variadas 	<ul style="list-style-type: none"> • Son frágiles y de menor capacidad • No están disponibles en muchas geometrías • Resistentes a químicos corrosivos • Usados en procesos que requieren inercia química, aun a altas temperaturas 	<ul style="list-style-type: none"> • No resisten a altas temperaturas de proceso (algunos sí, pero son más costosos) • Relativamente económicos • Pobre humectabilidad

Fuente: CABRERA, Andréa. Torres Empacadas. Disponible en Internet: <https://www.emaze.com/@AORWWILQ>

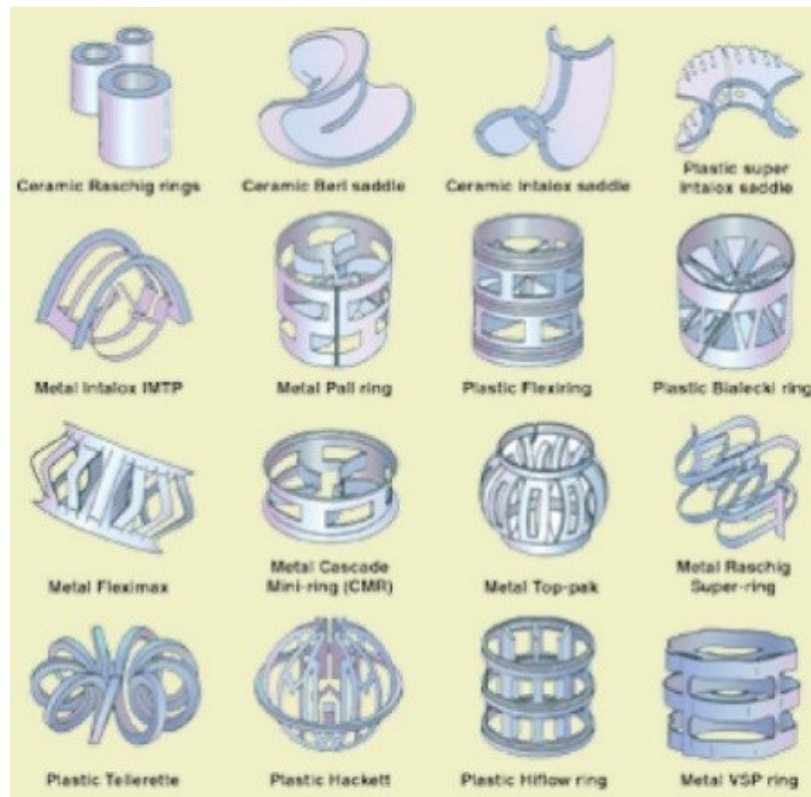
Los empaques se pueden organizar de distintas maneras, entre las cuales se encuentran dos tipos de empaque:

- Al azar o desordenados: Este tipo de empaques simplemente se arrojan a la torre durante la instalación y se dejan caer en forma aleatoria. Los empaques al azar más utilizados son los anillos raschig. Generalmente, los tamaños más pequeños de empaques al azar ofrecen superficies específicas menores (y mayores caídas de presión), pero los tamaños mayores cuestan más por unidad de volumen. “A manera de orientación general: los tamaños de empaque de 25 mm o mayores se utilizan generalmente para un flujo de gas de 0.25 m³/s (500 ft³/min), 50 mm o mayores para un flujo del gas de 1 m³/s (2000 ft³/min).” Durante la instalación, al arrojar los empaques dentro de la torre se debe prevenir la ruptura de empaques de materiales frágiles (cerámica o carbón). Una manera de prevenir la ruptura de los empaques es llenar la columna inicialmente con agua para reducir a velocidad de caída.¹² Existen varios tipos de empaques al azar; anillos de Raschig, anillos de Lessing, empaques con forma de silla de

¹² TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: McGraw-Hill, 1980. 213-214 p. ISBN 9789686046342.

montar, anillos de Pall, Telleretes, entre otras variaciones. Los empaques al azar se construyen generalmente de arcilla, porcelana, diferentes plásticos y de hojas delgadas de metal (acero y aluminio). Diferentes tipos de empaque se pueden apreciar en la **Figura 2**.

Figura 2. Tipos de empaques al azar para columnas.

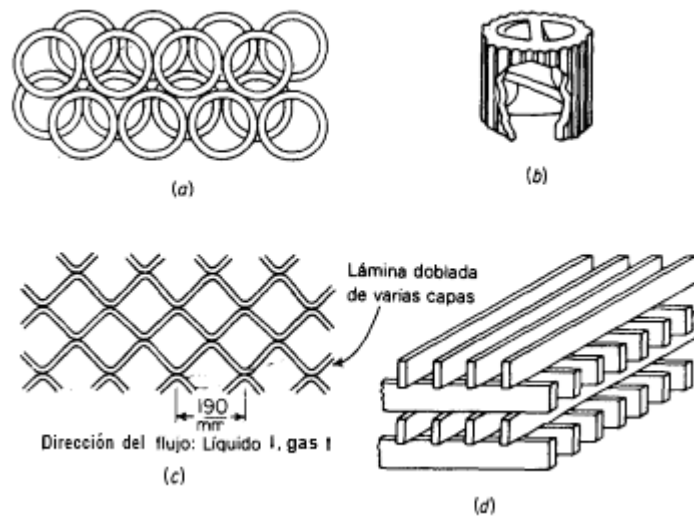


Fuente: CABRERA, Andréa. Torres Empacadas. Disponible en Internet: <https://www.emaze.com/@AORWWILQ>

- Regulares o uniformes: Los empaques regulares se ubican dentro de la columna de una manera ordenada y tienen geometrías uniformes, similares a los platos perforados que se utilizan en las columnas de platos. Los empaques regulares ofrecen una menor caída de presión del gas y un flujo mayor. La instalación de este tipo de empaques es más costosa que para los arreglos al azar, debido a que la ubicación dentro de la columna se dificulta más porque debe garantizarse uniformidad. “La malla de lana de alambre tejida o de otro tipo, enrollada en un cilindro como si fuese tela (Neo- Kloss), u otros arreglos de gasa metálica (Koch-Sulzer, Hyperfil y Goodloe) proporcionan una superficie interfacial grande de líquido y gas en contacto y una caída de presión muy pequeña; son

especialmente útiles en la destilación al vacío.”¹³ Se ha demostrado que los empaques regulares son útiles para el contacto entre gas y líquido a contracorriente. Además poseen buenas características de transferencia de masa a caídas bajas de presión del gas. Los empaques regulares proporcionan una superficie interfacial grande entre el líquido y el gas que están en contacto. Este tipo de empaques se fabrican en su mayoría de materiales metálicos y en forma de rejillas, como se puede observar en la **Figura 3**.

Figura 3. Tipos de empaques uniformes para columnas.



Fuente: TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: McGraw-Hill, 1980. 215 p. ISBN 9789686046342

¹³ TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: McGraw-Hill, 1980. 215 p. ISBN 9789686046342.

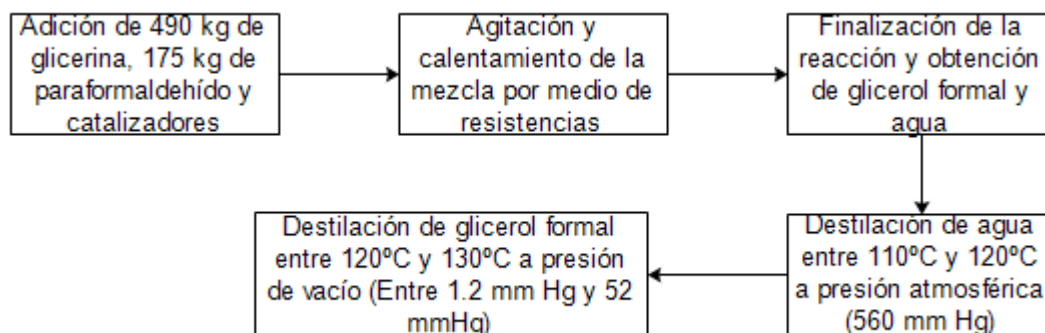
2. ESTADO ACTUAL Y CONDICIONES DE OPERACIÓN DE LOS EQUIPOS EN EL PROCESO

En este capítulo se hará una descripción del proceso, indicando valores relevantes y los procedimientos principales que se siguen para obtener el producto de interés, que para el caso es glicerol formal. Luego se indica la reacción y se muestran los cálculos estequiométricos. Para complementar y poder hacer un seguimiento adecuado del proceso se incluye el diagrama de flujo de proceso (PFD) y el diagrama de tuberías e instrumentación (P&ID). Posteriormente se detalla individualmente cada equipo donde se incluye su función dentro del proceso, sus condiciones de operación y las prevenciones que se deben tener en cuenta para su correcta operación.

2.1 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE GLICEROL FORMAL

Es de vital importancia destacar que en el proceso se tienen cuatro etapas principales para obtener el glicerol formal; la adición de la materia prima, la reacción química, la obtención de subproductos y la obtención del glicerol formal. La materia prima utilizada es glicerina, paraformaldehído y dos catalizadores (uno heterogéneo y otro homogéneo). Dentro de estas cuatro etapas se incluyen algunas condiciones de operación relevantes que serán indicadas a continuación en la **Figura 4**.

Figura 4. Diagrama de Flujo de Bloques (BFD) para la producción de glicerol formal.



Fuente: elaboración propia.

A continuación se muestra el Diagrama de Tuberías e Instrumentación (P&ID) en la **Figura 5**, donde se incluyen los equipos del proceso y la disposición en la cual

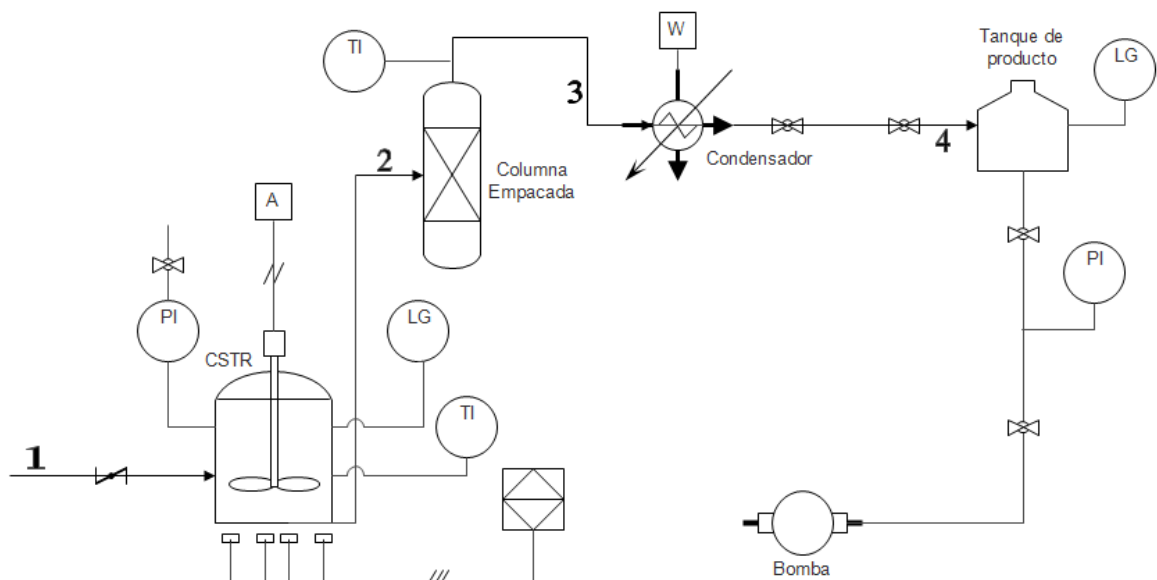
se encuentran unidos mediante tuberías y accesorios. Dentro del diagrama no hay lazos de control, debido a que se dispone solo de sensores.

Con el fin de monitorear el proceso se hace uso de seis instrumentos de medición; dos sensores de temperatura, dos sensores de presión y dos visores de vidrio templado. Los dos sensores de temperatura son tipo PT-100. Los sensores PT-100 están formados por cables de platino que a 0°C tienen una resistencia de 100 ohms y al aumentar la temperatura aumenta su resistencia eléctrica. El rango de lectura de los sensores PT-100 varía según su fabricación, siendo en este caso un rango aproximado de -122°C a 1700°C.

Los dos sensores para medir la presión son vacuómetros. La unidad de medida de los vacuómetros utilizados es de 0 a -30 in Hg. Esta medida registrada por los vacuómetros es una medida de referencia para calcular la presión de vacío que se tiene dentro del reactor, haciendo una resta entre la presión atmosférica (en Bogotá) y la presión medida por el vacuómetro.

En el proceso se utilizan mangueras como tuberías y varias válvulas de bola en acero inoxidable para controlar el flujo. De la buena manipulación de estas tuberías y válvulas se tiene como resultado un buen vacío, evitando que este se pierda cuando las válvulas están parcialmente cerradas, lo que causaría fricción con el fluido. Por lo tanto, la función principal de las válvulas es controlar el flujo y mantener el vacío.

Figura 5. Diagrama de Tuberías e Instrumentación (P&ID) para la producción de glicerol formal.



Fuente: elaboración propia.

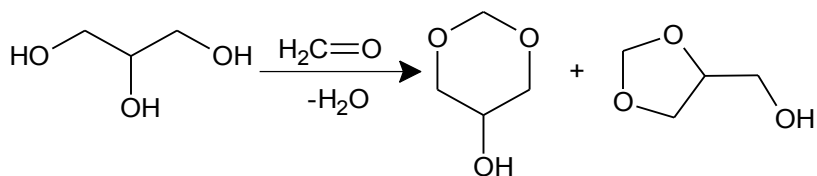
La corriente 1 está conformada por la materia prima que ingresa a un reactor CSTR (Reactor de Tanque Continuamente Agitado) y su flujo de ingreso al reactor está controlado por una válvula de mariposa. En el reactor CSTR se encuentra un indicador de temperatura, un visor de nivel y un indicador de presión para la chaqueta de aislamiento. La chaqueta de aislamiento tiene una válvula de bola donde se encuentra el indicador de presión. Además, el reactor CSTR tiene una agitación neumática y es calentado por cuatro resistencias que están relacionadas con una pantalla PLC para conocer el valor de la temperatura en el fondo del tanque. El proceso completo se lleva a cabo de manera discontinua o por lotes y opera de manera transitoria.

A medida que se lleva a cabo la reacción, se deriva de la cima del reactor la corriente 2, la cual está compuesta por los productos de la reacción del reactor CSTR. La corriente 2 se dirige a una columna empacada que tiene un indicador de temperatura en su cima por donde salen los vapores. A medida que transcurre el tiempo la concentración en el fondo del reactor cambia, haciendo que el fondo se enriquezca con los componentes menos volátiles y que la cima del reactor se enriquezca en los componentes más volátiles. Teniendo en cuenta lo anteriormente mencionado, a medida que transcurre el tiempo, las cimas se van a enriquecer en agua y los fondos se van a enriquecer en glicerol formal. Los vapores obtenidos fluyen a través de la columna empacada, en la cual se separan y se purifican los productos de la reacción. Estos productos purificados en fase vapor se obtienen en la corriente 3, donde pasan a un condensador y seguido de dos válvulas de bola son obtenidos en forma líquida por la corriente 4 para finalmente ser almacenados en un tanque de producto. Primero se obtiene agua, debido a que su punto de ebullición es menor al punto de ebullición del glicerol formal y finalmente se obtiene el glicerol formal. El tanque de producto tiene un visor de nivel y a la salida tiene otra válvula de bola. Después de la válvula de salida del tanque de producto, se encuentra un indicador de presión. Seguida del indicador de presión se encuentra otra válvula de bola y por último una bomba de vacío que genera el vacío en todo el sistema.

2.2 GENERALIDADES SOBRE LA REACCIÓN

La reacción que se lleva a cabo para la producción de glicerol formal se puede ver en la **Figura 6** a continuación:

Figura 6. Reacción para la obtención de glicerol formal.

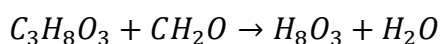


Fuente: elaboración propia

Donde reaccionan glicerina y formaldehído para producir agua y glicerol formal. El glicerol formal se compone de dos moléculas, las cuales se identifican en la **Figura 6** como productos. La primera molécula se identifica con el número CAS 4740-78-7 y su nombre IUPAC es 5-Hydroxy-1,3-dioxane. La segunda molécula se identifica con el número CAS 5464-28-8 y su nombre IUPAC es 1,3-Dioxolane-4-methanol.

La reacción entre la glicerina y el formaldehído es una reacción exotérmica. Según AGUIRRE¹⁴: “Hay algunas evidencias que indican un comportamiento similar cuando la glicerina y el formaldehído se usan como reactivos. Justamente después de mezclar estos componentes a temperatura ambiente, la temperatura de la mezcla aumenta notablemente debido a la reacción exotérmica que se lleva a cabo.”

2.2.1 Cálculos estequiométricos. En los siguientes cálculos estequiométricos se tienen las cantidades obtenidas para los productos a partir de las cantidades introducidas de materia prima. Para lo cual se toman como materias primas 490 kg de glicerina al 99.95% de pureza (valor aproximado al 100%) y 175 kg de paraformaldehído con una pureza del 92%.



$$490kgC_3H_8O_3 * \left(\frac{1mol C_3H_8O_3}{0.09209382 kgC_3H_8O_3} \right) = 5320.66 mol de glicerina$$

$$175kgCH_2O * \left(\frac{1mol CH_2O}{0.030031kg CH_2O} \right) = 5827.31 mol CH_2O * 0.92$$

$$= 5361.13 mol de formaldehido$$

¹⁴ AGUIRRE, I. GARCÍA, J. Glycerol acetals, kinetic study of the reaction between glycerol and formaldehyde. El Sevier. p. 3638.

$$5320.66 \text{ mol glicerina} * \left(\frac{1 \text{ mol } C_4H_8O_3}{1 \text{ mol glicerina}} \right) * \left(\frac{0.1041 \text{ kg}}{1 \text{ mol } C_4H_8O_3} \right) =$$

$$= 553.88 \text{ kg de glicerol formal}$$

$$5320.66 \text{ mol glicerina} * \left(\frac{1 \text{ mol } H_2O}{1 \text{ mol } CH_2O} \right) * \left(\frac{0.01801528 \text{ kg } H_2O}{1 \text{ mol } H_2O} \right) =$$

$$= 95.85 \text{ kg de agua}$$

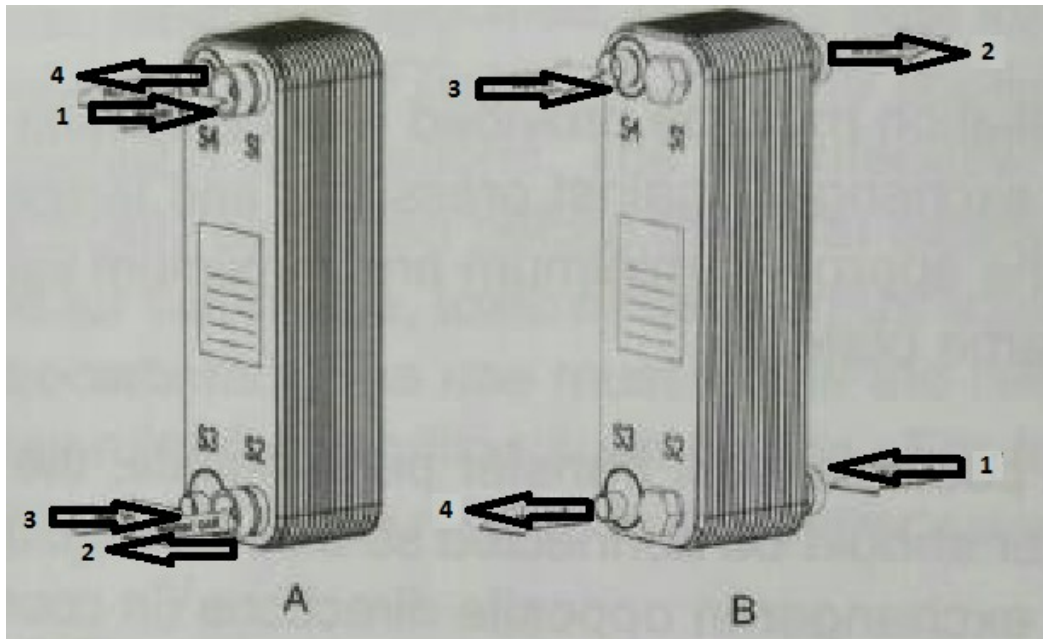
Se tiene una cantidad resultante de 1,27 kg de glicerina que se adiciona en exceso y una cantidad resultante de 14 kg respectivos a las impurezas del paraformaldehído adicionado que no reaccionan para formar producto.

2.3 IDENTIFICACIÓN DE EQUIPOS

A continuación se tienen los equipos implicados en el proceso, cada uno con su caracterización, sus respectivas condiciones de operación, su funcionamiento y sus dimensiones. Todo esto con la finalidad de comprender la relación que tienen los equipos con el proceso y más directamente con la columna empacada, la presión de vacío y el caudal de salida. Es necesario conocer las condiciones de operación de los equipos y su funcionamiento para darle una correcta manipulación a cada uno de ellos sin exceder sus límites de operación y sin operarlos de una manera inadecuada. También es de gran importancia conocer en detalle los equipos ya que a partir de estos podremos reconocer que compone cada equipo y que clase de variaciones se les puede realizar. Un ejemplo clave de la importancia de la caracterización de los equipos se puede encontrar al hablar de las bombas y la columna empacada; Por el lado de las bombas es primordial conocer el tipo de bomba que se está utilizando e indagar en la bibliografía que tan eficiente es su uso en el proceso, de qué manera incide en la presión de vacío y su relación con el flujo de salida. En lo que se refiere a la columna empacada es de gran importancia conocer el tipo de relleno que se utiliza dentro de la columna, ya que este tiene una directa relación con la manera en que se transfiere el calor entre el vapor y el reflujo de líquido, con la presión de vacío y el flujo de salida. Las dimensiones de los equipos se registrarán más adelante en la descripción de cada equipo, ya que permitirán tener una noción espacial más consolidada del proceso y serán de gran utilidad en el momento de realizar cálculos teóricos en el caso de la columna de destilación y del tanque del reactor.

2.3.1 Intercambiador de calor de placas. Más específicamente, según el proveedor, tiene la denominación de intercambiador de calor de placas unidas por fusión. Su función en el proceso es la de condensador, es decir que transforma los vapores que vienen de la columna a altas temperaturas en líquidos con una menor temperatura, por medio de un enfriamiento que utiliza agua como refrigerante de trabajo. El intercambiador de calor está compuesto por placas de metal corrugadas con cuatro puertos en las esquinas como se observa en la **Figura 7**.

Figura 7. Disposición de las corrientes en el intercambiador de calor.



Fuente: manual obtenido de Vicar Farmacéutica S.A. respectivo al intercambiador de calor fabricado por Alfa Laval.

En la **Figura 7** se determinan las corrientes de la siguiente manera:

Corriente 1: Refrigerante de entrada (baja temperatura)

Corriente 2: Refrigerante de salida (alta temperatura)

Corriente 3: Producto vapor

Corriente 4: Producto líquido

Según la distribución de las conexiones se tiene:

A: Evaporador

B: Condensador

La distribución utilizada para la destilación del glicerol formal es la B. que funciona como condensador y opera con un flujo a contracorriente.

Del manual de uso del intercambiador de calor se extrajeron las siguientes precauciones importantes para tener en cuenta en la manipulación del intercambiador:

- Para un mejor rendimiento en la transferencia de calor, el intercambiador debe ser conectado de manera que se encuentren los fluidos a contracorriente o en direcciones opuestas.
- En aplicaciones de evaporador y en las que ocurra un cambio de fase en el medio, el intercambiador de calor debe instalarse verticalmente.
- Este intercambiador no se puede abrir, a diferencia de otros que si se pueden abrir.
- Los ajustes en las tasas de flujo se deben hacer lentamente (sin hacer cierre rápido de las válvulas, cerrando las válvulas lentamente) con el fin de evitar el riesgo de martillo de agua (picos de presión de corta duración que pueden aparecer en la puesta en marcha o el apagado de un sistema, haciendo que los líquidos viajen a través de la tubería como una ola a la velocidad del sonido. Esto puede causar daños en el equipo). Además los ajustes lentos de las tasas de flujo se deben hacer para proteger el sistema contra variaciones repentinas y extremas de temperatura y presión.
- Durante la operación se debe revisar que las presiones y las temperaturas estén dentro de los límites, y se debe revisar que no aparezcan fugas debido a un ajuste defectuoso de las conexiones.
- Medios que causen corrosión al acero inoxidable AISI 316 no deben ser expuestos al intercambiador de calor.
- Si varias bombas se utilizan, asegurarse de cual debe apagarse primero. Primero se cierra la válvula, luego se apaga la bomba.
- Se debe hacer un drenaje del intercambiador cuando el proceso se detiene por un largo periodo o cuando al detener el proceso la temperatura ambiente está por debajo de la temperatura de congelamiento del medio procesado.
- Los iones de cloro pueden corroer el acero inoxidable. Evitar salmueras de enfriamiento como $NaCl$ y $CaCl_2$. No usar ácido clorhídrico ni agua con más de 300ppm de iones cloro.
- Es necesario tener en cuenta las condiciones de operación para el intercambiador, las cuales se observan a continuación:

Las temperaturas máximas de operación permitidas:

S3S4: Entre -196°C y 225°C
S1S2: Entre -196°C y 225°C

Presiones de operación máximas permitidas:

S3S4: Entre -1 bar y 30 bar
S1S2: Entre -1 bar y 25 bar

Presiones de prueba (Tolerancia máxima probada):

S3S4: 45 bar
S1S2: 37 bar

Volumen de cada espacio:

S3S4: 0,70 L
S1S2: 0,75 L

Donde S3S4 representa el producto, y S1S2 hace referencia al refrigerante de trabajo, que en el caso del proceso es agua.¹⁵

2.3.2 Tanque del reactor. El tanque del reactor está fabricado con acero inoxidable 316L, el cual es más resistente a temperaturas elevadas y a la corrosión. El tanque está compuesto por dos piezas cilíndricas; una grande con tapas formadas por casquetes esféricos y una pequeña en la parte inferior del cilindro grande, denominada como reservorio o rehervidor, la cual tiene en su interior las aspas del sistema de mezclado y las cuatro resistencias que calientan la mezcla directamente por convección. El sistema de mezclado funciona a partir de un motor ubicado en la parte inferior del reservorio. Adicionalmente el tanque cuenta con una chaqueta de aislamiento de 4 cm.

Las precauciones que deben ser tomadas en cuenta para la manipulación del tanque son las siguientes:

- Garantizar un mezclado uniforme para una transferencia de calor apropiada.
- Garantizar la hermeticidad del tanque en cuanto a la implementación de cualquier accesorio.

¹⁵ Manual obtenido de Vicar Farmacéutica S.A. respectivo al intercambiador de calor fabricado por Alfa Laval.

- Tener en cuenta la presión aplicada dentro del tanque para evitar que este se sobre presione.
- Al finalizar la producción de un lote, el tanque no se debe dejar totalmente vacío debido a la corrosión causada en el fondo por los ácidos que se forman y porque se forma acroleína, la cual se auto incinera. Además el hecho de no dejar un remanente en el tanque puede causar que las resistencias se quemem debido a que no hay un fluido que absorba el calor producido.

Hay dos factores claves que influyen en la homogenización de temperatura en la mezcla, antes de que los vapores fluyan dentro de la columna de destilación; el mezclado y las resistencias. El mezclado ayuda a homogenizar la transferencia de calor dentro de la mezcla y las resistencias permiten calentar el sistema. No se hará énfasis en la velocidad de mezclado ni en las resistencias, ya que aunque tienen una gran importancia en la transferencia de calor de la mezcla y la velocidad de obtención del producto, no tienen un alto grado de incidencia sobre el vacío o sobre la disposición de la columna empacada como se ha observado previamente en el comportamiento del proceso. Por lo tanto, no se mencionaran detalles sobre el tipo de aspas utilizadas, el motor o la velocidad de mezclado.

2.3.2.1 Cálculos para las dimensiones del tanque del reactor. El volumen del tanque del reactor está integrado por el reservorio y el tanque grande, sin incluir el espesor de la chaqueta de aislamiento. El tanque tiene una capa de aislamiento en el cilindro grande con un espesor de 4 cm. No se tendrán en cuenta los volúmenes de las uniones entre los cilindros, ya que son mínimos. Es pertinente realizar estos cálculos para conocer la capacidad del tanque.

El tanque grande es un cilindro conformado por dos casquetes cilíndricos como se ilustra en la Figura 8 a continuación:

Figura 8. Tanque formado por casquetes cilíndricos.



Fuente 1. SILCAB. Tanques Verticales. Disponible en Internet:
<http://www.guiadelaindustria.com/empresa/silcab-tanques/3259>

Cilindro grande (C1):

Altura: $h_1 = 100$ cm

Diámetro: $d_1 = 1$ m, $r_1 = 50$ cm

Altura del casquete: $h_2 = 20$ cm

Cilindro pequeño (C2):

Altura: $h_3 = 7$ cm

Diámetro: $d_2 = 40$ cm, $r_2 = 20$ cm

Para obtener el volumen total del tanque del reactor se utiliza la siguiente formula:

$$V = \text{volumen casquete cilíndrico} * 2 + \text{volumen C1} + \text{volumen C2}$$

$$V = \frac{\pi h_2}{6} (3r_1^2 + h_2^2) * 2 + \pi r_1^2 h_1 + \pi r_2^2 h_3$$

$$V = 959654,08 \text{ cm}^3 = 959.65 \text{ L}$$

2.3.3 Columna de destilación empacada. La columna de destilación está fabricada con acero inoxidable 316L, el cual es más resistente a temperaturas elevadas y a la corrosión. La columna es empacada y tiene un aislamiento de 2 cm de espesor. El relleno de la columna está constituido actualmente por esferas de vidrio de 16.14 mm de diámetro cada una, dispuestas al azar. El empaque dentro de la columna tiene una altura de 12 cm y un peso de 10.1 Kg.

Hay una serie de aspectos que se deben tener en cuenta para el buen funcionamiento y la manipulación de la columna:

- Se debe tener en cuenta la presión aplicada en la columna para evitar que esta se sobre presione.
- Se debe asegurar la mejor disposición del relleno dentro de la columna para que la transferencia de calor sea lo más efectiva posible.
- Se debe garantizar un flujo libre del gas y una transferencia de calor efectiva a las gotas de reflujo líquido.
- El movimiento descendente del líquido en el reflujo induce el movimiento descendente del gas.
- La caída de presión del vapor debe ser baja, generando menos fricción con el relleno para que el vapor suba más fácilmente.
- El soporte del empaque debe ser fuerte para sostener el peso de una altura razonable de relleno.
- El tipo de relleno debe ser preferiblemente de bajo costo.
- El tipo de relleno debe ser químicamente inerte respecto a los fluidos tratados.

Las especificaciones de la columna actual cumplen satisfactoriamente con cada uno de estos aspectos mencionados anteriormente y es apta para realizar la experimentación con diferentes alternativas de empaque.

2.3.3.1 Dimensiones de la columna de destilación empacada. La obtención del volumen de la columna es más sencilla, ya que su geometría es cilíndrica. Para la columna se tienen las siguientes dimensiones:

Altura: $h = 50$ cm

Diámetro: $d = 30$ cm, $r = 15$ cm

La obtención del volumen se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$V = \pi r^2 h$$
$$V = 35343 \text{ cm}^3 = 35.343 \text{ L}$$

2.3.4 Bombas (Tipo, caudal, vacío). En el proceso se utiliza una bomba de diafragma, la cual puede generar un vacío máximo (presión mínima) de 0.5mmHg y un caudal máximo de $2 \frac{m^3}{h}$.

Con las especificaciones actuales para el resto de equipos dentro del proceso se logra obtener una presión de vacío en el sistema entre 1.2 mm Hg y 52 mm Hg. Como el proceso opera a presiones de vacío y estas presiones tienen que ver directamente con la temperatura de ebullición del glicerol formal y por lo tanto con la agilidad de su obtención, es de gran importancia el buen funcionamiento de la bomba. Entre menor sea la presión dentro del sistema, mejor será el vacío y se obtendrá el glicerol formal a temperaturas de ebullición mucho menores a su temperatura de ebullición normal (193.9°C), lo cual es conveniente para ahorrar energía y agilizar el proceso.

Para la buena manipulación y operación de las bombas se deben tener en cuenta algunos criterios:

- No se puede permitir el ingreso de ninguna sustancia dentro de la bomba debido a que esto genera incrustaciones, afecta el buen funcionamiento de la bomba y puede causar daños en su mecanismo.
- Se debe tener especial cuidado con el ingreso de formaldehído dentro de la bomba, debido a que el formaldehído al ser una sustancia fuertemente corrosiva puede causar graves daños en la bomba.
- El vacío generado por la bomba se pierde a lo largo de la línea de proceso en el sistema, más que todo por los accesorios. Por ello se debe garantizar la hermeticidad de los equipos dentro del proceso y una correcta conexión entre las mangueras y los accesorios.

- Antes de encender las bombas, las mangueras deben estar previamente conectadas a la bomba y a las demás partes del sistema.

3. SELECCIÓN DE LA ALTERNATIVA QUE AFECTA EN MAYOR GRADO LA VELOCIDAD DE DESTILACIÓN AL VACÍO DE GLICEROL FORMAL EN LA COLUMNA EMPACADA

En esta parte del trabajo se analizan las características más relevantes del empaque de la columna para el proceso y su incidencia en la velocidad de destilación para así poder determinar exactamente las variaciones que se deben realizar en el empaque de la columna para la destilación del glicerol formal. Se estudiarán las características detalladamente y se relacionarán entre sí para entender cómo se comportan en conjunto y que resultados ofrecen. Para poder estudiar las características del empaque se efectuará una observación detallada del proceso, se harán consultas bibliográficas y se examinan diferentes artículos relacionados con el tema. Luego de estudiar cada característica por separado y en conjunto, se procede a realizar el diseño de experimentos donde se especifican las pautas para llevar a cabo la experimentación. En el diseño de experimentos se plantea una hipótesis, se determinan las variables independientes y dependientes indicando su importancia y justificando su elección, se indican los instrumentos de medición de las variables y se describe detalladamente la metodología de la experimentación. Después de hacer el diseño de cada experimento se llevan a cabo los mismos y se registran los resultados de manera que puedan analizarse posteriormente. Por último se generan conclusiones a partir de los resultados obtenidos en la experimentación para poder establecer las especificaciones del empaque de la columna de destilación.

3.1 CONSIDERACIONES PRELIMINARES

3.1.1 Efecto de la presión de vacío y la temperatura en la destilación de glicerol formal. El proceso se opera a presión de vacío porque el glicerol formal tiene una presión de vapor muy baja, lo cual hace que su temperatura de ebullición sea más alta en comparación con compuestos más volátiles como el agua. Al tener una temperatura de ebullición muy alta, si el glicerol formal se destila a presión atmosférica tardaría mucho tiempo en ser obtenido, además de su posible descomposición por las altas temperaturas alcanzadas. No se encuentran datos sobre la presión de vapor del glicerol formal al ser este un compuesto nuevo en la industria, pero a partir de la observación del proceso se puede apreciar que el glicerol formal es mucho menos volátil que el agua y por lo tanto se asume que su presión de vapor es muy baja en comparación con el agua, debido a que el agua alcanza su temperatura de ebullición mucho más rápido que el glicerol formal. Para complementar la anterior afirmación sobre la presión de vapor del glicerol formal se puede hacer una comparación entre la temperatura de ebullición del agua que es de 100°C a 1 atmósfera (760 mm Hg), mientras que el glicerol formal tiene una temperatura de ebullición de 193.9°C a 1 atmósfera (760 mm Hg). Por lo tanto, el hecho de que el glicerol formal tenga un punto de ebullición tan elevado implica que para poder separar este compuesto por destilación se debe operar con una temperatura muy alta, lo cual ocasiona su descomposición y además genera altos costos de operación por la energía requerida. Es por esto que se opera con una presión de vacío o también llamada presión reducida, para poder disminuir el valor de la temperatura de ebullición requerida para destilar el glicerol formal, evitando la descomposición de este y disminuyendo los costos de operación.

Cuando se observa el proceso se puede notar que al reducir la presión en el sistema, disminuye el punto de ebullición y por consiguiente aumenta la velocidad de destilación y el caudal de destilado. A partir de la observación del proceso se puede comprobar la directa relación que tiene la presión de vacío aplicada en el sistema con el caudal de salida, ya que entre menor sea la presión del sistema, mayor será el caudal de salida. La presión del sistema está ligada principalmente a la bomba utilizada para generar el vacío y la velocidad del vapor dentro de la columna está ligada principalmente al relleno de la columna. Al utilizar una bomba que tenga un alto vacío y un alto caudal se puede disminuir la presión en el sistema y al modificar el relleno de la columna de destilación se pueden reducir las caídas de presión del vapor dentro de la columna y por lo tanto mantener la presión del sistema uniforme.

Debido a que existe una estrecha relación entre la temperatura y la presión del sistema, se hace necesario entender exactamente de qué manera se relacionan; Para ello se tienen en cuenta las siguientes relaciones¹⁶:

- El punto de ebullición o temperatura de ebullición se alcanza cuando la presión de vapor de una sustancia pura es igual a la presión atmosférica.
- Si se aumenta la temperatura de una sustancia pura, su presión de vapor aumenta proporcionalmente y la sustancia se acerca a su punto de ebullición.
- Si la presión de vapor de una sustancia pura aumenta, su punto de ebullición va a ser menor, ya que se alcanza el equilibrio con la presión del sistema más rápido.
- Si la presión del sistema disminuye, el punto de ebullición de una sustancia disminuye.
- En el caso de la separación del glicerol formal, la presión absoluta dentro del tanque se calcula a partir de la resta entre la presión atmosférica en Bogotá (560 mm Hg) y la lectura de presión manométrica medida a partir del vacuómetro (varía entre 457 mm Hg y 558 mm Hg).
- La velocidad de destilación aumenta entre más bajo sea el punto de ebullición y entre menor sea la presión del sistema.

En el **Cuadro 1** se puede ver como se relacionan entre sí las variables descritas anteriormente y como cada una de ellas depende principalmente de una o más variables.

Cuadro 2. Relación de variables para la destilación de glicerol formal.

Variable dependiente	Variables independientes
Presión de vapor	Temperatura de la sustancia pura
Punto de ebullición	Presión del sistema, presión de vapor
Presión del sistema	Tipo de bomba
Velocidad de destilación	Presión del sistema, empaque de la columna

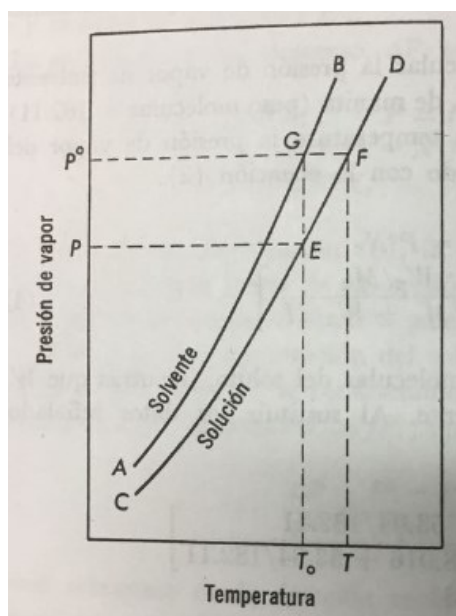
Fuente: elaboración propia.

Se recomienda disminuir la presión dentro del tanque para lograr obtener una mayor velocidad de destilación del glicerol formal.

¹⁶ LEVINE, Ira N. Físicoquímica. 5 ed. Brooklyn: McGraw-Hill, 2004. 400-430 p. ISBN 84-481-3786-8.

Se debe tener en cuenta que el glicerol formal en el momento en que se va a separar se encuentra en disolución con otros productos, por lo tanto se deben tener en cuenta algunas propiedades coligativas de las soluciones como lo son el descenso de la presión de vapor de la solución y el aumento del punto de ebullición. De todas formas en el momento en que se empieza a operar a presión de vacío ya el agua ha sido destilada en su totalidad y no es necesario examinar las propiedades coligativas detalladamente, debido a que dentro del tanque el glicerol formal ya no se encuentra en disolución con una gran cantidad de agua, solo se encuentra junto con mínimas proporciones de otros compuestos que se pueden despreciar como lo son los catalizadores y subproductos de la reacción. Teniendo en cuenta que según la ley de Raoult, “la presión de vapor de un compuesto en disolución es menor que su presión de vapor en estado puro.”¹⁷ Esto lleva a que después de que el agua ya ha sido destilada, la presión de vapor del glicerol formal tiene un valor menor pero muy cercano a su presión de vapor en estado puro. En la **Figura 9** se puede ver como desciende la presión de vapor de un componente en solución en comparación con su presión de vapor en estado puro.

Figura 9. Descenso de la presión de vapor de un compuesto puro en relación con el compuesto en solución.



Fuente: MARON. Samuel H; PRUTTON, Carl F. Fundamentos de Físicoquímica. 1 ed. México: Limusa, 2008. 420 p. ISBN-13: 978-968-18-0164-9.

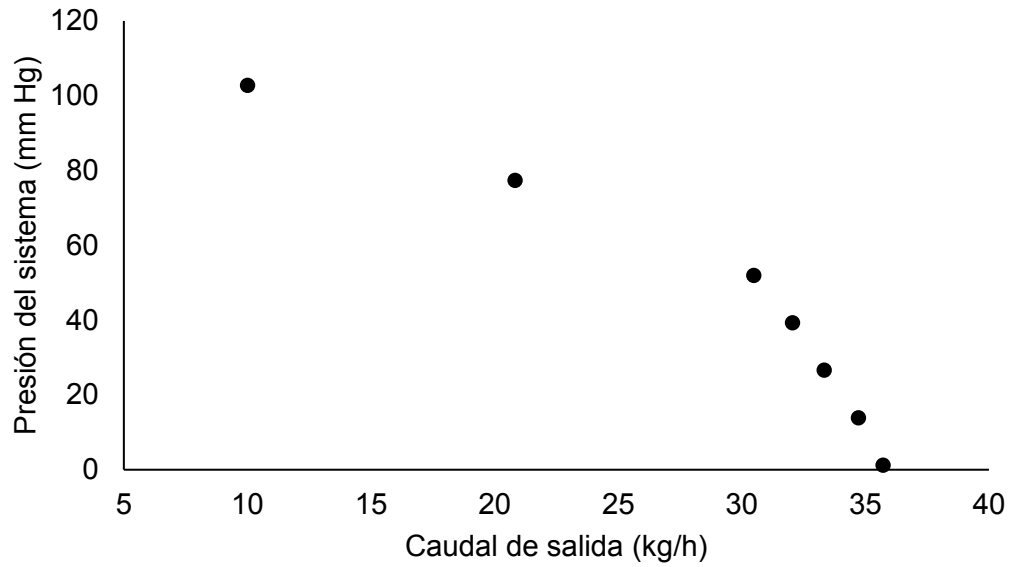
¹⁷ LEVINE, Ira N. Físicoquímica. 5 ed. Brooklyn: McGraw-Hill, 2004. 416 p. ISBN 84-481-3786-8.

La presión del sistema depende principalmente del tipo de bomba utilizada, mientras que la presión de vapor depende de la temperatura a la que se encuentra la mezcla.

Se realiza una prueba de cambios significativos en la presión del sistema ilustrada en la **Figura 10** y en la **Figura 11**. En estas figuras se observa como varía el caudal de salida y la temperatura de ebullición del glicerol formal con respecto a la presión del sistema ejercida por la bomba. Esta prueba permite relacionar directamente cómo influye la capacidad de la bomba en la presión del sistema y por lo tanto en los valores que adoptan el punto de ebullición del glicerol formal y el caudal de salida. En la **Figura 10** se puede ver como a medida que la presión dentro del sistema se acerca a cero, se obtiene un mayor caudal de salida. En la **Figura 11** se puede ver como a medida que la presión se acerca a cero, disminuye la temperatura de ebullición del glicerol formal. En la **Figura 12** se puede ver que cuando el glicerol formal ebulle o se destila a temperaturas menores a su temperatura de ebullición estándar (193.9°C a 1 atm) se obtienen caudales mayores. Por lo tanto es mejor operar a presiones absolutas cercanas a cero dentro del sistema para obtener mayores caudales y temperaturas de ebullición menores a 193.9°C a condiciones estándar para el glicerol formal, obteniendo como resultado mayores velocidades de destilación del glicerol formal. Los datos de presión se obtienen a partir de un vacuómetro ubicado a la salida de las bombas. En la **Tabla 1** se ilustran los valores de medición del vacuómetro que representan una presión manométrica y los valores correspondientes a la presión absoluta dentro del sistema. En la **Tabla 1** se puede notar cómo variaciones del orden de unidades en la presión que mide el vacuómetro generan variaciones de más de 10 unidades en la presión absoluta ejercida por las bombas.

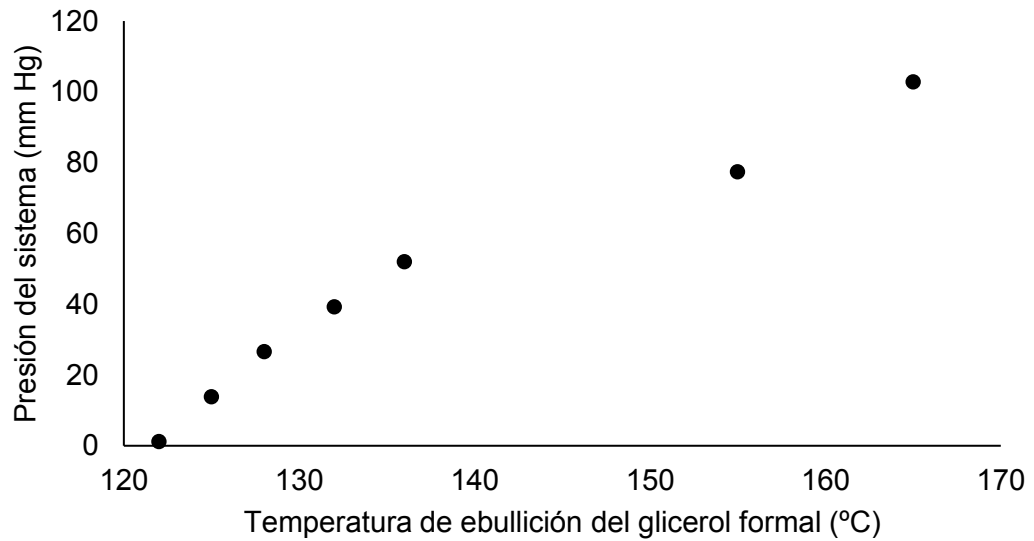
Se debe tener en cuenta que la presión de vacío ejercida por las bombas no es constante para todo el sistema, ya que al tomar lecturas dentro del tanque se ve como la presión de vacío dentro del tanque se reduce generalmente en 1 in Hg según la lectura del vacuómetro. Este fenómeno se debe a que el vacío se va perdiendo desde las bombas hacia los sectores más lejanos de las bombas en el resto del sistema.

Gráfica 1. Relación de la presión de vacío en el sistema con el caudal de salida.



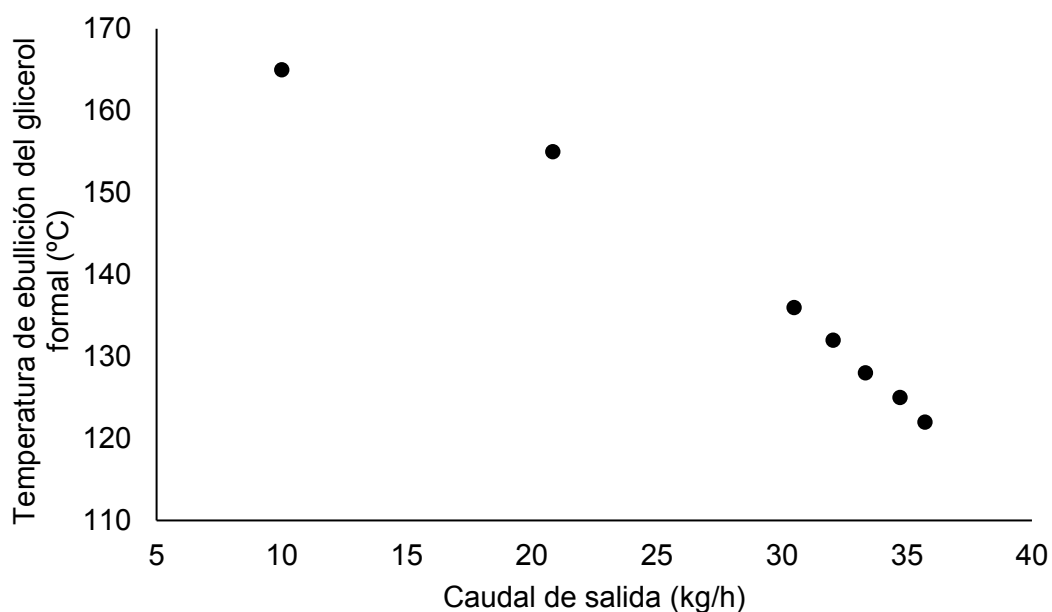
Fuente: elaboración propia

Gráfica 2. Relación de la presión del sistema con la temperatura de ebullición del glicerol formal.



Fuente: elaboración propia

Gráfica 3. Relación de la temperatura de ebullición del glicerol formal y el caudal de salida para el glicerol formal.



Fuente: elaboración propia

Tabla 1. Valores correspondientes a la presión manométrica y la presión absoluta que ejerce la bomba.

Presión Manométrica		Presión Absoluta
in Hg	mm Hg	mm Hg
-18	457.2	102.8
-19	482.6	77.4
-20	508	52.0
-20.5	520.7	39.3
-21	533.4	26.6
-21.5	546.1	13.9
-22	558.8	1.2

Fuente: elaboración propia

3.1.2 Relación de la velocidad de destilación con el caudal de salida y la temperatura de ebullición del glicerol formal. Teóricamente, el caudal de flujo tiene una directa relación con la velocidad de flujo por medio de la ecuación (1) a continuación:

$$v = \frac{Q}{A} \left[\frac{m}{s} \right] \quad (1)$$

En la ecuación (1) se relaciona la velocidad de flujo con el caudal de flujo y el área de paso del fluido. En contexto con el proceso para obtener glicerol formal, se puede vincular el caudal de flujo con el caudal de salida y la velocidad de flujo con la velocidad de destilación. De este modo, a partir de la ecuación (1) se observa que la velocidad de destilación es directamente proporcional al caudal de salida, lo cual indica que al aumentar el caudal de salida, aumentara proporcionalmente el valor de la velocidad de destilación. Esto permitirá que si se obtiene un aumento en el caudal, se obtendrá una mejora en la velocidad de destilación. Por lo tanto, el caudal de salida puede ser un concepto análogo a la velocidad de destilación.

La velocidad de destilación del glicerol formal también está relacionada con su temperatura de ebullición, debido a que la velocidad de destilación aumenta a medida que la temperatura de ebullición disminuye. La disminución de la temperatura de ebullición se da cuando la presión del sistema se empieza a acercar a cero. Por lo tanto, para respaldar lo anterior se puede observar en la **Figura 10** que el caudal aumenta a medida que la presión del sistema se acerca a cero.

3.1.3 Efecto del tipo de empaque en la destilación de glicerol formal. El tipo de empaque utilizado dentro de la columna tiene una incidencia sobre la velocidad del vapor dentro de esta y sobre la eficiencia en la transferencia de masa que tiene directa relación con la pureza del glicerol formal. Así que si se pretende aumentar la velocidad de flujo en la destilación, al obtener una mayor velocidad, la pureza se va a ver afectada debido a que si hay menos caídas de presión del vapor, hay menos fricción del gas con el empaque y por lo tanto una baja transferencia de masa por lo que hay menos contacto con el empaque. El vacío del sistema está ligado a la velocidad del vapor, debido que a medida que el vapor va avanzando ascendentemente a través de la columna, va perdiendo presión y por consiguiente velocidad, debido a la fricción ocasionada por el empaque. En consecuencia es necesario un empaque para la columna que logre satisfacer las dos necesidades; tanto una buena área de contacto entre fases como bajas caídas de velocidad del vapor.

Hay varias características del empaque que influyen en las caídas de presión de vapor en la columna y en la transferencia de masa. Una característica general del empaque de la columna es su distribución, es decir si el empaque es uniforme o al

azar. Si el empaque es uniforme se deben tener en cuenta sus espacios vacíos, el material de fabricación, su geometría, su peso, su diámetro y su altura. Si el empaque es al azar se deben tener en cuenta los espacios vacíos, el peso, la altura y el diámetro de todo el empaque en su conjunto, la porosidad, el material de fabricación, el tamaño y la geometría de cada unidad de empaque. Según TREYBAL¹⁸, por lo general los tamaños más pequeños de empaques al azar ofrecen superficies específicas mayores y así mismo mayores caídas de presión para el vapor. Por otro lado, los empaques regulares ofrecen una menor caída de presión del vapor y un flujo mayor.

Por lo tanto, para favorecer el vacío en el sistema, el relleno más apropiado sería un tipo de empaque regular, ya que este tipo de empaque proporciona un mayor flujo del vapor ascendente al generar una menor fricción y espacios vacíos uniformes.

Para calcular las caídas de presión de vapor dentro de una columna empacada se han desarrollado diferentes ecuaciones que permiten obtener el valor de las caídas de presión de vapor basándose en variables como las viscosidad del fluido que pasa por la columna, la porosidad del empaque, y el diámetro de partícula del empaque, entre otras características significativas del empaque.

La ecuación de Blake-Kozeny representada en la ecuación (2) predice la caída de presión del vapor en columnas empacadas, basándose en la condición de que el material de empaque está uniformemente distribuido y no existe irregularidad en el flujo a través del empaque. Esta ecuación es válida únicamente cuando el fluido atraviesa el empaque en régimen exclusivamente laminar ya que para su deducción, se empleó la ecuación de Hagen-Poiseuille. Este planteamiento es correcto, ya que al estar constituido el empaque por partículas finas, los poros también son finos, y la circulación del fluido en los poros en régimen turbulento produciría unas pérdidas de carga imposibles de superar. Sin embargo, cuando una corriente líquida o gaseosa atraviesa un lecho de partículas granulares (es decir, partículas más gruesas), perfectamente definidas, como puede circular en régimen turbulento al ser los poros también mucho más grandes, el valor de la pérdida de presión no podrá obtenerse por la ecuación de Blake Kozeny.¹⁹

$$\Delta P = \frac{1500vL\mu(1-\varepsilon)^2}{Dp^2\varepsilon^2} \quad (2)$$

¹⁸ TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: McGraw-Hill, 1980. 213-214 p. ISBN 9789686046342.

¹⁹ SALCEDO DÍAZ, Raquel. Universidad de Alicante. Operaciones de Flujo de Fluidos: Tema 6: Flujo Externo. Rescatado de: <http://rua.ua.es/dspace/handle/10045/20297>

Donde:

L: Altura del empaque

v : Velocidad del vapor

μ : Viscosidad dinámica del vapor

Dp: Diámetro de partícula del empaque

ε : Fracción de volumen vacío de empaque (Porosidad)

Debido a que hay variables dentro de la ecuación de Blake-Kozeny que no pueden ser medidas con facilidad en este proceso como lo es la velocidad del vapor dentro de la columna, no se puede determinar con certeza si la ecuación es útil para el caso en estudio. Por lo tanto la ecuación de Blake-Kozeny no sirve para predecir las caídas de presión dentro de la columna utilizada para destilar glicerol formal, pero será tomada en cuenta para relacionar las variables entre sí.

Según el trabajo realizado por ALLEN, K.G²⁰ se puede utilizar la ecuación de Ergun para predecir la caída de presión en columnas empacadas al azar con esferas. En el trabajo realizado por ALLEN, K.G se indica que al insertar obstáculos en medio del paso del fluido entre las esferas, las caídas de presión según la ecuación de Ergun aumentan significativamente al menos en 3 unidades para la constante 1.75 de la ecuación. La ecuación de Ergun propuesta se muestra a continuación en la ecuación (3):

$$f_{Erg} = \frac{\Delta P D \varepsilon^3}{L \rho v_s^2 (1-\varepsilon)} = \frac{150}{Re_{Erg}} + 1.75 \quad (3)$$

Donde:

f_{Erg} : Factor de fricción de Ergun

ΔP : Caída de presión del vapor

L: Altura del empaque

ρ : Densidad del fluido

v_s : Velocidad superficial del flujo

ε : Fracción de volumen vacío de empaque (porosidad)

Re_{Erg} : Número de Reynolds de Ergun ($Re_{Erg} = \frac{\rho v_s D}{\mu(1-\varepsilon)}$) donde μ es viscosidad.

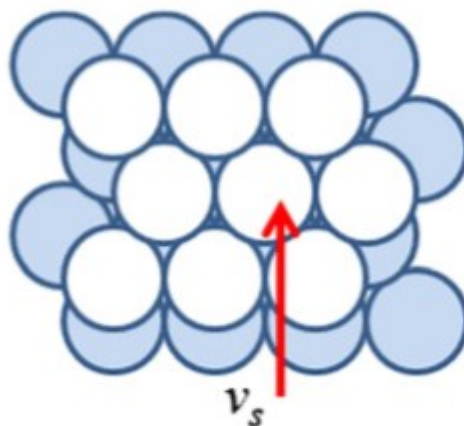
²⁰ ALLEN, K.G; Von Backstrom. T.W; Kroger, D.G. Packed bed pressure drop dependence on particle shape, size distribution, packing arrangement and roughness. El Sevier. 24 de Junio, 2013.

Dentro de la experimentación realizada por ALLEN, K.G se concluye que el factor de fricción depende del tamaño de partícula, la rugosidad de la superficie, el arreglo del empaque y la fracción de volumen vacío en el empaque. En consecuencia, cada arreglo diferente de empaque toma un valor diferente para el factor de fricción. Para fracciones de volumen vacío con valores bajos, el flujo del vapor se reduce y la fricción con el empaque aumenta. Los empaques de alta densidad o con un arreglo más compacto se asocian con fracciones de volumen vacío bajas. La fracción de volumen vacío se reduce cuando se genera la sobre posición entre partículas del empaque.

Las esferas de superficies con mayor rugosidad incrementan el valor de la fricción entre un 20% y un 40% por encima del valor para esferas más lisas. Para geometrías cúbicas y cilíndricas, el valor de la fricción aumenta entre un 100% y un 200% sobre el valor de fricción para esferas lisas. El factor de fricción muestra una fuerte dependencia en la alineación o arreglo de las partículas. El factor de fricción se puede reducir cuando el número de Reynolds es más bajo.

Para las dos ecuaciones anteriormente mencionadas, es de particular interés la fracción de espacios vacíos en el empaque, también llamada porosidad del empaque. La porosidad tiene una gran importancia ya que básicamente son los espacios vacíos dentro de la columna por los cuales puede pasar el vapor, y entre más espacio tenga el vapor para pasar, habrá un mayor flujo. Esta fracción de espacios vacíos depende principalmente del arreglo del empaque dentro de la columna. Basado en el trabajo de ALLEN, K.G y teniendo en cuenta el tipo de empaque utilizado para la destilación de glicerol formal se tiene que el arreglo correspondiente a la columna utilizada en la destilación de glicerol formal es un arreglo romboédrico, ilustrado en la **Figura 13**. Una desventaja potencial en el arreglo romboédrico es que se reducen los espacios vacíos para el flujo del vapor, debido a la sobre posición de unas partículas sobre otras.

Figura 10. Arreglo romboédrico para un empaque esférico.



Fuente: ALLEN, K.G; Von Backstrom. T.W; Kroger, D.G. Packed bed pressure drop dependence on particle shape, size distribution, packing arrangement and roughness. El Sevier. 24 de Junio, 2013.

Debido a la importancia de las diferentes características que puede tener un empaque en relación con las caídas de presión del vapor, se realizará una experimentación enfocada a diferentes tipos de empaque como alternativas para mejorar la velocidad de destilación del glicerol formal.

3.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Para realizar el diseño de experimentos se planteó la siguiente hipótesis: Las características de un empaque esférico dentro de una columna influyen en la velocidad de destilación del glicerol formal.

Se decidió establecer como variables independientes la altura del empaque, el tamaño de cada unidad de empaque y el material de empaque). Las anteriores variables se eligieron como variables independientes debido a que según los recursos disponibles dentro de la empresa son los que más se pueden utilizar. Además de lo anterior, las variables elegidas como independientes fueron las que hicieron que cambiara notablemente el valor de otras variables que no se podían mantener totalmente fijas a causa de variaciones en el entorno.

Al ser un proceso discontinuo se hizo difícil mantener fijas otras variables ya que cada lote tiene características distintas debidas al transcurso del proceso y al comportamiento del entorno. Por ejemplo, la temperatura de ebullición de los componentes y la presión del sistema son variables del proceso que adoptan diferentes valores en cada lote, ya que no siempre se logra que los componentes

ebullan a la misma temperatura debido al valor de la presión en el sistema que no se mantiene igual en todo el sistema y varía por lo general en la producción de cada lote.

Un factor que debe controlarse al obtener el glicerol formal es la temperatura de calentamiento del reactor, debido a que si se opera con temperaturas altas al momento de destilar el glicerol formal, este se puede descomponer junto con otros componentes, alterando la calidad del producto final. Un factor determinante para elegir el tipo de empaque como una variable independiente es el hecho de que se opera con una presión de vacío al momento de obtener el glicerol formal y el tipo de empaque tiene una relación directa con las caídas de presión de vapor del producto. Por lo tanto la elección de un empaque que genere menos fricción y por consiguiente bajas caídas presión de vapor del producto se hace necesario para poder conseguir un flujo mayor de los vapores a través de la columna. Es necesario garantizar que al momento de destilar el glicerol formal el vacío se mantenga constante en todo el sistema, permitiendo que se pueda destilar el glicerol formal a la menor temperatura de ebullición posible dependiendo de la bomba de vacío que se utilice.

Existe un doble efecto del empaque en la destilación, debido que al variar el empaque se altera tanto la velocidad de flujo como la calidad del producto. Por ejemplo se puede llegar a mejorar la velocidad de flujo y a la vez hacer que disminuya la transferencia de masa y por lo tanto llegar a obtener un producto que no cumpla con las características de calidad requeridas. Debido a este doble efecto se pretende determinar la incidencia del relleno tanto en la velocidad de destilación como en la calidad del producto. Lo más favorable es encontrar un relleno que tenga las características necesarias para aumentar la velocidad de flujo y así mismo que permita obtener glicerol formal con las especificaciones de calidad requeridas.

Basado en lo anterior, las variables dependientes fueron la presión del sistema, la temperatura de ebullición, la velocidad de destilación y la calidad del glicerol formal. Dado que la presión del sistema, la temperatura de ebullición, la velocidad de destilación y la calidad están fuertemente relacionadas entre sí, se puede elegir cualquiera de estas variables como variable respuesta. La temperatura de ebullición del glicerol formal depende principalmente del vacío generado y da como resultado la velocidad de destilación del glicerol formal. A partir de lo cual se puede asumir que esta temperatura de ebullición es el puente que relaciona indirectamente la velocidad de destilación con el vacío. Teniendo en cuenta que la hipótesis hace referencia a la velocidad de destilación del glicerol formal, se elige esta como variable respuesta.

Las variables independientes se basan en un solo tipo de geometría que es esférica, ya que se utilizaron esferas no uniformes de distintos tamaños y materiales dispuestos dentro de la columna a diferentes alturas. Se hicieron pruebas con dos materiales distintos, tres alturas distintas y 3 tamaños distintos para cada material. Por lo tanto se realizaron dos diseños de experimentos diferentes; uno para cada material diferente de empaque, donde se utilizaron tres tamaños distintos de partícula y tres alturas de empaque.

Para este caso se utilizó un diseño experimental factorial, debido a sus ventajas sobre los procesos industriales y su conveniencia para analizar el efecto de las variables independientes sobre la variable respuesta. Según RAMÓN²¹; “La gran ventaja de este tipo de diseños radica en el hecho de que le permite al investigador evaluar los efectos de cada variable independiente sobre la dependiente por separado, además de evaluar los efectos de las variables independientes conjuntamente. Hay dos tipos de efectos a evaluar: los efectos de cada variable independiente, también llamados efectos principales y los efectos de interacción entre dos o más variables independientes.”

Se realizaron ensayos por duplicado para que los dos ensayos tuvieran prácticamente las mismas condiciones. No se llevaron a cabo más de dos réplicas, puesto que esto da como resultado un número muy alto de tratamientos y por consiguiente un tiempo de experimentación muy extenso porque para probar cada empaque dentro de la columna se debía detener la producción por lo menos por cinco días mientras se retiraba un empaque y se introducía el nuevo empaque.

Posteriormente se calcula el número de tratamientos para cada material de empaque utilizado a partir de la siguiente fórmula:

$$N_{tratamientos} = (Niveles^{Variables\ independientes}) * \#Repeticiones$$

Para la alúmina neutra microporosa:

$$N_{tratamientos} = (3^3) * 2 = 18$$

Para la sílica fundida:

$$N_{tratamientos} = (3^3) * 2 = 18$$

²¹ RAMÓN S, G. Diseños Experimentales. Obtenido de:
http://viref.udea.edu.co/contenido/menu_alterno/apuntes/ac37-diseno_experiment.pdf

Obteniendo un total de 36 tratamientos distintos.

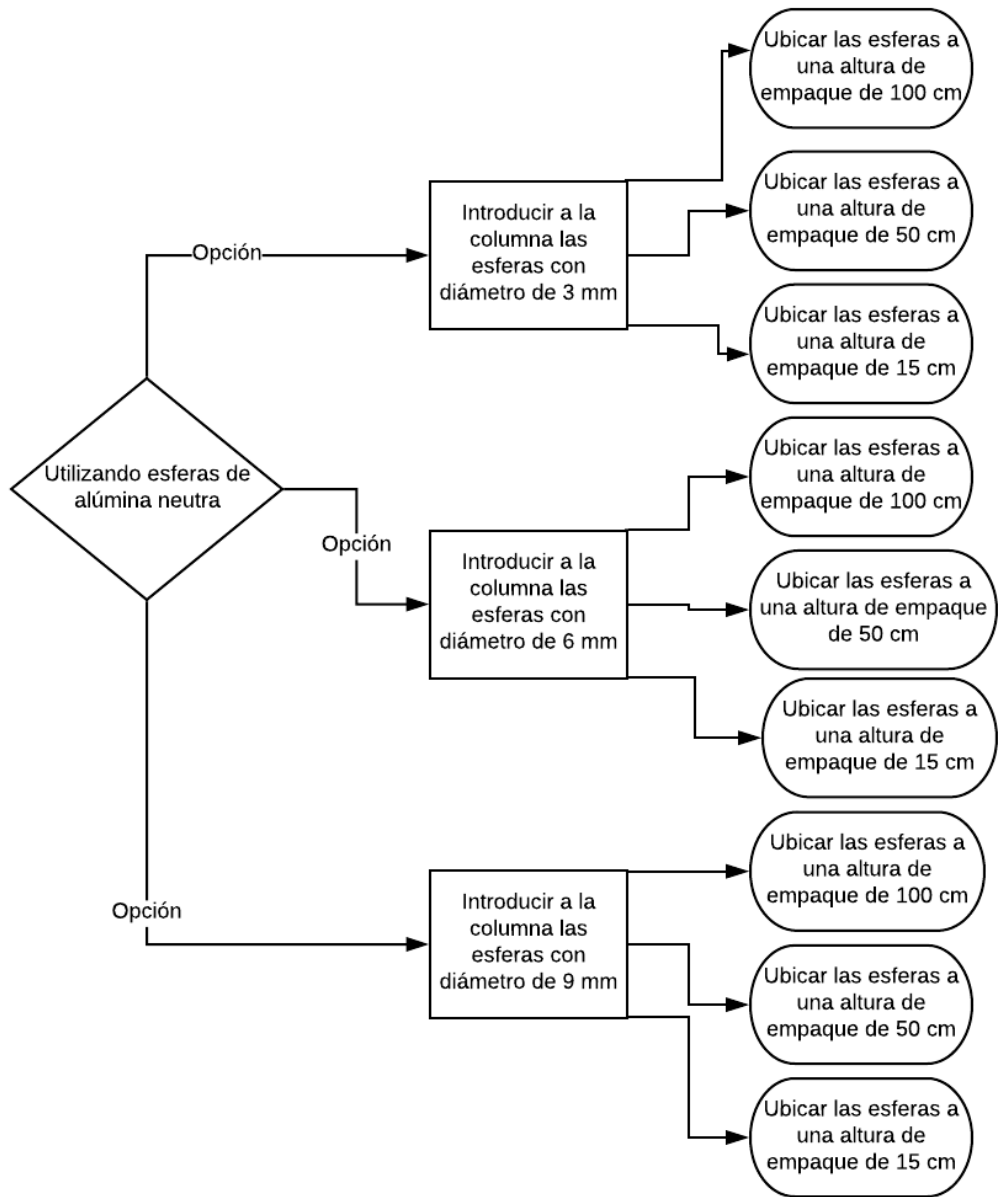
Para obtener valores de la velocidad de destilación del glicerol formal se utilizaron diferentes métodos de medición para cada variable. Se tomaron datos sobre el tiempo que se demoraba obtener una determinada cantidad de glicerol formal, para así poder calcular un caudal y a partir de este caudal obtener la velocidad de destilación del glicerol formal. Hay que tener claridad respecto a lo que se entiende por velocidad de destilación del glicerol formal dentro del proceso realizado. En este caso la velocidad de destilación que se obtuvo fue a la salida del sistema, después de que el glicerol formal era condensado al pasar a través del intercambiador de calor. Se hace esta aclaración debido a que también se puede confundir esta velocidad de destilación con la velocidad correspondiente a los vapores dentro de la columna empacada, lo cual es más complicado de calcular, ya que no se tiene acceso a una manera de medir el caudal en este punto del proceso y además los datos que interesan para el estudio son a la salida del sistema.

Para medir la presión del sistema a la salida de la bomba se dispuso de un vacuómetro, a partir del cual se pudo medir también la presión de vacío dentro del reactor ubicando el vacuómetro en una entrada del reactor. Las temperaturas de ebullición del glicerol formal se midieron por medio de un indicador de temperatura de tipo PT100 que se encontraba ubicado en la parte superior del tanque por donde salía el vapor después de atravesar el empaque de la columna. Para determinar la calidad del glicerol formal se hicieron análisis físico químicos en el laboratorio; para determinar la humedad se utilizó el método de Karl Fischer y el pH se midió a partir de un potenciómetro. Se realizaron también análisis de cromatografía de gases o HPLC para determinar la pureza del glicerol formal.

El tipo de material de relleno en la columna fueron esferas de sílica fundida y esferas micro porosas de alúmina neutra. Se utilizaron tres tamaños distintos para cada material y tres alturas distintas del empaque dentro de la columna. Se utilizaron tres tamaños distintos para cada material debido a que en el mercado se encuentran tamaños diferentes tanto para las esferas microporosas de alúmina neutra como para las esferas de sílica fundida. Las alturas de empaque fueron las mismas para los dos materiales ya que este factor solo dependía del experimentador y de la cantidad disponible de esferas con lo cual se contó sin limitación alguna.

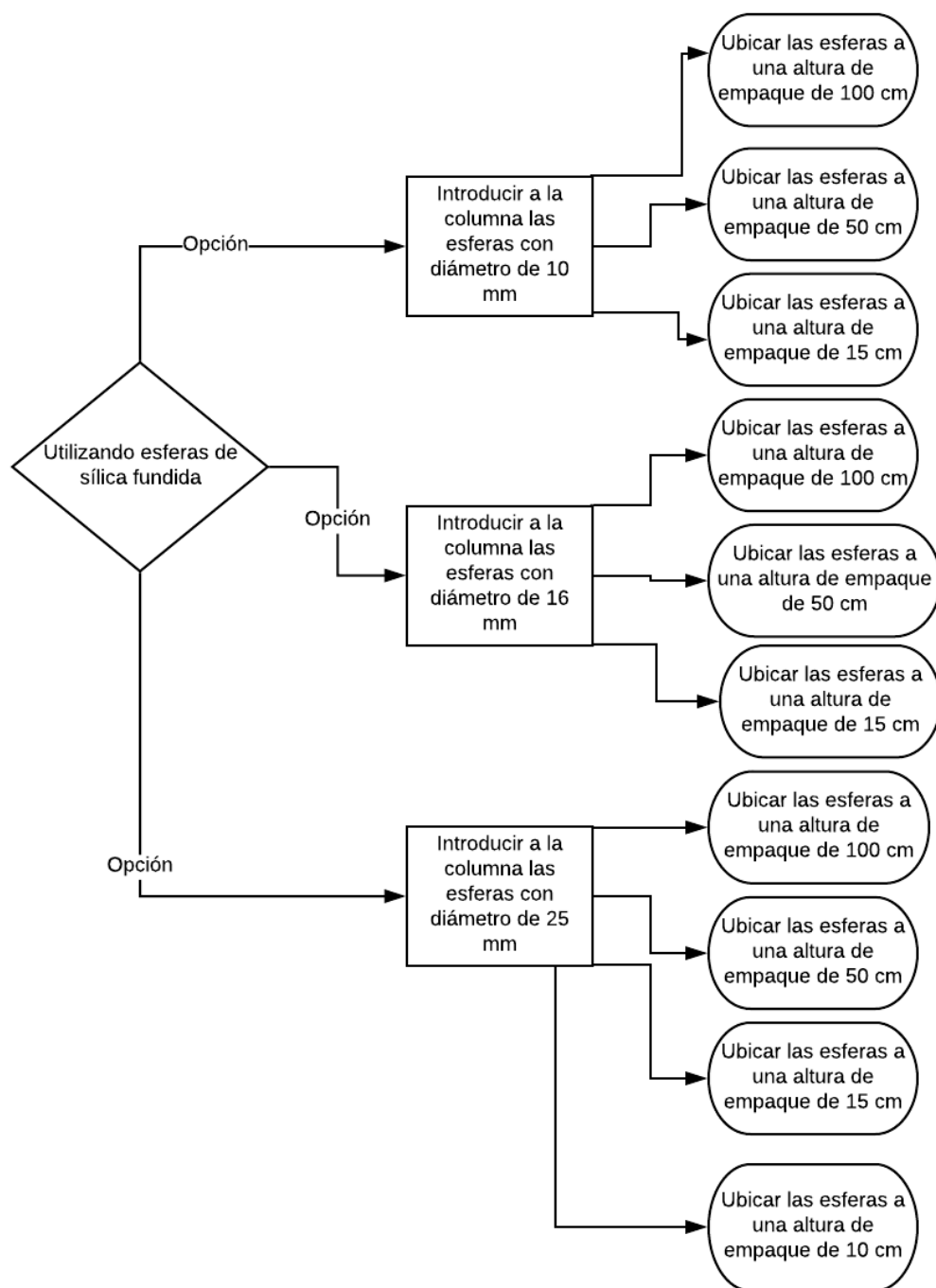
El desarrollo metodológico conceptual se realizó de la siguiente manera para cada material distinto de empaque. La metodología para las esferas de alúmina neutra se puede observar en la **Figura 14** y para las esferas de sílica fundida en la **Figura 15**:

Figura 11. Metodología para esferas de alúmina neutra.



Fuente: elaboración propia

Figura 12. Metodología para esferas de sílica fundida.



Fuente: elaboración propia

3.3 DESARROLLO DE LA EXPERIMENTACIÓN

La base de todas las operaciones de destilación son las columnas de destilación y dependiendo de los requerimientos del proceso y las condiciones de operación existen variedad de columnas, por ejemplo las columnas de platos o las columnas empacadas.

Para la destilación al vacío de glicerol formal se utiliza una columna empacada, siendo este tipo de columnas particularmente útiles cuando la caída de presión del vapor debe ser pequeña, como en las destilaciones a baja presión²². Como se hace uso de una columna de destilación empacada para la obtención de glicerol formal, se decidió realizar la experimentación modificando el relleno y la altura de empaque dentro de la columna, con el fin de determinar cuál clase de relleno y que altura de empaque permiten obtener una velocidad de destilación mayor obteniendo un producto de buena calidad. Para ello se dispuso de un relleno esférico irregular de dos materiales distintos (sílica fundida y alúmina neutra microporosa), y se usaron tres tamaños de partícula diferentes para cada material.

En la **Tabla 2** se exponen las dimensiones disponibles para cada material de empaque.

Tabla 2. Dimensiones del relleno esférico irregular para cada material.

Diámetro del material esférico (mm)	
Alúmina neutra micro porosa	Sílica fundida
3	10
6	16
9	25

Fuente: elaboración propia.

La altura del empaque se modificó para cada uno de los tres tamaños de cada material. Se experimentó con tres alturas de empaque diferentes; 100 cm, 50 cm y 15 cm. Para las esferas de sílica fundida de mayor diámetro se evaluó una altura de empaque de 10 cm, ya que se pudo notar mediante la observación del proceso y la experimentación una tendencia de mejora cuando la altura de empaque es menor. Al realizar los diferentes ensayos variando cada una de las características del empaque, se obtuvieron las siguientes posibilidades de empaque en la **Tabla 3**.

²² TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: McGraw-Hill, 1980. 472 p. ISBN 9789686046342.

Tabla 3. Número de experimentos para cada empaque con características distintas.

Número de experimento	Material	Diámetro de partícula (mm)	Altura de empaque (cm)
1	Alúmina neutra	3	100
2		3	50
3		3	15
4		6	100
5		6	50
6		6	15
7		9	100
8		9	50
9		9	15
10	Sílica fundida	10	100
11		10	50
12		10	15
13		16	100
14		16	50
15		16	15
16		16	10
17		25	100
18		25	50
19		25	10

Fuente: elaboración propia.

Para cada una de estas 19 posibilidades se registraron algunas variables importantes para poder obtener conclusiones ligadas a la velocidad de destilación. Las variables que se registraron fueron la temperatura dentro del tanque en el momento en que se empezó a obtener glicerol formal, la presión del sistema, el caudal de salida y la calidad del producto.

La temperatura en la parte superior del tanque cuando se empieza a obtener el glicerol formal indica la temperatura aproximada de ebullición del glicerol formal. Al obtener este valor de la temperatura de ebullición se puede llegar a conclusiones sobre la velocidad de destilación, debido a que entre menor sea esta temperatura

de ebullición, más rápido se podrá obtener el glicerol formal. Es de gran importancia tener en cuenta que cuando la temperatura en el tanque alcanza los 130°C se empieza a afectar la calidad del glicerol formal y cuando la temperatura en el tanque llega a los 140°C el glicerol formal se empieza a descomponer.

La presión del sistema se registra, tanto dentro del tanque como a la salida de la bomba. La presión del sistema debe ser medida a la salida de la bomba para poder determinar si la bomba está trabajando con su máxima capacidad o si lo está haciendo con un vacío menor. Al registrar las presiones del sistema se pudieron realizar comparaciones respecto a la pérdida de vacío que ocasionaba cada empaque. Además es importante resaltar que las pérdidas de vacío son grandes desde donde la bomba genera el vacío hasta el interior del tanque. Por lo general, el vacuómetro que está ubicado a la salida de la bomba registra una presión manométrica de -22 in Hg y la presión manométrica registrada dentro del tanque disminuye a -21 in Hg. Esta diferencia de 1 in Hg parece insignificante, pero realmente al pasar estas presiones manométricas a la presión absoluta se tiene una gran diferencia, ya que la presión de vacío absoluta que pueden generar las bombas cuando el vacuómetro indica -21 in Hg es de 30,3 mm Hg y la presión dentro del reactor cuando el vacuómetro registra una presión de -20 in Hg es de 55 mm Hg. De lo anterior podemos deducir que la caída del vacío de las bombas al interior del tanque es grande. Entre más se aproxima la presión absoluta a cero, mejor es el vacío y menor es el punto de ebullición del glicerol formal.

Es importante registrar el caudal de salida, debido a que tiene una directa relación con la velocidad de destilación del glicerol formal. Por lo tanto el caudal de salida se puede interpretar como la velocidad de destilación. Debido a que no se tiene acceso a un flujómetro, el caudal de salida se obtiene mediante la ecuación 4, registrando el tiempo (t) que se demora obtener un volumen (V) determinado de producto. En el proceso se va a medir la cantidad másica obtenida en cada lote y el tiempo que toma obtener esta cantidad determinada para así poder obtener el caudal.

$$Q = \frac{V}{t} \text{ [L/s]} \quad (4)$$

Después de obtener el glicerol formal se realizan diferentes ensayos físico-químicos, entre los cuales se determina la calidad del producto, la cual depende de unos rangos permisibles para el glicerol formal estipulados en el certificado de análisis del glicerol formal en el **ANEXO A**. Cada parámetro de calidad que fue medido se expone en el **ANEXO B**, donde se presentan los resultados para el último experimento realizado, medidos en el laboratorio de calidad. Estos resultados de la calidad del glicerol formal contienen el valor del pH medido por medio de un potenciómetro, la humedad relativa medida por medio del método de Karl Fisher

que consta de un equipo específico y el porcentaje de pureza, también conocido como valoración que fue medido por medio de un cromatógrafo de gases. Los resultados expuestos en el **ANEXO B** se presentan solo para el último experimento realizado debido a que si se tomaran en cuenta todos los experimentos, se tendrá una cantidad muy extensa de anexos.

Debido a que la calidad del glicerol formal es un factor fundamental para que el producto se pueda comercializar, se debe incluir como una variable dependiente relevante dentro de la destilación.

En la **Tabla 4** se exponen los resultados obtenidos para cada uno de los 19 experimentos de empaques distintos propuestos para la destilación de glicerol formal.

Tabla 4. Resultados obtenidos para cada los distintos empaques de la columna.

Experimento	Presión tanque (in Hg)	Presión bombas (in Hg)	°T ebullición del G.F (°C)	Volúmen del lote (L)	Tiempo obtención(horas)	Caudal (L/h)	Pureza %	Humedad %	pH
1	-21	-22	150	-	-	-	-	-	-
2	-21	-22	150	-	-	-	-	-	-
3	-21	-22	145	206.6	8	25.8	97.0	1	3
4	-21	-22	150	-	-	-	-	-	-
5	-21	-22	150	-	-	-	-	-	-
6	-21	-22	135	206.6	8	25.8	97.8	1	3
7	-21	-22	150	-	-	-	-	-	-
8	-21	-22	140	206.6	8	25.8	98.1	1	3
9	-21	-22	130	206.6	8	25.8	98.3	1	3.1
10	-21	-22	150	-	-	-	-	-	-
11	-21	-22	137	206.6	8	25.8	98.3	1	3.2
12	-21	-22	128	206.6	8	25.8	98.4	1	3.2
13	-21	-22	150	206.6	-	-	-	-	-
14	-21	-22	135	206.6	7.5	27.5	98.5	0.8	3.4
15	-21	-22	123	206.6	7.5	27.5	98.6	0.6	3.8
16	-21	-22	121	206.6	7	29.5	98.6	0.45	4.3
17	-21	-22	150	206.6	-	-	-	-	-
18	-21	-22	132	206.6	7	29.5	98.7	0.42	4.1
19	-21	-22	120	206.6	7	29.5	99.3	0.2	4.8

Fuente: elaboración propia

*Para las temperaturas de ebullición del glicerol formal que tienen un valor mayor o igual a 150°C, no se evidencian los datos debido a que cuando alcanza dicha temperatura se detiene el proceso por cuestiones de seguridad, en la mayoría de los casos no se alcanza a destilar glicerol formal. Además por encima de los 140 °C el glicerol formal se descompone parcialmente. Por lo tanto para los valores mayores o iguales a 150°C no se tendrán en cuenta los datos. La cantidad de

formaldehído para la calidad del producto no se incluirá, ya que para todos los ensayos se cumple con el rango permisible de formaldehído (menor a 200 ppm).

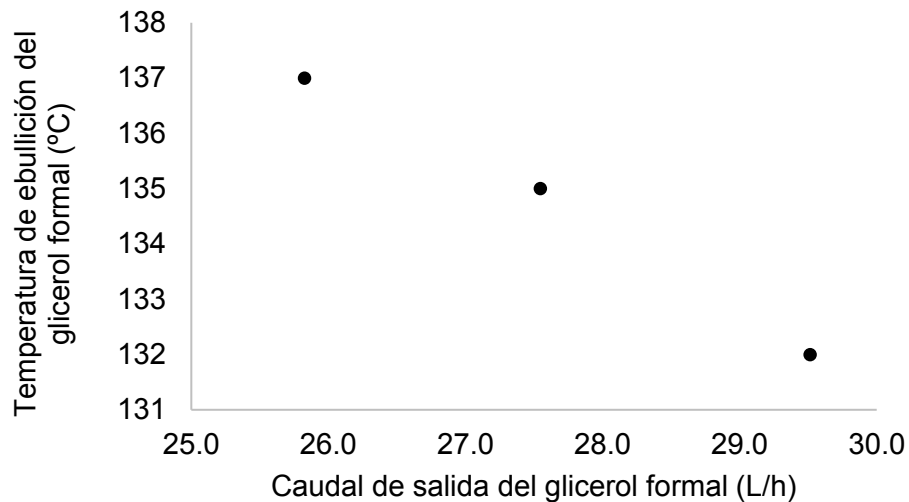
3.4 DISCUSIÓN DE RESULTADOS Y SELECCIÓN DE LA MEJOR ALTERNATIVA DE EMPAQUE

A partir de la experimentación se obtuvieron resultados muy afines a las consultas bibliográficas realizadas, a los conceptos teóricos extraídos de algunos libros y a las tendencias observadas previamente para el desarrollo del proceso.

De la experimentación realizada se puede extraer suficiente información para obtener conclusiones sobre cómo se relacionan las características geométricas de los empaques, la distribución de las partículas de empaque y su material de fabricación con respecto a la temperatura de ebullición del glicerol formal, la velocidad de destilación del glicerol formal y la calidad del glicerol formal.

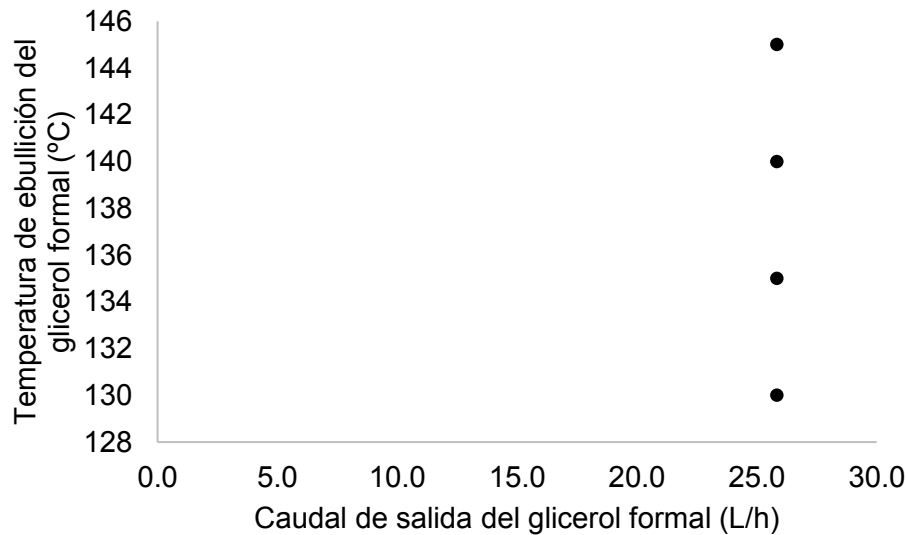
3.4.1 Efecto de las diferentes alternativas de empaque en la temperatura de ebullición y la velocidad de destilación del glicerol formal. Para empezar se logra comprobar mediante la experimentación que el valor de la temperatura de ebullición del glicerol formal tiene una relación inversamente proporcional con la velocidad de destilación al utilizar diferentes tipos de empaque para la columna. Cuanto más se disminuye la temperatura de ebullición del glicerol formal, se obtienen mayores caudales de salida para el glicerol formal. A diferencia del empaque esférico de alúmina neutra, utilizando un empaque esférico de sílica fundida se puede ver una tendencia más clara para la relación entre temperatura de ebullición y el caudal de salida del glicerol formal, debido a que utilizando las esferas de sílica fundida el caudal de salida si varía en comparación a cuando se utilizan esferas de alúmina neutra que no hay variación en el caudal. La relación entre el caudal de salida y la temperatura de ebullición del glicerol formal utilizando las esferas de sílica fundida se puede ver en la **Figura 16** y en la **Figura 17** se puede observar la misma relación pero utilizando las esferas de alúmina neutra.

Gráfica 4. Relación entre la temperatura de ebullición y el caudal de salida para el glicerol formal utilizando un empaque esférico de sílica fundida.



Fuente: elaboración propia

Gráfica 5. Relación entre la temperatura de ebullición y el caudal de salida para el glicerol formal utilizando un empaque esférico de alúmina neutra.



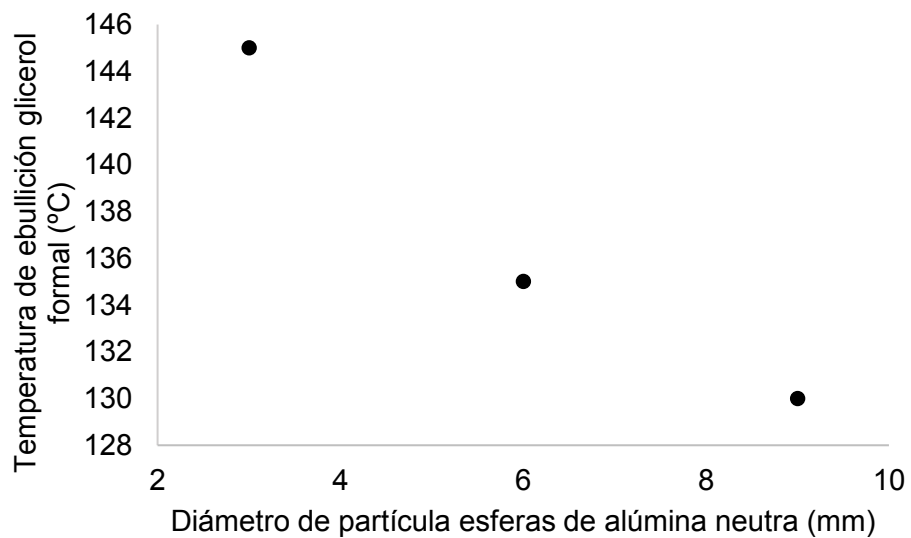
Fuente: elaboración propia

Como se puede ver al observar el proceso, la temperatura de ebullición del glicerol formal puede variar fuertemente al modificar la presión de vacío dentro del sistema. Pero a partir de la experimentación se puede notar como también el diámetro de las partículas del empaque y la altura de empaque afectan el valor de la temperatura

de ebullición del glicerol formal y por lo tanto el caudal de salida del glicerol formal. En este caso el comportamiento de la temperatura de ebullición del glicerol formal respecto al diámetro de partícula del empaque y a la altura de empaque es muy similar para los dos materiales utilizados (alúmina neutra y sílica fundida).

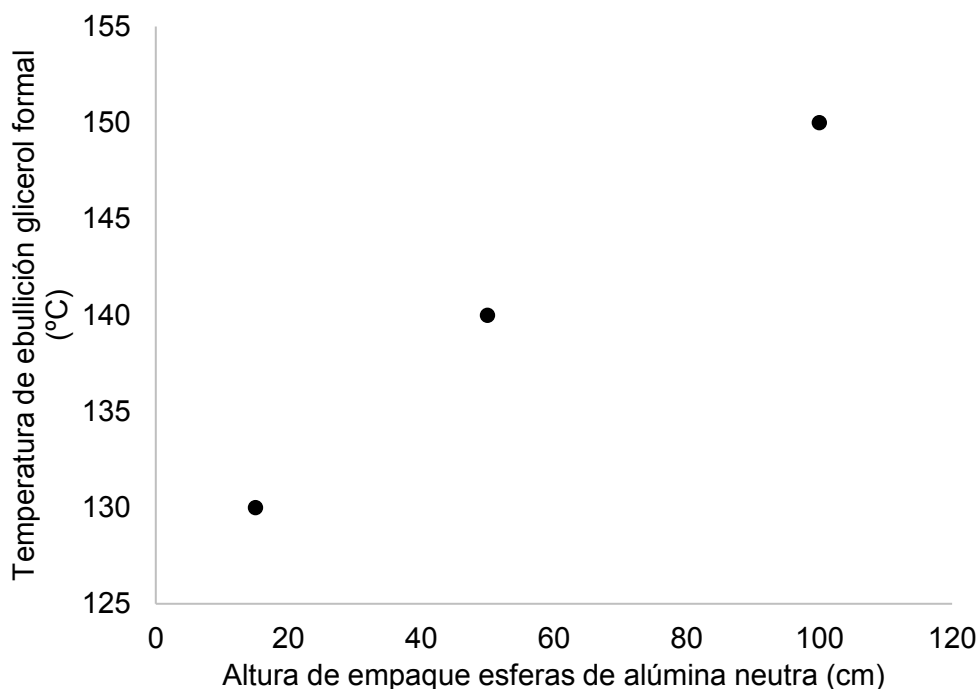
En la **Figura 18** se puede notar como al aumentar el diámetro de partícula para las esferas de alúmina neutra, disminuye la temperatura de ebullición del glicerol formal. Mientras que en la **Figura 19** se puede observar como al disminuir la altura de empaque de esferas de alúmina neutra, disminuye la temperatura de ebullición del glicerol formal.

Gráfica 6. Relación entre el diámetro de partícula de las esferas de alúmina neutra y la temperatura de ebullición del glicerol formal.



Fuente: elaboración propia

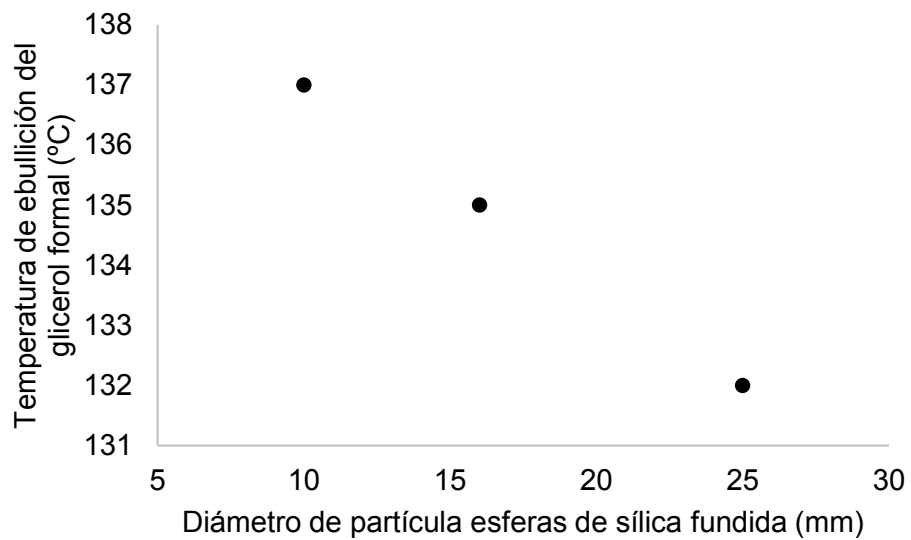
Gráfica 7. Relación entre la altura de empaque para las esferas de alúmina neutra y la temperatura de ebullición del glicerol formal.



Fuente: elaboración propia

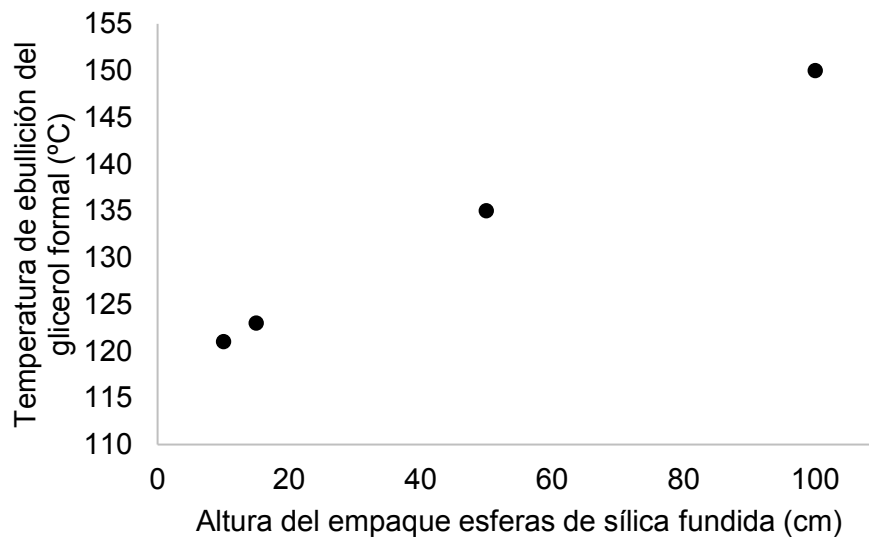
Al utilizar esferas de sílica fundida se observa en la **Figura 20** como disminuye la temperatura de ebullición del glicerol formal a medida que aumenta el diámetro de partícula. Mientras que en la **Figura 21** se incluye una altura de 10 cm y se continúa observando como al disminuir la altura de empaque para las esferas de sílica fundida, disminuye la temperatura de ebullición del glicerol formal.

Gráfica 8. Relación entre el diámetro de partícula de las esferas de sílica fundida y la temperatura de ebullición del glicerol formal.



Fuente: elaboración propia

Gráfica 9. Relación entre la altura de empaque para las esferas de sílica fundida y la temperatura de ebullición del glicerol formal.



Fuente: elaboración propia

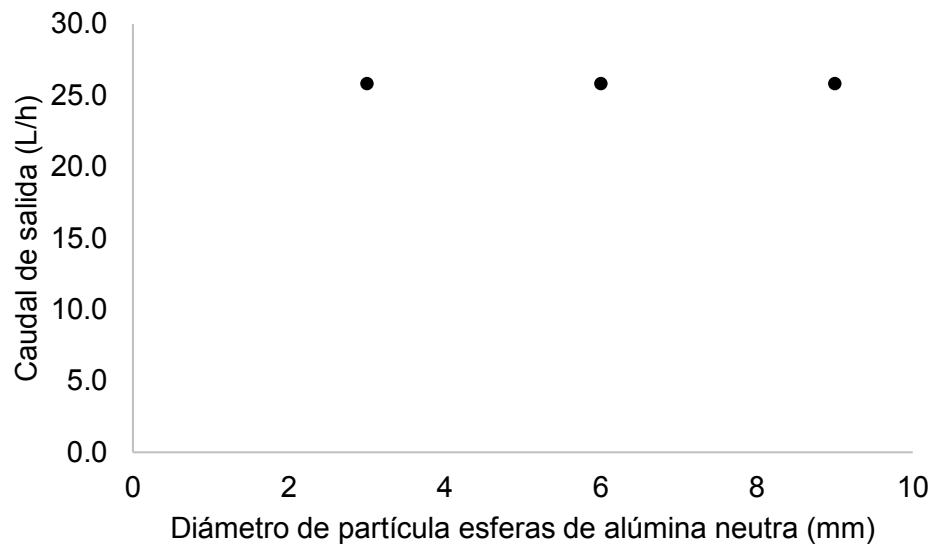
Por lo tanto se puede ver como en ambos casos, al utilizar cualquiera de los dos materiales propuestos (alúmina neutra y sílica fundida), es conveniente utilizar los

empaques con los mayores diámetros de partícula; de 9 mm para esferas de alúmina neutra y de 25 mm para esferas de sílica fundida, y las menores alturas de empaque; de 10 cm para cualquiera de los dos materiales de empaque. Bajo estos criterios es posible reducir la temperatura de ebullición del glicerol formal, lo cual se ve reflejado en un ahorro de energía y en una obtención más rápida del producto.

Para complementar, en la **Figura 22** y la **Figura 23** se puede observar que al variar el diámetro de partícula de 3 mm a 9 mm y la altura de empaque de 15 cm a 50 cm para las esferas de alúmina neutra, no se produce ningún cambio en el caudal de salida del glicerol formal. Para el caso de la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra, solo se utilizan dos puntos debido a que solo se tienen en cuenta las alturas de 15 cm y 50 cm porque para una altura de empaque de 100 cm, la obtención del glicerol formal tardaría mucho más de 8 horas, teniendo en cuenta que además la temperatura dentro del tanque aumenta por encima de los 150°C y a esta temperatura se descompone parcialmente el glicerol formal.

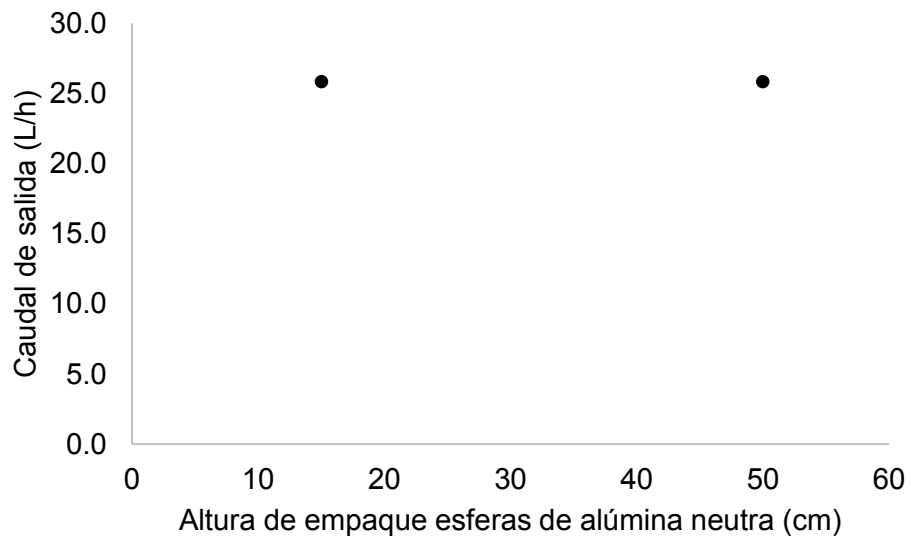
Para las esferas de sílica fundida si se puede observar un cambio en el caudal de salida del glicerol formal con respecto al diámetro de partícula y la altura de empaque en la **Figura 24** y la **Figura 25**. Al utilizar esferas de sílica fundida se observa un aumento del caudal de salida del glicerol formal al aumentar el diámetro de partícula de las esferas a 25 mm y al reducir la altura de empaque a 10 cm. Como se puede ver en la **Figura 25**, para las esferas de sílica fundida la altura de empaque de 15 cm a 50 cm no generan cambios en el caudal de salida del glicerol formal. Sin embargo a medida que se reduce la altura de empaque se observa una tendencia de aumento en el caudal de salida del glicerol formal.

Gráfica 10. Relación entre el caudal de salida del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de alúmina neutra.



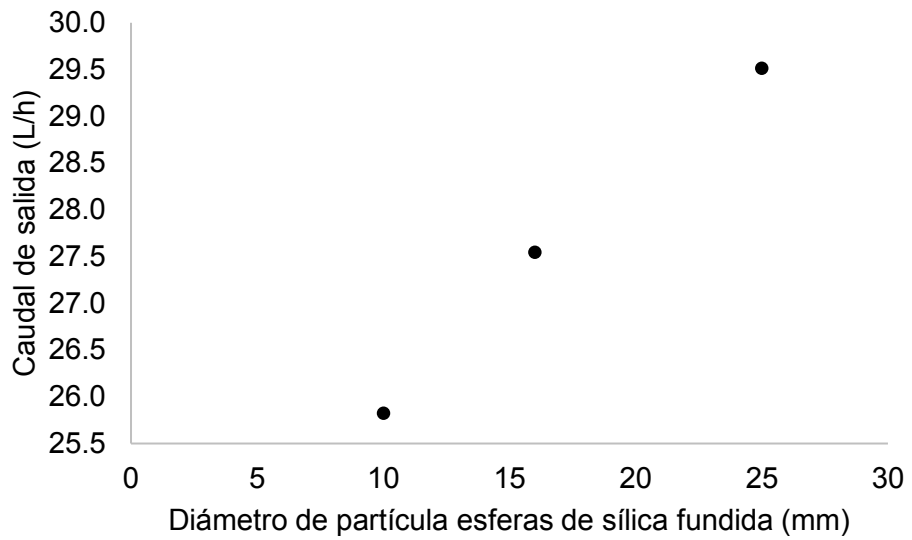
Fuente: elaboración propia

Gráfica 11. Relación entre el caudal de salida de destilación del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra.



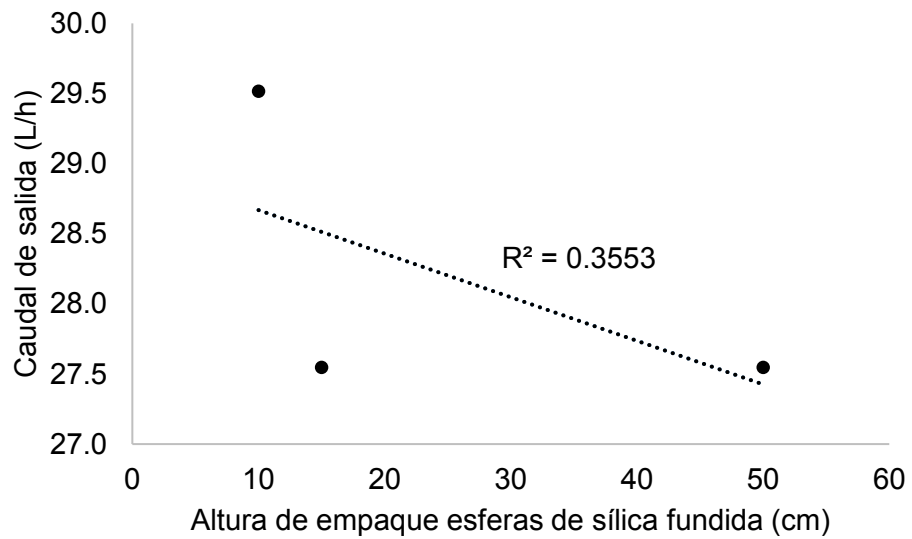
Fuente: elaboración propia

Gráfica 12. Relación entre el caudal de salida del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de sílica fundida.



Fuente: elaboración propia

Gráfica 13. Relación entre el caudal de salida del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de sílica fundida.

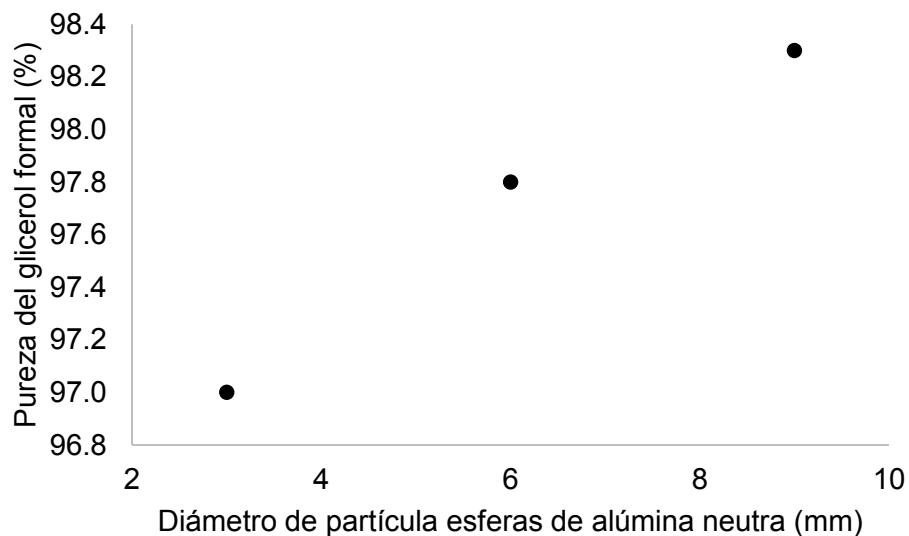


Fuente: elaboración propia

3.4.2 Relación entre las alternativas de empaque y los parámetros de calidad para el glicerol formal. Obtener un producto de manera rápida y ahorrando energía son características muy positivas para cualquier tipo de proceso, pero no se debe dejar a un lado otra característica muy importante para el producto final como lo es la calidad del mismo. Para ello se realizaron pruebas en el laboratorio de análisis de calidad para cada muestra utilizando cada uno de los empaques propuestos con el fin de determinar tres factores relevantes en la calidad del glicerol formal; el porcentaje de humedad, el pH, el porcentaje de pureza y la cantidad de formaldehído en la muestra. Los rangos permisibles para cada uno de estos parámetros de calidad se encuentran en el Anexo A.

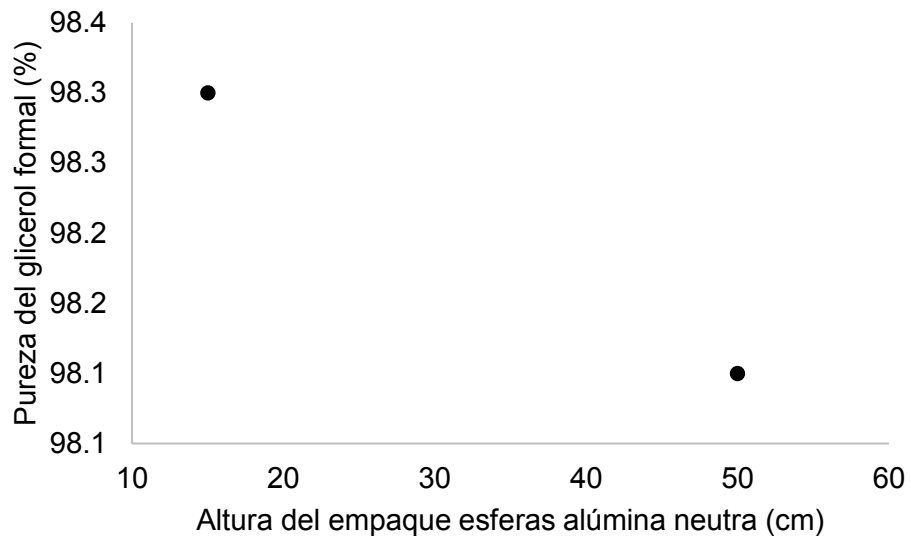
3.4.2.1 Parámetros de calidad para las esferas de alúmina neutra. En la **Figura 26** y la **Figura 27**, respectivamente, se observa como es afectada la pureza del glicerol formal al variar el diámetro de partícula y la altura de empaque para esferas de alúmina neutra. Se distingue de manera clara que al aumentar el diámetro de partícula a 9 mm y al disminuir la altura de empaque a 15 cm se obtiene una mejor pureza, en este caso más cercana al 100%.

Gráfica 14. Relación entre la pureza del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de alúmina neutra.



Fuente: elaboración propia

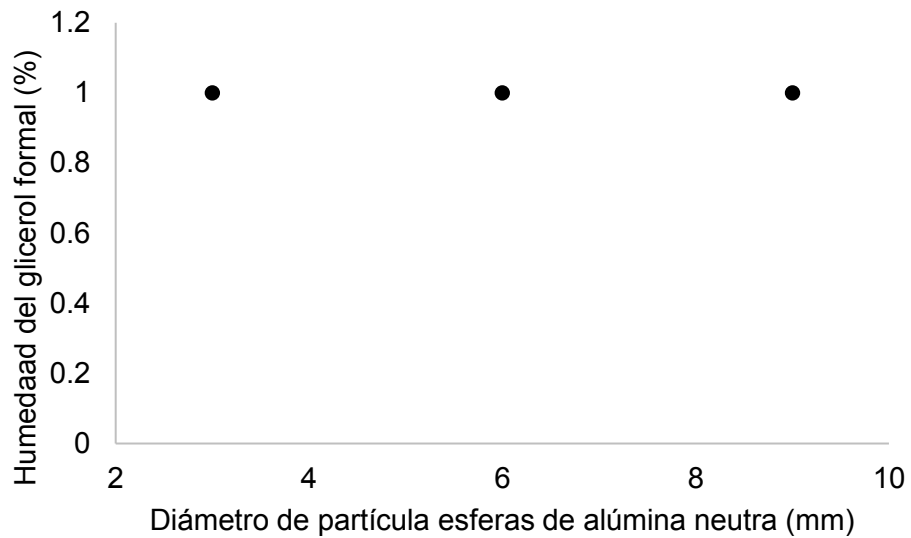
Gráfica 15. Relación entre la pureza del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra.



Fuente: elaboración propia

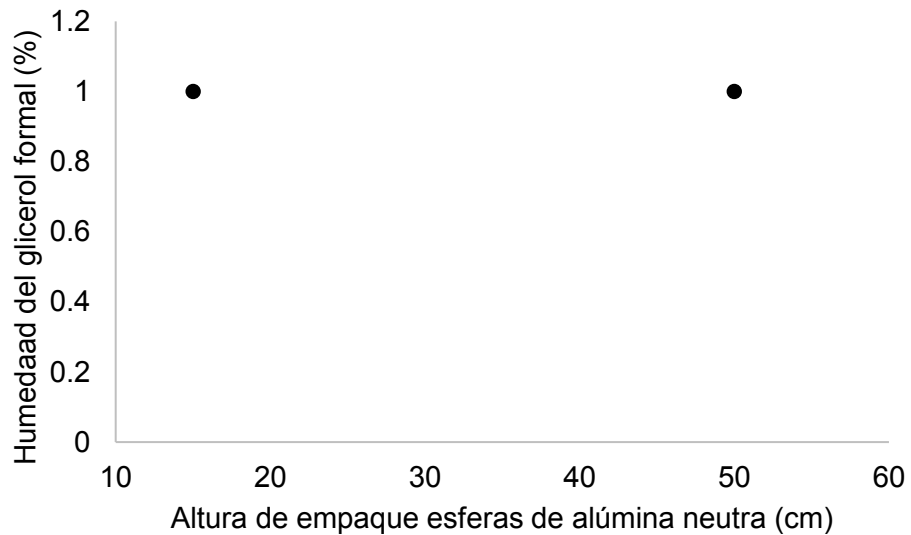
En la **Figura 28** y la **Figura 29**, respectivamente, se observa como es afectado el porcentaje de humedad del glicerol formal al variar el diámetro de partícula y la altura de empaque para esferas de alúmina neutra. Tanto al variar el diámetro de partícula como al variar la altura de empaque para las esferas de alúmina neutra, no se observa ninguna alteración en el porcentaje de humedad para el glicerol formal.

Gráfica 16. Relación entre el porcentaje de humedad del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de alúmina neutra.



Fuente: elaboración propia

Gráfica 17. Relación entre el porcentaje de humedad del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra.

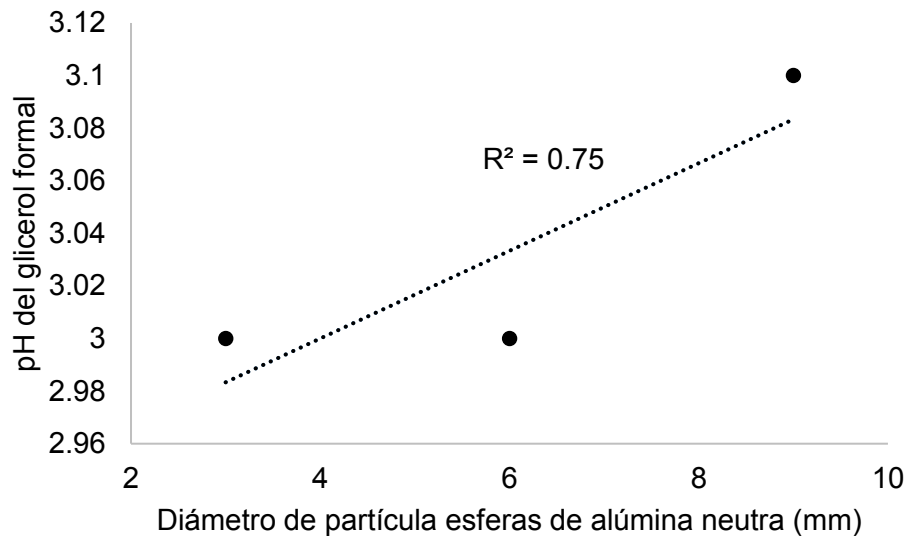


Fuente: elaboración propia

En la **Figura 30** y la **Figura 31**, respectivamente, se observa como es afectado el pH del glicerol formal al variar el diámetro de partícula y la altura de empaque para esferas de alúmina neutra. Cuando varía el diámetro de partícula para las esferas de alúmina neutra de 3 mm a 6 mm no hay un cambio significativo en el pH del

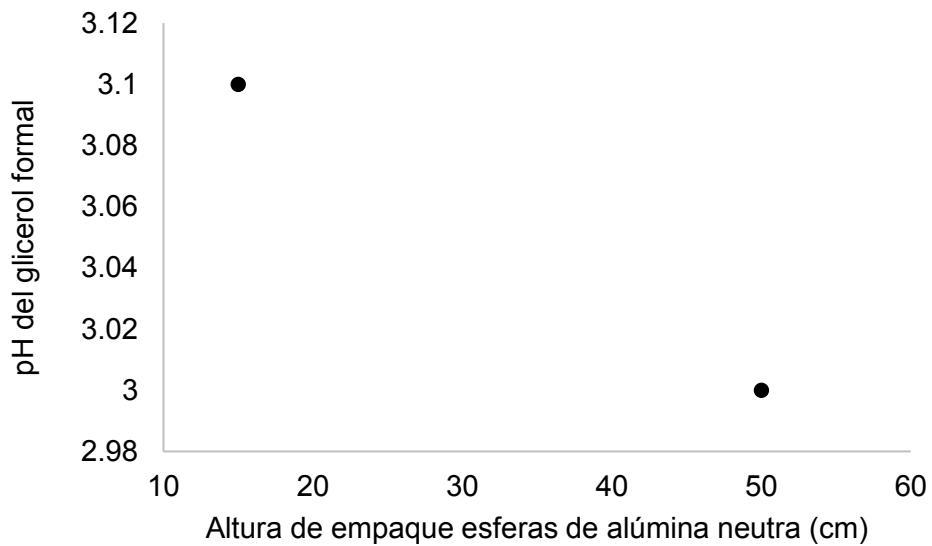
glicerol formal, pero al aumentar el diámetro de las esferas a 9 mm, el pH del glicerol formal aumenta desde 3 hasta 3,1. Por otro lado, al reducir la altura de empaque, el pH también incrementa hasta un valor de 3,1.

Gráfica 18. Relación entre el pH del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de alúmina neutra.



Fuente: elaboración propia

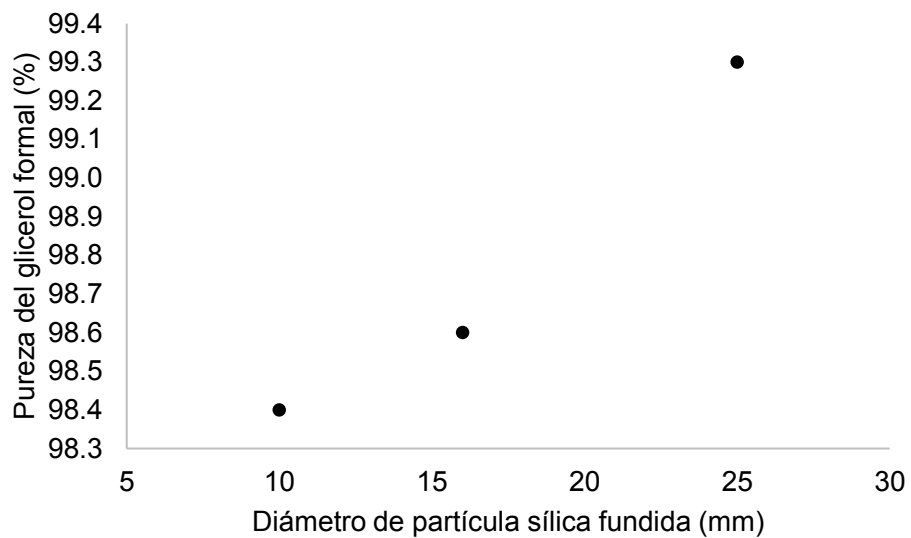
Gráfica 19. Relación entre el pH del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de alúmina neutra.



Fuente: elaboración propia

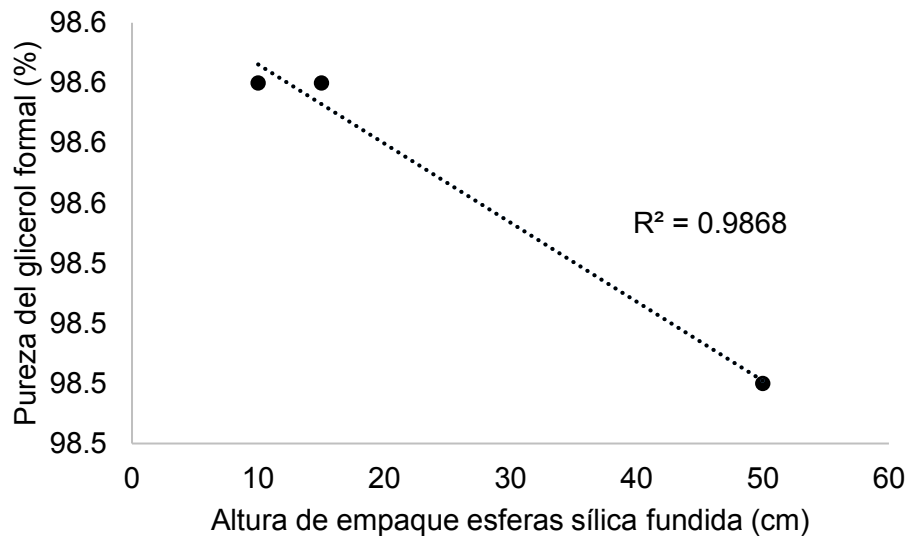
3.4.2.2 Parámetros de calidad para las esferas de sílica fundida. En la **Figura 32** y en la **Figura 33**, respectivamente, se observa cómo se afecta la pureza del glicerol formal al variar el diámetro de partícula y la altura de empaque para esferas de sílica fundida. Al aumentar el diámetro de partícula hasta 25 mm se obtiene una pureza del 99.3% y en el caso de las alturas de empaque se obtienen mejores resultados para las alturas de empaque más bajas, en este caso alturas de 15 cm y 10 cm. La pureza del glicerol formal no varía entre el rango de 10 cm a 15 cm de altura de empaque cuando se utiliza un diámetro de partícula de 16 mm.

Gráfica 20. Relación entre la pureza del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de sílica fundida.



Fuente: elaboración propia

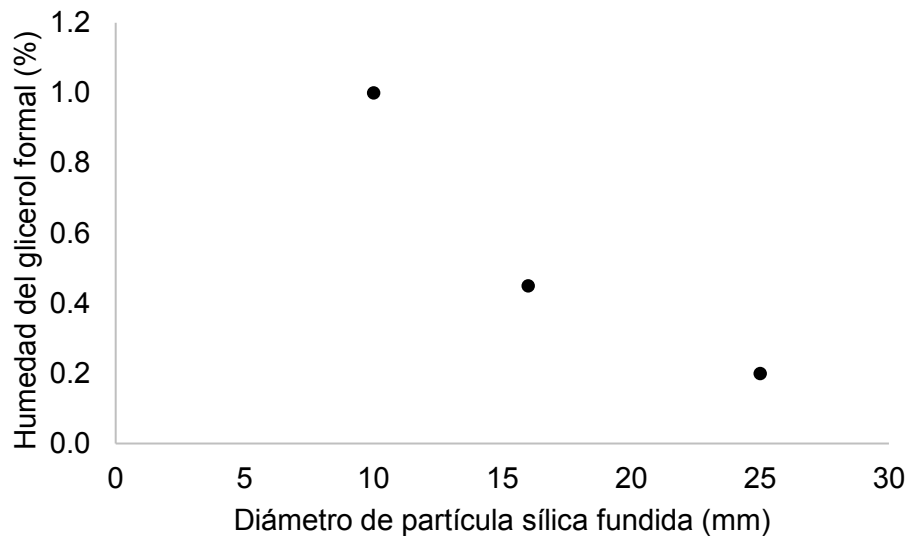
Gráfica 21. Relación entre la pureza del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de sílica fundida.



Fuente: elaboración propia

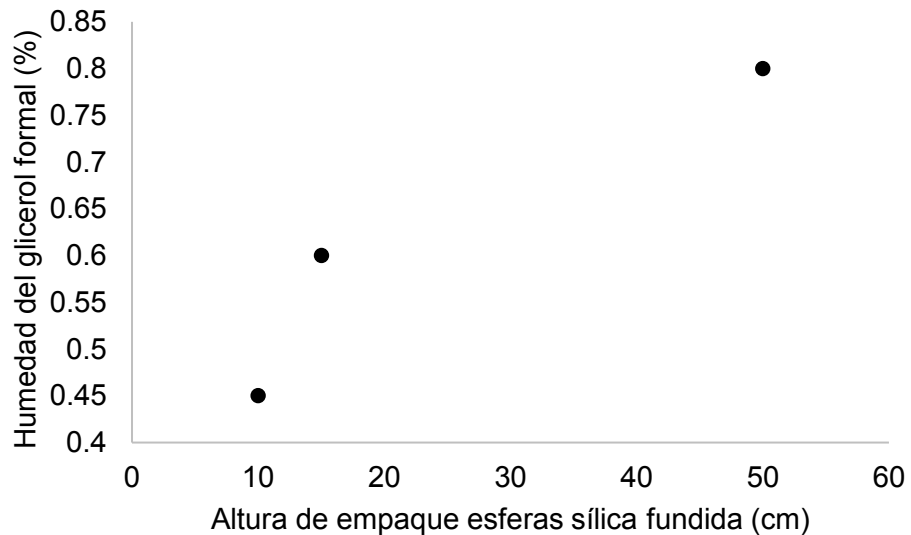
En la **Figura 34** y en la **Figura 35**, respectivamente, se observa cómo es afectado el porcentaje de humedad del glicerol formal al variar el diámetro de partícula y la altura de empaque para esferas de sílica fundida. Al aumentar el diámetro de partícula se observa un mejor porcentaje de humedad para el producto, ya que para un diámetro de partícula de 10 mm el porcentaje de humedad es de 1% y para un diámetro de partícula de 25 mm el porcentaje de humedad se disminuye a un 0.2%. Para las alturas de empaque utilizando esferas con diámetro de partícula de 16 mm se tienen mejores resultados en el porcentaje de humedad cuando se reduce la altura de empaque a 10 cm, obteniendo un porcentaje de humedad de 0.45%, ya que por el contrario con una altura de empaque de 50 cm se obtiene un porcentaje de humedad para el glicerol formal de 0.8%.

Gráfica 22. Relación entre el porcentaje de humedad del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de sílica fundida.



Fuente: elaboración propia

Gráfica 23. Relación entre el porcentaje de humedad del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de sílica fundida.

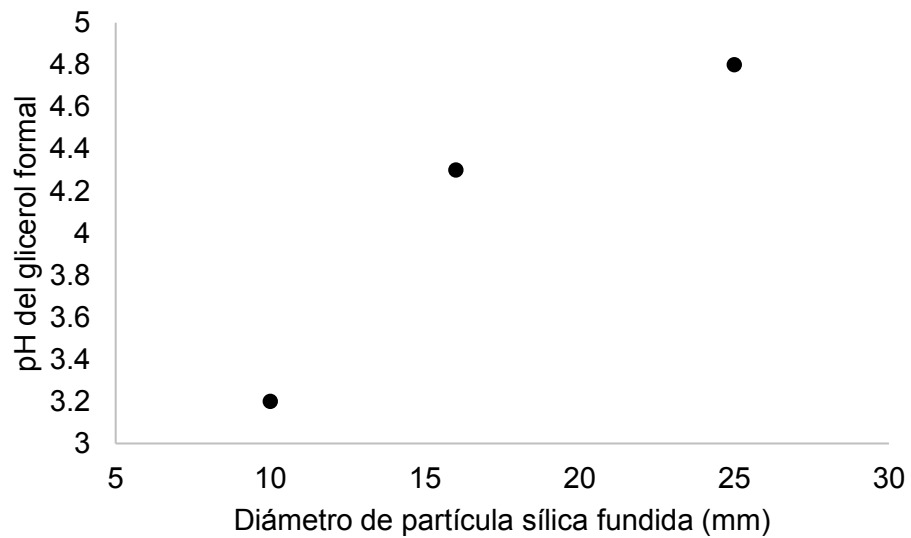


Fuente: elaboración propia

En la **Figura 36** y la **Figura 37**, respectivamente, se observa como es afectado el pH del glicerol formal al variar el diámetro de partícula y la altura de empaque para

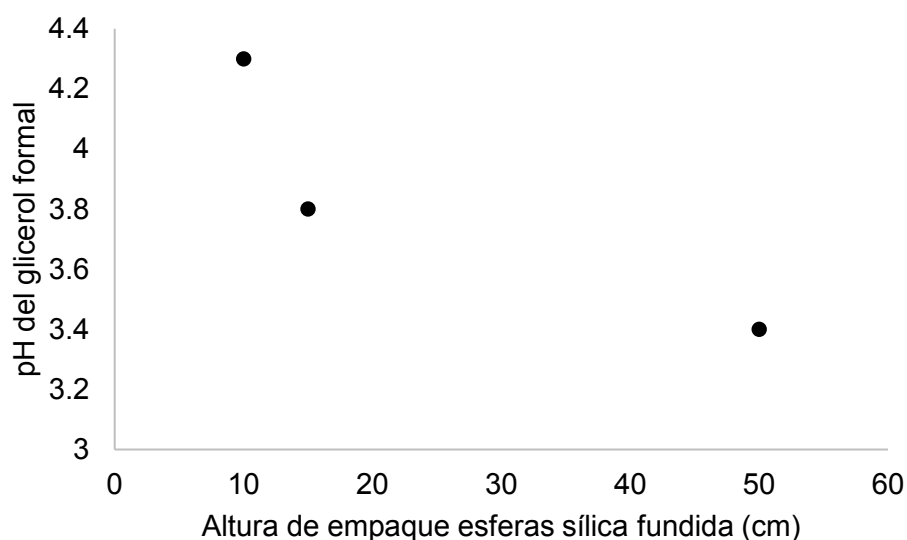
esferas de sílica fundida. Cuando se aumenta el diámetro de partícula se puede observar un incremento en el valor del pH del glicerol formal. Para un diámetro de partícula de 10 mm se obtiene un pH de 3.2 y para un diámetro de partícula de 25 mm se obtiene un pH de 4.8 para el glicerol formal. Cuando se tiene una altura de empaque de 10 cm se obtiene un pH de 4.3 para el glicerol formal y cuando se tiene una altura de empaque de 50 cm se obtiene un pH de 3.4 para el glicerol formal. Este comportamiento del proceso indica un crecimiento en el valor del pH del glicerol formal cuando se disminuye la altura de empaque y cuando se aumenta el diámetro de partícula.

Gráfica 24. Relación entre el pH del glicerol formal y el diámetro de partícula para un empaque esférico de sílica fundida.



Fuente: elaboración propia

Gráfica 25. Relación entre el pH del glicerol formal y la altura de empaque utilizando esferas de sílica fundida.



Fuente: elaboración propia

Mediante el análisis del comportamiento del proceso al utilizar diferentes empaques que presentan diferentes características, en cuanto a material de fabricación, altura de empaque y diámetros de partícula, se puede observar que para todas las alternativas de empaque propuestas cuando se utiliza una altura de empaque de 100 cm no se obtiene un producto de calidad, los gastos energéticos son mucho mayores en comparación con alturas de empaque menores a 50 cm y el tiempo de obtención es mucho mayor a 8 horas, lo cual genera un caudal de salida que no genera mejoras en el tiempo actual de obtención de glicerol formal en el proceso.

También se puede concluir mediante los resultados obtenidos que la temperatura de ebullición del glicerol formal obtenida al utilizar empaques esféricos de alúmina neutra no genera ningún efecto sobre el valor del caudal de salida del glicerol formal. Sin embargo, para las esferas de alúmina neutra, el empaque sí genera variaciones en los parámetros de calidad. Por otro lado, al utilizar las esferas de sílica fundida si se ven cambios en el caudal de salida del glicerol formal, dando origen a una relación entre la temperatura de ebullición del glicerol formal con el caudal de salida del glicerol formal para las partículas fabricadas a partir de sílica fundida.

Por lo tanto se elige como la mejor alternativa de empaque, la alternativa de empaque correspondiente al número 19 de empaque según la **Tabla 4**. La alternativa de empaque seleccionada consiste en esferas de sílica fundida con diámetro de partícula de 25 mm y se ubican dentro de la columna a una altura de empaque de 10 cm. Esta alternativa se elige debido a las características de calidad

para el glicerol formal que presenta y debido a que proporciona un caudal de salida para el glicerol formal más alto con respecto a las demás alternativas de empaque.

A partir de la información obtenida en la experimentación se puede concluir que la hipótesis planteada es aceptada, ya que las características de un empaque esférico en una columna de destilación sí afectan a la velocidad de destilación del glicerol formal. El diámetro de partícula de las esferas tiene relación con la porosidad del empaque y entre mayor porosidad tenga el empaque, el vapor puede fluir con una mayor facilidad a través de la columna y pierde menos velocidad al encontrar menos resistencia o fricción por parte del empaque. Es por esto que un mayor diámetro de partícula permite un mayor flujo del vapor a través de la columna. Estos efectos del diámetro de partícula no se pueden ver muy claramente para las esferas de alúmina neutra, debido a que los diámetros utilizados fueron de valores muy cercanos; 3mm, 6mm y 9mm. Por el contrario para las esferas de sílica fundida si se utilizaron diámetros de partícula con rangos de diferencia más altos; 10mm, 16mm y 25mm. El tamaño de partícula también genera cambios en las características de calidad del glicerol formal, como se puede observar en los datos experimentales a medida que se incrementa el diámetro de partícula, las características de calidad del glicerol formal se aproximan a los valores aceptados.

La altura de empaque dentro de la columna también tiene una gran importancia sobre la calidad del producto y sobre la velocidad de destilación. Al tener alturas menores de empaque dentro de la columna hay una capa menos gruesa y menos pesada de empaque, lo cual hace que la resistencia al flujo del vapor sea menor, permitiendo que la velocidad que tiene el vapor al ascender disminuya en una menor proporción. Además de favorecer la velocidad del vapor, las características de calidad del glicerol formal también se aproximan a los valores aceptados cuanto menos es la altura del empaque dentro de la columna.

Por último, el material de las esferas también tiene una gran importancia y una gran relación con la calidad del producto y la velocidad de destilación. Como se menciona en el trabajo realizado por ALLEN K.G²³, la rugosidad del material utilizado tiene una fuerte relación con las caídas de presión del vapor, lo cual también hace que se vea afectada la velocidad de destilación. Esta referencia coincide con la experimentación realizada, ya que para las esferas de sílica fundida se pueden ver mejores resultados en cuanto a la calidad del producto y mayores velocidades de destilación.

²³ ALLEN, K.G; Von Backstrom. T.W; Kroger, D.G. Packed bed pressure drop dependence on particle shape, size distribution, packing arrangement and roughness. El Sevier. 24 de Junio, 2013.

4. COSTO DE LAS ALTERNATIVAS DE EMPAQUE PROPUESTAS

En este último capítulo se determinan los costos para cada alternativa de empaque, haciendo énfasis en la alternativa de empaque elegida. Se hace una breve comparación entre los costos para cada material de empaque y como sus características aumentan o disminuyen su costo total. El costo del empaquetamiento de una columna de destilación es muy importante a tener en cuenta porque, además de ser un aspecto fundamental para el buen funcionamiento del proceso, puede aumentar el costo total de la columna o disminuirlo significativamente.

En el trabajo realizado por CHAVEZ, B.²⁴ se indica que “se debe tener presente que la magnitud del costo de una columna es un factor que está íntimamente relacionado con las características del empaque, se puede decir que las características favorables de un relleno, son aquellas en virtud de las cuales resulta económico el costo total de la columna. Estas características son principalmente alta eficiencia, alta capacidad de flujo y bajo costo propio y de operación”.

Los aspectos económicos de un empaque, no solo se ven reflejados en su costo propio, sino también en los costos de operación relacionados. Por ejemplo, se pudo notar en la experimentación realizada en el presente trabajo que las características del empaque influyen en el caudal de salida, lo cual se traduce a mayores ingresos por concepto de una mayor oferta del producto. Además de esto, el tipo de empaque tiene una directa relación con la calidad obtenida del producto, lo cual implica que el empaque influye en el valor agregado que posee el producto al cumplir con los parámetros de calidad que requiere en el mercado.

A continuación, en la **Tabla 5** se muestran los costos respectivos para cada alternativa de empaque propuesta.

²⁴ PÉREZ, Belisario Gerónimo y JUÁREZ, Domingo. Modelo matemático para la evaluación de parámetros en columnas empacadas, diseño y prueba experimental. Tesis para obtener el título profesional de Ingeniero Químico. Lima, Perú. Universidad Nacional de Ingeniería. Facultad de Ingeniería Química y Manufacturera, 1993. 34 p.

Tabla 5. Costos Totales para las alternativas de empaque propuestas.

# Alternativa	Material de empaque	Peso del empaque (Kg)	Costo Unitario (COP/Kg)	Costo Total de Empaque (COP)
1	alúmina neutra	102.40	8708	891,699
2	alúmina neutra	51.20	8708	445,850
3	alúmina neutra	15.36	8708	133,755
4	alúmina neutra	96.70	8708	842,064
5	alúmina neutra	48.35	8708	421,032
6	alúmina neutra	14.51	8708	126,310
7	alúmina neutra	89.20	8708	776,754
8	alúmina neutra	44.60	8708	388,377
9	alúmina neutra	13.38	8708	116,513
10	sílica fundida	98.33	8000	786,667
11	sílica fundida	49.17	8000	393,333
12	sílica fundida	14.75	8000	118,000
13	sílica fundida	84.17	5000	420,833
14	sílica fundida	42.08	5000	210,417
15	sílica fundida	12.63	5000	63,125
16	sílica fundida	8.42	5000	42,083
17	sílica fundida	71.13	6000	426,750
18	sílica fundida	35.56	6000	213,375
19	sílica fundida	7.11	6000	42,675

Fuente: elaboración propia

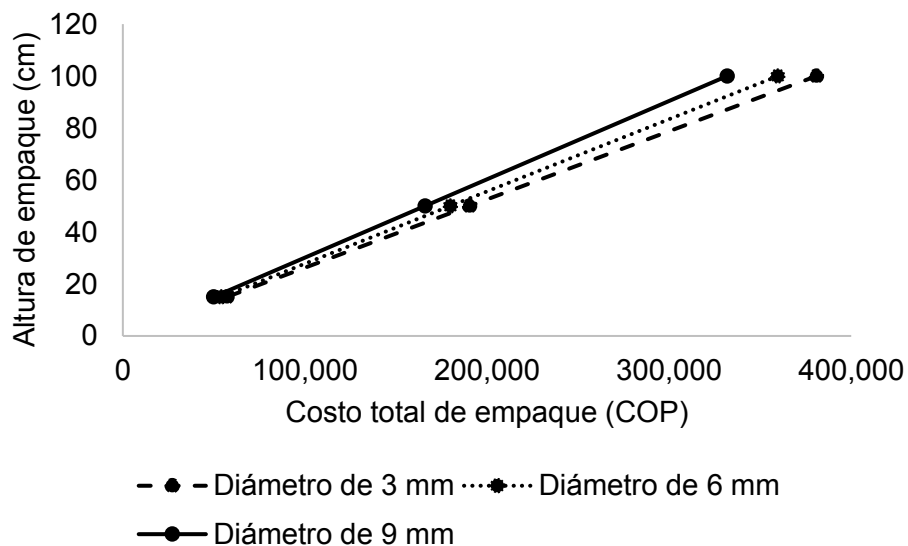
Para empezar se puede observar en la **Tabla 5** que el costo unitario para las esferas de alúmina neutra microporosa es más costoso que el de las esferas de sílica fundida y esto es debido en gran parte a los costos indirectos. Las esferas de alúmina neutra son importadas desde Shanghái, China y el proveedor es la empresa Jiangxi Kelley Chemical Packing Co, Ltd. Para obtener el costo unitario para cada kilogramo de esferas de alúmina neutra se deben sumar los costos directos reportados en la factura comercial expedida por el proveedor en el **ANEXO C** y los costos indirectos asociados a la legalización de la mercancía, los impuestos de aduana y la gestión logística, reportados en el **ANEXO D**. Los costos directos son \$1,300.00USD (\$3,719,590COP), mientras que los costos indirectos suman un valor de \$4,988,868COP. Las esferas de alúmina neutra tienen el mismo costo unitario para cada uno de los tres tamaños que se solicitaron; 3mm, 6mm y 9mm. Se exportaron 1000 Kg de esferas de alúmina neutra microporosa, lo cual nos permite obtener un costo unitario para estas de 8,708COP/Kg al sumar los costos directos e indirectos, y dividir su valor en el peso de las esferas importadas.

Por otro lado, las esferas de sílica fundida se consiguen con facilidad en Bogotá, Colombia con el proveedor TERMICOL y sus precios varían dependiendo del tamaño de partícula; las esferas de 10mm de diámetro tienen un costo unitario de \$8,000COP/Kg, las esferas de 16mm de diámetro tienen un costo unitario de \$5,000COP/Kg y las esferas de 25mm de diámetro tienen un costo unitario de \$6,000COP/Kg. La factura para las esferas de sílica fundida se reporta en el **ANEXO E**. De este modo podemos ver cómo, aunque el empaque se consiga muy

económico en China, los costos de transporte e impuestos llegan a superar el valor del mismo empaque. Las esferas de sílica fundida

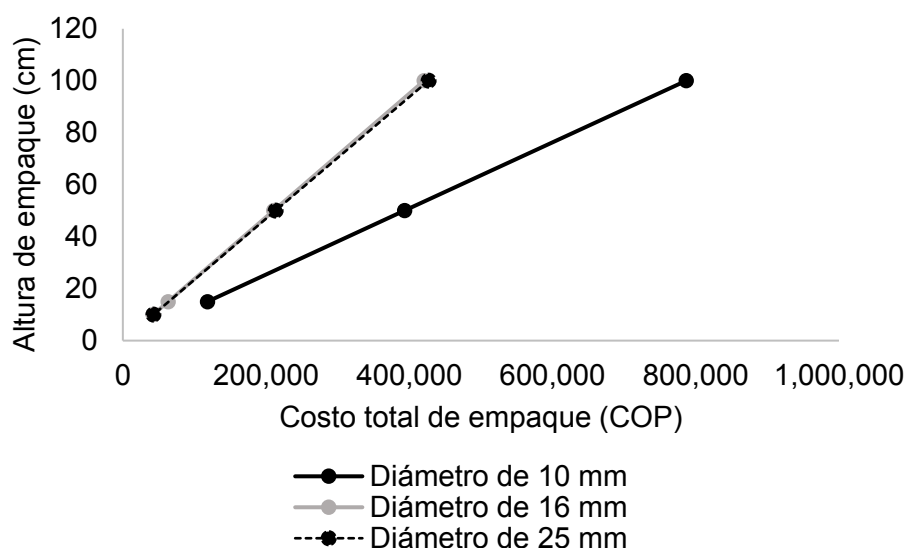
El factor que afecta en mayor grado el costo total de las alternativas de empaque es la altura del empaque dentro de la columna, debido a que entre mayor altura de empaque se tenga, mayor será el peso del empaque, aumentando significativamente el costo. La relación entre las alturas de empaque y el costo total asociado a cada alternativa de empaque tanto para las esferas de alúmina neutra como para las esferas de sílica fundida se puede observar con claridad en la **Figura 38** y la **Figura 39**, respectivamente. En ambas figuras se puede observar que para cualquiera de los dos materiales utilizados y para cada uno de los diámetros de partícula, el hecho de aumentar la altura de empaque conlleva a que los costos totales de la alternativa de empaque aumenten. En la **Figura 38** observa que los costos más altos para el empaque de esferas de alúmina neutra se asocian a una altura de empaque de 100 cm. Para el caso de las esferas de sílica fundida en la **Figura 39** se aprecia la misma relación; los costos más altos para la alternativa de empaque se asocian a la altura de empaque de 100 cm.

Gráfica 26. Relación entre la altura de empaque para las esferas de alúmina neutra y el costo total de las alternativas de empaque propuestas.



Fuente: elaboración propia

Gráfica 27. Relación entre la altura de empaque para las esferas de sílica fundida y el costo total de las alternativas de empaque propuestas.



Fuente: elaboración propia

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en la experimentación la alternativa de empaque que presenta mejores resultados para la calidad del glicerol formal y para obtener una mejor velocidad de destilación es la alternativa número 19. Esta alternativa consiste en un empaque esférico de sílica fundida con diámetro de partícula de 25 mm y empacado dentro de la columna a una altura de 10 cm. El hecho de que la mejor alternativa de empaque consista en una altura de empaque de 10 cm, representa un aspecto muy positivo en cuanto al costo de la alternativa de empaque, debido que para esta altura de empaque de esferas de sílica fundida con diámetro de 25 mm se calcula un peso de empaque de 7,11 Kg. El costo asociado a la alternativa de empaque número 19 es de \$42,645COP, valor que representa un gran ahorro de recursos ya que si se utiliza el mismo empaque esférico de sílica fundida de diámetro de partícula de 25 mm, pero empacado con una altura de 50 cm, su costo total aumentará a un valor de \$213,375COP.

Por lo tanto, se concluye que la alternativa de empaque que presenta las mejores características de calidad para el glicerol formal y una mejoría en la velocidad de destilación, también representa el menor costo, haciendo que esta alternativa de empaque sea una opción económica y muy útil para el proceso de obtención de glicerol formal.

5. CONCLUSIONES

- Se realizó la descripción del proceso de destilación de glicerol formal, identificando como equipos implicados un reactor, una columna de destilación empacada y un intercambiador de calor de placas, se determinaron sus límites de operación y sus funciones dentro del proceso. Los equipos se encontraron en condiciones aptas para evaluar de manera satisfactoria las diferentes alternativas de empaque dentro de la columna.
- Se efectuó una revisión bibliográfica sobre columnas de destilación empacadas y teniendo en cuenta que se opera con una presión de vacío se seleccionaron 19 diferentes alternativas de empaque aleatorio esférico, en las cuales se modificaron algunas características como el material de empaque, el tamaño de partícula y la altura de empaque. Estas alternativas de empaque seleccionadas fueron evaluadas para elegir la alternativa que más favorece el caudal de salida del glicerol formal, además cumpliendo con las especificaciones de calidad que regulan el pH, la pureza y el porcentaje de humedad del glicerol formal.
- De la experimentación realizada se elige como mejor alternativa de empaque un empaque aleatorio esférico de sílica fundida con diámetro de partícula de 25 mm y ubicado a una altura de empaque de 10 cm. Este empaque proporciona una velocidad de destilación de 146,8 m/h. Esta alternativa de empaque permitió obtener glicerol formal de excelente calidad, ya que el pH obtenido es de 4,8 y el rango requerido esta entre 4,0 y 7,0, se obtuvo una pureza del 99% y la humedad relativa es menor de 0,4%, cumpliendo con un valor de humedad relativa menor al 1%.
- El costo asociado a la mejor alternativa de empaque fue de \$42,675COP. Este costo estuvo muy por debajo de los costos de las demás alternativas de empaque, lo cual hizo de esta elección de empaque una alternativa económica.

6. RECOMENDACIONES

- Determinar experimentalmente la cinética de la reacción y estudiarla como otra posible alternativa para mejorar la velocidad de destilación del glicerol formal.
- Realizar un diseño conceptual de la columna de destilación y determinar sus condiciones de operación para disminuir el tiempo de destilación del glicerol formal.
- Determinar experimentalmente la presión de vapor del glicerol formal en la mezcla con el fin de plantear un modelo de optimización para obtener el menor punto de ebullición del glicerol formal en el sistema.
- Realizar un estudio detallado sobre la presión de vacío en el sistema, identificando diferentes factores que influyen en la pérdida de vacío, para así poder mantener lo más constante posible el vacío en el sistema y obtener una mejoría en el tiempo de destilación.
- Proponer la implementación de un sistema de reflujo en la columna de destilación, verificando el cambio de composiciones dentro del reactor y en la columna.
- Estudiar la factibilidad de una automatización del proceso de destilación de glicerol formal para una producción continua.
- Implementar un empaque uniforme para la columna de destilación y determinar su efecto sobre las caídas de presión del vapor y en la velocidad de destilación del glicerol formal.

BIBLIOGRAFÍA

AGUIRRE, I. GARCÍA, J. Glycerol acetals, kinetic study of the reaction between glycerol and formaldehyde. *El Sevier*. p. 3638.

ALLEN, K.G; Von Backstrom. T.W; Kroger, D.G. Packed bed pressure drop dependence on particle shape, size distribution, packing arrangement and roughness. *El Sevier*. 24 de Junio, 2013.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Documentación. Presentación de tesis trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Sexta actualización. Bogotá; en instituto; 2008, p.1.

_____. Referencias bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 5613. Bogotá;el instituto; 2008; p.12.

_____. Referencias documentales para fuentes de informaciones electrónicas. NTC 4490. Bogotá; el instituto; 1996, p.12.

Instituto Universitario de Tecnología “Alonso Gamero”. Destilación por lotes. Disponible en Internet: <https://laboratoriodeprocesosquimicos.files.wordpress.com/2011/05/destilacion-por-lotes.pdf>

LEVINE, Ira N. Fisicoquímica. 5 ed. Brooklyn: McGraw-Hill, 2004. 400-430 p. ISBN 84-481-3786-8.

MARON. Samuel H; PRUTTON, Carl F. Fundamentos de Fisicoquímica. 1 ed. México: Limusa, 2008. 420 p. ISBN-13: 978-968-18-0164-9.

NÚÑEZ, Marco Antonio. Operaciones Unitarias 1 [e línea]. Universidad de Sonora. Disponible en Internet: <http://operaciones-unitarias-1.wikispaces.com/Tipos+de+Destilacion>

PÉREZ, Belisario Gerónimo y JUÁREZ, Domingo. Modelo matemático para la evaluación de parámetros en columnas empacadas, diseño y prueba experimental. Tesis para obtener el título profesional de Ingeniero Químico. Lima, Perú. Universidad Nacional de Ingeniería. Facultad de Ingeniería Química y Manufacturera, 1993. 34 p.

Presión de vapor [en línea]. Disponible en Internet:

http://enciclopedia.us.es/index.php/Presi%C3%B3n_de_vapor

RAMÓN S, G. Diseños Experimentales. [En línea] [Citado el: 22 de Febrero de 2018]. http://viref.udea.edu.co/contenido/menu_alterno/apuntes/ac37-diseno_experiment.pdf.

SALCEDO DÍAZ, Raquel. Universidad de Alicante. Operaciones de Flujo de Fluidos: Tema 6: Flujo Externo. [En línea] [Citado el: 20 de Marzo de 2018] <http://rua.ua.es/dspace/handle/10045/20297>.

SEADER, J.D. Separation Process Principles. Chemical and Biochemical Operations. 3 ed. Estados Unidos de América: John Wiley & Sons Inc, 1997. 473 p. ISBN 10: 0470481838.

TREYBAL, Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. 2 ed. México: McGraw-Hill, 1980. 510 p. ISBN 9789686046342.

ANEXOS

ANEXO A.
Certificado de análisis para el glicerol formal



**CERTIFICADO DE ANÁLISIS
MATERIA PRIMA**

Nombre Muestra: GLICEROL FORMAL
Fecha de fabricación: 2018-04-09
Fecha de expiración: 2020-04-09*

Lote: G-436
Fecha análisis: 2018-04-17
No análisis: MP13386

ENSAYO	ESPECIFICACIONES	RESULTADOS
APARIENCIA	Líquido claro incoloro	CONFORME
SOLUBILIDAD	Miscible en agua y etanol (98%)	CONFORME
DENSIDAD RELATIVA A 15°C	1,210 – 1,220g/mL	1,217 g/mL
INDICE DE REFRACCION	1,4450 - 1,4550 a 25°C	1,4485
pH SOLUCION 10%	4,0 - 6,5	5,0
PERÓXIDOS	Máximo 15	CONFORME
FORMALDEHÍDO	Máximo 200ppm	CONFORME
METALES PESADOS	Máximo 10ppm	CONFORME
AGUA K.F.	Máximo 0,5%	0,3%
VALORACIÓN	Mínimo 98% (p/p)	99,27% (p/p)

*Tiempo de vida útil obtenido a partir de estudios de estabilidad acelerada para este producto.

CONCEPTO: De acuerdo con los datos obtenidos en el análisis fisicoquímico, este lote se encuentra APROBADO. Cumpliendo especificaciones B.P. 2016 (Ph. Eur. Monography 1671).

Realizado por

J. Ferradio
Analista fisicoquímico I

Aprobado por

M. Villabona
Q.F. MANUEL VILLABONA
Jefe de Control de Calidad

Página 1 de 1

FORMATO VI TC32-060 F1

ESTE CERTIFICADO NO PUEDE SER REPRODUCIDO SIN PREVIA AUTORIZACIÓN ESCRITA DEL DEPARTAMENTO TÉCNICO DE VICAR FARMACÉUTICA S.A.

VICAR FARMACÉUTICA S.A.

Calle 17A No. 68-82 Tel: 419-0577 Fax: 262-9220 A.A. 5400 Línea Atención al Cliente 018000-116391 BOGOTÁ, D.C., COLOMBIA E-mail: adminvicar@vicar.com.co - www.vicar.com.co



VICAR FARMACÉUTICA S.A.

ANEXO B.
Análisis de calidad del glicerol formal (experimento 19)

VICAR FARMACUTICA S.A
LABORATORIO CONTROL DE CALIDAD
FORMATO No VI-TC32-060-F1

COPIAS CONTROLADAS
VICAR FARMACUTICA S.A.

3

CERTIFICADO DE ANÁLISIS MATERIA PRIMA

NÚMERO DE ANÁLISIS

MP 13385

PRODUCTO: GLICEROL FORMAL

F. MAF.: 2018-04-09

LOTE: G-435

F. EXP: 2019-04-09

FECHA DE MUESTREO

2018-04-09

PROVEDOR

VICAR FARMACUTICA

CANTIDAD

210 KG

NÚMERO TOTAL DE RECIPIENTES

1

ANÁLISIS	ESPECIFICACIÓN	RESULTADO
DESCRIPCIÓN	LÍQUIDO OLEOSO TRANSLUCIDO, OLOR LIGERO AL FORMALDEHIDO, INCOLORO	CONFORME
SOLUBILIDAD	SOLUBLE EN AGUA Y ETANOL (96%)	CONFORME
DENSIDAD RELATIVA	1,210 - 1,220 g/mL	1,217 g/ml
pH	4,0 - 6,5	4,8
AGUA KF	MAXIMO 0,5%	0,20%
INDICE DE REFRACCION	1,4450 - 1,4550 A 25°C	1,455
METALES PESADOS	MAXIMO 10ppm	CONFORME
FORMALDEHIDO	MAXIMO 200 ppm	CONFORME.
PERÓXIDOS	MAXIMO 15 ppm	0,96
VALORACION	MINIMO 98,0% (p/p)	99,27%
OBSERVACIONES: * dato tomado certificado proveedor / N.A.		
FIRMA ANALISTA		
FECHA		
APROBADO	RECHAZADO	FIRMA REVISIÓN
		JEFE DE ÁREA
		FECHA

MUESTREO DE MATERIAS PRIMAS/ VI TC12 010



MUESTREO DE MATERIA PRIMA
VI TC12 010 F1

VICAR FARMACÉUTICA S.A.
LABORATORIO VICAR S.A. SUCURSAL
FARMACIA VICAR S.A. SUCURSAL
COPIA NO CONTROLADA
VICAR FARMACÉUTICA S.A.

PRODUCTO	Glicozolferial	LOTE	G-435
FECHA DE RECIBIDO	2018-04-09	CANTIDAD	210 Kg
PROVEEDOR	VICAR FARMACÉUTICA	FABRICANTE	VICAR FARMACÉUTICA
		RECIBIDOS	1
		MUESTREADOS	1

CARACTERISTICAS FISICAS	OBSERVACIONES
ASPECTO	LIQUIDO
COLOR	CARACTERISTICO
OLOR	CARACTERISTICO
IMPUREZAS VISIBLES	NO PRESENTA

IDENTIFICACION DE LOS RECIPIENTES	OBSERVACIONES
ROTULOS <input checked="" type="checkbox"/>	EN BUEN ESTADO
IMPRESIÓN DE LOS ROTULOS <input type="checkbox"/> NA	NA
ORIGINAL <input checked="" type="checkbox"/>	EN BUEN ESTADO
REENVASADO <input type="checkbox"/> NA	NA

CANTIDAD MUESTREADA	OBSERVACIONES
120g	MP 13385

G. Hernandez
18-04-09
FIRMA MUESTREO - FECHA

FIRMA REVISION - FECHA

FORMATO CÁLCULOS DE ANÁLISIS



PRODUCTO

Glicerol *fontal*

LOTE

6-435

FECHA RECIBIDO

2018-04-09

No. DE ANÁLISIS

MP 13385

DESCRIPCIÓN FÍSICA:

Líquido oleoso translucido, olor
libero al peróxido, incoloro

PESO ESTÁNDAR 1

POTENCIA

LOTE

PESO ESTÁNDAR 2

MUESTRA 1

Leerura:

MUESTRA 2

Leerura:

CÁLCULOS:

Peróxido

$$\frac{10 \times (0,24)}{2,5038} = 0,96$$

PH:

7,83

sin ácido

DENSIDAD:

1,2166 g/ml

PH 77,9208

PHO 97,7608

PH 39,8921

FIRMA ANÁLISIS - FECHA

FIRMA REVISIÓN - FECHA

VICAR FARMACÉUTICA S.A.



CROMANAL S.A.S.

Análisis por cromatografía de gases y absorción atómica



INFORME DE ANALISIS

CLIENTE: VICAR FARMACEUTICA S.A
DIRECCION: CALLE 17A No. 68-82 BOGOTA
CONTROL DE CALIDAD



PRODUCTO: GLICEROL FORMAL
LOTE: G-433, G-434, G-435, G-436
PRESENTACION: MATERIA PRIMA
ORDEN DE PRODUCCION: N.E.
FECHA FABRICACION: N.E.
PROVEEDOR / CLIENTE: N.E.
ESPECIFICACIONES: CLIENTE
REF. CLIENTE: N.E.
FECHA VENCIMIENTO: N.E.

N° Muestra	Tecnica	Cantidad Muestra	Fecha Recepcion	Fecha Analisis	Fecha Informe
1852565-0	CLIENTE	100 mL	10-04-2018	12-04-2018	17-04-2018

Ensayo	Resultado	Especificacion	Metodo
Descripción	Cumple Especificación	Líquido límpido incoloro	Organoléptico
Pureza Cromatografica 1	99,27%	Min 98,00%	CLIENTE

N.E.: = No Especifica. N.A.: = No aplica. N.D. No Detectable L.D. = Limite de Detección.

OBSERVACIONES: Ninguno

CONCEPTO: Cumple Especificación cliente

ANEXOS: (1) Hoja de cálculo y cromatogramas

BLANCA CECILIA SUAREZ
DIRECTOR TECNICO

F0138-PG0002 V02

Resultado válido para la muestra analizada. Este informe no podrá ser reproducido parcial o totalmente sin la autorización escrita de CROMANAL SAS. La muestra analizada se almacena por un periodo de tres meses a partir de la fecha de recepción. Los documentos soporte de este análisis permanecen archivados en CROMANAL SAS por un periodo de 5 años para consulta del cliente. No almacenamos muestras de clasificación Controlada, estas se destruyen una vez finalizado el análisis.



HOJA DE CÁLCULO PUREZA CROMATOGRÁFICA DE GLICEROL FORMAL

Nombre de la muestra: GLICEROL FORMAL Fecha de análisis: 12-04-18
Lote: G-433, G-434, G-435, G-436 Cromatógrafo: 7
No Análisis: 1852565-0
Método: CLIENTE
Ensayo: PUREZA CROMATOGRÁFICA

MUESTRA DE CÁLCULOS

$$\% \text{ PUREZA} = \frac{100 * A \text{ Glicerol Formal}}{\Sigma At}$$

INFORMACIÓN DE LA MUESTRA

MUESTRA	PESO (mg)	% DE GLICEROL FORMAL
1-1	100.3	99.273
1-2		99.273
2-1	100.8	99.261
2-2		99.254
Promedio (%)		99.27
DSR (%)		0.01

OBSERVACIONES: Los resultados cromatográficos (perfiles y áreas) se anexan al presente informe.

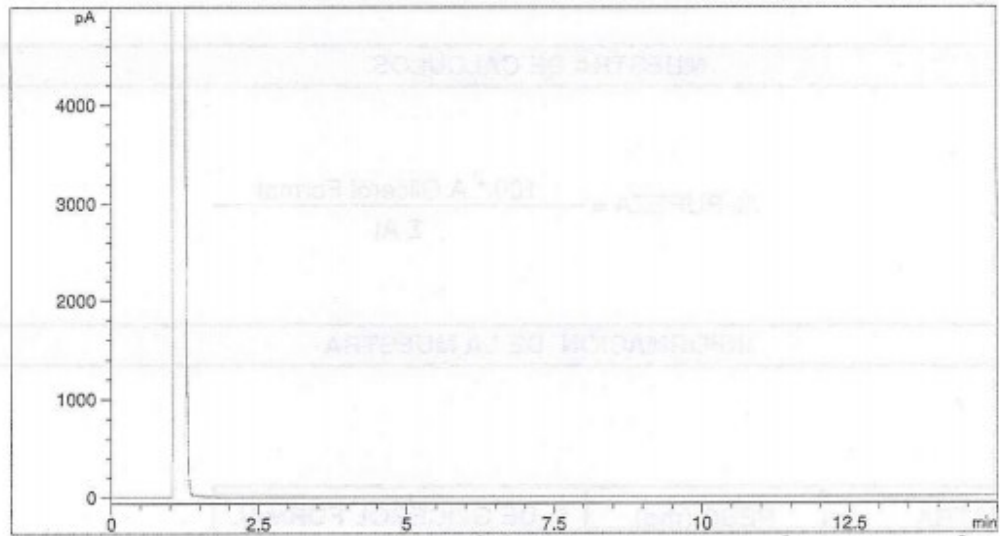
ANALIZADO POR: Dolly Díaz
CARGO: Analista



Fecha de Análisis: 4/13/2018
 Nombre de la muestra: BLANCO Inj : 1
 METANOL

Archivo: C:\Chem32\1\Data\2018\4.ABRIL\13-04-18\13-04->

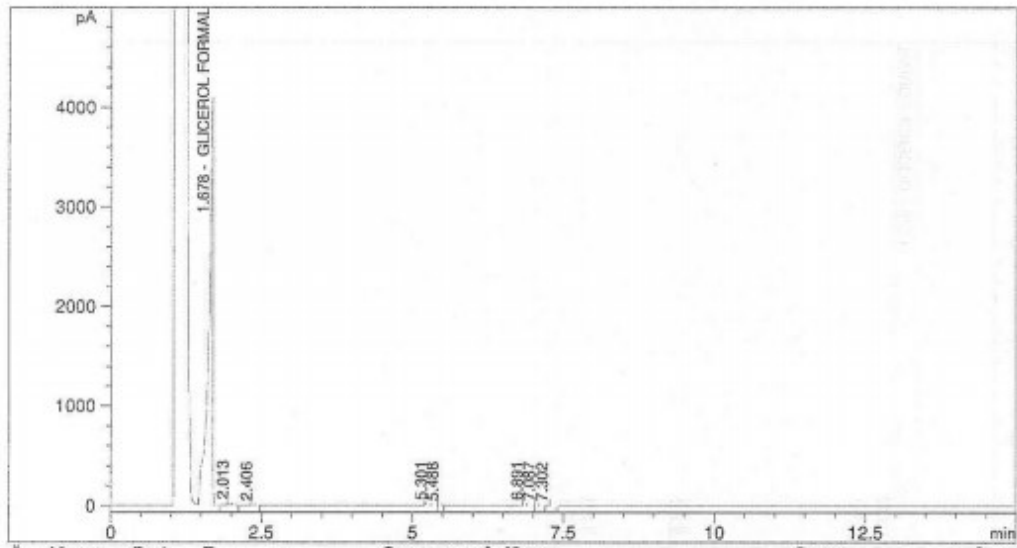
Analista: CAMILA PEÑALOZA



#	Meas.	Ret. T	Compound Name	Area	Area %
1	0.000		GLICEROL FORMAL	0.000	0.000



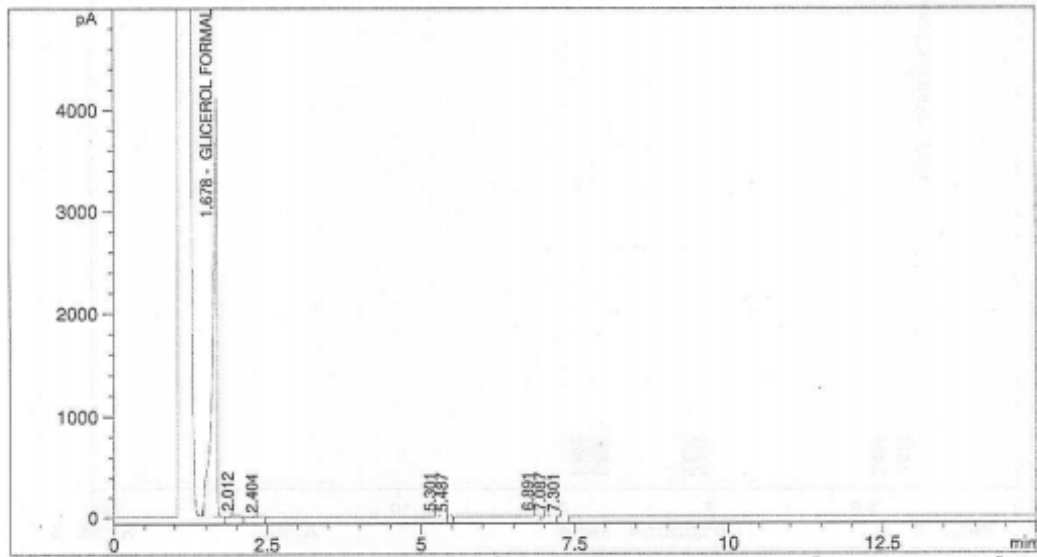
Fecha de Análisis: 4/13/2018
 Nombre de la muestra: 1852565-0 MUESTRA 1 Inj : 1
 MUESTRA: GLICEROL FORMAL LOTE: G-433, G-434,
 G-435, G-436 + METANOL
 Archivo: C:\Chem32\1\Data\2018\4.ABRIL\13-04-18\13-04->
 Analista: CAMILA PEÑALOZA



#	Meas.	Ret. T	Compound Name	Area	Area %
1	1.678		GLICEROL FORMAL	18822.723	99.273



Fecha de Análisis: 4/13/2018
 Nombre de la muestra: 1852565-0 MUESTRA 1 Inj : 2
 MUESTRA: GLICEROL FORMAL LOTE: G-433, G-434,
 G-435, G-436 + METANOL
 Archivo: C:\Chem32\1\Data\2018\4.ABRIL\13-04-18\13-04->
 Analista: CAMILA PEÑALOZA



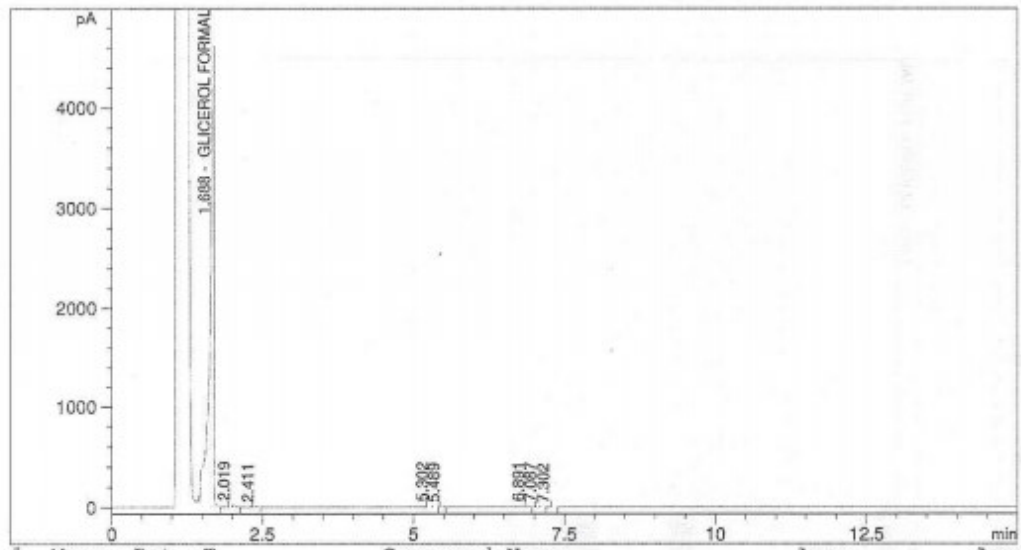
#	Meas.	Ret. T	Compound Name	Area	Area %
1	1.678		GLICEROL FORMAL	18751.666	99.273



Fecha de Análisis: 4/13/2018
 Nombre de la muestra: 1852565-0 MUESTRA 2 Inj : 1
 MUESTRA: GLICEROL FORMAL LOTE: G-433, G-434,
 G-435, G-436 + METANOL

Archivo: C:\Chem32\1\Data\2018\4.ABRIL\13-04-18\13-04->

Analista: CAMILA PEÑALOZA



#	Meas.	Ret. T	Compound Name	Area	Area %
1	1.688		GLICEROL FORMAL	20118.371	99.261

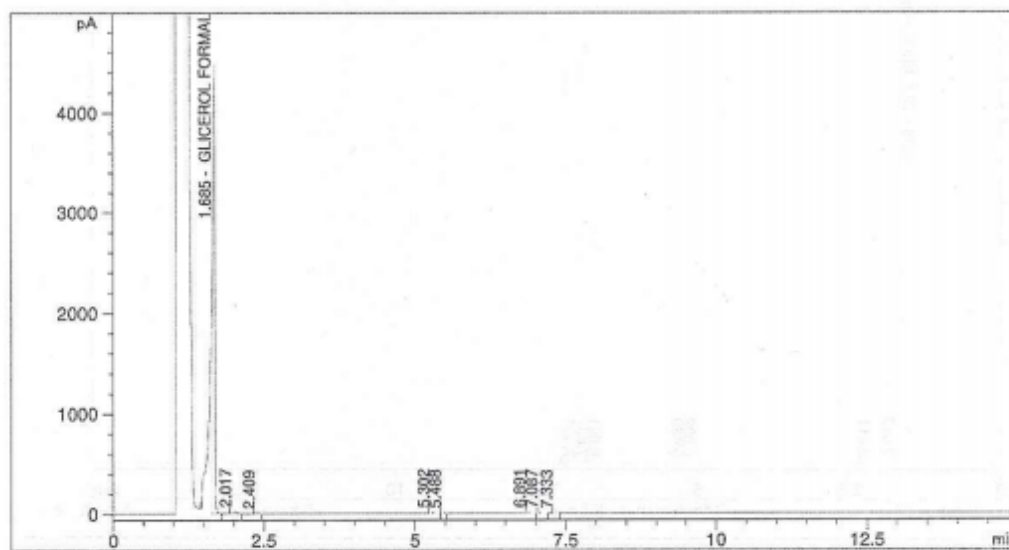


CROMANAL S.A.S.
Soluciones para el control de calidad

Fecha de Análisis: 4/13/2018
 Nombre de la muestra: 1852565-0 MUESTRA 2 Inj : 2
 MUESTRA: GLICEROL FORMAL LOTE: G-433, G-434,
 G-435, G-436 + METANOL

Archivo: C:\Chem32\1\Data\2018\4.ABRIL\13-04-18\13-04->

Analista: CAMILA PEÑALOZA



#	Meas.	Ret. T	Compound Name	Area	Area %
1	1.685		GLICEROL FORMAL	19874.326	99.254

ANEXO C.
Factura Comercial para las esferas de alúmina neutra

COMMERCIAL INVOICE				
Exporter: Jiangxi Kelley Chemical Packing Co.,Ltd Address:No.8 Guanfang Road,Economic Development Area,Pingxiang,China. 337000 Tel:(86)799-6782199 Fax: (86)799-6782878				
To: Vicar Farmaceutica S.A. Address:Calle 17A No. 68-82 BOGOTA Colombia. Tel:0571 4190577ext 116 Fax:0571 4190577ext 125				
Issued by (Bank and Branch):		Invoice No.: KL20181126	Date: Nov 28th,2018	
		P/O No.: 232	PII No.: KL20181114	
		Documentary Credit No.: Now Empty		
Vessel/ Aircraft etc. BY SEA		Terms of delivery & Payment:		CIF BUENAVENTURA PORT,COLOMBIA
From: SHANGHAI, CHINA	To: BUENAVENTURA, COLOMBIA			
Marks and No.	Description	Quantity	UNIT Price	Total Amount (USD)
INERT ALUMINA CERAMIC BALL Size: 3MM/5MM/10MM Quantity: 200+400+400KGS Supplier:JKKELLEY Made In China	INERT ALUMINA CERAMIC BALLS Size:3mm	200KGS	USD\$1.16/ KGS	USD\$232.00
	INERT ALUMINA CERAMIC BALLS Size:5mm	400KGS	USD\$1.16/ KGS	USD\$464.00
	INERT ALUMINA CERAMIC BALLS Size:10mm	400KGS	USD\$1.16/ KGS	USD\$464.00
	TOTAL FOB PRICE:			USD\$1160.00
Sea Freight Charge:			USD\$110.00	
Insurance Charge:			USD\$30.00	
TOTAL CIF BUENAVENTURA PORT,COLOMBIA PRICE			USD\$1,300.00	
SAY TOTAL:US DOLLAR ONE THOUSAND THREE HUNDRED ONLY.*				
Signature			JIANGXI KELLEY CHEMICAL PACKING CO.,LTD 江西凯莱化工填料有限公司 彭高林	

DIGITADO
28/Febrero/2019
2019

TC - 2.896,27
@ 3.765,164

PP 3000915 - Nota contable

ANEXO D.
Costos relacionados a la importación de las esferas de alúmina neutra

MAC LOGISTIC		FACTURA DE VENTA: 8645	PAGINA: 1
		AGENTE DE CARGA INTERNACIONAL RESOLUCION DIAN FACTURACION HABILITADA POR COMPUTADOR D.I.A.N. 320001281032 DEL 2015/08/18 RANGO 7800-10000 REGIMEN COMUN - No Sotidos Grandes Contribuyentes Agentes de Retención IVA e ICA con agentes de Régimen Simplificado	
NIT: 990.048.734-9 CLIENTE: VICAR FARMACEUTICA S.A CONTACTO: SRA. SANDRA CHIA DIRECCION: CL 17 A 68 82 - BARRIO LAS GRANJAS CIUDAD: BOGOTA IDENTIFICACION: 9900020248-0		FECHA DE FACTURA: 28/02/2017 PLAZO DE PAGO: 28/02/2017 VENCIMIENTO: 28/02/2017 D.O.: 2017010002 TIPO DE CAMBIO: 3,030.71	
AWBL: AWGL160418502A ORIGEN: SHA DESTINO: BUN SHIPPER'S: JIANGXI KELLEY CHEMICAL PACKING COMODITY: VICAR ESFERAS		PIEZAS: 1 PCS KILOS PVV: 1,020.00 KGS LBS/CBM: 0.80 CBM CONTENEDOR:	

CÓDIGO	DESCRIPCION	VALOR USD	COP
***** INGRESOS PARA TERCEROS *****			
202	IMPUESTOS DE ADUANA		
	GASTOS 4X1000	234.92	712,000
211	FRA No. BGT-957 - OPERADOR PORTUARIO OP	5.02	17,062
211	FRA No. 98020047 - SOCIEDAD PORTUARIA BUENAVENTURA	103.60	314,000
211	FRA No. 98019153 - SOCIEDAD PORTUARIA BUENAVENTURA	20.47	62,056
211	FRA No. 98018694 - SOCIEDAD PORTUARIA BUENAVENTURA	30.21	91,586
211	FRA No. 98026361 - SOCIEDAD PORTUARIA BUENAVENTURA	121.94	369,589
241	GESTION LOGISTICA ADUANERA	10.23	31,028
242	ELABORACION DECLAR. IMPORTACION	117.79	357,000
243	ELABORACION DECLAR. VALOR	6.59	20,000
244	FORMULARIOS	6.59	20,000
247	GASTOS TRAMITE ADUANA	9.89	30,000
259	LIBERACION AGENTE CARGA	26.39	80,000
		600.42	1,819,729
***** INGRESOS PROPIOS *****			
249	COORDINACION EMBARQUE	50.00	151,536
251	COMUNICACIONES	9.99	30,307

DIGITADO
 28/02/2017
 MAC LOGISTIC

MAC LOGISTIC GROUP LTDA
 NIT 990.048.734-9

C. o NIT:	FIRMA AUTORIZADA	FECHA DE RECIBIDO	ELABORO
	<i>[Firma]</i>		<i>[Firma]</i>
			REVISO

Esta factura con carácter de transporte se emite en sus efectos a la letra de cambio y presta merito ejecutivo de conformidad con los artículos 613 y siguientes del Código de Comercio, el no pago oportuno causará intereses a la tasa máxima autorizada mensual. La carga viaja por cuenta y riesgo y no aseguramos la misma de no mediar orden expresa por escrito. En todas las operaciones actuamos como intermediarios de nuestros clientes en la contratación del transporte y además servicios conexos requeridos, sin asumir responsabilidades como transportador. Nuestra responsabilidad no podrá exceder en ningún caso a la que asume frente a nosotros las compañías de navegación, aérea, marítima y terrestre o cualquier otro intermediario que intervengan en el transcurso del transporte. Los fletes quedan sujetos a las tarifas aéreas, marítimas y terrestres.

ORIGINAL

DESPUES DE 10 DIAS CALENDARIO A LA RECEPCION DE LA FACTURA SE DA POR ACEPTADA, NO SE ACEPTAN RECLAMACIONES Y/O DEVOLUCIONES
 CANCELAR A LA TRM DEL DIA DE PAGO SIEMPRE Y CUANDO NO SEA INFERIOR A LA DE LA EMISION DE LA FACTURA FAVOR GRAR CHEQUE A NOMBRE
 DE MAC LOGISTIC GROUP LTDA, O CONSIGNAR EN CTA CTE BANCO COLPATRIA No. 4921009300.

Carrera 106 No. 15A 25 MZ 18 Bod 126 - Zona Franca Bogotá - PBX: 571-4365629
 E-MAIL: servicioalcliente@maclogistic.com.co

OPERADOR PORTUARIO OP SAS
 NIT : 900.903.010 - 4
 CALLE 48 73 69
 2954576 - 3208563493
 BOGOTA - COLOMBIA

FACTURA DE VENTA
BGT - 957

Señores	MAC LOGISTIC GROUP LTDA	Fecha Factura	2017-03-24
NIT	900,048,724 - 0	Fecha Vencimiento	2017-03-24
Dirección	ZF BOGOTA MZ 18 BG 129 CA 177	Teléfono	4386629
		Ciudad	BOGOTAD.C.-BOGOTA-COLOMBIA

Código	Descripción	Valor Total
4145500500	CARGUE Y DESCARGUE DE MERCANCIAS	94,000.00
4145500100	PRENSPECCION DE MERCANCIA	220,000.00
Total Bruto		314,000.00
RET. COMIS 4%		12,560.00
Total a Pagar		\$301,440.00

CONDICION DE PAGO

Credito Clientes Nacionales Cuota 1 F - 001- 957 Vence el 2017-03-24 301,440.00

VALOR EN LETRAS

Cientos Un Mil Cuatrocientos Cuarenta Pesos M/Cts

OBSERVACIONES

MAC LOGISTI
 VICAR D.O 3-0876-16

Elaborado e Impreso por Siga

OP
 OPERADOR PORTUARIO
 SAS
 NIT: 900.903.010-4

Gracias por preferirnos

A esta factura de venta aplican las normas relativas a la letra de cambio (artículo 5 Ley 1231 de 2008). Con esta el Comprador declara haber recibido real y materialmente las mercancías o prestación de servicios descritos en este título - Valor. Número de Resolución 320001337862 aprobado en 2015-11-23 prefiijo BGT desde el número 1 al 5000
 Régimen Común - Actividad Económica 8229 Tarifa 009.660

SOCIEDAD PORTUARIA REGIONAL DE BUENAVENTURA S.A.
 NIT 800215775-5
 AV. PORTUARIA ED. ADMINISTRACION Tel: (57)(204)0700
 asist@sprrun.com
 GRANDES CONTRIBUYENTES RESOLUCION No. 000079 DE DICIEMBRE 01/2018
 REGIMEN COMUN
 AUTORETENEDORES SEGUN RESOLUCION No. 0147 DE SEPT. 14/94 DIAN
 AUTORETENEDORES DEL IMPUESTO DE INDUSTRIA Y COMERCIO MUNICIPIO DE BUENAVENTURA. RES 01 DEL 30 DE MAYO DE 2003
 AUTORETENEDORES DEL CREE ART. 1 DECRETO 1828 DE AGOSTO 27 DE 2013
 ACTIVIDAD ICA 522201 ACTIVIDAD ECONOMICA 5222
 RESOLUCION DIAN No. 18782000074905-18782000074820 DEL 20/10/2013 AUTORIZA DEL 98000001 AL 98500000

FACTURA DE VENTA N°
 98000047

ELABORADO POR	VIAJE DE LA MOTONAVE	BL o CONOCIMIENTO DE EMBARQUE	TASA DE CAMBIO (TRM)	FECHA FACTURA	FECHA VENCIMIENTO			
TIANAC	849E	AMIGL160418562A	2.902,51	18.02.2017	23.02.2017			
NOMBRE MOTONAVE			NUMERO DE ORDEN					
7028 CAUTIN			4000081567					
CLIENTE:	21202 VICAR FARMACEUTICA S.A.	NIT: 8600202480						
DIRECCIÓN:	CALLE 17 68-82 - BOGOTA	TEL: 574190577						
INTERLOCUTOR:	42938 AGENCIA DE ADUANAS ASENCOMEX SAS NI	NIT: 9003985566						
DIRECCIÓN:	CL 3A NO.3-83 ED FELIX ALOMIA OF 20 - BUENAVENTURA	TEL: 5724027422412369						
CÓDIGO	DESCRIPCIÓN	CANTIDAD	PESOVOL	TARIFA	VALOR			
10019	SUBSESTRO DE ESTIBAS 18.02.17 a 21.02.17	4 Dia	1 EST	1028	4.112			
10001	ALMACENAJE IMP CARGA GENERAL CUB NORMAL 18.02.17 a 21.02.17	96	1.020	0.169	48.037			
			IVA 19.00 %	9.908 COP				
			TOTAL	62.058 COP				
<p>La suma anterior corresponde al precio de lo que se ha detallado. El cumplimiento del artículo 260 de la ley 1291 de 2008, si dentro de los diez (10) días calendario siguientes a la fecha de recepción de la factura el beneficiario del servicio no presenta reclamación en contra de su contenido, la factura se considera irrevocablemente aceptada. Si no se paga a la Sociedad Portuaria Regional de Buenaventura S.A. o a su orden en sus oficinas de Buenaventura la suma de : 62.058 SESENTA Y DOS MIL CINCUENTA Y SEIS PESOS sin intereses durante el plazo y en caso de mora intereses del 2.41% mensual sin perjuicio de las acciones legales del acreedor. El cliente acepta que la persona que firma la presente factura comercial tiene autorización para ello y por lo tanto en ese acto lo representan y lo hacen responsable de la obligación.</p>								
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 33%;"> RECAUDO NACIONAL BANCO CONVENIO CUENTA Helm Bank 8618 308 00027 4 BBVA 4781 198 00056 0 Bogotá 188 12814 6 AV Villas 181-05011-3 Davivienda 216-000870331 PSE http://web.sprbun.com/login.aspx </td> <td style="width: 33%;"> FORMA DE PAGO Efectivo, cheque de garantía, carta débito. No se recibe transferencia electrónica de fondos, ni consignación </td> <td style="width: 33%;"></td> </tr> </table>						RECAUDO NACIONAL BANCO CONVENIO CUENTA Helm Bank 8618 308 00027 4 BBVA 4781 198 00056 0 Bogotá 188 12814 6 AV Villas 181-05011-3 Davivienda 216-000870331 PSE http://web.sprbun.com/login.aspx	FORMA DE PAGO Efectivo, cheque de garantía, carta débito. No se recibe transferencia electrónica de fondos, ni consignación	
RECAUDO NACIONAL BANCO CONVENIO CUENTA Helm Bank 8618 308 00027 4 BBVA 4781 198 00056 0 Bogotá 188 12814 6 AV Villas 181-05011-3 Davivienda 216-000870331 PSE http://web.sprbun.com/login.aspx	FORMA DE PAGO Efectivo, cheque de garantía, carta débito. No se recibe transferencia electrónica de fondos, ni consignación							
				RECIBIDA POR C.C. No. FECHA DE RECIBO				

FACTURA IMPRESA POR COMPUTADOR

SOCIEDAD PORTUARIA REGIONAL DE BUENAVENTURA S.A.

NIT 900215775-5

AV. PORTUARIA ED. ADMINISTRACION Tel: (57)20410700

asientefeesad@sprbu.com

FACTURA DE VENTA N°
98019155

GRANDES CONTRIBUYENTES RESOLUCION No. 000075 DE DICIEMBRE 01/2016
REGIMEN COMUN

AUTORETENEDORES SEGUN RESOLUCION No. 0147 DE SEPT. 14/94 DIAN
AUTORETENEDORES DEL IMPUESTO DE INDUSTRIA Y COMERCIO MUNICIPIO DE BUENAVENTURA, RES 01 DEL 30 DE MAYO DE 2003
AUTORETENEDORES DEL OREE ART. 1 DECRETO 1826 DE AGOSTO 27 DE 2013

ACTIVIDAD ICA 922201 ACTIVIDAD ECONOMICA 9222
RESOLUCION DIAN No. 1876200874305-1876200874620 DEL 2016/10/05 AUTORIZA DEL 98000001 AL 98000000

ELABORADO POR	VIAJE DE LA MOTONAVE	BL o CONOCIMIENTO DE EMBARQUE	TASA DE CAMBIO (TRM)	FECHA FACTURA	FECHA VENCIMIENTO		
T.JULIOP	648E	AMIGL180418502A	2.851,98	13.02.2017	20.02.2017		
NOMBRE MOTONAVE			NUMERO DE ORDEN				
7028 CAUTIN			4000081587				
CLIENTE:	21202 VICAR FARMACEUTICA S.A.		NIT: 8900200460				
DIRECCIÓN:	CALLE 17 66-82 - BOGOTA		TEL: 574190577				
INTERLOCUTOR:	42938 AGENCIA DE ADUANAS ASENCOMEX SAS NI		NIT: 9003985598				
DIRECCIÓN:	CL 3A NO. 3-83 ED FELIX ALOMIA OF 20 - BUENAVENTURA		TEL: 5724027422412369				
CODIGO	DESCRIPCION	CANTIDAD	PESO/VOL	TARIFA	VALOR		
10019	ADMINISTRO DE ESTIBAS 12.02.17 a 17.02.17	6 Dia	1 EST	1028	6.168		
10001	ALMACENAJE SIN CARGA GENERAL OUS NORMAL 12.02.17 a 17.02.17	144	1.020	0.189	70.794		
				IVA 19,00 %	14.623 COP		
				TOTAL	91.586 COP		
<p>La suma anterior corresponde al precio de lo que se ha detallado.</p> <p>En cumplimiento del artículo 2do de la ley 1231 de 2008, si dentro de los diez (10) días calendario siguientes a la fecha de recepción de la factura el beneficiario del servicio presenta reclamación en contra de su contenido, la factura se considera irrevocablemente aceptada.</p> <p>Si se desea pagar a la Sociedad Portuaria Regional de Buenaventura S.A. o a su orden en sus oficinas de Buenaventura la suma de: \$1.586 NOVENTA Y UN MIL CINCO CIENTOS OCHENTA Y SEIS PESOS sin intereses durante el plazo y en caso de mora intereses del 2.41% mensual sin perjuicio de las acciones legales del acreedor.</p> <p>El cliente acepta que la persona que firma la presente factura comercial tiene autorización para ello y por lo tanto en ese acto lo representan y lo hacen responsable de la obligación.</p>							
<table border="0"> <tr> <td> RECALDO NACIONAL BANCO CONVENIO CUENTA Helm Bank 8015 308 00027 4 BBVA 4791 186 06255 0 Bogotá 186 12814 6 Av Villas 181-45011-3 Davivenda 216-000670331 PSE http://web.sprbu.com/login.aspx </td> <td> FORMA DE PAGO Efectivo, cheque de garantía, carta débito. No se recibe transferencia electrónica de fondos, ni consignación </td> </tr> </table>						RECALDO NACIONAL BANCO CONVENIO CUENTA Helm Bank 8015 308 00027 4 BBVA 4791 186 06255 0 Bogotá 186 12814 6 Av Villas 181-45011-3 Davivenda 216-000670331 PSE http://web.sprbu.com/login.aspx	FORMA DE PAGO Efectivo, cheque de garantía, carta débito. No se recibe transferencia electrónica de fondos, ni consignación
RECALDO NACIONAL BANCO CONVENIO CUENTA Helm Bank 8015 308 00027 4 BBVA 4791 186 06255 0 Bogotá 186 12814 6 Av Villas 181-45011-3 Davivenda 216-000670331 PSE http://web.sprbu.com/login.aspx	FORMA DE PAGO Efectivo, cheque de garantía, carta débito. No se recibe transferencia electrónica de fondos, ni consignación						
				RECIBIDA POR C.C. No. FECHA DE RECIBO			

FACTURA IMPRESA POR COMPUTADOR

3-0898-16



SOCIEDAD PORTUARIA REGIONAL DE BUENAVENTURA S.A.

NIT 900219775-5

AV. PORTUARIA ED. ADMINISTRACION Tel: (57)(204)10700

so@prbrun.com

GRANDES CONTRIBUYENTES RESOLUCION No. 000076 DE DICIEMBRE 01/2016

REGIMEN COMUN

AUTORETENEDORES SEGUN RESOLUCION No. 0147 DE SEPT. 14/94 DIAN
AUTORETENEDORES DEL IMPUESTO DE INDUSTRIA Y COMERCIO MUNICIPIO DE BUENAVENTURA RES 01 DEL 30 DE MAYO DE 2009
AUTORETENEDORES DEL CREIS ART. 1 DECRETO 1829 DE AGOSTO 27 DE 2013

ACTIVIDAD ICA 522201 ACTIVIDAD ECONOMICA 5222

RESOLUCION DIAN No. 16762000874306-16762000874820 DEL 20/10/1693 AUTORIZA DEL 98600001 AL 98600000

FACTURA DE VENTA N°
98018884

ELABORADO POR	VIAJE DE LA MOTONAVE	B/L o CONOCIMIENTO DE EMBARQUE	TASA DE CAMBIO (TRM)	FECHA FACTURA	FECHA VENCIMIENTO
FELIXS	848E	AMHGL150418962A	2.879,49	09.02.2017	14.02.2017
NOMBRE MOTONAVE			NUMERO DE ORDEN		
7029 CAUTIN			4000281567		
CLIENTE:	21202 VICAR FARMACEUTICA S.A.		NIT: 9900202480		
DIRECCION:	CALLE 17 68-82 - BOGOTA		TEL: 574190577		
INTERLOCUTOR:	42938 AGENCIA DE ADUANAS ASENCOMEX SAS NI		NIT: 9002885668		
DIRECCION:	CL 3A NO.3-83 ED FELIX ALOMIA OF 20 - BUENAVENTURA		TEL: 5734027422412389		
CODIGO	DESCRIPCION	CANTIDAD	PESOVOL	TARIFA	VALOR
50019	SUMISTRO DE ESTIBAS 19.01.17 a 11.02.17	24 Dts	1 EST	1028	24.672
	ALMACENAJE MIP CARGA GENERAL CUB NORMAL 19.01.17 a 11.02.17	575	1,020	0.188	286.907
				IVA 18,00 %	59.010 COP
				TOTAL	369.589 COP

La suma anterior corresponde al precio de lo que se ha detallado.
En el cumplimiento del artículo 2do de la ley 1231 de 2009, si dentro de los diez (10) días calendario siguientes a la fecha de recepción de la factura el beneficiario del servicio no presenta reclamación en contra de su contenido, la factura se considerará irrevocablemente aceptada.
Se debe pagar a la Sociedad Portuaria Regional de Buenaventura S.A. o a su orden en sus oficinas de Buenaventura la suma de : 369.589 TRESCIENTOS SESENTA Y NUEVE MIL QUINIENTOS OCHENTA Y NUEVE PESOS sin intereses durante el plazo y en caso de mora intereses del 2,41% mensual sin perjuicio de las acciones legales del proveedor.
El cliente acepta que la persona que firma la presente factura comercial tiene autorización para ello y por lo tanto en ese acto lo representan y lo hacen responsable de la obligación.

RECALDO NACIONAL			
BANCO	CONVENIO	CUENTA	FORMA DE PAGO
Hem Bank	8616	308 00027 4	Efectivo, cheque de gerencia, carta débito.
BBVA	4781	198 09055 0	No se recibe transferencia electrónica de fondos, ni consignación
Bogotá		186 12854 6	
AV Vilva		181-06211-3	
Davivienda		216-000670621	

PSE <http://web.sprbrun.com/login.aspx>

RECIBIDA POR
C.C. No.
FECHA DE RECIBO

FACTURA IMPRESA POR COMPUTADOR

DO-3-878-11

Ta \$7802

SOCIEDAD PORTUARIA REGIONAL DE BUENAVENTURA S.A.
 NIT 800212775-6
 AV. PORTUARIA ED. ADMINISTRACION Tel: (57)20410700
 as@spbu.com
 GRANDES CONTRIBUYENTES RESOLUCION No. 000079 DE DICIEMBRE 01/2016
 REGIMEN COMUN
 AUTORETENEDORES SEGUN RESOLUCION No. 0147 DE 02PT. 1494 DIAN
 AUTORETENEDORES DEL IMPUESTO DE INDUSTRIA Y COMERCIO MUNICIPIO DE BUENAVENTURA RES 01 DEL 30 DE MAYO DE 2005
 AUTORETENEDORES DEL CRIS ART. 1 DECRETO 1023 DE AGOSTO 27 DE 2013
 ACTIVIDAD ICA 022201 ACTIVIDAD ECONOMICA 3222
 RESOLUCION DIAN No. 13782000274305-15762000274620 DEL 30/10/03 AUTORIZA DEL 09000001 AL 99900000

FACTURA DE VENTA N°
8000081

ELABORADO POR	VALE DE LA MOTORAVE	NIL o CONOCIMIENTO DE EMBARQUE	TASA DE CAMBIO (TRSA)	FECHA FACTURA	FECHA VENCIMIENTO
	6438	JAMOL100418802A	2.902.81	21.02.2017	27.02.2017
NOMBRE MOTORAVE		NUMERO DE ORDEN			
7028 CAUTIN		400001987			
CLIENTE:	21202 VICAR FARMACEUTICA S.A.		NIT: 800000000		
DIRECCION:	CALLE 17 88-82 - BOGOTA		TEL: 574190577		
INTERLOCUTOR:	42938 AGENCIA DE ADUANAS ASENCOMEX SAS NI		NIT: 900386508		
DIRECCION:	CL 3A NO.3-63 80 FELIX ALONSO OF 20 - BUENAVENTURA		TEL: 6724027422412389		
CODIGO	DESCRIPCION	CANTIDAD	PESO/VOL	TARIFA	VALOR
10010	SUMINISTRO DE ESTIBAS 23.02.17 a 23.02.17	2 Dia	1 EST	1008	2.008
10001	ALMACENAJE 80P CARBA GENERAL CUB NORMAL 22.02.17 a 23.02.17	46	1.020	0.169	24.019
			IVA 10.00 %	4.954 COP	
			TOTAL	31.028 COP	

La suma anterior corresponde al precio de lo que se ha detallado.
 En el cumplimiento del artículo 306 de la ley 1251 de 2008, si dentro de los diez (10) días calendario siguientes a la fecha de recepción de la factura el beneficiario del servicio presenta reclamación en contra de su contenido, la factura se considerará irrevocablemente aceptada.
 Este pagaré a la Sociedad Portuaria Regional de Buenaventura S.A. o a su orden en sus oficinas de Buenaventura la suma de 1.01.028 TREINTA Y UN MIL VENTIOCHO PESOS sin intereses durante el plazo y en caso de mora intereses del 2,41% mensual sin perjuicio de las acciones legales del acreedor.
 El cliente acepta que la persona que firma la presente factura comercial tiene autorización para ello y por lo tanto en ese acto lo representa y lo hace responsable de la obligación.

RECAUDO NACIONAL			
BANCO	CONVENIO	CUENTA	FORMA DE PAGO
Halo Bank	8018	300 80007 4	Cheque, cheque de garantía, carta de crédito.
BANVA	4781	190 09003 0	No se recibe transferencia electrónica de fondos, ni consignación
Bogotá		100 12814 6	
AV Villas		181-08011-3	
Devienda		218-000070631	

PSE: <http://web.sprbu.com/fogin.aspx>

RECIBIDA POR
C.C. No.
FECHA DE RECIBO

FACTURA IMPRESA POR COMPUTADOR

ANEXO E.
Factura comercial para las esferas de sílica fundida

SENSORES DE TEMPERATURA TERMICOL				
Fecha: <u>17-may.-18</u>		Email: _____		COTIZACIÓN No. <u>631</u>
Cliente: <u>VICAR FARMACEUTICA S.A</u>		Celular: _____		VALIDEZ DE LA OFERTA: <u>30 DIAS</u>
Dirección: <u>calle 17A N° 68-82</u>				TIEMPO DE ENTREGA: <u>1 DIA HABII</u>
Telefono: <u>419 05 77</u>		FORMA DE PAGO. _____		<u>contado</u>
Atención: _____				
ITEM	CANTIDAD	DESCRIPCIÓN	VALOR UNITARIO	VALOR TOTAL
A	1	ESFERAS DE SILICA FUNDIDA DE 25 mm (kg)	6.000	6.000
B	1	ESFERAS DE SILICA FUNDIDA DE 16 mm (kg)	5.000	5.000
C	1	ESFERAS DE SILICA FUNDIDA DE 10 mm (kg)	8.000	8.000
CONDICIONES COMERCIALES			SUBTOTAL	\$19.000
			IVA 19%	\$3.610
			TOTAL	\$22.610