

Propuesta de mejora para reducir la variabilidad de ácidos grasos libres en un proceso productivo de jabón de tocador

Elisa Domínguez Giraldo ^a

Oscar Felipe Rogeles González ^b

^a Estudiante de Ingeniería de Procesos, Universidad EAFIT, Medellín Colombia

^b Magíster en calidad para gestión de organizaciones e ingeniero químico, Manufactura Colgate-Palmolive, Cali, Colombia

Resumen

El presente trabajo tiene como propósito proponer acciones de mejora orientadas a reducir la variabilidad de ácidos grasos libres (%FFA) en un proceso productivo de jabón de tocador para una compañía de consumo masivo del Valle del Cauca cuyo factor es importante controlar para poder cumplir con los estándares de calidad de un jabón y poder competir en el mercado global en términos de suavidad, textura y pH. Para esto se realizó un análisis de los factores que podrían afectar la variabilidad del %FFA realizando un modelo de balances de materia de los flujos de entrada y salida teóricos en las etapas de reacción de saponificación, neutralización e intercambio iónico del proceso y comparándolo con los datos reales de 62 lotes de producción obtenidos en la compañía; además, de evaluar el equipo de adición del ácido cítrico que ingresa en la etapa de secado. Los resultados evidencian que el flujo de ácido cítrico es el factor que induce en mayor proporción a la variabilidad de los ácidos grasos libres producidos por lo que es pertinente realizar como propuesta de mejora un sistema de control en cascada para la adición del ácido garantizando un sistema de medición en línea, en un corto periodo de tiempo para minimizar el error sistemático del operario tanto para la toma del % de FFA en el laboratorio como en el método de adición de ácido cítrico.

1. Introducción

En el proceso productivo de jabones de tocador en barra en una compañía de consumo masivo del Valle del Cauca suceden una serie de reacciones químicas. Estas abarcan desde la transformación de grasas y aceites en el proceso de saponificación, hasta la neutralización de álcalis residuales y reacciones de intercambio iónico de sales de ácidos grasos. Éstas últimas son muy importantes para garantizar al consumidor un nivel de pH adecuado para su uso, evitar agrietamientos y proporcionar la sensación de suavidad en el jabón en barra.

El consumo de productos de aseo personal, cosméticos y perfumería en Colombia en el primer trimestre del 2019 fue de 3.71%, mientras que, para el primer trimestre del 2020 debido a la pandemia del Covid-19, el consumo de este tipo de productos aumentó, debido al confinamiento obligatorio y al lavado de manos permanente para prevenir el virus, generando que la adquisición del jabón de tocador se incrementara en un 35% con respecto al año pasado [1]. Por esta coyuntura, este mercado se considera con un alto potencial de crecimiento debido a que los jabones de tocador han pasado a ser un artículo de primera necesidad.

En ese sentido, la compañía para poder cumplir con los estándares de calidad de un jabón capaz de competir en el mercado global en términos de suavidad, textura y pH, necesita tener 1.5% de ácidos grasos libres en su producto final, pero actualmente no se ha logrado cumplir con un buen control del proceso presentando variaciones en los límites de control del sistema y en los índices de capacidad del jabón neto producido con un $Cpk/Ppk \geq 1.33$, lo que indica que el proceso es capaz de producir resultados que cumplan con las

especificaciones propuestas, pero no es un proceso controlado por lo que requiere un análisis para mejorar la capacidad del mismo y cumplir con los estándares de calidad. [2]

En contexto, la compañía elabora jabón de tocador con base en dos reacciones simultáneas, la primera que se produce entre grasas/aceites (origen animal o vegetal) y una dilución alcalina (comúnmente hidróxido de sodio o hidróxido de potasio) obteniendo como resultado el jabón y glicerina como subproducto y la segunda que ocurre entre los ácidos grasos y una dilución alcalina para producir jabón y agua (Figura 1) [3].

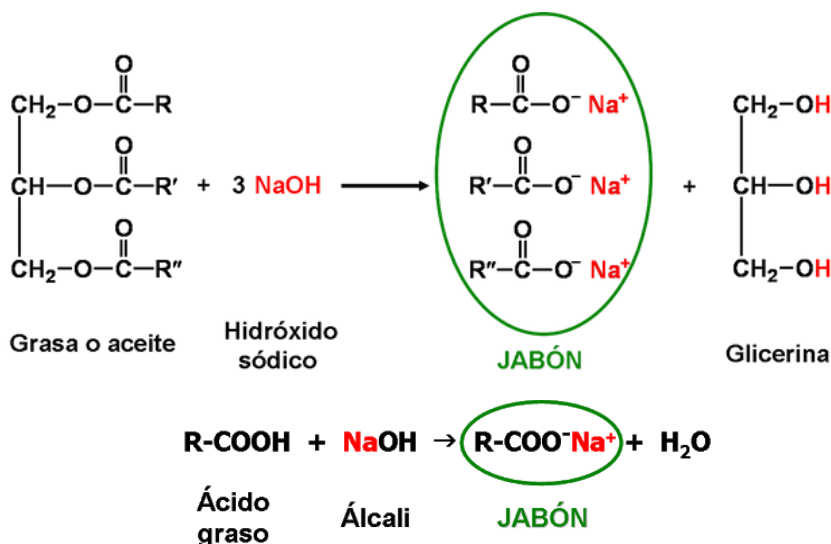


Figura 1 Reacciones múltiples de saponificación [23]

El jabón neto sale del proceso de saponificación con alrededor de 0.10 - 0.20% de alcalinidad y para reducir su contenido se realiza la reacción de neutralización (Ecuación 1) en una etapa preliminar antes del ingreso al proceso de secado, el cual se agrega ácido cítrico a la solución alcalina restante.



Ecuación 1 Reacción de Neutralización

Por otro lado, se utiliza el ácido cítrico para producir ácidos grasos libres resultante de una reacción de intercambio iónico el cual el ácido cede el ion H + y remueve el ion Na + de las moléculas de jabón. (Ecuación 2). Según la tesis de Werner Schubert [4] explica que la determinación del porcentaje de ácidos grasos libres en la elaboración de jabones es muy importante ya que permite a la industria manufacturera controlar la cantidad de álcali libre, prevenir la rancidez y aportar suavidad y espumabilidad al producto.



Ecuación 2 Reacción producción Ácidos Grasos Libres

Por consiguiente, el % de ácidos grasos libres es un indicador clave en el proceso de jabonería, y es usado como criterio de liberación, ya que, si el porcentaje no se encuentra dentro de los parámetros definidos, el producto no podrá salir a la venta y deberá ser desechado o reprocesado. Esta condición ha hecho que los planes de acción en torno a la estabilidad de los ácidos grasos libres sean de suma importancia para las metas de la planta productiva de cuidado personal.

Los eventos de ácidos grasos libres por fuera de especificación en la compañía tienen una ocurrencia promedio de 6 por año, y las acciones planteadas hasta el momento se han mostrado insuficientes para evitar

que sucedan de nuevo. Entre estas se han realizado medidas administrativas y operacionales para evitar errores y confusiones del personal, y procesos intermedios para su verificación. A la fecha, este problema no ha sido abordado revisando de manera integral los balances de materia de los procesos de saponificación e intercambio iónico y la idoneidad de los equipos involucrados para plantear acciones prospectivas.

Adicionalmente, no ha habido documentos de investigación del mejoramiento en la capacidad de proceso en esta etapa específica y mucho menos en escala industrial, aunque ha habido estudios que han implementado la metodología DMAIC de Seis Sigma, que ha evidenciado una mejora en el proceso utilizando la estadística como herramienta de análisis puntual del problema a solucionar [5]. Un ejemplo de mejora fue en el proceso de maquinado de ruedas de aleación de aluminio A356 cuyos principales preocupaciones eran las ruedas de aleación sucias, el deterioro del acabado de la superficie, la no conformidad con la geometría y su especificación dimensional, que al seguir el enfoque DMAIC, logró que los índices de Cp, Cpk y Cpm mostraran señales de mejora pasando de valores iniciales de 0.66, -0.24 y 0.27 a valores finales de 4.19, 3.24 y 1.41 respectivamente [6].

Por lo tanto, el proyecto de grado utilizará herramientas de ingeniería de procesos y conceptos de análisis de la metodología DMAIC con el objetivo de proponer acciones de mejora orientadas a reducir la variabilidad de ácidos grasos libres en el proceso productivo de jabón de tocador, por lo que esta investigación no solo proveerá información para la compañía, sino que traerá mejoras a un problema específico no estudiado anteriormente en las plantas de jabón en barra.

2. Materiales y métodos

2.1. Recolección datos de salida del proceso de saponificación

Durante el proceso continuo de saponificación se midió el flujo del jabón neto a la salida del reactor utilizando un medidor de flujo y el % alcalinidad, humedad y cloruros tomados de manera física por la planta realizados en el laboratorio. La cantidad de datos tomados fueron 62 lotes equivalente a 5 días de producción.

2.1.1. Toma de muestra del Jabón Neto

La muestra del jabón neto en estado acuoso se obtuvo abriendo un grifo conectado a la tubería de salida del reactor. Cuando se iba a tomar la muestra se abría la llave por lo que se llenaba hasta la mitad en una bolsa plástica con cierre hermético (14 x 20 cm). Se llevó la muestra al laboratorio y se extendió la bolsa en una mesa plana para que el jabón se enfriara y endureciera. Cuando la muestra se sintiera completamente sólida y pasara de un color transparente a un blanco puro se podía realizar los siguientes análisis:

2.1.2. % Alcalinidad

Para determinar el % de álcali libre del jabón neto se utilizó el método de titulación oficial internacional de AOCS Da 4a - 48 [7] que consistió primero en cortar lascas de jabón con una espátula dentro de un erlenmeyer de 250 ml y pesar 10 g en la balanza analítica (*Sartorius Entris 124-1S*). Por otro lado, en un envase de 250 ml de alcohol etílico al 96% se le iban agregando gotas de una solución indicadora de fenolftaleína e hidróxido de sodio (NaOH) al 0.1 N. A medida que se agregaba el indicador se iba agitando el alcohol hasta obtener un color rosado pálido (se agregaron aprox. 5 gotas de indicador).

Cuando la solución obtuvo el color deseado, se midieron 100 ml con una pipeta volumétrica y se introdujeron al erlenmeyer con la muestra de jabón. El erlenmeyer se puso en una plancha agitadora a 300 rpm y una temperatura de 185°C hasta que las tiras de jabón estuvieran completamente disueltas en la solución y cogiera un color fucsia. Luego, al haber retirado la muestra de la plancha, se procedió a realizar la titulación con una solución de ácido clorhídrico a 0.1 N conectada a una bureta de titulación digital (*Titrette Series*), donde se fue agregando gota por gota del ácido a la muestra de jabón hasta que la solución se pusiera completamente transparente. Para calcular el % de alcalinidad como NaOH se calculó teniendo el volumen del ácido utilizado

(V_{HCl}) en la titulación, la concentración del ácido (C_{HCl}) y la masa de la muestra de jabón neto (m_{JN}) como se muestra en la siguiente ecuación:

$$\% \text{ NaOH} = \frac{V_{\text{HCl}} (\text{ml}) \times C_{\text{HCl}} (\text{N}) \times K_1}{m_{\text{JN}} (\text{g})} \quad (1)$$

El valor K_1 es una constante de correlación de concentración y masa. El valor se puede calcular utilizando en la metodología AOCS [7] ya que cambia según la mezcla de grasas y aceites que utilizan actualmente.

2.1.3. % Cloruros

Para determinar el valor del % de cloruros en el jabón neto se utilizó el método de precipitación de Mohr [8] aunque con unas adiciones al método al tratarse de una sal de ácido graso. Lo primero que se hizo fue pesar en la balanza analítica 5 g de jabón neto en tiras en un erlenmeyer de 250 ml. Se agregaron alrededor de 100 ml de agua destilada (el agua tiene que cubrir todo el jabón) y se procedió a calentar en una plancha de agitación a 400 rpm y a una temperatura de 185°C hasta que las tiras de jabón estuvieran completamente disueltas.

Después se procedió a retirar el erlenmeyer de la plancha y se agregaron 2.0 ml de ácido sulfúrico de 0.5 M utilizando la bureta digital. Nuevamente se volvió a dejar en la plancha sin temperatura, pero con la misma agitación hasta que se empezara a ver una separación de dos fases (sólido-acuoso) con el objetivo de separar la parte grasa de la solución. Se dejó en agitación alrededor de 3 minutos o hasta que ya no se formara más el precipitado y se retiró para realizar una filtración. La filtración consistió en colocar un embudo de vidrio con papel filtro encima de otro erlenmeyer de 250 ml para después agregar la solución y separar la fase sólida de la acuosa.

Al terminar el procedimiento anterior, se retiró el embudo de la solución acuosa y se le fue agregando gotas del indicador naranja de metilo hasta que obtuviera un color rojo pálido (se agregaron aproximadamente 9 gotas). Cuando obtuvo el color indicado se agregaron 0.5 g de carbonato de calcio (CaCO_3) pesados previamente y 2 ml de cromato de potasio al 5 % (K_2CrO_4) con una pipeta volumétrica. La solución obtuvo un color naranja brillante por lo que se empezó a realizar la titulación con nitrato de plata (AgNO_3) al 0.1 N, adicionando por gotas con la bureta digital hasta que la solución obtuviera un color rojo ladrillo. Para calcular el % de cloruros como NaCl se calculó teniendo el volumen de nitrato en la titulación, la concentración del nitrato (C_{AgNO_3}) y la masa de la muestra de jabón neto (m_{JN}) como se muestra en la siguiente ecuación:

$$\% \text{ NaCl} = \frac{V_{\text{AgNO}_3} (\text{ml}) \times C_{\text{AgNO}_3} (\text{N}) \times K_2}{m_{\text{JN}} (\text{g})} \quad (2)$$

El valor K_2 es una constante de correlación de concentración y masa. El valor se puede calcular utilizando en la metodología AOCS [7] ya que cambia según la mezcla de grasas y aceites que utilizan actualmente.

2.1.4. % Humedad

El % de humedad se calculó de manera digital utilizando un analizador de humedad HR73 de Mettler Toledo donde sencillamente se introdujo en el porta muestras del equipo 1 g de jabón neto previamente pesado en la balanza analítica. Automáticamente, el equipo ingresó la muestra y realiza el proceso de secado durante 3 minutos donde una vez transcurrido el periodo de desecación el módulo de la muestra sale automáticamente y visualiza el % de humedad en la pantalla del equipo.

2.2. Recolección de datos del proceso de secado

Después de que se produce el jabón neto, ocurren las reacciones de neutralización e intercambio iónico en la etapa de secado, por lo que cada hora se realizó la medida del flujo de adición de ácido cítrico utilizando un medidor de flujo. También, se midió el % de ácidos grasos libres (%FFA) y % de humedad en forma de viruta

(pellets) a la salida de los mismos 62 lotes donde se obtuvo la información del numeral 2.1. Los análisis que se realizaron fueron los siguientes:

2.2.1. % FFA

Para determinar el % de FFA de la viruta del jabón se utilizó el mismo método de titulación oficial internacional de AOCS Da 4a - 48 [7] pero con diferentes agentes titulantes. Consistió primero en pesar dentro de un erlenmeyer de 250 ml 10 g de viruta en la balanza analítica (*Sartorius Entris 124-1S*). Por otro lado, en un envase de 250 ml de alcohol etílico al 96% se le iban agregando gotas de una solución indicadora de fenoltaleína. A medida que se agregaba el indicador se iba agitando el alcohol hasta obtener un color rosado pálido (se agregaron aprox. 5 gotas de indicador).

Cuando la solución obtuvo el color deseado, se midieron 100 ml con una pipeta volumétrica y se introdujeron al erlenmeyer con la muestra de jabón. El erlenmeyer se puso en una plancha agitadora a 300 rpm y una temperatura de 165°C hasta que las virutas de jabón estuvieran completamente disueltas en la solución y cogiera un color fucsia. Luego, al haber retirado la muestra de la plancha, se procedió a realizar la titulación con una solución de hidróxido de sodio (NaOH) a 0.1 N conectada a una bureta de titulación digital (*Titrette Series*), donde se fue agregando gota por gota la base a la muestra de jabón hasta que la solución se pusiera color fucsia intenso. Para calcular el % FFA se calculó teniendo el volumen de la base utilizada (V_{NaOH}) en la titulación, la concentración de la base (C_{NaOH}), la masa de la muestra de la viruta (m_{VJ}) y una constante de relación de grasa (K) como se muestra en la siguiente ecuación:

$$\% \text{ FFA} = \frac{V_{\text{NaOH}} (\text{ml}) \times C_{\text{NaOH}} (\text{N}) \times K_3}{m_{\text{VJ}} (\text{g})} \quad (3)$$

El valor K_3 es una constante de correlación de concentración y masa. El valor se puede calcular utilizando en la metodología AOCS [7] ya que cambia según la mezcla de grasas y aceites que utilizan actualmente.

2.2.2. % Humedad

Para garantizar mayor precisión en esta medida, el % de humedad se calculó por el método volumétrico de Karl Fischer de dos componentes, utilizando el analizador de humedad HI903 [9]. El equipo utilizó solventes de Titrant 5, cloroformo seco y reactivo titulante Karl Fischer a 5 mg/ml (solución anhidra de dióxido de azufre y yodo). El procedimiento se realizó agregando 1 g de viruta en el porta muestras previamente pesada en la balanza analítica, se digito el peso en el teclado numérico y al presionar “Enter” se inició el análisis con una duración de 400 segundos y finalmente apareciendo el resultado en la pantalla.

2.3. Cálculos

2.3.1. Desempeño actual % FFA producido

El desempeño actual del % FFA del jabón neto producido se realizó al tomar datos siguiendo el numeral 2.2.1 durante 15 días equivalente a 201 lotes de producción el cual se realizaron las gráficas de control del proceso en Excel y la campana de distribución normal del proceso utilizando el software estadístico Minitab Versión 18 calculando los índices de capacidad de proceso C_{pk} , P_{pk} y C_{pk}/P_{pk} siguiendo el cálculo estadístico descrito en [10].

2.3.2. Balances de Materia

Los balances de materia de los flujos teóricos se calcularon en Microsoft Excel en dos etapas diferentes del sistema de producción del jabón de tocador: etapa del reactor donde ocurre el proceso de neutralización y saponificación y la etapa de secado donde ocurre la neutralización secundaria e intercambio iónico. Se realizaron los balances asumiendo lo siguiente:

- i. El flujo de jabón neto producido fue de 1000 kg/h en la etapa del reactor y fue la misma cantidad que entro a la etapa de secado.
- ii. Se utilizó como mezcla grasa la base que con mayor frecuencia se prepara en planta (45% sebo, 40% aceite de palma y 15% aceite de palmiste)
- iii. En la entrada y salida de las dos etapas los % másicos de cada solución o mezcla son los valores objetivos exactos que la compañía espera obtener en el sistema.

Después de realizar el modelo de balances se procedió a cambiar los valores asumidos de alcalinidad, humedad, cloruros, %FFA y flujo de jabón neto por los valores reales de cada lote de producción obtenido en el numeral 2.1 y así comparar los flujos de ácido cítrico ingresados en sistema. Finalmente, se realizó una regresión lineal del modelo de balances en el software estadístico Minitab V8 para analizar el efecto de las variables en el proceso de saponificación, neutralización e intercambio iónico en la producción de ácidos grasos libres.

2.3.3. Evaluación de las características de la bomba de adición de Ácido Cítrico

Se evaluó las características de la bomba según la hoja de especificación descritas en [11] donde se realizaron los siguientes cálculos y se verificó si el equipo era el adecuado para transportar ese fluido:

2.3.3.1. Flujo Volumétrico (\dot{V})

$$\dot{V} = \frac{\dot{m}}{\rho} \quad (4)$$

\dot{m} = Flujo Ácido Cítrico (kg/h)

ρ = Densidad Ácido Cítrico (kg/m³)

El flujo del ácido cítrico se calculó con el promedio de los resultados reales medidos.

2.3.3.2. Altura Neta Positiva de Aspiración (NPSH)

$$NPSH = \frac{P_{in} - P_o(Pa)}{\rho_L \left(\frac{kg}{m^3} \right) \times g \left(\frac{m}{s^2} \right)}$$

P_{in} = Presión de Succión de la bomba (Pa)

P_o = Presión de saturación del ácido cítrico (Pa)

ρ = Densidad Ácido Cítrico (kg/m³)

La presión de succión se obtuvo con un manómetro presente a la entrada de la bomba y la presión de saturación en la hoja de seguridad [12]

2.3.3.3. Velocidad real de la bomba V (rpm)

$$V = X_B \cdot V_{max}$$

X_B = Capacidad Real de Bombeo (%)

V_{max} = Velocidad Máxima en rpm que puede realizar la bomba [11]

La capacidad real de bombeo se obtuvo del valor ingresado por el operario a través de un mecanismo de control PID.

2.3.3.4. Viscosidad del Ácido Cítrico

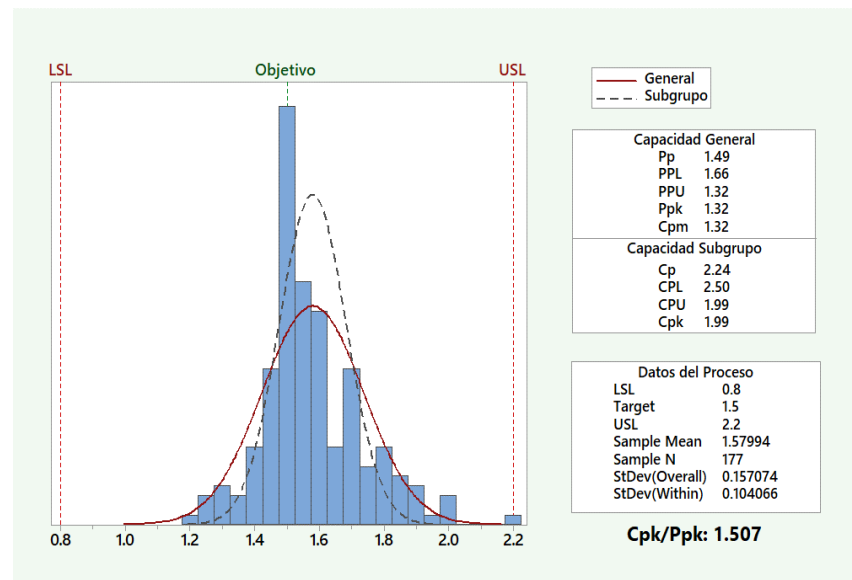
La viscosidad dinámica en centipoises (cP) del ácido cítrico se tomó de la literatura con una concentración de la solución del 50% que es la utilizada actualmente en planta [13].

3. Resultados y análisis

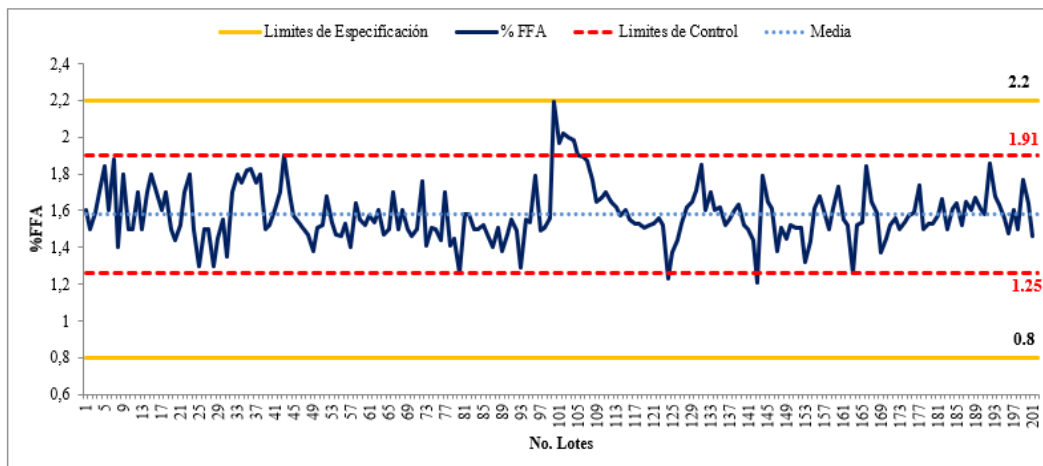
3.1. Desempeño actual del % FFA producido

Como se ha dicho anteriormente, el presente trabajo quiere realizar una propuesta de mejora para reducir la variabilidad de ácidos grasos libres en un proceso productivo de jabón de tocador, por lo que se quiso analizar la capacidad del proceso actual. En la Gráfica 1 se observa que la distribución en la curva esta desplazada hacia la derecha, es decir que hay mayor número de datos que exceden el valor objetivo, aunque se considera un proceso conforme al encontrar la mayoría de los datos dentro de los límites de especificación establecidos por la empresa. Por otro lado, al observar el índice de capacidad Cpk de 1.99 al ser mayor al valor referencia de 1.33 indica que la capacidad del proceso por subgrupos es la adecuada, pero la capacidad de proceso general no lo es, al tener un valor de Ppk de 1.32 lo que indica que la capacidad general podría mejorarse si se redujeran o eliminaran las fuentes adicionales de variación sistémica del proceso. [14]

Por consiguiente, al comparar los valores de Cpk y Ppk al tener una variación de 0.67 entre ellos (evidenciado en la diferencia de las curvas general y de subgrupo) y presentar índice de Cpk/Ppk de 1.51 valor mayor a 1.33 indicando que el proceso es capaz de producir resultados que cumplan con las especificaciones propuestas, pero no es un proceso controlado y estable. Asimismo, en la Gráfica 2 se observa la alta variabilidad del %FFA por cada lote producido en el tiempo y presencia abrupta de datos por fuera de los límites de control el cual expone la posibilidad de que hay variables en el proceso que están afectando el control y la estabilidad de todo el sistema de producción de los ácidos grasos libres.



Gráfica 1 Informe Capacidad del proceso del % FFA



Gráfica 2 Control del Proceso del %FFA producido

3.2. Análisis del efecto del % FFA

Se procedió a evaluar los factores que influyen en el % de ácidos grasos libres producidos en el proceso productivos del jabón. La Tabla 1 muestra los resultados de los datos recolectado en campo:

No. Lote	Sistema Reactor (Saponificación y Neutralización)				Sistema Secado (Neutralización e Intercambio Iónico)		
	% Alcalinidad	% Cloruros	Flujo de Jabón Neto (kg/h)	% H ₂ O (Jabón Neto)	% H ₂ O (Jabón en Viruta)	%FFA	Flujo del Ácido Cítrico (kg/h)
1	0,10%	0,54%	6193	28,9%	16,4%	1,53%	57,3
2	0,11%	0,54%	6162	29,3%	16,6%	1,53%	58,8
3	0,12%	0,53%	6191	28,7%	17,0%	1,57%	60,0
4	0,12%	0,53%	6209	29,0%	16,4%	1,66%	62,3
5	0,12%	0,54%	6206	29,0%	16,0%	1,50%	61,1
6	0,13%	0,53%	6188	29,8%	16,6%	1,61%	62,5
7	0,12%	0,53%	6201	29,5%	17,0%	1,64%	62,1
8	0,12%	0,53%	6211	29,3%	16,1%	1,65%	62,0
9	0,11%	0,54%	6195	30,0%	15,9%	1,60%	61,0
10	0,11%	0,54%	6196	30,0%	15,9%	1,67%	61,9
11	0,12%	0,53%	6203	29,0%	15,7%	1,61%	61,4
12	0,13%	0,53%	6182	29,4%	16,2%	1,58%	62,9
13	0,16%	0,53%	6194	30,5%	16,1%	1,86%	68,6
14	0,14%	0,54%	6209	29,3%	15,9%	1,68%	63,4
15	0,13%	0,54%	6197	29,4%	16,1%	1,63%	61,9

16	0,10%	0,51%	6188	29,1%	16,5%	1,56%	58,1
17	0,11%	0,54%	6209	28,8%	16,7%	1,48%	58,6
18	0,12%	0,50%	6206	28,6%	16,0%	1,60%	64,3
19	0,14%	0,46%	6204	28,2%	16,3%	1,50%	62,2
20	0,13%	0,53%	6207	28,9%	16,2%	1,77%	64,9
21	0,12%	0,53%	6178	29,4%	16,5%	1,46%	58,9
22	0,10%	0,54%	6203	29,4%	16,3%	1,62%	60,4
23	0,10%	0,55%	6199	29,3%	15,6%	1,36%	62,2
24	0,11%	0,53%	6011	29,5%	15,7%	1,42%	64,9
25	0,12%	0,53%	5987	29,4%	16,6%	1,49%	62,6
26	0,12%	0,54%	6004	29,0%	16,7%	1,79%	65,9
27	0,12%	0,54%	6019	29,5%	16,5%	1,61%	63,5
28	0,13%	0,53%	5997	29,2%	16,4%	1,73%	65,6
29	0,10%	0,56%	6001	28,8%	16,6%	1,57%	63,8
30	0,11%	0,50%	6002	28,0%	16,7%	1,65%	60,2
31	0,12%	0,55%	6001	29,4%	16,3%	1,60%	61,8
32	0,14%	0,54%	5996	28,9%	15,8%	1,54%	60,2
33	0,12%	0,54%	6001	29,5%	15,8%	1,39%	61,9
34	0,12%	0,54%	6001	29,3%	15,4%	1,63%	60,2
35	0,12%	0,53%	6011	29,0%	15,7%	1,58%	60,7
36	0,17%	0,61%	5992	29,7%	16,4%	1,60%	62,0
37	0,14%	0,56%	6015	28,9%	16,7%	1,61%	60,1
38	0,14%	0,53%	5989	29,7%	16,3%	1,54%	63,3
39	0,13%	0,53%	6198	29,2%	15,5%	1,64%	62,7
40	0,12%	0,55%	6243	29,4%	15,6%	1,47%	59,6
41	0,13%	0,54%	6197	29,1%	16,3%	1,57%	65,6
42	0,11%	0,53%	6216	29,3%	16,0%	1,55%	60,2
43	0,12%	0,54%	6202	28,4%	16,0%	1,47%	60,9
44	0,12%	0,53%	6196	28,8%	16,5%	1,50%	60,4
45	0,12%	0,52%	6216	29,0%	16,5%	1,49%	60,1
46	0,11%	0,56%	6199	29,2%	15,9%	1,53%	60,3
47	0,12%	0,55%	5999	29,2%	15,3%	1,63%	60,2
48	0,13%	0,54%	6044	29,0%	16,3%	1,57%	60,3
49	0,13%	0,55%	6000	28,8%	16,4%	1,57%	60,2
50	0,12%	0,53%	6000	20,3%	16,4%	1,44%	61,9
51	0,10%	0,55%	6012	29,3%	16,7%	1,65%	60,4
52	0,11%	0,54%	5979	29,1%	16,7%	1,57%	59,4
53	0,12%	0,53%	5981	29,0%	15,9%	1,72%	63,3
54	0,13%	0,53%	5994	29,0%	16,4%	1,73%	63,2
55	0,13%	0,54%	5998	29,1%	16,7%	1,45%	59,2
56	0,15%	0,57%	6002	29,1%	16,9%	1,42%	61,8

57	0,11%	0,54%	6014	29,2%	16,9%	1,62%	64,2
58	0,11%	0,54%	6010	29,4%	16,2%	1,66%	61,4
59	0,12%	0,52%	5992	29,4%	16,7%	1,58%	64,5
60	0,11%	0,54%	5997	29,5%	15,7%	1,55%	65,4
61	0,12%	0,54%	5994	28,9%	16,5%	1,56%	65,6
62	0,13%	0,53%	5981	29,1%	16,5%	1,81%	66,1
Desviacion Estandar	0.014%						2.57

Tabla 1 Datos reales del proceso de elaboración de jabón de tocador

En la Tabla 1 se puede observar que el flujo de jabón neto a la salida del reactor es muy parecido ya que el flujo es continuo y la variación es mínima. Este flujo de jabón también se puede ver de manera directa ya que tanto el % de alcalinidad, %cloruros y % humedad del jabón neto presentan muy poca variabilidad en los lotes producidos, indicando que el proceso de saponificación es controlado.

Además, después de realizar el modelo de balances de materia demostrado en la Tabla 3 de anexos se pudo observar que al haber dos reacciones en el proceso de secado que son el intercambio iónico y la neutralización, para que la conservación de masa se pudiera cumplir primero tenía que ocurrir la reacción de neutralización, es decir que el remanente de álcali libre (% alcalinidad) tiene que reaccionar primero con el flujo de ácido cítrico para después reaccionar con el jabón. Esta teoría tiene mucho sentido ya que el hidróxido de sodio es completamente iónico (polar) y contiene iones de sodio y iones de hidróxido. El ion hidróxido hace que el hidróxido de sodio sea una base fuerte que reaccione con los ácidos para formar agua y la sal correspondiente; aunque el jabón al tener estructura química bastante estable por sus cadenas largas alifáticas y presentar poca polaridad cause poca atracción y no reaccione con rapidez con la molécula del ácido cítrico [15].

Por lo tanto, esto justifica que el % de alcalinidad y la cantidad de ácido cítrico son factores determinantes en la producción de ácidos grasos libres en el proceso. Sin embargo, al calcular la desviación estándar observadas en la Tabla 1 que sería la medida de dispersión de ambas variables con respecto a su media, se puede expresar que el % de alcalinidad al tener una desviación estándar tan baja con un valor de 0.014% mientras que el flujo de cítrico ingresado con un valor de 2.57 kg/h, quiere decir que la cantidad de NaOH que no reacciona a la salida del reactor no sería la variable a controlar sino el mismo flujo de adición del ácido cítrico.

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	2	0.5202	0.260109	143.01	0.000
Flujo Ácido Cítrico	1	0.4904	0.490367	269.62	0.000
% Alcalinidad	1	0.1725	0.172456	94.82	0.000
Error	61	0.1109	0.001819		
Total	63	0.6312			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0.0426469	82.42%	81.85%	81.18%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	0.1284	0.0906	1.42	0.161	
Flujo Ácido Cítrico	0.03332	0.00203	16.42	0.000	2.32
% Alcalinidad	-5.839	0.600	-9.74	0.000	2.32

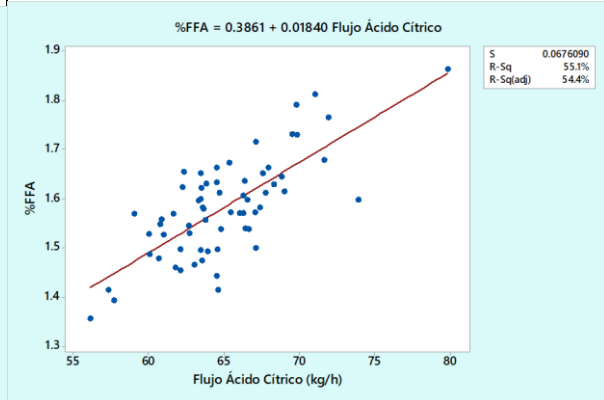
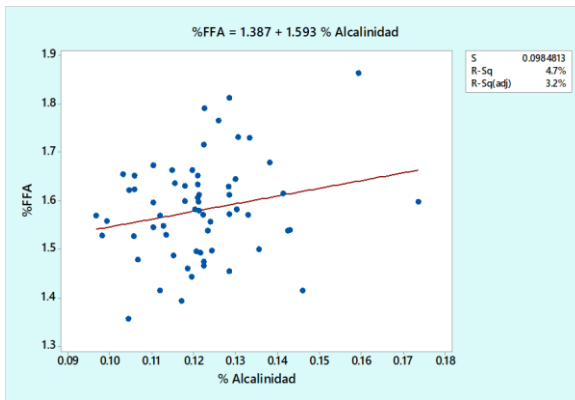
Regression Equation

$$\%FFA = 0.1284 + 0.03332 \text{ Flujo Ácido Cítrico} - 5.839 \text{ \% Alcalinidad}$$

Figura 2 Análisis de regresión del %FFA vs. %Alcalinidad y Flujo de Ácido Cítrico

tener un coeficiente de determinación del modelo en un 55.1% y un valor p menor a 0.05, mientras que el % de alcalinidad solo presenta un coeficiente de determinación de 4.7% y valor p de 0.08, es decir que tiene poca variabilidad significativa en los datos de respuesta del %FFA. [16]

De igual manera, al realizar un análisis de regresión del % de FFA en función del % alcalinidad y el flujo de ácido calculado en el modelo de balances (Figura 2) al obtener un coeficiente de determinación de 82.42% el modelo logra explicar la alta variabilidad de los datos de respuesta en torno a su media. Por otro lado, el modelo al tener un p valor menor a 0.05 indica que hay significancia estadística, es decir que existe relación directa entre la variabilidad del % de alcalinidad y flujo de ácido cítrico con la variable respuesta del %FFA. Sin embargo, se puede determinar que el flujo de ácido cítrico tiene mayor significancia en el modelo al tener un valor F mayor al % de alcalinidad. Así mismo, realizando un análisis de regresión de estas dos variables por aparte demostrados en la Figura 3 y Figura 4 indica que el flujo de ácido cítrico tiene mayor efecto en el %FFA producido al



Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	1	0.029852	0.029852	3.08	0.084
% Alcalinidad	1	0.029852	0.029852	3.08	0.084
Error	62	0.601311	0.009699		
Lack-of-Fit	59	0.597360	0.010125	7.69	0.058
Pure Error	3	0.003952	0.001317		
Total	63	0.631163			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0.0984813	4.73%	3.19%	0.00%

Regression Equation

$$\%FFA = 1.387 + 1.593 \%Alcalinidad$$

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	1	0.3478	0.347763	76.08	0.000
Flujo Ácido Cítrico	1	0.3478	0.347763	76.08	0.000
Error	62	0.2834	0.004571		
Total	63	0.6312			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0.0676090	55.10%	54.37%	52.07%

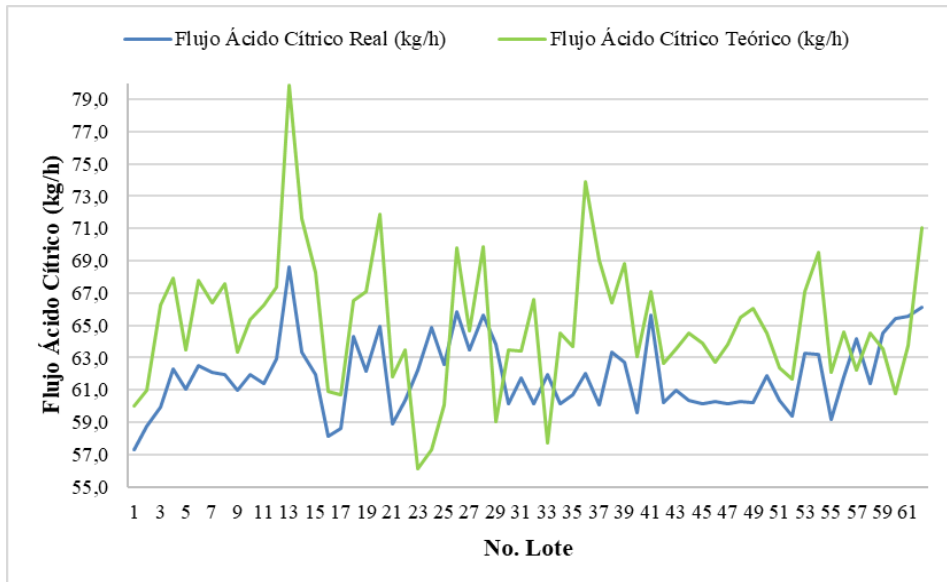
Regression Equation

$$\%FFA = 0.386 + 0.01840 \text{ Flujo Ácido Cítrico}$$

Figura 3 Análisis de regresión del % Alcalinidad vs. %FFA

Figura 4 Análisis de regresión del %FFA vs. Flujo Ácido Cítrico

Como se ha dicho anteriormente, el flujo de ácido cítrico sería la variable a controlar en el sistema ya que la Gráfica 3 donde presenta el flujo real del ácido cítrico tomado en campo con el flujo calculado en el modelo de balances hay una diferencia promedio de los datos de 4.17 kg/h entre ambos por lo que vale la pena evaluar el equipo de adición del ácido cítrico (bomba instalada actualmente) y así regular el sistema de adición del ácido cítrico para garantizar un 1.5% de ácidos grasos libres.



Gráfica 3 Flujo de adición ácido cítrico real y teórico

3.3. Evaluación equipo de adición de Ácido Cítrico

El equipo de adición de Ácido cítrico que está montado actualmente en el sistema es un tipo de bomba hidráulica de desplazamiento positivo de marca *Liquiflo* serie H3. La bomba consta de dos engranajes, un eje conductor y eje conducido donde el eje conductor es el que es accionado por el eje del motor y al ser de desplazamiento positivo quiere decir que una cantidad constante de líquido fluye por cada revolución [17]. Al evaluar las características de la bomba descritas en la hoja de especificaciones (Figura 5) [11] con las

Pump Series	Pump Model	Max Flow	NPSHR ⁽²⁾	Dry Lift ⁽²⁾	Max Speed	Max ΔP	Max Viscosity ⁽³⁾	TD ⁽⁴⁾
	Units:	GPM	ft	ft	RPM	PSI	cP	Gal./Rev.
H-Series	H1F	0.5	3	0.5				.000276
	H3F	1.4	2	1.5				.000828
	H5R	2.4	2	2				.001379
	H5F	3.4	2	4				.001930
	H7N	5.4	5.2	6	1750	225 ⁽¹⁾	100,000	.003070
	H7R	8.6	5.2	6				.004910
	H7F	10.7	5.2	7				.006140
	H9R	15.0	3	14				.008610
H9F	21.5	3	14				.01228	
3-Series	31F	0.5	3	0.5				.000276
	33F	1.4	2	1.5				.000828
	35R	2.4	2	2				.001379
	35F	3.4	2	4				.001930
	37R	8.6	5.2	6	1750	100	100,000	.004910
	37F	10.7	5.2	7				.006140
	39R	15.0	4	6				.008610
	39F	21.5	3	14				.01228
311F	21.5	3	14		80		.01228	

Figura 5 Especificaciones de la bomba H3F (Sistema Ingles)

características que debe manejar la bomba según las propiedades del ácido cítrico (Tabla 2) se puede decir que la bomba H3F instalada actualmente cumple con los requerimientos mínimos que debe tener una bomba que maneja este tipo de fluido ya que todos los parámetros de la Tabla 2 están por debajo de los valores máximos en la hoja de especificación por lo que el equipo como tal no es aquel que influye en la variación de los ácidos grasos libres producidos.

Flujo Volumétrico (GPM)	NPSH (ft)	Velocidad (rpm)	Viscosidad (cP)
0.15-0.19	1.965	490	6.5

Tabla 2 Característica de una bomba de adición de ácido cítrico

Por otro lado, si evaluamos el manejo operacional de la adición, se encontró que el operario de turno encargado de tomar los datos de %FFA cada hora y que controla la adición de ácido cítrico en la bomba afirmó lo siguiente “nosotros al realizar el análisis de %FFA y al ver que presenta valor superior a 1.5% sabemos por experiencia que al mover 0.5% a la variación de velocidad de la bomba varía un 0.3% de FFA”. Esto quiere decir que bajo ese concepto ellos mueven el % de velocidad del motor de la bomba (controlador PID de lazo abierto) mas no trabajan con el flujo másico de adición de ácido, por lo que no es lo mas preciso ya que si la bomba llegara a perder eficiencia el variador de velocidad cambiaria y puede perder los parámetros iniciales, [18] incrementando el margen de error y directamente influir en el % de ácidos grasos libres producidos [19]. Asimismo, los operarios al variar la velocidad de la bomba cada hora cuando se hace el análisis de %FFA no nos garantiza un control continuo del proceso. De igual manera, el ingeniero de mantenimiento de la planta afirmó que “hace más de 1 año no se le ha hecho mantenimiento a la bomba” [20] por lo que ese factor al no desmontarla y hacerle la respectiva lubricación y mantenimiento ha podido afectar la eficiencia de la bomba y explique la variación del flujo real con el teórico (Gráfica 3).

3.4. Propuesta de Mejora

Tras identificar los puntos críticos que afectan la variabilidad del % de ácidos grasos libres producidos en el sistema de secado, se decidió como propuesta de mejora realizar un sistema de control de adición de ácido cítrico. El sistema de control se realizará garantizando un sistema de medición en línea, en un corto periodo de tiempo donde minimizará el error sistemático del operario tanto para la toma del % de FFA en el laboratorio como en el método de adición de ácido cítrico. La medición en línea se efectuará tanto en la salida del proceso del reactor midiendo el % de alcalinidad y humedad, como en la salida de la secadora para medir el % de FFA, ambos utilizando un equipo de espectroscopia infrarroja cercana (NIR) (Figura 6).

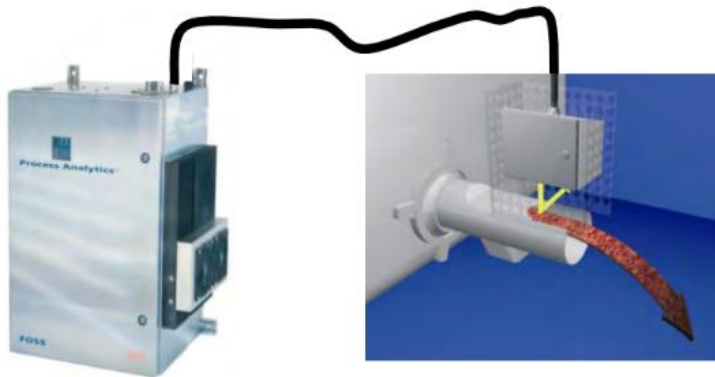


Figura 6 Medición continua de tecnología NIR a la salida del proceso [21].

El NIR consiste en un haz de luz amplio que atraviesa la muestra para tener el rango espectral de la muestra, que relaciona las propiedades físicas y químicas únicas de cada compuesto. Este método de análisis es rápido, directo (sin pretratamiento), reproducible y, además, el costo por análisis es relativamente bajo en comparación con las técnicas clásicas. Por lo que, debido a la alta precisión de la medición, esta técnica permite una

importante reducción del control analítico manual que actualmente se está realizando en la planta de producción de jabón [21]. Garantizando la implementación del equipo se puede crear un sistema de control en cascada como se muestra en la Figura 7 que consiste en dos lazos de control:

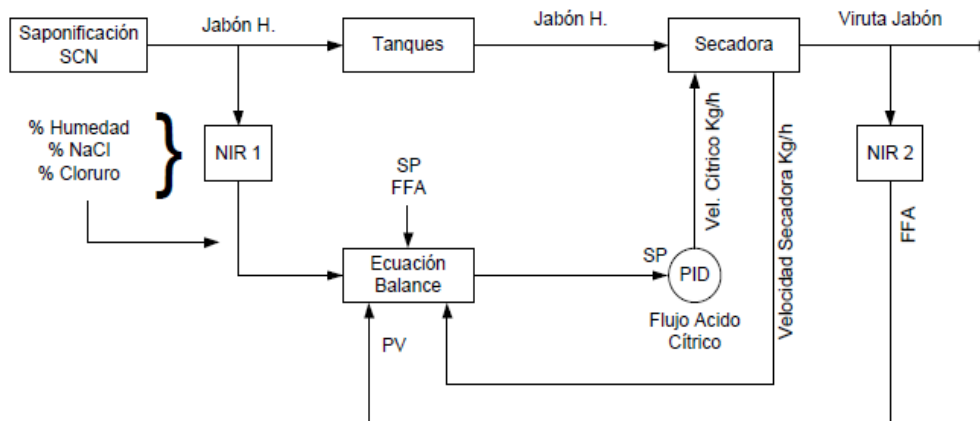


Figura 7 Sistema de control en cascada del %FFA producido

1. El primario que sería el externo el cual hace referencia a los balances de materia realizados en el sistema del reactor y secado y es alimentado por los parámetros reales del proceso (Process Value-PV) como el %FFA, alcalinidad, cloruros y humedad medidos en el equipo NIR y el flujo del jabón obtenido con el medidor de flujo instalado en planta.
2. El secundario donde el flujo del ácido cítrico es controlado por un PID (controlador proporcional, integral y derivativo) teniendo en cuenta como valor objetivo el 1.5% de ácidos grasos libres establecido por el lazo principal, para calcular un punto de ajuste (Set Point - SP) del flujo de ácido cítrico, el cual contribuirá en eliminar el error del PV.

Igualmente, como recomendación para garantizar alta precisión en el flujo de ácido cítrico a adicionar en el proceso, es necesario que la bomba de adición tenga mantenimientos periódicos mínimo cada tres meses cuando se trata de transportar de manera prolongada sustancias abrasivas como lo es el ácido cítrico ya que puede influir en el desgaste físico del material de la bomba afectando directamente la eficiencia y velocidad de funcionamiento. [22]

4. Conclusiones

El presente proyecto responde a la pregunta de investigación y da cumplimiento con los objetivos planteados, se concluye que la acción de mejora para reducir la variabilidad del porcentaje de ácidos grasos libres en un proceso productivo de jabón de tocador es implementar un sistema de lazo de control en cascada para controlar el flujo de ácido cítrico a ingresar en la etapa de secado, para esto es necesario implementar un sistema de medición en línea que requiere inversión de un equipo NIR.

Se determino que los factores que afectan el % de ácidos grasos libres en el proceso de producción de jabón de tocador son el % alcali libres y el flujo másico de ácido cítrico, pero tras analizar estadísticamente el comportamiento de estas dos variables la de mayor efecto sobre el % de FFA y pertinentemente controlar en el sistema es el flujo de adición de ácido cítrico.

Se encontró que las variaciones entre los flujos reales y teóricos del flujo de ácido cítrico, es operacional manipulando de manera manual el equipo de adición ya que la bomba cumplió con las condiciones mínimas para transportar de manera efectiva el ácido cítrico, pero es pertinente que por sus propiedades abrasivas el equipo sea sometido a un mantenimiento periódico de tres meses como mínimo.

Este estudio muestra el gran potencial que puede llegar a tener la implementación de un sistema de mejora en la capacidad de producción de los ácidos grasos libres, que no solo beneficiaría a la empresa en cuestión sino a las demás empresas manufactureras de jabón de tocador que puedan llegar a presentar la misma condición y cuyo objetivo sea cumplir con los estándares de calidad.

5. Tabla de Anexos

Tabla 3 Documentos adicionales incluidos con el proyecto de grado

Nombre	Desarrollo (propio/terceros)	Tipo de Archivo	Enlace google drive (https://goo.gl/)
Balances de Materia	Propio	.pdf y .xlsx	https://drive.google.com/drive/folders/12m6rVnPdDSBdxcznZycVDlgXZSwChI_5?usp=sharing

6. Referencias

- [1] J. Mendoza, «Statista,» 2 Abril 2020. [En línea]. Available: <https://es.statista.com/estadisticas/1105423/variacion-ventas-productos-consumo-masivo-covid-19-colombia/>. [Último acceso: 10 Febrero 2021].
- [2] J. F. Guerrero, Interview, *Ingeniero de Procesos, Planta Cuidado Personal*. [Entrevista]. 21 Febrero 2021.
- [3] L. Spietz, *Soap Manufacturing Technology*, Oxford: Elsevier, 2016.
- [4] W. Schubert, «Determination of Free Fatty Acids in Soaps,» California, 1949.
- [5] Universidad Pablo de Olavide, «Aplicacion de la metodología DMAIC de Seis Sigma con simulacion discreta,» Sevilla, 2016.
- [6] G. Sharma, P. Rao y P. Snirivasa, «Process capability improvement through DMAIC for aluminum alloy wheel machining,» *Journal of Industrial Engineering International*, Tehran, 2018.
- [7] D. Firestone, *Official Methods and Recommended Practices of American Oil Chemists Society*, Urbana: American Oil Chemists Society Champaign, 1989.
- [8] Universidad Nacional de San Agustín, «Cloruro de Sodio y estandarización de sales, calidad y centrifugación,» 2014. [En línea]. Available: <http://repositorio.unsa.edu.pe/bitstream/handle/UNSA/4192/IAmoamm035.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [Último acceso: 12 Marzo 2021].
- [9] Hanna Instruments, *Guía Inicio Rápido Titulador Volumetrico Karl Fischer*, Rhode Island, 2010.
- [10] D. C. Montgomery y G. C. Runger, *Applied Probability Statistics & Probability for Engineers*, Tempe, Arizona: John Wiley & Sons, 2003.
- [11] Liquiflo Chemical Processing Pumps, *Installation, Operation & Maintenance Manual*, New Jersey: Liquiflo All rights reserved, 2006.
- [12] Gobierno de México, «Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático-Ficha de Seguridad Ácido Cítrico,» 2019. [En línea]. Available: http://www2.inecc.gob.mx/sistemas/plaguicidas/pdf/Acido_citrico.pdf.
- [13] Laboratorios Baxter, «Ficha Seguridad Ácido Cítrico,» 30 Septiembre 2017. [En línea]. Available: https://www.baxter.es/sites/g/files/ebysai1291/files/2018-12/FTS_Acido_citrico_solucion_50_2017.pdf.
- [14] Minitab LCC, «Interpretar los resultados clave para Análisis de capacidad Seis en uno de subgrupos/corto

- plazo,» 2019. [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/quality-and-process-improvement/capability-analysis/how-to/capability-sixpack/between-within-capability-sixpack/interpret-the-results/key-results/#step-1-check-your-data-for-problems>.
- [15] I.E.S Al Ándalus, «Química del Carbono,» 22 Junio 2018. [En línea]. Available: https://ingemecanica.com/tutoriales/objetos/quimica/tema07_quimica_carbono.pdf.
- [16] Minitab Blog, «Regression Analysis: How Do I Interpret R-squared and Assess the Goodness-of-Fit?,» 30 Mayo 2013. [En línea]. Available: <https://blog.minitab.com/en/adventures-in-statistics-2/regression-analysis-how-do-i-interpret-r-squared-and-assess-the-goodness-of-fit>.
- [17] Michael Smith Engineers LTD, «Useful information on Gear Pumps,» The leading pump uk specialist, junio 2020. [En línea]. Available: <https://www.michael-smith-engineers.co.uk/resources/useful-info/gear-pumps>.
- [18] I. Matin, R. Salcedo y R. Font, «Mecánica de Fluidos: Impulsión de Fluidos,» Enero 2011. [En línea]. Available: https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/20299/4/tema2_impulsion.pdf.
- [19] H. Zorillo, Interview, *Control flujo de ácido cítrico manual*. [Entrevista]. 22 Marzo 2021.
- [20] A. M. Velasco, Interview, *Ingeniera de Mantenimiento Cuidado Personal*. [Entrevista]. 15 Abril 2021.
- [21] T. Raspe y C. da Silva, «Determination of Free Fatty Acid by FT-NIR Spectroscopy in Esterification Reaction for Biodiesel,» *Journal of Energy*, 2013.
- [22] Gould Pumps, «Manual de Instalación y Mantenimiento de Bombas,» 1 Junio 2017. [En línea]. Available: https://www.gouldspumps.com/ittgp/medialibrary/goulds/website/Literature/Instruction%20and%20Operation%20Manuals/Numerical/3700_IOM_Spanish.pdf?ext=.pdf.
- [23] «Atomos, moléculas y enlace,» 8 Marzo 2019. [En línea]. Available: <https://atomosmoleculasenlaces.home.blog/2019/03/08/el-agua-no-limpia-limpia-el-jabon/>.