

DETERMINACIÓN DE CONDICIONES DE PROCESO Y PUESTA EN MARCHA DE UNA LÍNEA DE ACABADO DE JABÓN EN BARRA

RICARDO SEGOVIA BORRAY - 1103625

Proyecto de grado presentado como requisito parcial para optar por el título de
Magíster en Ingeniería con énfasis en Ingeniería Química

Marzo de 2014

Dirección:

Ing. Paula Ramírez, MBA

Ing. Fiderman Machuca, Dr. Ing.

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
SANTIAGO DE CALI

Agradecimientos

A mis padres, hermanas y a toda mi familia por el apoyo y amor de siempre

A Paula por la paciencia, el acompañamiento, los consejos en los momentos fáciles y difíciles, y por la oportunidad de hacer parte del proyecto

A Diego, Mauricio y Margarita por el profesionalismo y el trabajo duro de siempre

A todas y cada una de las personas de la planta de Jabón y el laboratorio central por las ganas y el esfuerzo por hacer cada día mejor las cosas

A Isabel M, por los consejos, la disposición y la guía

Al profesor Fiderman, por la orientación y disposición durante el proyecto

A Luza por estar abierta a las oportunidades de crecimiento de las personas del grupo

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
TABLA DE CONTENIDO	3
1. INTRODUCCIÓN.....	7
2. OBJETIVOS	9
2.1. Objetivo general	9
2.2. Objetivos específicos.....	9
3. MARCO TEÓRICO	10
3.1. Formulación de Jabones.....	10
3.1.1. Clasificación de jabones de tocador según el tipo de surfactante (Base)	10
Surfactantes naturales.....	10
Surfactantes sintéticos.....	10
3.1.2. Clasificación de jabones de tocador según propiedades cosméticas	11
3.2. Estructura cristalina del jabón.....	11
3.3. Propiedades de desempeño	13
3.3.1. Tasa de desgaste.....	13
3.3.2. <i>Cracking</i>	13
3.3.3. <i>Smear</i>	14
3.3.4. <i>Grittiness</i>	14
3.3.5. Espuma.....	14
3.3.6. Pruebas organolépticas.....	14
3.4. Proceso de fabricación	15
3.4.1. Mezclado.....	15
3.4.2. Refinación.....	15
3.4.3. Troquelado.....	15
4. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA	16
5. METODOLOGÍA.....	18
5.1. Descripción del proceso	18
5.2. Pruebas de producción.....	18
5.2.1 Preparación de hoja de fabricación	19
5.2.2 Prepesaje de materiales.....	19
5.2.3 Mezclado y descarga.....	19
5.2.4 Refinación	19

5.2.5 Troquelado	21
5.3. Evaluación de proceso	21
5.4. Evaluación de producto	22
5.5. Validación de proceso	22
5.6. Equipos y reactivos	22
6. RESULTADOS Y ANÁLISIS	23
6.1. Análisis de formulaciones	23
6.2. Definición de variables de entrada y salida.....	25
6.3. Comparación de proceso anterior vs proceso nuevo	32
6.4. Determinación de condiciones de operación	35
6.4.1 Establecimiento de un conjunto inicial de condiciones de operación	35
6.4.2 Ensayos de determinación de condiciones de operación	36
6.5. Evaluación de producto	42
6.6. Validación de repetibilidad y reproducibilidad del proceso	43
7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	45
8. BIBLIOGRAFÍA.....	46

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Diagrama de bloques del proceso de fabricación.....	18
Figura 2 – Mezclador doble sigma	19
Figura 3 – Refinadora simple de tornillo dual	20
Figura 4 – Refinadora múltiple	20
Figura 5 - Troqueladora	21
Figura 6 – Diferencias en la composición de los aceites	34

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 – Equipos de medición utilizados	22
Tabla 2 – Codificación de fórmulas	23
Tabla 3 – Comparativo de fórmulas	24
Tabla 4 – Análisis de modo de falla	27
Tabla 5 – Listado de equipos proceso anterior.....	32
Tabla 6 – Listado de equipos proceso nuevo	33
Tabla 7 - Conjunto de condiciones de operación: proceso anterior	33
Tabla 8 – Listado de ensayos realizados: Mezclado	36
Tabla 9 – Listado de ensayos realizados: refinación	38
Tabla 10 – Listado de ensayos realizados: troquelado.....	41
Tabla 11 – Resultados de análisis de producto.....	42
Tabla 12 – Resultados de validación de proceso	43

1. INTRODUCCIÓN

El proceso de obtención de jabón es uno de los procesos químicos más antiguos de los que se tiene registro [1]. Contrario a sus inicios como productos exclusivos para el cuidado de la ropa y limpieza básica, actualmente los jabones en barra tienen propiedades cosméticas especializadas para cuidado personal, entre las que se destacan los ingredientes naturales, antibacteriales, desodorantes y humectantes, especialmente durante la última década [2].

Esto ha implicado el desarrollo de diversas formulaciones que permitan satisfacer las diferentes necesidades de los consumidores, dando como resultado un portafolio de productos que comprende varias marcas y variantes en Colombia [3].

De la misma manera y de acuerdo a las exigencias de las formulaciones en los equipos de fabricación, la maquinaria utilizada para la fabricación de jabón ha evolucionado consistentemente para permitir el uso de agentes de relleno, jabones con alto contenido de líquidos, material particulado característico, entre otros aditivos especializados destinados a enriquecer los atributos cosméticos de los productos.

Aunque los jabones líquidos han cobrado importancia en grandes mercados como el europeo y el norteamericano, los jabones en barra siguen siendo líderes en mercados emergentes, debido al creciente interés de los consumidores en la higiene y la limpieza, así como al dinamismo del sector palmicultor en Malasia y algunos países de Sur América [4], como motor de una industria jabonera en la cual el costo de materiales tiene altas proporciones [5].

El presente proyecto está enmarcado dentro de un macroproyecto de una compañía de productos de consumo masivo, que reemplazó su única línea de producción de jabón de tocador por una nueva con el objetivo de aumentar la capacidad de la planta, mejorar el cumplimiento de las políticas corporativas relativas a la seguridad industrial y el aseguramiento de la calidad, así como mejorar eficiencias operacionales.

Para lograrlo, se definieron y estandarizaron procesos de fabricación de 19 formulaciones de jabón de tocador en la nueva maquinaria, determinando variables críticas y condiciones de operación en las etapas de mezclado, refinado y troquelado del producto.

Esta estandarización cubrió otros aspectos importantes para la compañía, como minimizar la posibilidad de errores humanos, unificar de los tiempos de corrida, minimizar tiempos de cambio entre productos o tamaños y minimizar tiempos de ciclo [6].

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo general

Implementar un proceso de fabricación de barras de jabón de tocador para 19 fórmulas de producto, que cumpla con las especificaciones internas de la compañía y los estándares regulatorios Colombianos.

2.2. Objetivos específicos

- Agrupar las 19 formulaciones objeto de estudio de acuerdo a su composición e identificar fórmulas representativas de cada uno de los grupos de fórmulas.
- Identificar las variables críticas de proceso y producto, y su efecto en los procesos de mezcla de ingredientes, refinación y troquelado de jabones de tocador en barra para todos los grupos de fórmulas disponibles para fabricación.
- Establecer intervalos de operación de las variables críticas en las etapas de mezcla de ingredientes, refinación y troquelado para cada uno de los grupos de fórmulas.
- Garantizar la repetibilidad y reproducibilidad del proceso de fabricación de todas las fórmulas disponibles para fabricación.

3. MARCO TEÓRICO

3.1. Formulación de Jabones

Los jabones de tocador se clasifican principalmente por el tipo de surfactante y por sus propiedades cosméticas. Gran parte de las propiedades de un jabón de tocador provienen de los ingredientes que contiene, los cuales le confieren propiedades sensoriales, de limpieza, así como beneficios adicionales.

3.1.1. Clasificación de jabones de tocador según el tipo de surfactante (Base)

SURFACTANTES NATURALES.

Los surfactantes naturales se dividen en surfactantes saponificados a partir de grasas de origen animal (sebo) y de origen vegetal (coco, palma, etc). Estos surfactantes tienen bajo costo en comparación con los surfactantes sintéticos, aunque son más propensos a la oxidación [7]. Debido a su proceso de obtención al disociarse en agua adquieren un pH alcalino, normalmente superior a 9.0, por lo cual se espera que sean más agresivos con la piel.

SURFACTANTES SINTÉTICOS.

Los surfactantes sintéticos se utilizan en jabones de tocador especializados, y se destacan por su suavidad. Tienen una menor capacidad de limpieza, pero tienen pH entre 5.5 y 7.0, por lo que tienen un menor potencial irritante en contacto con la piel. Contrario a los surfactantes naturales, tienen una buena tolerancia a aguas duras. Sin embargo, el costo excesivo de estos ha hecho que su uso no sea tan común como los surfactantes naturales [1].

3.1.2. Clasificación de jabones de tocador según propiedades cosméticas

Antibacteriales. Son aquellos jabones que tienen algún agente activo que protege la piel de las bacterias aún después de ser aplicado. Debido al creciente interés de los consumidores en la limpieza e higiene, éste tipo de jabones es uno de los más usados y formulados en la última década [8].

Con ingredientes naturales y cosméticos. Con el paso del tiempo, la industria jabonera ha evolucionado para atender las necesidades del consumidor [1]. Por esta razón, toda la industria cosmética se volcó desde los años 2000 hacia el uso de ingredientes naturales [9] debido a los crecientes estudios de bioacumulación de sustancias en el cuerpo humano con el uso intensivo de pequeñas cantidades de productos sintetizados químicamente [10]. Con propiedades de humectación, emolencia y suavidad, son jabones con características diferenciadoras.

Por lo anterior, se han incluido propiedades cosméticas en los jabones que son consideradas por los consumidores como una ventaja competitiva entre los sistemas de limpieza. Es así como se destacan ingredientes emolientes, humectantes, acondicionadores y fragancias, además de los ingredientes naturales. Se destacan la avena, aloe, girasol, aceites vegetales y minerales, ácidos grasos, extractos frutales, entre otros [2] como ingredientes por excelencia para éste tipo de jabones.

Abrasivos. El concepto de exfoliación se encuentra hoy en día en muchos cosméticos. Los jabones de éste tipo dejan una sensación de suavidad y limpieza en la piel después de aplicación ya que remueven mecánicamente la capa externa de la piel. Por su tipo de acción son agresivos por la piel y su uso excesivo produce resequedad y puede lastimar la piel [9].

3.2. Estructura cristalina del jabón

¿Cuál es el estado de la materia del jabón? Una barra de jabón parece ser sólida, aunque puede ser deformada bajo cierta presión, como se demuestra a través de los procesos de extrusión convencionales. En realidad, una barra de jabón generalmente contiene

múltiples fases y tipos de cristales sólidos y líquidos de acuerdo a la estructura micelar que puede formar [2].

Una base de jabón está formada por fases sólidas y líquidas que están juntos dentro de una matriz cristalina, donde la dureza depende del balance de ambas fases, la temperatura, el contenido de electrolitos y humedad libre.

El balance de fases se describe de la siguiente manera:

Composición: Fase insoluble: sales sódicas con cadenas carbonadas medianas y largas, principalmente C16 y C18:0 (fase dura) y una porción de C12 que no se alcanza a disolver en el agua libre. Estas sales son parcialmente solubles debido a la longitud de la cadena apolar.

Fase soluble: sales sódicas livianas (<C12), una mezcla eutéctica C12 y C18:1, electrolitos, glicerina que forman micelas con fase continua acuosa

La fase soluble favorece una fase cristalina líquida que le resta dureza al jabón.

Temperatura: incrementa la solubilidad de los jabones, incrementando la proporción de la fase líquida.

Contenido de agua libre: contribuye a incrementar la proporción de la fase líquida directamente y permitiendo la insaturación de la fase líquida, y a su vez la solubilización adicional de fase insoluble.

Contenido de Electrolitos: Tienen un efecto *salting out* sobre la fase líquida. El incremento de electrolitos disminuye la proporción de fase líquida por solubilidad competitiva. Este comportamiento se puede extender a otros componentes que sean altamente solubles en agua.

Contenido de Glicerina: En soluciones de jabón insaturadas, incrementan el volumen de la fase líquida por solubilidad en el agua. Sin embargo, en soluciones que estén cercanas a la saturación, tienen un efecto de desolubilización de jabón por solubilidad competitiva.

Contenido de minerales: En concentraciones inferiores al 5%, no tienen influencia en la dureza al distribuirse uniformemente en las fases líquida e insoluble. A partir de concentraciones cercanas al 10%, desestabiliza las estructuras insolubles, haciendo que estas sean más frágiles, aunque no cambia la proporción entre las fases.

Contenido de fragancias y demás oleo-solubles: Tienden a irse a la fase líquida por la polaridad de los grupos aldehídicos y cetona que contiene, así como la concentración de algunos compuestos de polaridad media dentro de las micelas, generando un incremento en el volumen de la fase líquida.

Adicional a los factores anteriormente mencionados, la estructura formada es susceptible inmediatamente después del secado, donde se da una cristalización forzada de la base, lo que conlleva a una estructura sólida dispareja e inestable (fase Kappa). Esta estructura tiene poca capacidad de generar espuma ya que no permite la mezcla eutéctica C12-C18:1. Por esta razón es necesario promover la interacción de los componentes de la mezcla eutéctica, a través de trabajo mecánico (refinación).

3.3. Propiedades de desempeño

Los productos de consumo masivo exitosos deben cumplir con las necesidades del consumidor, cada vez más exigente y con necesidades muy específicas. Esto hace que se establezcan algunas propiedades de desempeño que permitan una evaluación *in vitro* de características que el consumidor resalta como importantes para éste tipo de productos. Algunas de las más relevantes se listan a continuación.

3.3.1. Tasa de desgaste

Se define como la masa de jabón que se gasta en una lavada de duración predeterminada. Es una propiedad cuantitativa y se utilizan pruebas de uso simulado para su medición. Puede cambiar a medida que el producto se desgasta por el cambio progresivo de área superficial. Está estrechamente relacionada con la formulación y el tipo de surfactante utilizado.

3.3.2. *Cracking*

Se define como la tendencia de un jabón a cuartearse después de ciclos de remojo y secado. Es una propiedad comparativa con extensos ciclos de remojo y secado (horas o días) y se utilizan patrones estándar de calificación para determinar la aceptabilidad de las muestras. Está relacionada con la integridad estructural del jabón, por lo cual depende de la formulación y del proceso de fabricación, en especial la refinación.

3.3.3. *Smear*

Se define como la tendencia de una barra de jabón a desestabilizarse en su capa externa después de someterse a ciclos de remojo y secado, la cual se manifiesta a través del ablandamiento y solubilización de la capa externa, presentando una apariencia untuosa. Es una propiedad cuantitativa en la que se utilizan ciclos similares a los utilizados en pruebas de *cracking*. Al igual que el *cracking*, el *smear* se relaciona con la integridad estructural del producto, por lo que tanto el procesamiento como la fórmula afectan esta propiedad.

3.3.4. *Grittiness*

Se describe como la arenosidad o aparición de material no homogéneo en una barra de jabón que provoca una sensación arenosa al tacto. Está asociada al grado de refinación del producto, y se mide a través del uso del jabón en agua, la cual sufre un enfriamiento gradual, con el fin de provocar inestabilidades de la fase insoluble. Si estas inestabilidades aparecen a temperaturas altas, se considera que el producto tiene una pobre refinación.

3.3.5. Espuma

Aunque no está estrictamente relacionada con la capacidad de limpieza, es una propiedad valorada por los consumidores por asociación al concepto de detergencia. Es una propiedad cuantitativa, que está ligada con la formulación del producto.

3.3.6. Pruebas organolépticas

La apariencia, el color y olor de los jabones en barra suele revelar fácilmente fenómenos fisicoquímicos que ocurren al interior del producto. Respecto a la apariencia, la presencia de partículas revela la insuficiencia del proceso de mezclado para homogenizar los ingredientes y formar una estructura resistente, por lo cual suelen verse impactadas también propiedades como el *cracking* y el *smear*. Por su parte el color y el olor, indican el progreso de reacciones de oxidación, entre otros tipos de procesos de inestabilidad. Finalmente, las tres propiedades organolépticas mencionadas tienen un gran impacto en el consumidor, por lo que es esencial garantizar que el proceso de fabricación sea estable y produzca lotes con una alta homogeneidad.

3.4. Proceso de fabricación

Para propósitos de éste proyecto, el proceso de fabricación se centró en las etapas de mezclado de ingredientes, refinación y troquelado, debido a que son las etapas que mayor influencia tienen en las propiedades de desempeño de los productos.

3.4.1. Mezclado

Es la etapa en la que se combinan macroscópicamente todos los ingredientes. Aquí se busca que los ingredientes de menor cantidad cubran el surfactante principal, que es el componente principal de la estructura del producto. En esta etapa se debe garantizar que los ingredientes que se adicionan, en especial los que se encuentran en menor proporción (como los colorantes), se distribuyan en toda la mezcla.

3.4.2. Refinación

Es la etapa en la que se combinan microscópicamente todos los ingredientes. De igual manera se conforma la estructura cristalina bifásica compuesta por cadenas cortas de jabón que tienen una alta solubilidad selectiva en agua (fase líquida) y una fase dura compuesta por jabón en cadenas carbonadas largas que son poco solubles en agua (fase sólida). Con la refinación es posible distribuir homogéneamente ambas estructuras y mejorar el desempeño del jabón en sensorial, cracking y smear.

3.4.3. Troquelado

Es la etapa en la que se le da la forma final al jabón. De acuerdo a la orientación de la estructura cristalina obtenida en la refinación, el troquelado imparte propiedades ópticas (opacidad) a la barra además de formar una capa externa que no permita la penetración de agua cuando el producto no está siendo utilizado. Asimismo la forma y el diseño de la barra tiene un efecto en el peso de cada barra de jabón y por lo tanto en la economía del producto.

4. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

El mercado de jabón de tocador en Latinoamérica es uno de los más activos del mundo, con un crecimiento sostenido de 7.5% anual en promedio en los últimos cinco años. Sólo en Colombia, representa cerca de 70 mil millones de pesos [11], por lo cual se ha convertido en un mercado altamente atractivo para la inversión.

En 2012, una empresa de consumo masivo ubicada en el Valle del Cauca reemplazó sus equipos de fabricación de jabón de tocador, lo que se constituyó como el mayor proyecto de inversión para ejecución en 2013.

La planta de fabricación fabrica 19 fórmulas pertenecientes a 3 reconocidas marcas de jabón en barra, troqueladas en barras de 3 tamaños diferentes, en las cuales varían ingredientes cosméticos, agentes de relleno, colorantes y fragancias. Estos productos se empacan en un promedio de 2 referencias por fórmula (regular y tripack). Adicionalmente, se tenían eficiencias operacionales de equipo de alrededor de 80% a pesar de que todos los productos se procesan en la misma máquina en un tiempo de ciclo del portafolio menor a un mes, por lo que se requieren constantes cambios en la línea de fabricación y empaque. Adicionalmente, se calificó una nueva base de jabón (palmitato de sodio y palmistato de sodio) con el fin de obtener ahorros sin alterar la calidad o el desempeño de los productos. Esta base fue implementada paralelamente con la máquina objeto de éste trabajo.

No obstante, y a pesar de la complejidad de la planta, los indicadores de calidad han tenido una tendencia positiva, incluso contando con una línea de fabricación de más de 30 años de tiempo de servicio. Sin embargo, existían problemas para la consecución de repuestos, los diseños originales de la máquina anterior no cumplían con los estándares actuales de seguridad, limitaciones de velocidad de producción, además de tecnología considerada como obsoleta por los fabricantes más reconocidos en el mundo. Por lo anterior, la re-potencialización de la plataforma tecnológica era necesaria para la realización de proyectos de optimización de costos presentes y futuros. Debido a que la fabricación de jabón es manejada por industrias privadas de productos de consumo masivo, hay restricciones de información pública sobre la propiedad intelectual de

procesos de fabricación y formulación de productos, por lo cual no es posible encontrar una gran cantidad de fuentes de información sobre el tema.

La actualización de la plataforma supone la modificación de los procesos de fabricación actual, para lo cual se calificó el proceso de fabricación en la nueva línea, con el fin de garantizar que el desempeño de los productos existentes se mantenga o mejore. De esta manera, se logró que el impacto del cambio de proceso no tuviera efectos adversos en variables reconocidas en la industria jabonera como cracking, capacidad de refinación, humedad, entre otros, además de parámetros de control básico como apariencia y olor. De igual manera obtuvo una eficiencia similar a la actual, sin afectar la tendencia en eventos de calidad.

5. METODOLOGÍA

5.1. Descripción del proceso

Este trabajo se dividió en tres partes: en primera instancia, se analizaron las formulaciones existentes y se definieron las propiedades del proceso y del producto a evaluar, teniendo en cuenta los estándares de calidad del producto y las metas de producción de la compañía. Posteriormente, se iniciaron pruebas de producción de jabón utilizando condiciones de operación estándar proporcionadas por el fabricante de la línea de producción, variando las condiciones de operación de acuerdo a un análisis de efectos de modo de falla, hasta encontrar condiciones de operación aceptables para iniciar producción regular.

5.2. Pruebas de producción

Las pruebas de producción de jabón se realizaron en una máquina prototipo con diseño exclusivo para el proyecto. Para estas pruebas fueron necesarios los pasos que se muestran en la Figura 1 y se detallan en los siguientes numerales.

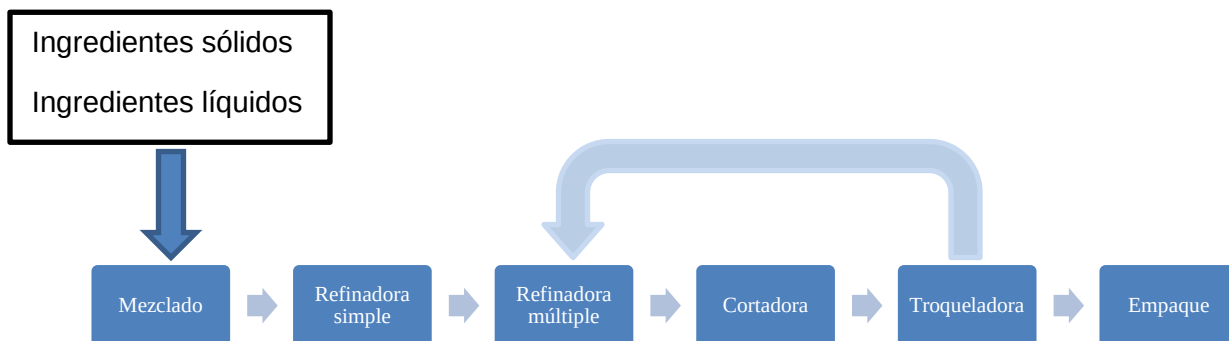


FIGURA 1 – DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCESO DE FABRICACIÓN

5.2.1 Preparación de hoja de fabricación

Se generó el instructivo de manufactura correspondiente a cada prueba a través de un sistema propio de la compañía. Esto incluye el listado de materiales, una descripción detallada del proceso de manufactura, y requiere aprobación del área técnica, manufactura y calidad.

5.2.2 Prepesaje de materiales

Los materiales para la fabricación fueron pesados en estaciones de pesaje con condiciones de flujo laminar, con una precisión de $\pm 0.5\%$ de la cantidad requerida.

5.2.3 Mezclado y descarga

Los materiales son adicionados manualmente al mezclador doble sigma en el orden requerido por la hoja de fabricación. Se programa automáticamente el tiempo de mezclado de los ingredientes utilizando el sistema de control de la máquina. Una vez se completa el tiempo de mezclado, se abren las compuertas inferiores del mezclador (según se defina en la hoja de fabricación) para permitir la descarga del producto hacia la tolva receptora de la primera refinadora. La Figura 2 –muestra la configuración del mezclador, así como las compuertas para descargar hacia la refinadora.



FIGURA 2 – MEZCLADOR DOBLE SIGMA

5.2.4 Refinación

El producto cae por la tolva, es transportado por un tornillo sin fin dual y forzado a pasar a través de una malla de refinación (definida por la hoja de fabricación) y un plato perforado que peletiza el producto a la salida (ver Figura 3, refinadora simple). Posteriormente, el producto pasa a una banda transportadora que lo lleva a una segunda etapa de refinación con el mismo principio, incluyendo adicionalmente la generación de un vacío de 0.6 ± 0.1

barg (refinadora preliminar). El producto es nuevamente peletizado y transportado hacia un tornillo final de un solo eje, donde se da la etapa final de refinación usando una malla y un plato perforado (refinadora final). Finalmente procede a un cono de extrusión donde se moldea a una masa rectangular continua, la cual es cortada y transportada a la troqueladora (ver Figura 4)



FIGURA 3 – REFINADORA SIMPLE DE TORNILLO DUAL

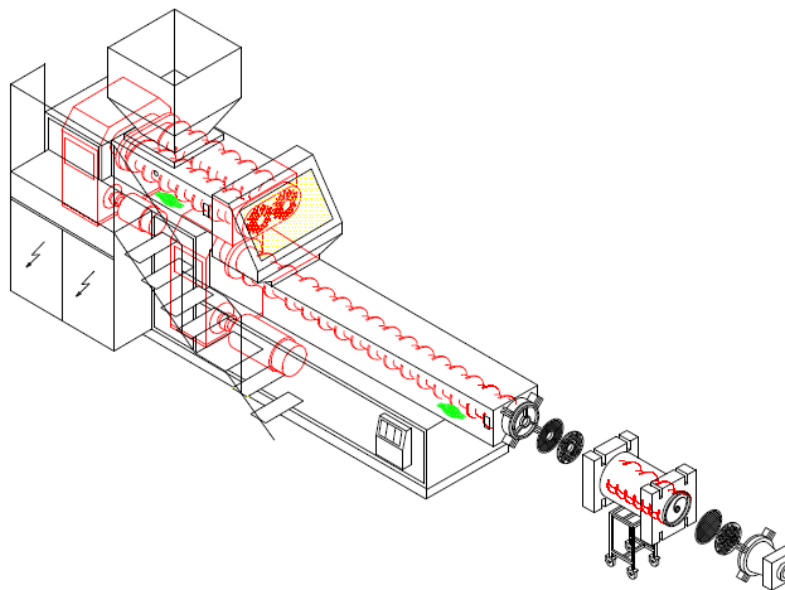


FIGURA 4 – REFINADORA MÚLTIPLE

La temperatura de la parte exterior de los cilindros en todas las etapas de refinación es controlada a 10-15°C, por un sistema de control propio de la máquina utilizando agua como refrigerante de contacto indirecto.

5.2.5 Troquelado

La barra cortada es troquelada a través de un sistema a presión que moldea el producto en su forma y tamaño final. Se sacan muestras de producto, las cuales son empacadas en laminado de polipropileno individual y cartón corrugado para posteriores análisis (ver Evaluación de Producto)



FIGURA 5 - TROQUELADORA

5.3. Evaluación de proceso

Cada prueba recibió una calificación por parte del equipo del proyecto, cubriendo al menos los aspectos de: efectividad del mezclado, producto remanente en el mezclador, facilidad de descarga hacia refinadora simple, velocidad de refinado en cada etapa, facilidad de descarga hacia refinadora final, capacidad de desplazamiento de los tornillos.

5.4. Evaluación de producto

Las muestras obtenidas en cada ensayo fueron sometidas a pruebas de humedad, cracking, peso, revisión de atributos físicos y comparación organoléptica contra muestras de referencia.

5.5. Validación de proceso

Con el fin de proporcionar un proceso robusto, el presente proyecto consideró un protocolo de validación para la fabricación. Se consideraron 2 lotes de producción regular, los cuales fueron muestreados estrictamente a través de tablas Military Standard de acuerdo a las unidades producidas. A estas muestras se les realizó la revisión de atributos visuales y la variable peso. De igual manera se separaron 6 muestras a lo largo de todo el lote para verificación de la variable humedad. Finalmente se califica el proceso como validado si las variables tienen un índice de capacidad de proceso igual o mayor a 1,0.

5.6. Equipos y reactivos

Para la medición de las variables medidas en el presente trabajo de grado, se utilizaron los equipos relacionados en la Tabla 1.

TABLA 1 – EQUIPOS DE MEDICIÓN UTILIZADOS

Variable	Equipo
Peso	Balanza Gramera
Humedad y materiales volátiles	Balanza termogravimétrica Mettler Toledo HB43
Cracking	Soporte para remojo de barras
Grittiness	Baño María

6. RESULTADOS Y ANÁLISIS

6.1. Análisis de formulaciones

En primera instancia, se revisaron las fórmulas de los productos de las marcas A, B y C a fin de agruparlas en una matriz de acuerdo a similitudes o diferencias entre las formulaciones que puedan provocar diferencias sustanciales en los procesos de mezclado y refinación. Se clasificaron las concentraciones de los ingredientes de acuerdo a los rangos mostrados en la Tabla 2 (las concentraciones exactas no se revelan para proteger la propiedad de la compañía), y la comparación de fórmulas se encuentra en la Tabla 3.

TABLA 2 – CODIFICACIÓN DE FÓRMULAS

Concentración (%)	Nomenclatura
0.01 a 0.49	1
0.50 a 4.99	2
5.00 a 19.99	3
20.00 a 49.99	4
Mayor de 50.00	5
Significativamente mayor	(+)
Significativamente menor	(-)

Esta clasificación se centró en elementos claves para el proceso y el producto terminado. Se tuvieron en cuenta los siguientes parámetros de comparación:

- Colorantes: son claves para la estandarización del proceso de limpieza y sanitización.
- Agentes estructurantes y de relleno: favorecen o desfavorecen el flujo del producto en el proceso y están en una proporción alta dentro del producto.
- Exfoliantes / Abrasivos: aunque están en baja proporción, presentan un alto tamaño de partícula por lo cual son críticos para mantener el flujo dentro de la refinación.
- Fragancias: no fueron consideradas ya que tienen bases y proveedores similares, y son adicionadas en proporciones muy similares entre los productos de cada una de las marcas.

TABLA 3 – COMPARATIVO DE FÓRMULAS

Ingrediente	Producto																	
	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	B1	B2	B3	B4	B5	B6	C1	C2	C3	C4	C5
Palmitato de Sodio	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Palmistato de sodio	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	4	3	3	3	3	3
Glicerina	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Cloruro de Sodio	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Ácido etidrónico	1	1	1	1	1	1-	1-	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Agua	3	3	3	3	3	3	3	3*	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Carbonato de calcio	3	3	3	3	3	3	3	3	2	2	2	2						
Dióxido de titanio	2	2	1	2	1	1	2	1	2	1	1	2	2	1	2+	1	1	1
EDTA tetrasódico	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1+	1+	1+	1+	1+
Almidón de maíz	2	2	2	2	2	2	2							2	2	2	2	2
Aceite mineral	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Fragancia	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Colorante			1		1	1				1	1+			1		1		1
Extractos / Activos		1	1		1	1	1		1				1	1				1
Abrasivos / Exfoliantes		2						2+						2			1**	
Antibacterial														1	1	1+	1	1

*: Agua adicionada en una etapa del proceso diferente al resto de productos. **: Exfoliante de mayor tamaño de partícula

Al analizar las fórmulas de la marca A, se encuentra que las composiciones son muy similares y comparten casi todos los ingredientes. Como casos representativos se tomaron: la fórmula A2 que contiene exfoliantes y no contiene colorantes, y la fórmula A7 que contiene colorantes y un nivel significativamente menor de ácido etidróico.

Seguidamente se analizaron las fórmulas de la marca B, en cuyo caso se encontró que las fórmulas B2 a B5 sólo se diferencian por el contenido de colorantes. De estas fórmulas se seleccionó la fórmula B4 por contener una cantidad de colorantes significativamente mayor al resto de las fórmulas. De igual manera se seleccionaron como casos representativos las fórmulas B1 y B6, ya que presentan diferentes procesos de fabricación y mayor cantidad de carbonato de calcio. Adicionalmente presentan un exfoliante de avena (B1) y una cantidad mayor de palmistato de sodio (B6).

Finalmente se realizó la misma evaluación para los productos de la marca C. En éste caso se encontró que las 6 fórmulas son similares, donde hay una variación en la cantidad del agente antibacterial para la fórmula C3 y una condición especial de flujo para la fórmula C4 debido al mayor tamaño de la partícula exfoliante.

De igual manera se clasificaron las fórmulas de acuerdo al sensorial deseado en el producto de la siguiente manera:

- Jabones con Partículas exfoliantes largas: La fórmula C4 contiene partículas con una longitud característica de entre 2 y 10 mm.
- Jabones con Partículas exfoliantes de avena: La fórmula B1, C1 y A2 contienen partículas de avena con en la que el 98% de las partículas tienen una longitud característica menor a 1.2 mm
- Jabones sin Partículas exfoliantes: Las demás fórmulas, en las que no se espera grumosidad.

6.2. Definición de variables de entrada y salida

Con el fin de establecer las variables que intervienen en el proceso de producción de jabón, se revisó bibliografía científica y tecnológica, así como los protocolos internos de la compañía:

- Los parámetros de comparación regular del producto son: apariencia, olor, humedad, peso [11]. Adicionalmente en el diseño del producto se tienen en cuenta las variables *cracking*, *smear*, *grittiness*.

- La Norma Técnica Colombiana NTC 760 de 2001, tiene requerimientos sobre las variables: Jabón anhidro, Álcali libre, Contenido de materia insoluble en agua y alcohol, Humedad y materiales volátiles. Estas variables se enfocan en el proceso de saponificación de la base de jabón y por lo tanto no serán cubiertas por el presente análisis.

Teniendo en cuenta que el alcance del proyecto no cubre la reformulación del producto, la composición se considera como una variable fija para cada experimento. La Tabla 4 muestra un análisis de modo de falla de cada una de las variables revisadas, con el fin de asociar las variables modificables y las resultantes para definir un diseño de experimentos apropiado. Los riesgos evaluados son aquellos que superaron el valor de 27 (calificación media de riesgo en todos los atributos).

TABLA 4 – ANÁLISIS DE MODO DE FALLA

Riesgo identificado	Consecuencia	Severidad	Causa	Probabilidad	Método de detección	Probabilidad de detección	RPN
Apariencia: Color no homogéneo	Producto fuera de especificación Quejas	4	Refinación insuficiente Tiempo de Mezclado insuficiente Cantidad de agua para disolución insuficiente Limpieza insuficiente Error de pesaje	1	Análisis lote a lote de producto Verificación visual en fabricación	1	4
Apariencia: Barra porosa	<i>Cracking</i> Fragancia disminuida Quejas	5	Alta temperatura por alta velocidad en el proceso Refinación insuficiente Baja temperatura en el Cono de extrusión Vacío insuficiente o irregular	3	Análisis lote a lote de producto Verificación visual en fabricación	3	45
Apariencia: Rebaba (protuberancia resultante del desmolde de la barra)	Quejas <i>Cracking</i>	4	Alta temperatura en los moldes Alta temperatura de la barra en proceso Distancia entre moldes muy grande	3	Análisis lote a lote de producto Verificación visual en fabricación	3	36

Apariencia: presencia de partículas extrañas	Quejas Producto fuera de especificación	5	Limpieza insuficiente Presencia de partículas en las materias primas	3	Análisis lote a lote de producto Verificación visual de limpieza Detector de metales en base y en producto terminado	1	15
Apariencia: Mancha gris	Quejas Producto fuera de especificación	4	Selle defectuoso en los empaques dentro de la máquina Puntos muertos en la máquina	2	Análisis lote a lote de producto Verificación visual en fabricación	3	24
Olor: intensidad disminuida	Quejas Producto fuera de especificación en vida útil	2	Alta temperatura en la barra por alta velocidad en el proceso Error en Prepesaje de fragancia Lote no homogéneo	3	Análisis lote a lote de producto	3	18
Olor: perfil olfativo diferente	Quejas Producto fuera de especificación en vida útil	4	Error en Prepesaje de fragancia Base de jabón fuera de especificación Alta temperatura en la barra por alta velocidad en el proceso	3	Análisis lote a lote de base de jabón Codificación de fragancias	1	12

Humedad mayor a la establecida	Producto fuera de especificación Alta tasa de desgaste	3	Humedad alta en la base Adición incorrecta de agua	3	Análisis lote a lote de base de jabón Proceso de adición de agua estandarizado	1	9
Humedad menor a la normal	Alto peso en el jabón	4	Humedad menor en la base Adición incorrecta de agua Recirculación repetitiva en la máquina	2	Proceso de adición de agua estandarizado Disminución de velocidad cuando se recircula 100%	2	16
Peso mayor al especificado	Bajo rendimiento del lote Atascamiento en máquinas de empaque	4	Humedad menor a la normal Molde descalibrado	3	Control de peso Atascamiento en partes posteriores de la máquina	2	24
Peso menor al especificado	Incumplimiento de la información declarada en la etiqueta	5	Humedad mayor a la normal Molde descalibrado	1	Control de peso	2	10
<i>Cracking</i>	Quejas	5	Molde descalibrado Refinación insuficiente Vacío en la refinadora insuficiente	3	Revisión de peso Control de vacío	3	45
<i>Smear</i>	Quejas Alta tasa de desgaste Jabón blando	4	Humedad mayor a la especificada Lote no homogéneo	2	Control de humedad Estandarización de proceso de mezclado	2	16

<i>Grittiness</i>	Quejas	5	Lote no homogéneo Refinación insuficiente Alto tamaño de partícula en las materias primas sólidas	3	Estandarización de proceso de mezclado y refinación	3	45
Tasa de desgaste	Quejas	4	Smear Lote no homogéneo	2	Estandarización de proceso de refinación	3	24
Espuma inestable	Quejas	4	Lote no homogéneo	2	Estandarización de proceso de mezclado y refinación	3	24

De los riesgos anteriormente identificados se definió trabajar sobre los siguientes modos de falla: grittiness, cracking, peso mayor al especificado, rebaba, barra porosa. De esta manera, las variables de proceso relevantes para el diseño experimental son:

- Velocidad del proceso
- Temperatura de los moldes
- Distancia entre los moldes
- Capacidad de refinación
- Vacío en cámara refinadora
- Homogeneidad del mezclado y refinado

Estos modos de falla pueden presentarse con mayor o menor frecuencia dependiendo de la fórmula de producto que se esté trabajando. Por esta razón, en algunos casos se consideró una fórmula representativa como peor caso para evaluar los modos de falla, de la siguiente manera:

- Grittiness es afectado por la cantidad de sólidos higroscópicos agregados (exceptuando los que contengan partículas exfoliantes). Por esta razón el caso crítico se considera la fórmula A7. Los productos con partículas exfoliantes (A2, B1, C1 y C4) deberán tener un manejo diferente y se tendrán que efectuar pruebas con cada tipo de exfoliante para establecer el requerimiento.
- Cracking: es afectado por la cantidad de sólidos agregados. Por esta razón se tomó como caso crítico la fórmula B1, aunque se evaluaron informativamente las fórmulas representativas de cada grupo.
- Peso mayor al especificado: Es afectado por la densidad de los materiales sólidos y el tipo de molde usado. El caso crítico serán las fórmulas de mayor densidad. Debido al uso de varios moldes, se consideraron las fórmulas B1, A7 y C1 por tener un contenido de sólidos alto y tener cada una un molde diferente.
- Rebaba: Es afectado por la densidad del producto y es directamente proporcional al peso. Por esta razón se considera crítico el producto con menor densidad de cada molde: las fórmulas A7, B6 y C3.
- Barra porosa: Es afectado por la cantidad de líquidos volátiles y sólidos abrasivos. Se considera fórmula crítica la B1.

6.3. Comparación de proceso anterior vs proceso nuevo

Se revisó cada una de las etapas del proceso de fabricación anterior buscando similitudes y diferencias tecnológicas. Los listados de equipos se muestran en las tablas Tabla 5, Tabla 6 y Tabla 7.

Las diferencias en los procesos son las siguientes:

- Capacidad de equipos: La nueva línea tiene una capacidad de producción mayor, cerca de un 66%.
- Mezcladora: El nuevo equipo no cuenta con un eje central, lo que mejora la descarga hacia la refinadora simple, ya que hay menos lugar para la adherencia del producto en los ejes del mezclador.
- Refinadora simple: El nuevo equipo cambia la tecnología de refinación. La ventaja de usar un sistema de extrusión de tornillos gemelos es una mayor capacidad de refinación. La desventaja es que la refinación con extrusión incrementa la temperatura en el proceso, lo que puede ocasionar pérdida de tracción aguas abajo en productos muy blandos.
- Refinadora: El nuevo equipo tiene un sistema de control de temperatura externa del barril mucho más robusto que el anterior. Adicionalmente, cuenta con un tornillo de extensión que permite incluir una estación de refinación adicional.
- Cortadora: El nuevo equipo tiene mejoras significativas en medidas de calidad y seguridad al tener la zona de partes móviles totalmente aislada de la zona que está en contacto con el producto.
- Troqueladora: El nuevo equipo tiene un sistema de mayor potencia que permite trabajar a mayor velocidad.

TABLA 5 – LISTADO DE EQUIPOS PROCESO ANTERIOR

Etapas	Tecnología	Año de fabricación	Capacidad
Mezclador	Doble sigma con eje central	2006	350 kg
Refinadora simple	Molino de rodillos	1951	2000 kg/h
Refinadora múltiple	Extrusión / Cono	1982 / 2007	1800 kg/h
Cortadora	Cadena	1983	240 cortes/min
Troqueladora	Presión	2007	210 barras/min

TABLA 6 – LISTADO DE EQUIPOS PROCESO NUEVO

Etapa	Tecnología	Año de fabricación	Capacidad
Mezclador	Doble sigma	2013	750 kg
Refinadora simple	Tornillos gemelos	2013	3000 kg/h
Refinadora múltiple	Tornillos gemelos con vacío / Tornillo con extensión	2013	3000 kg/h
Cortadora	Cuchilla con servo-transmisión	2013	150 cortes/min
Troqueladora	Presión de 4 cavidades	2013	350 barras/min

TABLA 7 - CONJUNTO DE CONDICIONES DE OPERACIÓN: PROCESO ANTERIOR

Variable	Unidades	Parámetro
Tiempo de mezclado	min	7-10
Tamaño de tanda	kg	165-180
Distancia entre rodillos	pulg	0,015-0,400
Temperatura chaqueta	°C	5 a la entrada 10 a la salida
Vacío	Barg	0,3
Velocidad cortadora	Barras/min	25-35
Velocidad troqueladora	m/min	23
Temperatura de moldes	°C	-1 a -10

También se evaluaron las diferencias entre las bases de jabón con las que se trabajó en el proceso anterior, frente al proceso nuevo. La composición de las bases de jabón varía en dos aspectos: la composición de los aceites que son saponificados durante el proceso y el contenido de glicerina. En la Figura 6 se detallan las diferencias en concentración de los aceites. Se observa que la diferencia en composición no es significativa. Sin embargo, se espera que la base nueva sea un poco más blanda teniendo en cuenta su mayor contenido de laurato y palmitato (fase soluble), y su menor contenido de oleato (insoluble).

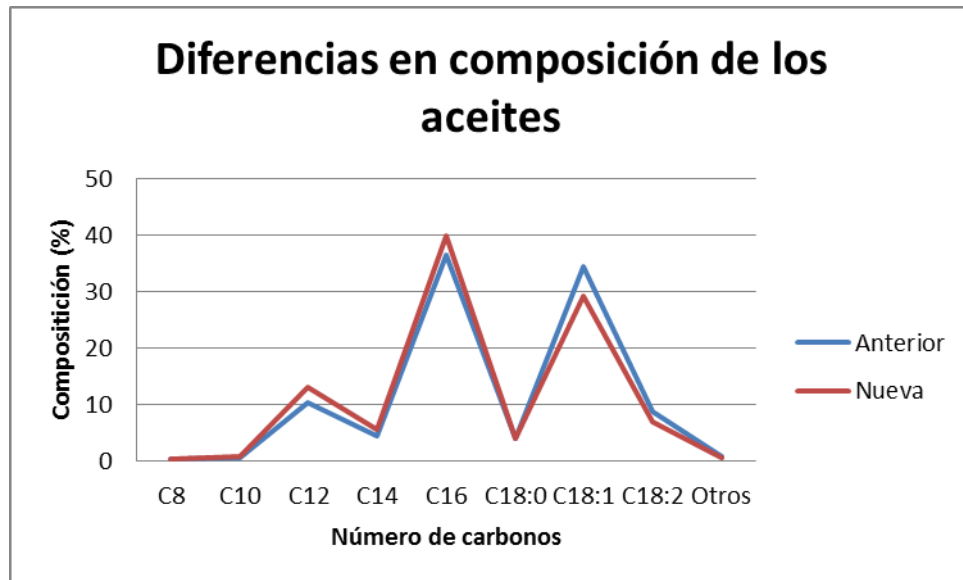


FIGURA 6 – DIFERENCIAS EN LA COMPOSICIÓN DE LOS ACEITES

El contenido de glicerina de la base aumentó cerca de un 50% con éste cambio. Por esta razón se esperaba que la nueva base de jabón fuera más blanda que la anterior, teniendo en cuenta su afinidad por la fase soluble.

Se identificaron puntos clave donde es necesario replantear el conjunto de condiciones de operación anterior, a través de inspección de los equipos de fabricación y asesoría del fabricante:

- Mezclado: Al usar un producto con mayor contenido de glicerina y por ende mayor cantidad de fase soluble, es necesario disminuir los tiempos de mezclado con el fin de evitar apelmazamiento de producto durante el proceso. Esto implica que es necesario incrementar el nivel de refinación en etapas posteriores del proceso para garantizar la homogeneidad del producto. Las cantidades de los materiales se modifican para tener un tamaño de tanda mayor.
- Refinadora simple: Se debe incluir una malla de refinación comparable a la refinación obtenida con el molino. La velocidad de los tornillos debe ser ajustada para alimentar la refinadora múltiple.
- Refinadora múltiple: Se debe ajustar la velocidad de los tornillos para sincronizar la máquina. Las velocidades de los tornillos son ajustadas por un sistema de control cuyo set point es la tasa de salida de producto que pasa por la cortadora. Se debe

incluir un set point para el vacío. Se puede conservar el set point para el agua de enfriamiento ya que el sistema de enfriamiento tiene capacidad para aumentar el flujo de agua de enfriamiento compensando el aumento de capacidad del equipo.

- Cortadora: Se debe conservar el set point con la velocidad de producción objetivo.
- Troqueladora: Se debe ajustar la distancia entre moldes para producir barras del peso adecuado y garantizar que no haya *cracking* en el producto. Se pueden conservar el set point de las temperaturas de los moldes.

6.4. Determinación de condiciones de operación

6.4.1 Establecimiento de un conjunto inicial de condiciones de operación

A partir de discusiones con el fabricante del equipo, el proveedor de la base, el proceso anterior y búsqueda bibliográfica, se establecieron valores tentativos para las variables de operación que se decidió regular:

- La velocidad de los tornillos del proceso: El equipo de fabricación cuenta con sistemas de control en 3 estaciones: Refinadora simple, refinadora preliminar y refinadora final. La refinadora simple tiene un sistema de programación de velocidad independiente a las demás refinadoras. Las estaciones de refinación preliminar y final tienen un control automático el cual mantiene constante la velocidad de entrega hacia la cortadora, aumentando o disminuyendo la velocidad de los tornillos de estas refinadoras. Estas etapas deben estar suficientemente sincronizadas para garantizar un suministro parejo a la siguiente etapa del proceso, con el fin de evitar espacios vacíos, los cuales pueden ocasionar problemas de calidad en el producto y en el proceso aguas abajo. Para efectos de éste estudio, se consideró una velocidad objetivo de 45 m/minuto de jabón sin troquelar.
- Temperatura de los moldes: Es graduada manualmente con alertas visuales por aumento o disminución anormal. El proceso anterior trabajaba con temperaturas oscilando entre -1 y -12°C. Estos valores son aceptables como referencia y serán posteriormente retados conforme aparezca la necesidad de modificarlos
- Distancia entre los moldes: Es graduada manualmente a través de galgas. Esta variable inicia en 34 mm y será aumentada conforme sea necesario incrementar el peso del jabón en el molde o disminuida conforme aparezca *cracking* o rebaba

- Capacidad de refinación: Es modificada manualmente a través de inclusión de mallas en las estaciones de refinación. Esta variable depende de las características sensoriales de cada producto: inicia con dos mallas Mesh 50 y dos mallas Mesh 30 para los productos sin materiales exfoliantes, dos mallas Mesh 30 y dos mallas Mesh 20 para los productos con exfoliantes de avena, y una malla Mesh 20 para los productos con partículas de fibras exfoliantes largas.
- Vacío en cámara refinadora: Es controlada automáticamente a través de un sistema de vacío en la cámara al final de la refinadora preliminar. El estándar de la industria es 0.6 Barg, y se iniciará con éste valor.
- Homogeneidad del mezclado: Es controlado manualmente a través de orden de adición y el tiempo de mezclado. Se iniciará con 5 minutos de mezclado después de la adición de sólidos y 5 minutos de mezclado después de la adición de líquidos.

6.4.2 Ensayos de determinación de condiciones de operación

Se realizaron ensayos industriales para cada una de las fórmulas seleccionadas como críticas según la matriz de agrupación. En la Tabla 8 se listan los ensayos realizados:

TABLA 8 – LISTADO DE ENSAYOS REALIZADOS: MEZCLADO

Ensayo	Fórmula	Objetivo	Desviación de las condiciones iniciales
1	B4	Evaluar descarga hacia refinación	Ninguna
2	B4	Evaluar descarga hacia refinación y calidad del mezclado	Tiempo de mezclado reducido en un 60%
3	B4	Evaluar descarga hacia refinación y calidad del mezclado	Tamaño de lote reducido en un 50% y tiempo de mezclado reducido en un 60%
4	B4	Evaluar procesabilidad del tamaño de lote	Tamaño de lote reducido en un 30% y tiempo de mezclado reducido en un 60%

Ensayo	Fórmula	Objetivo	Desviación de las condiciones iniciales
5	C3	Evaluar procesabilidad del tamaño de lote	Tamaño de lote reducido en un 30% y tiempo de mezclado reducido en un 60%
6	B1	Evaluar procesabilidad del tamaño de lote	Tamaño de lote reducido en un 30% y tiempo de mezclado reducido en un 60%
7	B1	Evaluar procesabilidad del tamaño de lote	Tamaño de lote reducido en un 30%, tiempo de mezclado reducido en un 60% y modificación en orden de adición

Durante el ensayo 1 se observó una adherencia del producto cayendo del mezclador hacia la tolva receptora. Esto se considera atribuible a las propiedades de la nueva base de jabón, donde se confirma que el exceso de glicerina logra un aumento en la proporción de fase soluble, generando una adhesión en la interfaz pellet-pellet, la cual desfavorece el flujo libre del material, tanto en el mezclador como en la tolva receptora.

Sin embargo, después de retirar el producto de la tolva, se observó que el proceso aguas abajo continuó sin inconvenientes y la homogeneidad del lote no se vio afectada. Con el fin de contrarrestar éste efecto indeseado, se disminuyó el tiempo de mezclado en un 60% (ensayo 2), descargando hacia la tolva en dos intervalos de tiempo, y conservando el orden de adición. De esta manera se busca generar menor trabajo mecánico, el cual genera una temperatura mayor y ocasiona una mayor adherencia a las superficies. El defecto no se presentó en el primer intervalo de descarga. Sin embargo, durante el segundo intervalo se presentó, concluyéndose que éste proceso no es operativamente eficiente.

De lo anterior se infirió que la cantidad de descarga al mezclador tiene una influencia en la descarga hacia la refinadora simple. Por esta razón se ensayaron tamaños de lote menor usando dos intervalos de descarga (ensayos 3, 4 y 5), con resultados satisfactorios en funcionalidad para las fórmulas B4 y C3, evaluadas como casos críticos.

En el caso de la fórmula B1 (ensayo 6), fue necesario evaluar un orden de adición alterno. Teniendo en cuenta que el acero inoxidable es mojado fácilmente por compuestos apolares [12] como las fragancias, y que las fragancias tienden a concentrarse en la fase soluble del jabón y por lo tanto suelen generar adhesión pellet-pellet, se propuso dejar la fragancia como último material de adición, con el fin de reducir el contacto de la fragancia con el producto y por consiguiente tener una menor adhesión a la superficie. Utilizando éste orden de adición se disminuyeron considerablemente los problemas en la descarga para éste producto (ensayo 7). Se prosiguió hasta el final del proceso para evaluar características organolépticas del producto (apariencia, olor, homogeneidad en el lote), y se encontró que las propiedades del producto de éste ensayo no varían significativamente con respecto al producto de referencia en ninguno de 6 puntos de muestreo a lo largo del lote (ver resultados en la sección correspondiente).

Una vez se definieron las condiciones adecuadas para el mezclado, se realizaron ensayos que permitieron evaluar las propiedades de producto que dependen de refinación y de troquelado.

TABLA 9 – LISTADO DE ENSAYOS REALIZADOS: REFINACIÓN

Ensayo	Fórmula	Objetivo	Desviación de las condiciones iniciales
8	A7	Evaluar grittiness y barra porosa	Velocidades: Ref. Simple: 60% Multi-Ref.: Auto Cortadora: 46 m/min Capacidad de refinación: 50/50/30/30
9	A7	Evaluar grittiness y barra porosa	Velocidades: Ref. Simple: 60% Multi-Ref.: Auto Cortadora: 46 m/min Capacidad de refinación: 30/30/30/30
10	B4	Evaluar grittiness y barra porosa	Velocidades: Ref. Simple: 60% Multi-Ref.: Auto Cortadora: 46 m/min Capacidad de refinación: 30/30/30/30

Ensayo	Fórmula	Objetivo	Desviación de las condiciones iniciales
11	C4	Evaluar barra porosa y cracking	Velocidades: Ref. Simple: 60% Multi-Ref.: Auto Cortadora: 46 m/min Capacidad de refinación: -/12/-/-
12	C4 mod	Evaluar grittiness	Velocidades: Ref. Simple: 60% Multi-Ref.: Auto Cortadora: 46 m/min Capacidad de refinación: -/12/-/-
13	B1	Evaluar grittiness y barra porosa	Velocidades: Ref. Simple: 60% Multi-Ref.: Auto Cortadora: 46 m/min Capacidad de refinación: 30/30/-/-
14	B1	Evaluar grittiness y barra porosa	Velocidades: Ref. Simple: 60% Multi-Ref.: Auto Cortadora: 46 m/min Capacidad de refinación: 20/20/-/-

En el ensayo 8 se observó con el correr del tiempo una disminución de la velocidad y aumento de temperatura de la barra. Adicionalmente, al desmontar las mallas de refinación Mesh 50, se encontraron pequeñas cantidades (menor a 1 g) de un material particulado blanco, similar al carbonato de calcio usado en el proceso. Estas pequeñas cantidades son capaces de obstruir la malla de refinación, ocasionando la disminución de velocidad e incrementando la fricción con la malla cuando el producto es forzado a atravesarla, lo cual adicionalmente genera el aumento de temperatura.

Esta fórmula tiene un mayor contenido de carbonato de calcio y almidón de maíz, los cuales son materiales higroscópicos, lo cual hace que este producto esté en mayor capacidad de aglomerarse en presencia de agua y eventualmente generar taponamiento. Por esta razón se hizo el ensayo 9, en el cual se cambiaron las mallas Mesh 50 por mallas Mesh 30. En éste ensayo no se observó remanente particulado en las mallas y se logró una temperatura en promedio menor a 43°C, a la cual no se produjo porosidad en la barra. El grittiness del producto se mantuvo bajo, semejante al del producto de referencia,

lo cual es la situación deseada teniendo en cuenta que este producto no tiene partículas exfoliantes y por lo tanto se espera un sensorial suave.

El ensayo 10 utilizó las mismas condiciones de ensayo 9 cambiando la fórmula a la B4. Estas condiciones de proceso resultaron satisfactorias para esta fórmula, generando de igual manera temperaturas y grittiness aceptables.

El ensayo 11 utilizó las condiciones definidas en las condiciones iniciales sin tener inconvenientes a nivel de porosidad en la barra o cracking. Sin embargo, debido a la naturaleza del sensorial de las partículas exfoliantes largas, fue necesario realizar un ensayo adicional para confirmar la homogeneidad del mezclado. Así se realizó el ensayo 12, donde se evaluó el grittiness a una barra de jabón que contuviera todos los ingredientes de la formulación excepto las partículas exfoliantes. En éste caso se obtuvo un grittiness suave, lo cual permitió obtener un jabón con sensorial suave y capacidad de exfoliación ubicada en las partes del jabón con las fibras exfoliantes.

Seguidamente se probó el proceso de refinación de jabones con partículas exfoliantes de avena a través de un ensayo en la fórmula B1 (ensayo 13). Al cabo de 6 horas de producción se observó disminución de la velocidad de producción entre las etapas de refinación finales. Al desmontar las mallas de la etapa preliminar de la multirefinadora, se observaron partículas características a la avena. Se hicieron análisis de granulometría, donde se encontró que el 99,95% tiene un tamaño menor a Mesh 30, y que el 100% tiene un tamaño menor a Mesh 20. Por esta razón, se realizó el ensayo usando mallas Mesh 20, con lo que alcanzaron 12 horas sin tener taponamiento de la malla o incrementos considerables de temperatura. Los resultados de la prueba de grittiness realizados a toda la fórmula arrojaron un sensorial abrasivo, atribuible a la cantidad elevada de carbonato de calcio y exfoliantes, el cual es deseable en éste tipo de producto, teniendo en cuenta la asociación del sensorial con la capacidad de exfoliación.

De esta manera se definieron las condiciones de refinación con las que se inició manufactura de producto regular. Finalmente se iniciaron con los ensayos detallados en la Tabla 10, correspondientes a la etapa de troquelado.

TABLA 10 – LISTADO DE ENSAYOS REALIZADOS: TROQUELADO

Ensayo	Fórmula	Objetivo	Desviación de las condiciones iniciales
15	B6	Evaluar cracking, peso y rebaba	Ninguna
16	B6	Evaluar cracking, peso y rebaba	Disminución de 10% en la distancia entre moldes
17	A7	Evaluar cracking, peso y rebaba	Ninguna
18	C3	Evaluar cracking, peso y rebaba	Ninguna
19	B1	Evaluar cracking, peso y rebaba	Ninguna
20	B1	Evaluar cracking, peso y rebaba	Cambio de molde a un 2% menos de volumen

Durante el ensayo 15 se observó rebaba, la cual no pudo ser controlada disminuyendo la distancia entre los moldes, ya que se obtuvieron pesos menores a los requeridos por los organismos regulatorios (ensayo 16), debido al mayor contenido de palmistato de sodio, el cual disminuye la densidad total del producto. En éste caso se retiró esta fórmula del alcance del presente proyecto, y se recomienda rediseñar el molde con la densidad calculada experimentalmente o reformular el producto para modificar su densidad.

Los ensayos 17 y 18 tuvieron resultados satisfactorios. Finalmente, la fórmula B1 arrojó pesos mayores en un 2% sin generar rebaba, lo que es aceptable en términos de calidad pero es desfavorable a nivel de costo (ensayo 19). El cambio en la densidad es atribuible al mayor contenido de carbonato de calcio. Por lo tanto se recalculó la densidad del producto con el fin de rediseñar el molde. El ensayo 20 se realizó con el nuevo molde, arrojando resultados satisfactorios.

De los anteriores ensayos, se puede afirmar que los ensayos conducidos permiten inferir que se puede fabricar cualquiera de los productos cubiertos con la evaluación, con un riesgo bajo a evaluando peso y rebaba. Teniendo en cuenta la criticidad de la variable peso por cumplimiento regulatorio, se confirmará en la validación del proceso la capacidad de producir en los rangos establecidos.

6.5. Evaluación de producto

Con los productos resultantes de los ensayos exitosos, se realizaron pruebas de humedad, cracking, grittiness y comparación organoléptica (apariencia y olor) contra muestras de referencia, con el fin de verificar que el proceso de fabricación no tenga efecto en estas variables. La Tabla 11 muestra los resultados de las pruebas de las variables atribuibles a la composición y homogeneidad del producto, analizando las diferencias de cada variable según la fórmula.

TABLA 11 – RESULTADOS DE ANÁLISIS DE PRODUCTO

Fórmula	Humedad (%)	<i>Cracking</i> (Calificación)	<i>Grittiness</i> (°C)	Comparación organoléptica
A7	15	2,5	24	Conforme
B1	15	1,0	30	Conforme
B4	16	1,5	24	Conforme
C3	13	1,0	24	Conforme
C4	14	1,0	24	Conforme

Los resultados de humedad son similares entre sí y tienen una variación esperable teniendo en cuenta las ligeras variaciones de fórmula, por lo cual se consideran aceptables

En el caso de la variable cracking, se observa un resultado elevado en la fórmula A7, la cual se caracteriza por un contenido relativamente bajo de base de jabón, lo cual favorece la formulación de estructuras líquidas atrapadas entre los cristales de la fase insoluble. Adicionalmente, la presencia de almidón de maíz, el cual es higroscópico y por lo tanto favorece la incorporación en la fase soluble de agua adicional que entre al medio. De esta manera, al requerir un tamaño de partícula mayor para ser procesado, se pierde alineación y estructuración de las fibras, generando una estructura más sensible a la entrada y salida de agua. Sin embargo, el cracking obtenido es considerado aceptable con respecto al estándar del mercado colombiano [13], el cual presenta valores promediando 3,0.

Por otro lado, los menores resultados para esta variable se obtuvieron en el caso de los productos fabricados con un alto contenido de aceite mineral, lo que sugiere que éste ingrediente tiene un efecto hidrófobo que retrasa la penetración del agua del medio, y retiene la fase insoluble dentro del jabón, desfavoreciendo la migración de esta fase al smear y haciendo menos vulnerable la estructura cristalina al secado. Con los datos anteriores se terminó de establecer las condiciones de operación para cada una de las

fórmulas cubiertas con el proyecto, con lo que se dio un visto bueno para iniciar la verificación de Repetibilidad y Reproducibilidad del proceso e iniciar producción regular.

6.6. Validación de repetibilidad y reproducibilidad del proceso

Se hicieron corridas industriales de las fórmulas designadas como representativas para verificar que el proceso puede mantenerse bajo control y producir producto dentro de las especificaciones actuales. La Tabla 12 resume los resultados obtenidos en las validaciones de producto.

TABLA 12 – RESULTADOS DE VALIDACIÓN DE PROCESO

Fórmula	Lote	Pesos			Humedad			Cloruros		
		$\bar{x}$	σ	Cpk	$\bar{x}$	σ	Cpk	$\bar{x}$	σ	Cpk
B1	1	126,3	0,36	1,23	15,0	0,5	2,1	0,3	0,0	10
	2	126,2	0,32	1,20	15,6	0,6	1,4	0,2	0,0	16
B4	1	125,5	0,19	0,95	15,6	0,3	3,1	0,3	0,0	7
	2	125,6	0,16	1,23	15,1	1,0	0,9	0,3	0,0	12
C3	1	101,2	0,31	1,22	13,6	0,8	1,8	0,4	0,0	5
	2	101,4	0,22	2,17	13,0	0,5	3,4	0,3	0,0	5
C4	1	100,9	0,19	1,60	13,1	0,6	1,7	0,2	0,0	50
	2	100,8	0,14	1,72	12,6	0,6	1,7	0,2	0,0	50

En el caso de la fórmula B1, se encontró que hay una mayor variabilidad en el peso del producto, el cual se le atribuye a una mayor distancia entre los moldes, la cual genera una pequeña rebaba que no impacta el desempeño del producto. Por esta razón, se recomienda hacer un estudio más a fondo en esta fórmula, donde se disminuya la distancia entre moldes (que a la vez disminuye el peso del producto), con el fin de obtener un proceso más estable.

Para la fórmula B4- lote 1 se obtuvo un índice de capacidad de proceso inferior a los demás, atribuibles a ajustes operacionales menores y continuas paradas de la máquina. Esto se comprobó ya que en el segundo lote, no se ajustaron variables operacionales, y se llegó a una menor variabilidad con un peso similar.

Las variables humedad y cloruros se mantuvieron estables durante todos los lotes evaluados.

Se realizó un control sobre la producción durante 1 mes posterior a la primera manufactura, donde se obtuvieron datos dentro de las especificaciones de proceso y producto para todas las formulaciones cubiertas por éste estudio, confirmando la idoneidad de las fórmulas evaluadas como representativas de todo el portafolio de productos.

7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- Las fórmulas B1, B4, B6, A7, C3 y C4 pueden ser consideradas representativas de todo el portafolio de productos trabajados a nivel de proceso y producto.
- Las variables de proceso y producto que pueden ser significativamente modificadas a través de cambios en proceso son: Sensorial (grittiness), Cracking, Peso, Rebaba y Evaporación de componentes volátiles.
- Las variables críticas para la implementación de un nuevo proceso de fabricación de jabón en barra, en el que no se tienen cambios de fórmula son: Velocidad de proceso, Temperatura de los moldes, Distancia entre los moldes, Capacidad de refinación, Vacío en cámara refinadora, Homogeneidad del mezclado y refinación.
- Se logró obtener las condiciones de proceso que permiten fabricar cualquiera de las fórmulas mencionadas en éste trabajo, obteniendo un desempeño aceptable en proceso y producto.
- El proceso de fabricación se considera repetible, reproducible y aplicable de acuerdo a los protocolos de la compañía.
- Se recomienda reconsiderar el aumento del tamaño de lote apalancado en mejoras de ingeniería sobre la tolva receptora.
- Se recomienda alinear la fórmula del producto B6 con otros productos de la misma marca para lograr ajustar la variable peso usando el mismo molde actual.

8. BIBLIOGRAFÍA

- [1] F. Shahidi, "Soaps," in *Edible Oils and Fat Products*, New Jersey, John Wiley & Sons, 2005.
- [2] L. Spitz, *Soap Manufacturing Technology*, Urbana, IL: AOCS, 2009.
- [3] Revista Semana, "Un mundo próspero y perfumado," [Online]. Available: <http://www.semana.com/especiales/articulo/moda-belleza/3584-3>. [Accessed 5 2 2013].
- [4] Revista Dinero, "Jabones líquidos, crecen como espuma," 2010. [Online].
- [5] Industry Canada, "Manufacturing Costs Soap and Cleaning Compound Manufacturing," 2010. [Online]. Available: <http://www.ic.gc.ca/cis-sic/cis-sic.nsf/IDE/cis-sic32561cote.html>. [Accessed 8 02 2013].
- [6] J. Liker, *The Toyota Way*, Free Press, 2010.
- [7] A. O. Barel, M. Paye and H. Maibach, "Surfactants: Classification," in *Handbook of cosmetic science and technology*, New York, Informa Healthcare USA, Inc., 2009.
- [8] Y. Vermeulen, M. Bissell and J. Van Cassel, "Triclosan-free antibacterial soap". US Patent US20130172415 A1, 4 07 2013.
- [9] A. Barel, M. Paye and H. Maibach, *Handbook of Cosmetic Science and Technology*, New York: Informa Healthcare, 2009.
- [10] The New Ecologist, "Organic Cosmetics: The Healthier Beauty Alternative," [Online]. Available: <http://www.thenewecologist.com/2010/05/organic-cosmetics-the-healthier-beauty-alternative/>. [Accessed 15 02 2013].
- [11] Empresa de consumo masivo, "Jabón de tocador en Colombia," 2013.
- [12] G. e. a. Aspenes, "Petroleum hydrate deposition mechanisms: the influence of pipeline wettability," Vancouver, 2008.
- [13] Johnson & Johnson de Colombia S.A., "Evaluación de cracking competencia," Cali, 2011.
- [14] Icontec, *Norma Técnica Colombiana*, Bogotá: Icontec, 2002.

- [15] Mettler Toledo, "Analizador halógeno de humedad HB43," [Online]. Available: http://es.mt.com/es/es/home/products/Laboratory_Weighing_Solutions/Moisture_Analyzer/HB43_neu.html. [Accessed Junio 2013].