

**CONTROL ESTADÍSTICO DE PROCESOS IMPLEMENTADO A LA
PLANTA DE CICLOHEXANONA EN MONÓMEROS COLOMBO
VENEZOLANOS S.A, EMPRESA MULTINACIONAL ANDINA
(E.M.A)**

**IVONNE PATRICIA ACOSTA ROMERO
COD 1982325**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO MECÁNICAS
ESCUELA DE ESTUDIOS INDUSTRIALES Y EMPRESARIALES
BUCARAMANGA
2004**

**CONTROL ESTADÍSTICO DE PROCESOS IMPLEMENTADO A LA
PLANTA DE CICLOHEXANONA EN MONÓMEROS COLOMBO
VENEZOLANOS S.A, EMPRESA MULTINACIONAL ANDINA
(E.M.A)**

**IVONNE PATRICIA ACOSTA ROMERO
COD 1982325**

Práctica empresarial para optar por el título de
Ingeniero Industrial

Director
EDWIN GARAVITO
Ingeniero Industrial

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO MECÁNICAS
ESCUELA DE ESTUDIOS INDUSTRIALES Y EMPRESARIALES
BUCARAMANGA
2004**

AGRADECIMIENTOS

Le agradezco a Dios, a mis padres Remberto y Omaira, por su amor incondicional y por creer en mi en todo momento.

A mis hermanos Jorge y Jaider, por el enorme apoyo que representan. A mi novio Fernando, por todo su amor y comprensión.

A los profesores y amigos que de alguna manera contribuyeron a mi formación personal y profesional. Gracias a todo el personal de Monómeros Colombo Venezolanos que hizo posible la realización de este proyecto.

GLOSARIO

- **ALCALINIDAD:** Es la concentración OH presente en las soluciones, durante el proceso de obtención de la Ciclohexanona.
- **BUTIL CICLOHEXIL ETER (BCHE):** Residuo en la obtención de la Ciclohexanona. Es considerado como compuesto pesado pues tiene un punto de ebullición mayor que el de la Ciclohexanona.
- **CICLOHEXANONA (ANONA):** Principal producto obtenido y que luego es procesado en la planta 7 para ser transformado en Caprolactama.
- **CICLOHEXANOL (ANOL):** Producto que se forma en una de las etapas del proceso (descomposición) y que puede ser convertido en Anona.
- **CICLOHEXIL HIDROPEROXIDOS (CHHP):** Compuesto intermedio formado después que ocurre la oxidación del Ciclohexano. Este se descompone selectivamente a Anol y Anona.
- **CEP:** Control estadístico de procesos.
- **GIQ:** Grupo de ingeniería química.
- **QUIMIC:** Software de la empresa que almacena la información del laboratorio y algunos aspectos de las producciones de las diferentes plantas del complejo.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	1
OBJETIVOS	3
OBJETIVO GENERAL	3
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	3
1. PRESENTACION DE LA EMPRESA	5
2. DESCRIPCION DEL PROCESO PRODUCTIVO EN LA PLANTA DE CICLOHEXANONA.	9
2.1. GENERALIDADES DEL PRODUCTO	9
2.2. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO	11
2.2.1. Oxidación no catalítica del ciclohexano	11
2.2.2. Recuperación de calor	12
2.2.3. Intercambio de calor y vasija de bombeo	13
2.2.4. Descomposición	13
2.2.5. Separación del efluente cáustico	14
2.2.6. Destilación del ciclohexano no convertido	14
2.2.7. Saponificación, extracción de sales y secado	14
2.2.8. Purificación de los productos finales	15
2.2.9. Conversión de ciclohexanol.	15
3. MARCO TEÓRICO	17
3.1. GRAFICOS DE CONTROL	17
3.2. ANALISIS DE CRITICIDAD	21
3.3. AMFE	22
3.3.1. Fases para la realización de un AMFE	23

3.4 CAPACIDAD DEL PROCESO	26
3.4.1 Caracterización de la producción	27
3.4.2 Estudio de la aptitud del proceso	27
4. ESTUDIO INICIAL	31
4.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	31
4.2 ESTADO ACTUAL	33
4.3 DETERMINACION DE VARIABLES CRÍTICAS	34
4.3.1 Análisis de criticidad	34
4.3.2 Descripción de variables críticas	41
4.4 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO	43
4.5 ELECCIÓN DEL GRÁFICO DE CONTROL	45
4.6 TOMA Y ANALISIS SE DATOS	48
4.7 CARACTERIZACIÓN DE LA PRODUCCIÓN	49
5. CONTROL DEL PROCESO	54
5.1 RESULTADOS EN EL PERIODO DE CONTROL	56
5.1.1 Anol C533	56
5.1.2 BCHE C534	57
5.1.3 Sodio C526	58
5.1.4 Alcalinidad R526	59
5.1.5 Carbonato en recirculación cáustica	60
6. ESTUDIO DE APTITUD DEL PROCESO	61
7. CONCLUSIONES	71
8. RECOMENDACIONES	73
BIBLIOGRAFÍA	75
ANEXOS	76

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Productos Químicos Industriales	6
Tabla 2. Insumos para alimentación animal	8
Tabla 3. Propiedades de la Ciclohexanona	10
Tabla 4. Valores de Cp y su interpretación	28
Tabla 5. Valores del Cpk y su interpretación	30
Tabla 6. Criterios para determinar la gravedad o severidad	37
Tabla 7. Criterios para determinar la probabilidad de ocurrencia	38
Tabla 8. Criterios para determinar probabilidad de no detección	38
Tabla 9. Variables preliminares y NPR asociado	40
Tabla 10. Procedimientos y frecuencia de muestreo.	44
Tabla 11. Periodos estables para variables críticas	48

Tabla 12. Resumen prueba Chi cuadrado	52
Tabla 13. Parámetros y límites de control	53
Tabla 14. Parámetros y límites de especificación	63
Tabla 15. Índices de capacidad potencial	63
Tabla 16. Índices Cpk	64

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Transformación del ciclohexano	9
Figura 2. Fórmula de la Ciclohexanona	10
Figura 3. Diagrama de proceso para la obtención de la Ciclohexanona	16
Figura 4. Ilustración distribución normal	20
Figura 5. Ilustración gráfico de control	20
Figura 6. Histograma y límites de especificación	29
Figura 7. Formato para el AMFE	39
Figura 8. Formato para control del proceso	55
Figura 9. Gráfica de control para monitoreo de alcalinidad, noviembre de 2003	55
Figura 10. Histograma para Alcalinidad R526	65
Figura 11. Histograma para Anol C533	66

Figura 12. Histograma para BCHE C534	67
Figura 13 Histograma para Carbonato	68
Figura 14. Histograma para Sodio C526	69

LISTA DE ANEXOS

	pág.
ANEXO A. AMFE para variables críticas	77
ANEXO B. Pruebas de normalidad	81
ANEXO C. Análisis para diseño de experimentos	87
ANEXO D. Comportamiento de las variables críticas, mes de noviembre.	92

RESUMEN

TITULO: Control Estadístico de Procesos implementado a la Planta de Ciclohexanona en Monómeros Colombo Venezolanos S.A., Empresa Multinacional Andina.*

AUTOR: ACOSTA R. Ivonne P**

PALABRAS CLAVES: Control Estadístico, Gráficos de Control, Estudio de Capacidad, AMFE, Calidad, Especificaciones.

DESCRIPCIÓN:

La implementación del programa de Control Estadístico de Procesos se llevó a cabo en la planta de Ciclohexanona con la finalidad de diseñar herramientas de control que permitieran un verdadero conocimiento del proceso y de igual manera identificar algunas condiciones anormales dentro de este.

En la primera etapa se identificaron las variables críticas para el proceso y periodos estables para cada una de ellas, a través de los cuales se pudieron establecer límites de control confiables para el control del proceso. Por último se diseñaron los gráficos que servirán como mecanismo de control para las variables críticas, de modo que muestren una idea del comportamiento de cada una de ellas y el resultado de las mejoras que puedan incorporarse. Se obtuvieron los índices de capacidad de las variables, con los cuales se pudo realizar un diagnóstico más confiable de la situación real de la planta. Se pudo concluir que las variables medidas en la salida del proceso pueden cumplir con las especificaciones analizando un periodo estable. Sin embargo en la etapa de control que se llevó a cabo se presentó una disminución de los índices de capacidad debido a la presencia de causas asignables en el proceso. Los principales problemas se presentan en la etapa de separación de la recirculación cáustica.

El CEP es una de las más importantes metodologías que se utilizan en el camino hacia la mejora continua de los procesos productivos de una empresa, permitiendo el conocimiento real de este y la implementación de ciertas mejoras que puedan dar como resultado un proceso mas estable.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físico Mecánicas. Escuela de Estudios Industriales y Empresariales.
Edwin Garavito

ABSTRACT

TITLE Statistic Process Control implemented to the Plant of Ciclohexanona at Monómeros Colombo Venezolanos S.A, Empresa Multinacional Andina.*

AUTHOR ACOSTA R. Ivonne P**

KEY WORDS: Statistical Control, Graphics of Control, Study of Capacity, AMFE, Quality, Specifications.

DESCRIPTION:

The implementation of the program of statistic process control was carried out in the plant of Ciclohexanona with the purpose of designing control tools that allowed a true knowledge of the process and in a same way to identify some abnormal conditions inside this.

In the first stage were identified the critical variables for the process and stable periods for each one of them, through which could settle down reliable control limits for the control of process. Lastly were designed the graphics that they will serve as control mechanism for the critical variables, so they show an idea of the behavior of each one of them and the result of the improvements that can incorporate. The indexes of capacity of the variables were obtained, with which it could be carried out a more reliable diagnosis of the real situation of the plant. Through the study it was conclude that the variables measures in the exit of the process can fulfill the specifications analyzing a stable period; although in the control stage that was carried out it was presented a decrease of the indexes of capacity due to the presence of assignable causes in the process. The main problems are presented in the stage of separation of the caustic recirculation.

The SPC is one of the most important methodologies that are used in the road toward the continuous improvement of the productive processes of a company, allowing the real knowledge of this and the implementation of certain improvements that could give as result a process more stable.

* Paper

** Facultad de Ingenierías Físico Mecánicas. Escuela de Estudios Industriales y Empresariales. Edwin Garavito.

INTRODUCCIÓN

La evolución del concepto de calidad en la industria y en los servicios nos muestra que pasamos de una etapa donde la calidad solamente se refería al control final, a una etapa de control de calidad en el proceso, con el fin de fabricar la calidad, más no controlarla. Finalmente llegamos a una calidad de diseño que significa no sólo corregir o reducir defectos sino prevenir que estos sucedan como se postula en el enfoque de la calidad total.

El enfoque moderno de control de calidad lo constituye el mejoramiento continuo del sistema mediante la prevención de los defectos. Este enfoque de mejoramiento solo se puede realizar en base a lo que se conoce como Control Estadístico de Procesos. De esta manera, el determinar mediante métodos estadísticos, si los errores son atribuibles a la variabilidad o a la forma de realizar el trabajo, se hace imprescindible para optimizar la administración y el control de calidad.

El control estadístico de procesos es una herramienta objetiva que ayuda en la toma de decisiones y facilita el proceso de constante mejora en una empresa. Se trata de un lenguaje matemático con el cual los administradores y operadores pueden entender lo que las máquinas dicen. Además al permitir medir, mejorar y controlar el proceso, el Control Estadístico de Procesos impacta positivamente en la productividad de la empresa. ¹

¹ FUNDAMENTOS DE CONTROL ESTADISTICO DE PROCESOS. www.geocities.com

El siguiente proyecto contiene inicialmente un análisis de las variables críticas en el proceso de la planta de Ciclohexanona, partiendo de que no todas tienen la misma importancia y por lo tanto los esfuerzos deben centrarse en aquellas que presentan un nivel de criticidad más alto dependiendo de varios aspectos.

Se desarrolla una herramienta para el seguimiento de las variables críticas definidas, con la cual se pretende controlar el comportamiento de estas a través del tiempo. Este método de control constituye una herramienta de apoyo en las decisiones dentro de la planta, pues se pueden tomar acciones de acuerdo a los resultados de las cartas de control y a través de ellas verificar si los resultados son de algún modo aceptables o no.

Se entrega un diagnóstico de las capacidades para cada una de las variables. El mantener el proceso dentro de unos límites de control y por lo tanto alcanzar un estado bajo control, no es tan importante como garantizar el cumplimiento de ciertas especificaciones que determinan la aceptación del producto por parte del cliente. Es aquí donde radica la importancia de analizar en que medida la planta está cumpliendo con ciertas especificaciones, pues finalmente el no cumplimiento de estas puede ocasionar problemas para la planta y por lo tanto para cada uno de los clientes de esta.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

- Diseñar e Implementar el Control Estadístico de Procesos en la Planta de Ciclohexanona, con el uso de herramientas estadísticas que permitan identificar y eliminar fuentes de variación mediante el seguimiento y control del proceso.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Identificar las variables críticas del proceso o características de calidad a controlar.
- Conocer el procedimiento de muestreo del proceso productivo y analizar la confiabilidad del sistema de medición.
- Determinar los parámetros del proceso para las variables críticas (\bar{X} y σ)
- Establecer los límites de control para cada una de las variables.
- Elaborar las cartas de control que permitan el monitoreo de las variables críticas del proceso.

- Estudiar la capacidad del proceso para determinar el cumplimiento de este de acuerdo a las especificaciones.

- Obtener una lista de las causas asignables del proceso que afecten la variabilidad natural de este.

1. PRESENTACION DE LA EMPRESA

La historia de Monómeros se inicia en Septiembre de 1.967, cuando el Consejo Nacional de Política Económica aprobó el proyecto destinado a la producción de Caprolactama y Fertilizantes Compuestos, como culminación del estudio de factibilidad presentado en 1.965 por el Fondo de Estudios Petroquímicos.

En Diciembre del mismo año se elevó a escritura pública la constitución de Monómeros de Colombia, como sociedad de responsabilidad limitada, con participación inicial del Instituto de Fomento Industrial -IFI-, la Empresa Colombiana de Petróleos -ECOPETROL- y el Instituto Venezolano de Petroquímica-IVP.

En **1.968** ingresó como accionista la firma licenciadora del proceso Stamicarbon de Holanda, se modificó la razón social y se cambió la forma jurídica de la empresa, tomando el nombre de Monómeros Colombo Venezolanos S.A.

En **1.972** se concluyó el montaje de las plantas, procediendo a la puesta en marcha y normalización de operaciones.

En **1.973**, se iniciaron las actividades comerciales.

En **1.985** se transformó la compañía en Empresa Multinacional Andina acogiéndose a las ventajas que otorga el Acuerdo de Cartagena y posteriormente se abrió una sucursal en Venezuela, aprovechando las ventajas de ser considerada como nacional en ese país.

Monómeros Colombo Venezolanos S.A (E.M.A), es la empresa multinacional andina de mayores y mejores instalaciones en su especialidad establecida en el país. Su principal objetivo es proveer productos químicos a la industria manufacturera y fertilizantes al agro nacional y demás países miembros del grupo andino. Entre sus principales productos tenemos:

Tabla 1. Productos Químicos Industriales

PRODUCTO	USOS
Ácido Nítrico	Colorantes, explosivos y fertilizantes
Acido Fosfórico	En la producción de fosfatos y nitrofosfatos.
Acido Sulfúrico	Producción de sulfato de aluminio, baterías, papel celofán, detergente y en la regeneración de resinas.
Agua amoniacal	Producción de fertilizantes, detergentes, productos farmacéuticos, y desengrasantes domésticos.
Amoniaco	Producción de fertilizantes, ácido nítrico, en los colorantes y refrigerantes.
Azufre	Producción de ácido sulfúrico y oleum, en los procesos de sulfonación en la industria de detergentes y en la producción de sales minerales para alimentación animal.
Bórax	En la producción de fertilizantes, vidrios especiales, esmaltes y en la industria de la cerámica.

PRODUCTO	USOS
Caprolactama	Materia prima básica para la fabricación de fibras y resinas de nylon 6.
Carbonato de sodio	En la industria de los detergentes, en la producción de vidrios, silicatos y en la preparación de fosfatos.
Ciclohexanona	En la producción de Caprolactama, thiners y pegantes de PVC.
Metil Etil Cetoxima	Agente antipiel (antioxidante) para pinturas y barnices.
Nitrato de potasio	En la producción de fritas para cerámicas, en vidrios especiales (Tv. color y lámparas de baja fluorescencia), como componente de fluidos de transferencia de calor de sales mezcladas ; en el tratamiento de metales, pólvora negra, pirotecnia, municiones y electroplateado
Sulfato de amonio	En la remoción de la cal en el curtido de las pieles.
Sulfato de sodio	En la industria de los detergentes, el papel, los textiles y químicos inorgánicos.

Tabla 2. Insumos para alimentación animal.

PRODUCTO	USOS
Fosfato de calcio defluorinado. TRICALFOS	Fuente de Fósforo, Calcio y Sodio biológicamente asimilable, ideal para la producción de concentrados y la preparación de sales mineralizadas para consumo animal. Recomendado para ganado de carne y leche; caballos, pollos y gallinas ponedoras; cerdos, conejos y ovejas. La respuesta a las necesidades de crecimiento, producción, reproducción y economía de sus animales.
Fosfato monodivalente.	Fuente de Fósforo y Calcio biológicamente asimilable para la producción de concentrados y la preparación de sales mineralizadas para consumo animal. Recomendado para ganado de carne y leche; caballos, pollos y gallinas ponedoras; cerdos, conejos y ovejas.

Monómeros cuenta con la planta de Abonos Complejos Granulados más grande e nuestro país, fertilizantes Nutrimon, desarrollados especialmente para los suelos y cultivos de Colombia. La empresa abastece en gran parte al sector agrícola colombiano, con fertilizantes simples y fertilizantes mezclados logrando satisfacer gran parte del mercado de estos productos.²

² PRINCIPALES PRODUCTOS Y USOS. www.monomeros.com

2. DESCRIPCION DEL PROCESO PRODUCTIVO EN LA PLANTA DE CICLOHEXANONA³

2.1 GENERALIDADES DEL PRODUCTO

El proceso de oxidación parcial del ciclohexano es utilizado para la producción de Ciclohexanona (anona), que se obtiene en la planta 5 y luego es procesada en la planta 7 con Sulfato de Hidroxilamina para la preparación de un producto intermedio llamado *anona-oxima*, que es luego transformada en caprolactama.

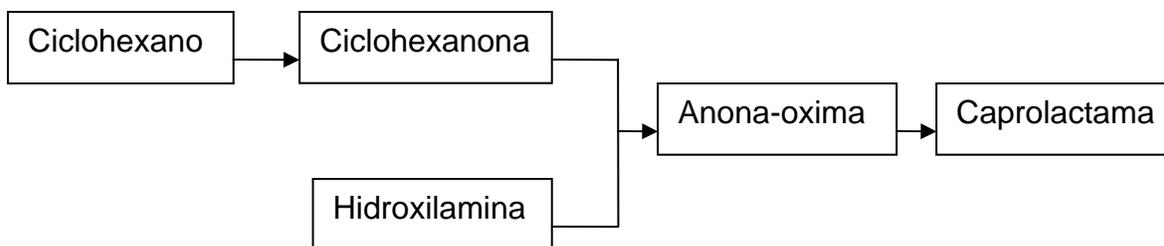


Figura 1. Transformación del ciclohexano

Las materias primas para la elaboración de la Ciclohexanona son ciclohexano y oxígeno (del aire). Por oxidación parcial no catalítica del ciclohexano en fase líquida con aire se obtiene un compuesto intermedio llamado Ciclohexil Hidroperóxidos, el cual es descompuesto selectivamente a Ciclohexanona (anona)

³ Fuente: Manual de Planta 5.

y ciclohexanol (anol). El anol se separa de la anona para convertirlo nuevamente en anona por medio de una reacción de deshidrogenación.

Varios tipos de catalizador son utilizados en diferentes etapas del proceso, como el hidróxido de sodio (NaOH) y el sulfato de cobalto (CoSO₄), que son utilizados en la sección de descomposición y separación del efluente cáustico respectivamente

Tabla 3. Propiedades de la Ciclohexanona.

PROPIEDAD	VALOR	UNIDAD
Punto de fusión	-32	⁰ C
Punto de ebullición	156	⁰ C
Densidad a 50 ⁰ C	917	Kg/m ³
Punto chispa	43	⁰ C
Temperatura de ignición	420	⁰ C
Peso molecular	98	gr/mol

Fórmula de la Ciclohexanona: C₆H₁₀O

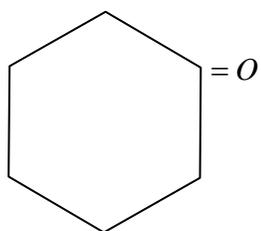


Figura 2. Fórmula de la Ciclohexanona

La Ciclohexanona es un líquido inflamable e incoloro que posee un olor característico.

2.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

En la planta 5 se obtiene el principal producto para la elaboración de la Caprolactama, la cual es llevada a cabo en la planta 7 y que más adelante es utilizada como materia prima para la obtención del Nylon 6.

El nuevo proceso para la obtención de la Ciclohexanona fue entregado en julio de 1999 a Monómeros Columbo Venezolanos por Stamicarbon b.v., licenciador del proyecto de ampliación y conversión tecnológica – Proyecto LTD. La nueva capacidad instalada de diseño de la sección 5 es de 83 TMD.

Las materias primas principales en la producción de ciclohexanona en la planta 5 son el aire, ciclohexano, catalizador de cobalto, soda cáustica, amoníaco y catalizador de cobre.

A continuación se describe el proceso de obtención de la Ciclohexanona con la aplicación de los nuevos procesos de oxidación no catalítica y descomposición a baja temperatura.

2.2.1 Oxidación no catalítica del ciclohexano

La oxidación del ciclohexano con oxígeno del aire para formar el ciclohexil hidroperóxido (CHHP) es llevada a cabo en una serie de cuatro reactores arreglados en cascada, en donde se aplica una conversión del 3.5-3.8%. El aire fluye a través del ciclohexano líquido caliente contenido en los reactores, a una temperatura de reacción de 173°C en el primer reactor disminuyendo hasta 165°C en el cuarto reactor. Cerca del 90% del oxígeno suministrado por el aire es consumido en la reacción de oxidación.

Las reacciones de oxidación son exotérmicas. El calor de reacción es removido por la evaporación de parte del ciclohexano alimentado a oxidación. Por este motivo de los reactores de oxidación se genera una corriente de gases orgánicos, vapores de agua y nitrógeno del aire que se envía hacia el sistema de recuperación de calor. Los reactores de oxidación son operados a una presión de 10.3 kg/cm^2 , para mantener las temperaturas de reacción requeridas.

2.2.2 Recuperación de calor.

Los gases generados en oxidación son enviados al sistema de recuperación de calor (columna de intercambio de calor directo ó DHC-C523). Aquí, parte de esos gases se condensan por contacto directo con una alimentación de ciclohexano (chex) caliente proveniente del sistema de destilación. La corriente de gases que no condensa pasa a la columna de enfriamiento C-521, donde entra en contacto con una alimentación de chex frío que proviene del sistema de destilación. La corriente orgánica y el agua que se recogen en el fondo de la C-521 se alimenta al separador S-522 en donde el agua (sustancia inmisible con el chex) se separa de la corriente orgánica. La corriente libre de agua se alimenta al sistema de recuperación de calor.

La corriente total de chex de recirculación y chex recuperado de los gases de oxidación que finalmente se acumula en el fondo de la DHC, se calienta en el intercambiador E-521 a la temperatura requerida para iniciar y mantener la reacción de oxidación en el primer reactor. Los gases de cima de la columna que contienen todavía pequeñas cantidades de orgánicos son enviados al sistema de absorción en donde se trata de recuperar ciclohexano a través de una mezcla de anol/anona.

2.2.3 Intercambio de calor y vasija de bombeo.

El ciclohexano del cuarto reactor de oxidación rico en ciclohexil hidroperóxidos pasa al separador de producto oxidado y por diferencia de presión fluye a través de los intercambiadores de calor con el propósito de disminuir la temperatura del flujo disminuye y finalmente llega a la vasija de bombeo en donde se promueve la desgasificación del producto. La corriente líquida desgasificada que contiene principalmente ciclohexano, anona, anol, CHHP, y pequeñas cantidades de compuestos orgánicos pasa a descomposición.

2.2.4 Descomposición.

Al sistema de descomposición entra la corriente desgasificada, soda cáustica y catalizador de sulfato de cobalto. Dentro del primer reactor se forma una mezcla heterogénea de dos fases: orgánica y acuosa, que fluye a los otros reactores de descomposición. El contacto óptimo de estas fases se asegura por medio de agitadores mecánicos.

En este ambiente alcalino-acuoso ocurren varias reacciones. La principal reacción que se lleva a cabo es la descomposición selectiva de los CHHP hacia anol y anona, que son los productos más importantes en el proceso. En el proceso de descomposición pequeñas cantidades de CHHP también se descomponen a aldehídos (hexanal).

Otra reacción es la saponificación de la mayor parte de los ésteres formados en oxidación. Además se produce la neutralización de los subproductos ácidos de las reacciones de oxidación y descomposición. Normalmente una presión de 5-6 kg/cm² en este sistema evitará la evaporación del líquido contenido en los reactores.

2.2.5 Separación del efluente cáustico.

En los separadores de efluente cáustico los compuestos orgánicos (ciclohexano, anona, anol y algo de CHHP) son separados de los compuestos inorgánicos, principalmente constituidos por agua, soda cáustica y sales de sodio generadas en la sección de descomposición. La separación en dos fases se lleva a cabo por el principio de diferencia de densidades e inmiscibilidad en los separadores de solución cáustica.

La solución orgánica de los separadores es enviada nuevamente a los intercambiadores y luego al sistema de destilación.

2.2.6 Destilación del ciclohexano no convertido.

Después de haber convertido los peróxidos de oxidación, el ciclohexano no convertido (aproximadamente 96%) debe separarse de los productos principales. Este se recupera en dos columnas de destilación y se recircula a la sección de oxidación.

2.2.7 Saponificación, extracción de sales y secado.

El propósito de este proceso es saponificar los ésteres presentes en el producto de la sección de destilación de ciclohexano y separar la capa aceitosa y acuosa con suministro de ciclohexano fresco para que puedan ser removidas las sales de sodio formadas, con agua blanda y recuperar el ciclohexano en la columna de secado.

2.2.8 Purificación de los productos finales.

En este proceso se separan en tres columnas los cuatro productos principales de la oxidación. En la columna de destilación de alcoholes y cetonas, las fracciones livianas (alcoholes livianos, cetonas y los productos de más bajo punto de ebullición se remueven). En la columna de recuperación de ciclohexanona, el producto se remueve también por destilación. En la columna de recuperación de ciclohexanol, el anol se separa de los residuos de más alto punto de ebullición por destilación. El ciclohexanol puro se envía al proceso de conversión.

2.2.9 Conversión de ciclohexanol.

En este proceso el ciclohexanol se convierte en ciclohexanona por una deshidrogenación catalítica, en forma gaseosa. Entonces el anol que se ha convertido en anona se alimenta al sistema de purificación para sacarlo como producto final de la planta.

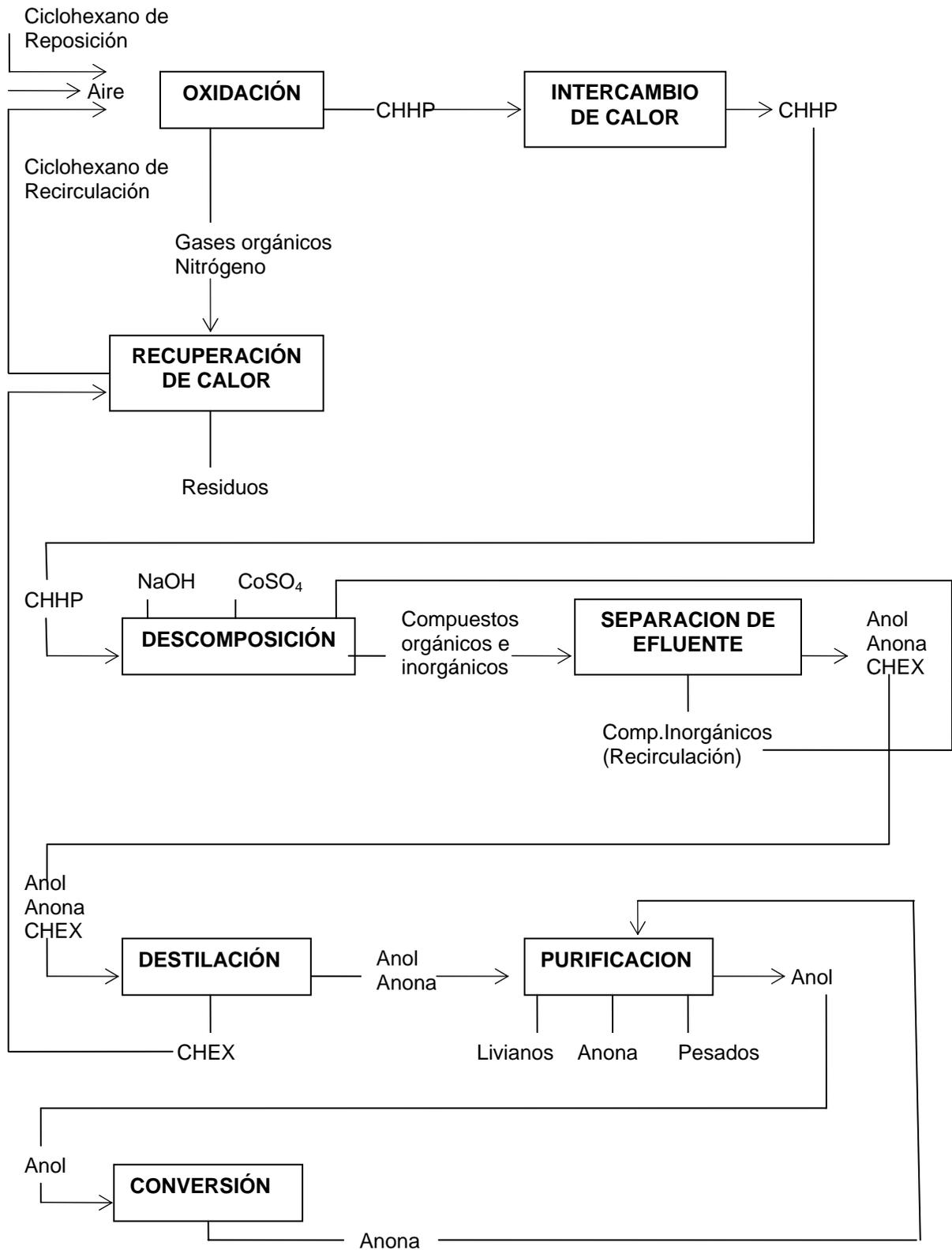


Figura 3. Diagrama proceso para la Obtención de la Ciclohexanona

3 MARCO TEÓRICO

3.1 GRAFICOS DE CONTROL⁴

Los gráficos o cartas de control son una importante herramienta utilizada en control de calidad de procesos. Básicamente, una **Carta de Control** es un gráfico en el cual se representan los valores de algún tipo de medición realizada durante el funcionamiento de un proceso continuo, y que sirve para controlar dicho proceso. El concepto fue desarrollado por el Dr. Walter Shewhart en 1924 y sugiere que pueden ser útiles para:

- Definir la meta o el estándar de un proceso.
- Emplearlas como instrumento para lograr la meta.
- Como un medio para juzgar si se ha logrado la meta.

Todo proceso de fabricación funciona bajo ciertas condiciones o variables que son establecidas por las personas y demás factores y condiciones que definen el proceso con el fin de lograr una producción satisfactoria. Entre estos factores debemos tener en cuenta la mano de obra, condiciones ambientales, materias primas, maquinaria y métodos de trabajo principalmente.

Cada uno de estos factores está sujeto a *variaciones* que realizan aportes más o menos significativos a la fluctuación de las características del producto, durante el proceso de fabricación.

⁴ CONTROL ESTADISTICO DE PROCESOS, GRAFICOS DE CONTROL. www.calidad.com.ar

La base de la teoría de las gráficas de control es la diferenciación de las causas de la variación en la calidad. Esta variabilidad puede ser ocasionada por alguna de las siguientes causas:

- Causas asignables: Son causas que representan un cambio real en el proceso, pueden ser identificadas y conviene descubrir y eliminar. Estas causas provocan que el proceso no funcione como se desea y por lo tanto es necesario eliminar la causa y retornar el proceso a un funcionamiento correcto.

- Causas no asignables o aleatorias: Están presentes en forma permanente, y no son fácilmente identificables. Cada una es un componente muy pequeño de la variación total y ninguna contribuye significativamente. Son inherentes al proceso mismo, y no pueden ser reducidas o eliminadas a menos que se modifique el proceso.

Cuando el proceso trabaja afectado solamente por un sistema constante de causas aleatorias se dice que está funcionando bajo Control Estadístico. Cuando además de las causas no asignables, aparece una o varias causas asignables, se dice que el proceso está fuera de control.

El uso del control estadístico de procesos lleva implícitas algunas hipótesis que se describen a continuación:

- 1) Una vez que el proceso está en funcionamiento bajo condiciones establecidas, se supone que la variabilidad de los resultados en la medición de una característica de calidad del producto se debe sólo a un sistema de causas aleatorias, que es inherente a cada proceso en particular.

2) El sistema de causas aleatorias que actúa sobre el proceso genera un universo hipotético de observaciones (mediciones) que tiene una Distribución Normal.

3) Cuando aparece alguna causa asignable provocando desviaciones adicionales en los resultados del proceso, se dice que el proceso está fuera de control.

La función del control estadístico de procesos es comprobar en forma permanente si los resultados que van surgiendo de las mediciones están de acuerdo con las dos primeras hipótesis. Si aparecen uno o varios resultados que contradicen o se oponen a las mismas, es necesario detener el proceso, encontrar las causas por las cuales el proceso se apartó de su funcionamiento habitual y corregirlas.

En una primera etapa se recolectan datos con los cuales se calcula la media y la desviación estándar. Luego se calculan los límites de la siguiente manera:

- Límite superior = $X + 3\sigma$
- Límite inferior = $X - 3\sigma$.

Estos límites surgen de la hipótesis de que la distribución de las observaciones es normal. En general se utilizan límites de 3 sigmas alrededor del promedio. En la distribución normal, el intervalo de 3 sigmas alrededor del promedio corresponde a una probabilidad de 0,997

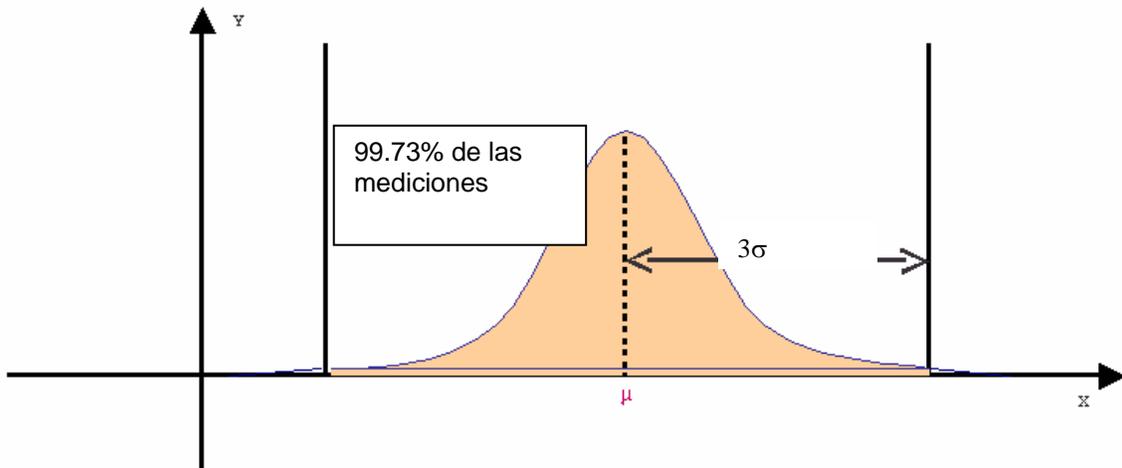


Figura 4. Ilustración distribución normal

Es así como se construye el gráfico de control, se traza una línea recta a lo largo del eje de ordenadas (Eje Y), a la altura del promedio (Valor central de las observaciones) y otras dos líneas rectas a la altura de los límites de control:

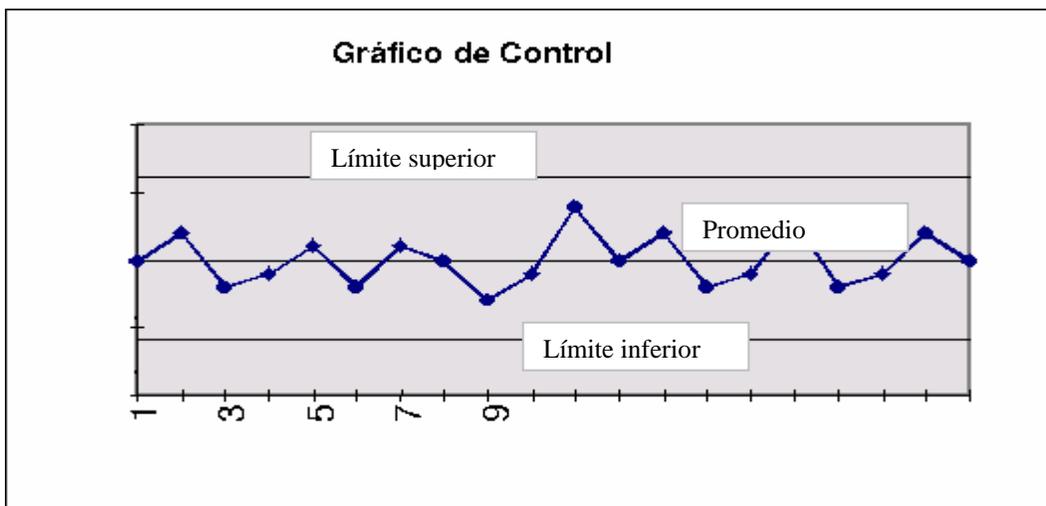


Figura 5. Ilustración Gráfico de control

3.2 ANALISIS DE CRITICIDAD

El análisis de criticidad es una metodología que permite establecer la jerarquía o prioridades de procesos, sistemas y equipos, creando una estructura que facilita la toma de decisiones acertadas y efectivas, direccionando el esfuerzo y los recursos en áreas donde sea más importante y/o necesario mejorar la confiabilidad operacional, basado en la realidad actual.

¿Cómo establecer que una planta, proceso, sistema o equipo es más crítico que otro? ¿Que criterio se debe utilizar? ¿Todos los que toman decisiones, utilizan el mismo criterio? El análisis de criticidad da respuesta a estas interrogantes, dado que genera una lista ponderada desde el elemento más crítico hasta el menos crítico del total del universo analizado, diferenciando tres zonas de clasificación: alta criticidad, mediana criticidad y baja criticidad. Una vez identificadas estas zonas, es mucho más fácil diseñar una estrategia, para realizar estudios o proyectos que mejoren la confiabilidad operacional, iniciando las aplicaciones en el conjunto de procesos ó elementos que formen parte de la zona de alta criticidad.

Para realizar un análisis de criticidad se debe: definir un alcance y propósito para el análisis, establecer los criterios de evaluación y seleccionar un método de evaluación para jerarquizar la selección de los sistemas objeto del análisis. Este método servirá de instrumento de ayuda en la determinación de la jerarquía de procesos, sistemas y equipos de una planta compleja, permitiendo subdividir los elementos en secciones que puedan ser manejadas de manera controlada y auditable. Esta evaluación se realiza normalmente mediante la conocida técnica de fiabilidad denominada Análisis Modal de Fallos y Efectos (AMFE).

3.3 AMFE.⁵

El análisis Modal de Fallos y Efectos (AMFE) es una técnica de ingeniería conocida como el análisis FMEA o (Failure Mode and Effect Analysis) usada para definir, identificar y eliminar fallas conocidas o potenciales, problemas, errores, desde el diseño, proceso y operación de un sistema, antes que este puedan afectar al cliente

El AMFE es una de las más importantes técnicas para prevenir situaciones anormales, ya sea en el diseño, operación o servicio. Esta técnica parte del supuesto que se va a realizar un trabajo preventivo para evitar el fallo, siendo este el factor diferencial del proceso AMFE, comparado con otras técnicas estadísticas que se orientan a evaluar la situación anormal ya ocurrida. Esta técnica nació en el dominio de la ingeniería de fiabilidad y se ha aplicado especialmente para la evaluación de diseños de productos nuevos.

El AMFE se ha introducido en las actividades de mantenimiento industrial gracias al desarrollo del Mantenimiento Centrado en la Fiabilidad o RCM -Reliability Center Maintenance- que lo utiliza como una de sus herramientas básicas. En un principio se aplicó en el mantenimiento en el sector de aviación y debido a su éxito, se difundió en el mantenimiento de plantas térmicas y centrales eléctricas. Hoy en día, el AMFE se utiliza en numerosos sectores industriales y se ha asumido como una herramienta clave en varios de los pilares del Mantenimiento Productivo Total (TPM).

Los propósitos del AMFE son:

- Identificar los modos de fallas potenciales y conocidas.
- Identificar las causas y efectos de cada modo de falla.

⁵ Fuente: www.setec.com.ar

- Priorizar los modos de falla identificados de acuerdo al número de prioridad de riesgo (NPR), o frecuencia de ocurrencia, gravedad y grado de facilidad para su detección.

El fundamento de la metodología es la identificación y prevención de las averías que conocemos (se han presentado en el pasado) o potenciales (no se han presentado hasta la fecha) que se pueden producir. Para lograrlo es necesario partir de la hipótesis, que dentro de un grupo de problemas, es posible realizar una priorización de ellos.

Existen tres criterios que permiten definir la prioridad de las averías:

- Ocurrencia (O)
- Gravedad (G)
- Detección (D)

La ocurrencia es la frecuencia del fallo. La severidad es el grado de efecto o impacto del fallo. Detección es el grado de facilidad para su identificación.

3.3.1 Fases para la realización de un AMFE

Fase 1. Establecer el equipo.

El grupo de trabajo debe ser liderado por el ingeniero de procesos, pues es la persona que mejor conoce las características del mismo. El ingeniero de calidad puede actuar como ayudante.

Fase 2. Definir producto/proceso.

Además del nombre del producto sobre el cual se aplica el AMFE, se debe incluir el de los componentes que lo forman.

Fase 3. Describir funciones.

Depende del tipo de AMFE que se está trabajando,

- AMFE de diseño: es aplicado a los procesos de diseño y en este caso se incluyen las funciones de cada uno de los componentes del producto.
- AMFE de proceso: aplicado a procesos de fabricación y para este caso se tienen en cuenta las operaciones que sufren cada uno de los componentes en su proceso de fabricación.

Fase 4. Listar modos de fallo.

Un modo de fallo indica que cierto aspecto no cumple con las especificaciones establecidas en el proceso, ocasionando que algunas veces los defectos que se presenten lleguen al cliente.

Se debe tener en cuenta algunos fallos potenciales, que aunque no se presenten con frecuencia, puedan aparecer en casos extremos.

Fase 5. Definir los efectos de los modos de fallo.

Describe los efectos en el caso de que el fallo haya aparecido, ya sea para el caso de clientes internos como para externos. Se debe analizar la repercusión que un daño ocasiona en cada parte del sistema.

Fase 6. Describir las causas.

Se definen todas las posibles causas que se puedan atribuir a cada modo de fallo, de manera concreta y específica. La existencia de causas indica una posible debilidad en el proceso que finalmente ocasiona los fallos en el sistema.

Fase 7. Listar controles actuales.

En esta fase se nombran todos los controles que actualmente se llevan a cabo para prevenir las causas del fallo e identificar los efectos resultantes. En caso

de que los métodos de control ya sean obsoletos deben revisarse y plantear nuevas posibilidades para la detección de fallos.

Fase 8. Calcular prioridades.

Se debe calcular el número de prioridad de riesgo (NPR), que se obtiene del producto de la probabilidad de ocurrencia, la gravedad del fallo y la probabilidad de no detección.

- Probabilidad de ocurrencia: Es la probabilidad de que se presente una causa específica y ocasione a la vez un modo de fallo. Para reducir este índice es conveniente cambiar el diseño o mejorar los sistemas de prevención y control para impedir que se produzca el fallo.
- Gravedad del fallo: El índice de gravedad valora las consecuencias que percibe el cliente debido a los efectos de cada modo de fallo. Este aspecto depende del grado de insatisfacción del cliente, los costos relacionados y la rapidez de aparición de estos fallos. Siempre que la gravedad sea 9 o 10 y que la frecuencia de detección sea mayor a 1, se considera el fallo como crítico.
- Probabilidad de no detección: Es la probabilidad de que una vez que aparezca el fallo, este llegue al cliente sin ser detectado. Se debe describir la forma utilizada para el control.

Las acciones correctoras serán prioritarias para las causas de fallo con mayor NPR, por encima de un valor determinado y con mayor gravedad de fallo.

Fase 9. Definir acciones de mejora: En esta columna se describen las acciones correctoras recomendadas para eliminar las causas y modos de fallo.

3.4 CAPACIDAD DEL PROCESO⁶

En cualquier proceso de fabricación es importante cuantificar la variabilidad natural del proceso, para poder analizarla y evaluar si es compatible con los requisitos o especificaciones del producto. Este análisis recibe el nombre de Estudio de Capacidad.

Una primera fase de los estudios de capacidad consiste en determinar la característica de calidad de interés del producto: conocer alrededor de que valor se distribuyen las medias observadas, cual es su variabilidad y cuál es la forma de la distribución de las observaciones. Una segunda fase utiliza esta información para comparar la caracterización con las especificaciones o tolerancias impuestas por el cliente.

Debe usarse el análisis de capacidad cuando responda “SI” a las siguientes preguntas:

- ¿Es estable el sistema?. Para llevar a cabo el estudio es necesario que el proceso esté en estado de control, es decir libre de causas asignables de variabilidad. Un sistema inestable está cambiando constantemente, sin embargo la información obtenida de él será inconsistente a través del tiempo.
- ¿Están normalmente distribuidos los valores individuales?. Es necesario que los datos obtenidos provengan de una población aproximadamente normal.
- ¿Desea saber como se comporta el sistema en relación con los límites de especificación?. Las gráficas de control no proporcionan un a comparación

⁶ CONTROL ESTADISTICO DE PROCESOS, CAPACIDAD DE PROCESO. www.calidad.com.ar

directa con los límites de especificación, pero tales comparaciones son esenciales para comprender el desempeño completo del sistema, para predecir el desempeño futuro y monitorear las mejoras del sistema.

La primera etapa para los estudios de capacidad consiste en caracterizar la producción y la segunda en estudiar la aptitud del proceso para cumplir con las especificaciones de fabricación.

3.4.1 Caracterización de la producción.

La caracterización de la producción consiste en conocer el centro, la variabilidad y la forma de distribución de las observaciones.

Por capacidad se entiende una medida de dispersión, que por motivos históricos se toma en 6 veces la desviación tipo del proceso. Si el proceso está en estado de control (no presenta causas asignables) y los datos que de él se tomen se distribuyen según una ley normal, el 99.73% de la producción estará dentro del intervalo de 6σ , centrado en la media del proceso.

3.4.2 Estudio de la aptitud del proceso. Índices de capacidad

El estudio de la aptitud consiste en evaluar si la variabilidad intrínseca del proceso en un momento dado puede satisfacer las necesidades del cliente expresadas en forma de especificaciones.

Índices de capacidad:

Para cuantificar la Capacidad de Proceso se utilizan coeficientes que permiten comparar el rango de especificaciones con la fluctuación natural del proceso. Ayudan a enfatizar la necesidad de mejoras para reducir la variabilidad del proceso, también facilitan la comparación del desempeño de distintos procesos y proporcionan una idea aproximada del porcentaje de artículos que no cumple con las especificaciones

Uno de ellos es:

- Capacidad Potencial, $C_p = \frac{LSE - LIE}{6\sigma}$

LSE: Límite superior de especificación.

LIE: Límite inferior de especificación

σ : Variabilidad del proceso.

Mide la relación entre el intervalo entre tolerancias y una medida de la variabilidad de las observaciones como es la capacidad. Valores inferiores a 1 indican que el proceso no es capaz de cumplir con las especificaciones; valores ligeramente superiores a 1 indican que si el proceso está perfectamente centrado se producirá un número muy pequeño de unidades defectuosas, que sin embargo aumentará si el proceso se descentra. Lo recomendable es obtener valores superiores a 1.33.

Tabla 4. Valores del Cp y su interpretación.

Cp de proceso	Decisión
$C_p > 1.33$	Mas que adecuado
$1 < C_p < 1.33$	Adecuado para el trabajo, pero requiere de un control estricto conforme se acerca el Cp a 1.
$0.67 < C_p < 1$	No adecuado para el trabajo. Un análisis del proceso es necesario.
$C_p < 0.67$	No adecuado para el trabajo. Requiere de modificaciones.

El índice Cp estima la capacidad potencial del proceso para cumplir con las tolerancias, pero una de sus desventajas es que no toma en cuenta el centrado del proceso, pues para poder aplicarlo el centro de gravedad del rango de especificaciones debe coincidir con la tendencia central de las mediciones del proceso. Puede presentarse el caso de mostrar un Cp alto y no estar cumpliendo con las especificaciones. Se concluye entonces que el índice de capacidad no es una medida de desempeño que permita obtener conclusiones reales acerca de un proceso productivo.

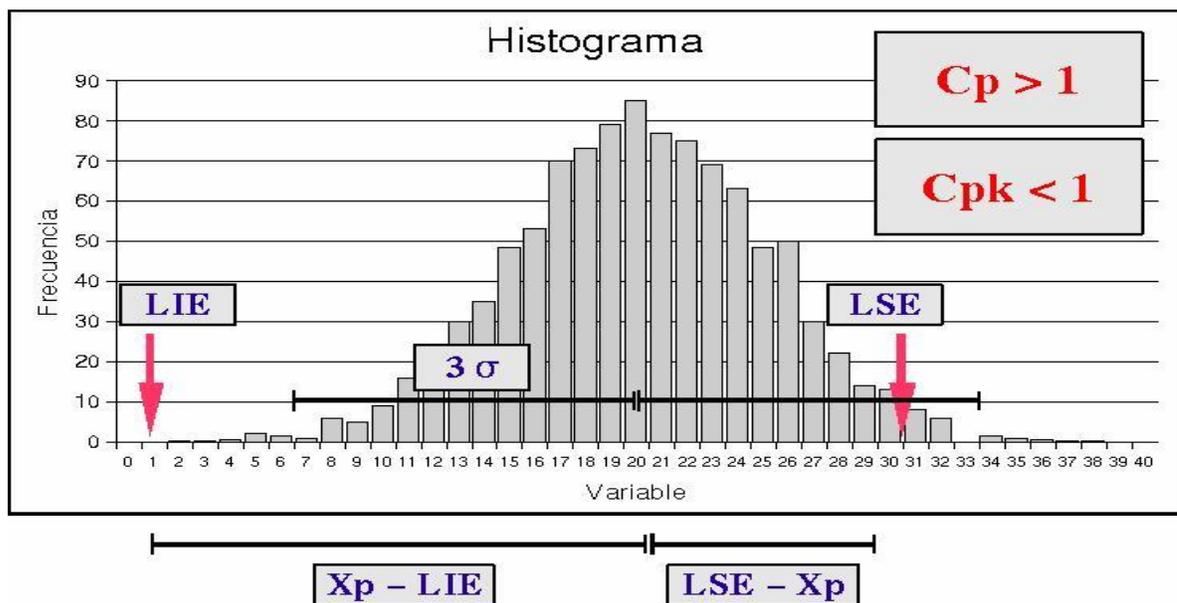


Figura 6. Histograma y límites de especificación

Se utiliza entonces el índice Cpk, que mide el cociente entre la amplitud permitida y la amplitud natural teniendo en cuenta la media del proceso respecto al punto medio de ambos límites de especificación. Si el proceso está centrado $Cpk = Cp$, en caso contrario $Cpk < Cp$ y si $Cpk < 1$ implica que en las

condiciones actuales se está produciendo más de un 0.27% de defectos (para capacidad 6σ).

- $C_{pu} = \frac{LSE - \bar{X}}{3\sigma}$, Se calcula cuando el proceso sólo tiene límite de especificación superior.
- $C_{pl} = \frac{\bar{X} - LIE}{3\sigma}$, Se calcula cuando el proceso sólo tiene límite de especificación inferior.
- $C_{PK} = \min. \{C_{pl}, C_{pu}\}$

Tabla 5. Valores del Cpk y su interpretación.

Cpk de proceso	Decisión
Cpk = 1	El proceso es capaz de producir 99.73% dentro de las especificaciones.
Cpk < 1	El proceso no es capaz de cumplir las especificaciones, se debe reducir la variación.
Cpk > 1	El proceso es capaz de producir cuando menos 99.73% de producto dentro de las especificaciones.

El índice aceptado para mayor confiabilidad es de 1.5. Aunque en principio a partir de que C_{pk} vale 1 el proceso ya es capaz, la situación es muy crítica en las proximidades de $C_{pk}=1$ pues la menor variación de media o desviación conduce a la disminución de la capacidad de proceso por debajo de 1.

4. ESTUDIO INICIAL

4.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.

La calidad del producto fabricado está determinada por sus características de calidad, que en conjunto determinan el aspecto y el comportamiento del mismo. El cliente decide obtener el producto o no, analizando si las características se ajustan a lo que esperaba, es decir a sus expectativas previas.

Sin embargo, a pesar de todo el esfuerzo que se haga para mantener el proceso dentro de unos parámetros que puedan cumplir con ciertas especificaciones, la variabilidad siempre estará presente. En primer lugar existen causas aleatorias de variación, las cuales son desconocidas y con poca significación, debidas al azar y presentes en todo proceso.

Existen también causas específicas o asignables, que provocan variaciones significativas y que normalmente no deben estar presentes en el proceso. Por perfecto que sea un proceso, es normal que aparezcan causas asignables que ocasionen cierta variación en las características del producto, sin embargo estas pueden ser descubiertas y eliminadas para alcanzar el objetivo de estabilizar el proceso.

La Ciclohexanona es uno de los principales productos de Monómeros Colombo Venezolanos S.A. y por esta razón se decidió implementar el Control de Procesos en esta planta, con el fin de aplicar las herramientas estadísticas necesarias para

asegurar la calidad del proceso y del producto final, llevando a cabo un control del proceso preventivo y activo, que permita realizar los ajustes una vez identificadas las causas que originan variaciones para eliminarla y así desaparecer los efectos que estas traigan como consecuencia y que provocan salida de especificaciones tanto en el proceso como en el producto final.

Para llevar a cabo una mejora continua del proceso hay que tener en cuenta que todo proceso genera un producto, pero además genera información. Información que se puede obtener tomando datos numéricos de las características de los productos que salen del proceso y que permite “escuchar” el proceso y poder llevar a cabo los objetivos de calidad planteados

El análisis de los datos medidos permite obtener información sobre la calidad y estudiar y corregir el funcionamiento del proceso. En todos estos casos es necesario tomar decisiones que dependen de dicho análisis. Los valores numéricos presentan fluctuación aleatoria y por lo tanto para analizarlos es necesario recurrir a técnicas estadísticas que permitan visualizar y tener en cuenta la variabilidad a la hora de tomar decisiones.

Las herramientas utilizadas en este proyecto sirven para detectar problemas y poder implementar soluciones eficaces, eliminando así las fuentes asignables de variación en el proceso, evitando de esta manera la recurrencia de esos problemas. De igual modo se logra identificar cuando no hay que interrumpir el proceso, así como cuando es preciso actuar y corregir deficiencias.

Otro beneficio de esta metodología es que permite determinar el comportamiento del proceso en el tiempo, y así analizar si se han ido cumpliendo los objetivos de calidad propuestos inicialmente para el producto.

Un aspecto muy importante es que el Control Estadístico de Procesos proporciona un lenguaje común para el análisis del rendimiento del proceso y por esta razón

todo el personal involucrado tendrá herramientas para comprender el proceso y tomar decisiones de ser necesario.

La implementación de algunas herramientas de control estadístico de procesos en la planta de Ciclohexanona permitirá al personal encargado hacer seguimiento a cada una de las variables, pues a medida que van llegando los datos del laboratorio se irán registrando en un formato, el cual facilita el análisis del comportamiento de dichas variables. En el momento en que los datos muestren anomalías que puedan atribuirse a causas específicas, se indagará sobre esta posible causa y se tomarán acciones correctivas necesarias para eliminar esta situación.

4.2 ESTADO ACTUAL.

Existe un cuarto de control para la planta de Ciclohexanona desde donde se monitorean variables críticas como presión, temperatura, nivel y flujos de los diferentes equipos. Aquellos equipos que no tienen transmisión hasta los tableros de control, cuentan con dispositivos que permiten controlar las variables directamente en la planta, labor de la que se encargan los mismos operarios.

Actualmente no se lleva ningún tipo de gráficos para el control del proceso. Después que las muestras son analizadas en el laboratorio, se mandan al tablerista los datos y los registra en un formato donde le llevan seguimiento a algunas variables, sin ir más allá, pues son útiles en ese momento para mirar los resultados y hacer algún ajuste inmediato, pero esa información no es utilizada para algún tipo de control posterior.

4.3 DETERMINACION DE VARIABLES CRÍTICAS.

El primer paso para la implantación del estudio estadístico es establecer las variables que serán parte del análisis. En un proceso no todas las características de calidad tienen la misma prioridad por lo que se hace necesario determinar cuales de ellas son más importantes teniendo en cuenta varios aspectos.

Una mala elección de variables puede representar pérdida de dinero en cosas innecesarias, pérdida de tiempo y esfuerzos, dejando de lado aspectos del proceso que en realidad son más importantes y que deben ser atendidos bajo cierta prioridad.

Se debe tener en cuenta que las características seleccionadas deben ser medibles de alguna manera, es decir que con ciertos datos obtenidos de ellas se pueda analizar cual es el estado de cada variable, de lo contrario no habrá forma de conocer cual es el comportamiento de la característica, lo que no permitirá tener conclusiones a partir de las cuales se puedan plantear mejoras en el proceso de producción.

4.3.1 Análisis de criticidad

El objetivo de un análisis de criticidad es establecer un método que sirva de instrumento de ayuda en la determinación de la jerarquía de procesos, sistemas y equipos de una planta compleja, permitiendo subdividir los elementos en secciones que puedan ser manejadas de manera controlada y auditable.

Esta metodología permite tomar decisiones efectivas y acertadas, dirigiendo los recursos donde sea más importante y necesario para la mejora continua de procesos, teniendo en cuenta la realidad de estos.

De un análisis de criticidad se obtiene una lista de variables las cuales presentan diferentes niveles de criticidad. Es así como se diferencian varias zonas de criticidad: alta, mediana y baja. Una vez que se haya identificado estas zonas, es más fácil intervenir y realizar análisis enfocados en el conjunto de variables que representan mayor criticidad y por lo tanto requieren mayor atención. De esta manera no se desperdiciaran recursos que podrían destinarse a algunas características poco críticas y de menor importancia y que aportarán poco a la mejora de los procesos.

Para definir un análisis de criticidad es debe definir un alcance y propósito para el análisis, establecer los criterios de evaluación y seleccionar un método de evaluación para jerarquizar la selección de los sistemas objeto del análisis.

- Propósito.

El análisis permitirá determinar cuales son las variables que según su importancia deben ser incluidas para iniciar el control estadístico de procesos en la planta de Ciclohexanona.

- Criterios de evaluación.

Las consecuencias de las fallas que se presentan en el sistema están relacionadas generalmente con el impacto y la flexibilidad operacional, los costos de reparación y los impactos en seguridad y ambiente. En función de lo antes expuesto se establecen como criterios fundamentales para realizar un análisis de criticidad los siguientes:

- Necesidades del cliente
 - Seguridad
 - Ambiente
 - Producción
 - Costos (operacionales y de mantenimiento)
 - Tiempo promedio para reparar
 - Frecuencia de falla
 - Reprocesos o desechos.
-
- Método de evaluación.

Como primer paso se utilizó la técnica de LLUVIA DE IDEAS. Esta metodología está enfocada hacia la identificación y/o solución de problemas, en un proceso grupal en un ambiente relajado en el que cada uno de los individuos aporta ideas que pueden ser de gran utilidad. Este método facilita el surgimiento de nuevas ideas sobre un tema o problema determinado.

En las reuniones para llevar a cabo la lluvia de ideas estuvieron presentes expertos y conocedores del funcionamiento de la planta 5: el ingeniero de procesos, el jefe de planta, supervisor, ingeniero del GIQ, y algunos operarios.

Se definió la situación para la que se había citado a la reunión, la identificación de las variables críticas de la planta de Ciclohexanona que serían incluidas para iniciar el estudio de control estadístico de procesos. La primera reunión consistió en una pequeña charla de la definición de control estadístico de procesos y lo que se tenía pensado realizar en la planta, por lo que se solicitó el apoyo de cada una de las personas presentes.

En las siguientes reuniones se inició como tal la lluvia de ideas para identificar las principales características de calidad involucradas en el proceso teniendo en

cuenta aspectos como lo que realmente era importante para el cliente en cuanto a especificaciones finales, seguridad en la planta, problemas frecuentes, altos costos, etc.

Cada uno de los anteriores aspectos se analizó por separado para obtener una lista de posibles variables que podían hacer parte del análisis. A través de estas reuniones se obtuvo un total de 18 variables.

A partir de las variables definidas en la fase anterior se elaboró un AMFE, para determinar cuales de las variables eran más críticas y poder determinar así cuales tenían una prioridad mayor. Los criterios utilizados en el AMFE fueron los de gravedad, probabilidad de ocurrencia y de no detección.

Las siguientes tablas muestran cada uno de los criterios utilizados en el Análisis Modal de Fallos y Efectos con cada una de las clasificaciones que presentan para determinar en que nivel de criticidad se encuentran cada una de las variables.

Tabla 6. Criterios para determinar la gravedad o severidad.

Gravedad	Valor
Baja. No existen efectos en el producto final.	1-3
Moderada. Hay un ajuste en el proceso antes de que afecte el producto final.	4-7
Alta. El fallo es crítico, hay un reproceso o desecho del producto final.	7-10

Tabla 7. Criterios para determinar la probabilidad de ocurrencia.

Probabilidad de ocurrencia	Valor
Muy escasa. Defecto inexistente en el pasado.	1
Escasa. Muy pocos fallos en situaciones pasadas similares	2-3
Moderada. Fallo aparecido ocasionalmente	4-5
Frecuente. Defectos de cierta frecuencia en el pasado.	6-7
Elevada. Fallo bastante frecuente en el pasado	8-9
Muy elevada. El fallo se produce frecuentemente	10

Tabla 8. Criterios para determinar probabilidad de no detección.

Probabilidad de no detección	Valor
Muy escasa. El efecto es obvio. Resulta muy improbable que no sea detectado.	1
Escasa. El defecto podría pasar algún control primario, pero sería detectado	2-3
Moderada. El defecto es una característica de fácil detección	4-5
Frecuente. Defecto de difícil detección que con relativa frecuencia llegan a producto final.	6-7
Elevada. El defecto es de difícil detección mediante los sistemas convencionales de control.	8-9
Muy elevada. El defecto con mucha probabilidad llegará hasta producto final sin ser detectado.	10

En el formato elaborado para realizar el AMFE de cada una de las variables se incluyen los fallos ocurridos o potenciales, las causas para cada uno de los fallos, los efectos o consecuencias de los fallos, los controles que se realizan actualmente para la prevención de los defectos existentes y las acciones correctivas propuestas, además de los responsables en la elaboración del

análisis de las variables. El formato también incluye los valores para la calificación de los criterios utilizados, así como el valor NPR asociado.

ANALISIS MODAL DE FALLOS Y EFECTOS			
Fecha:	Página:	De:	
Planta:	Responsable:		
Descripción del fallo:			
Causas del fallo:		Consecuencias del fallo:	
Controles Actuales:			
Acciones Correctivas:			
G:	O:	P:	NPR:

Figura 7. Formato para el AMFE

Inicialmente se tomaron 18 variables y para cada una de ellas se obtuvo un valor de NPR que se determinó de la multiplicación de las calificaciones de gravedad, probabilidad de ocurrencia y de no detección. Con los valores de NPR se obtiene la lista de las variables de acuerdo a su nivel de criticidad, el cual permitirá la selección más adecuada de las variables que realmente requieran de un control y posterior intervención de acuerdo a la prioridad asignada.

La siguiente es la lista de cada una de las variables con el valor de NPR que se obtuvo como resultado del AMFE.

Tabla 9. Variables preliminares y NPR asociado.

Variable	NPR
Sodio C526	140
Anol C533	90
Alcalinidad R526	84
BCHE C534	84
Carbonato	72
Hexanal C533	64
Agua R525	45
Anol C534	44
BCHE R525	40
Pentil ciclohexano R525	20
Pentil ciclohexano C534	18
Pentanol C533	12
Ciclopentanol C533	10
Peróxidos S540	10
Acidez C526	8
Agua C533	6
% conversión R525	4
Selectividad R525	4

Por decisión de las personas de la planta 5 comprometidas con el Control Estadístico de Procesos, se tomaron sólo 5 variables para ser incluidas en el estudio. La razón principal es que en la planta de Ciclohexanona no se ha llevado a cabo ningún tipo de estudio parecido e inicialmente quieren tomar este proyecto como una prueba para examinar los resultados, por lo que no consideran conveniente escoger un gran número de variables. Se tomaron

entonces las 5 variables con los mayores valores de NPR en el AMFE. (ver anexo A).

Es así como finalmente se seleccionaron las variables que serían incluidas en el Control Estadístico:

- Alcalinidad en R526
- Anol en C533
- BCHE en el C534
- Carbonato en la recirculación cáustica.
- Sodio en la C526

4.3.2 Descripción de Variables Críticas.⁷

- **Alcalinidad R526.**

Esta variable es analizada en el primer reactor de la etapa de descomposición, reactor 526. La concentración OH de la fase acuosa de los reactores debe ser lo suficientemente alta para asegurar la descomposición de los CHHP y además garantizar que la operación sea lo más completa y rápida posible.

En la planta se controla la alcalinidad entre 0.75 y 1. Alcalinidades menores generan una conversión incompleta, mientras que demasiado altas, conducen a una excesiva formación de subproductos debido a la generación de dímeros de anol y anona (compuestos pesados que consisten en la unión de dos moléculas), resultando un alto consumo de soda cáustica.

- **Anol C533.**

El objetivo de la columna 533 es separar la anona de todos los demás componentes que llegan a este punto en una sola corriente. El producto de cima de la columna es anona pura que ha sido condensada y el producto remanente en el fondo es anol y pesados.

Esta variable es una de las más importantes pues tiene que ser controlada en el producto final. Se requiere que la corriente de anona sea lo más pura posible y esté libre de anol y sobre todo de productos pesados que puedan degradar la Ciclohexanona. El punto de muestreo en esta columna para el anol, está situado en la cima, por donde sale la corriente de Ciclohexanona que va finalmente hacia el tanque de almacenamiento.

- **BCHE C534**

Es de gran importancia controlar el comportamiento de los pesados especialmente el del Butil Ciclohexil Eter, pues este tipo de compuestos atentan contra la vida útil del catalizador del reactor R525. En este reactor se lleva a cabo la conversión de anol a anona por medio de un proceso de deshidrogenación del anol.

- **Carbonato en la recirculación.**

Esta muestra se toma en la recirculación que sale de los separadores de efluente cáustico y que es enviada nuevamente al primer reactor de descomposición.

La descomposición de los peróxidos conduce a la formación de anol y anona con una alta selectividad. Debido a la presencia de soda cáustica, los ácidos formados en la oxidación serán neutralizados, los esteres saponificados y

⁷ Fuente: Manual de planta 5.

también el dióxido de carbono presente en el ciclohexano reaccionará para formar carbonato de sodio.

El principal problema con el carbonato es su pobre solubilidad en las soluciones acuosas altamente alcalinas, con la probabilidad de cristalizarse y depositarse. Esta situación puede representar una limitación en el comportamiento químico en el reactor de descomposición.

- **Sodio C526.**

Esta muestra se toma en el fondo de la columna 526. el objetivo de esta columna es el de realizar la destilación del ciclohexano que viaja en una corriente con la anona, anol y otros compuestos que seguirán hasta el tanque de almacenamiento.

La presencia de sodio en esta columna es el reflejo de una serie de problemas en otros equipos como en los intercambiadores de calor y el rehervidor propio de la columna de destilación. La experiencia ha demostrado que valores por encima de 100ppm de soda en el fondo de la C526 degrada la anona, disminuyendo las producciones en la planta y la producción de compuestos pesados aumenta, por la degradación de productos por la presencia de soda.

4.4 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO.

Monómeros como empresa dispuesta a perdurar se ha caracterizado por mejorar continuamente su procesos críticos y por mantener a lo largo de su historia empresarial una atractiva propuesta de valor para sus clientes, accionistas, empleados y para la sociedad.

El ICONTEC ha otorgado de manera ininterrumpida certificación internacional desde diciembre de 1992 respecto a la norma ISO 9000. Inicialmente bajo la versión 1987 que cubría el sistema tradicional de control de calidad basado en las buenas prácticas del laboratorio. Luego bajo la versión 1994 certificó el “Sistema de Aseguramiento de la Calidad” que cubría todo el proceso de producción.

Finalmente, a partir del 24 de septiembre de 2003 bajo la versión 2000 certificó el “Sistema de Gestión de la Calidad” que cubre todos los procesos críticos de la empresa. Estos incluyen desde el direccionamiento estratégico hasta los procesos de soporte del negocio entre los que encontramos el trabajo realizado por el laboratorio de la empresa encargado de todos los análisis de las muestras que se obtienen de cada una de las plantas que operan en el complejo industrial.⁸

Los procedimientos, frecuencia y tamaño de muestras están establecidos por la DSM, la DCNA y por Monómeros. La DSM es una compañía multinacional cuya sede central se sitúa en Holanda que se dedica principalmente a la industria química y sus derivados y que vendió la tecnología utilizada en la planta. La DCNA (DSM Chemicals North America) es una filial de la empresa en Norte América.

Tabla 10. Procedimientos y frecuencia de muestreo.

Variable	Frecuencia de análisis	Método
Alcalinidad R526	C/ 4h	DSM
Anol C533	C/ 4h	DSM
BCHE C534	C/ 8h	DSM
Carbonato Recir.	C/ 8h	MCV
Sodio C526	C/ 8h	DCNA

⁸ Fuente: Notimonómeros. Publicación de la Gerencia de Relaciones Humanas de M.C.V.

Conocer el tamaño y la frecuencia de las mediciones nos ayuda a definir más adelante cual es el gráfico de control más adecuado para el control de la planta.

Para la planta de Ciclohexanona se toman muestras de tamaño 1 en cada una de las secciones y etapas del proceso. Después de tomar las muestras, estas son llevadas al laboratorio donde se realiza el análisis correspondiente y pasado algún tiempo los datos se reportan a los tableristas quienes se encargan de registrar los resultados en unos formatos previstos para cada una de las plantas. En caso que exista algún problema con la muestra, se pide a la planta una contramuestra para verificar cualquier anomalía que haya podido presentarse.

Existe un software creado para la empresa llamado QUIMIC, en donde se registran cada uno de los datos que resultan de los análisis químicos, favoreciendo el manejo de toda la información del laboratorio.

4.5 ELECCIÓN DEL GRAFICO DE CONTROL.

Aunque las herramientas estadísticas son de gran utilidad en la mayoría de los procesos de producción, no todos estos son idénticos y por lo tanto para aplicar alguna de estas herramientas es necesario revisar primero las características de cada proceso que puedan adaptarse a unos parámetros generales o que tengan que replantearse de tal manera que permita obtener conclusiones confiables de una situación particular.

Es por eso que para elegir el tipo de gráfico más adecuado para el estudio es necesario analizar las características asociadas a cada variable. Se deben considerar los diferentes tipos de gráfico existente y examinar cual es el mejor para cada caso.

Para determinar el tipo de gráfico a utilizar es importante conocer el tamaño de la muestra que se analiza para cada una de las variables críticas. Para realizar los análisis en el laboratorio se toman muestras de tamaño 1 para las 5 variables seleccionadas anteriormente.

La manera de agrupar las muestras también depende del tipo de variación que se quiera identificar con la utilización de las gráficas de control. Es posible agrupar los datos por los diferentes turnos, por días, por operarios, todo esto dependiendo de que variabilidad quiera identificar entre los datos que se tiene.

Para el caso de la planta de Ciclohexanona, la variación más importante que se desea analizar es la existente entre cada uno de los valores, esto teniendo también en cuenta que se trata de un proceso productivo continuo. En este caso para analizar si ha habido alguna anomalía, no es necesario esperar terminar días o turnos, pues en el transcurso de la operación se pueden tomar las medidas necesarias y apropiadas de acuerdo a los resultados que van surgiendo del análisis de las gráficas de control. A la hora de tomar decisiones este método de acción resulta más confiable y práctico.

Con las anteriores consideraciones se decidió utilizar el tipo de gráficos de Valores Individuales para inicialmente determinar para un periodo estable los parámetros del proceso y los límites de control que luego servirán para analizar el comportamiento de la producción que mostrará el estado real en que se encuentra el proceso.

Para este tipo de gráficos partimos de las hipótesis de que en estos procesos continuos las mediciones cercanas difieren por el error de medición y las mediciones son relativamente homogéneas.

En los gráficos de valores individuales pueden presentarse dos situaciones diferentes:

- Cuando existen valores especificados.
- Cuando no existen valores especificados.

Los valores especificados son algunos requisitos impuestos que se deben cumplir, valores que se establecen internamente como objetivos.

En las gráficas de valores especificados estos pueden estar basados en la experiencia obtenida usando gráficos de control sin información previa o valores estándares, valores establecidos en base a un criterio económico que considera la necesidad del servicio y costo de producción, valores nominales de las especificaciones de los productos o de una investigación de datos preliminares que se suponen serán características de todos los datos futuros. En estos casos el valor especificado se toma como variable central y los límites estarán ubicados a $\pm k$ desviaciones dependiendo del nivel de confianza asociado. Generalmente se toma a 3 desviaciones, pues en este rango se logra agrupar el 99.73% de todos los datos.

En gráficos sin valores especificados se parte definiendo la ubicación del valor central y la variación del proceso. El propósito aquí es descubrir si los valores observados de las estadísticas graficadas, tales como promedio, desviación estándar o cualquier otra, varían entre ellos mismos en una cantidad mayor a la que se atribuiría solamente al azar.

Para las variables seleccionadas se utilizará el gráfico de muestras individuales sin valores especificados pues para ninguna de ellas existen parámetros establecidos como objetivo y por lo tanto se tendrá que obtener los parámetros del proceso partiendo de gráficas preliminares de un periodo estable que bajo ciertas condiciones será considerado estable.

4.6 TOMA Y ANALISIS DE DATOS.

El primer paso para la construcción de las gráficas de control es la recolección de los datos correspondientes a un periodo de estabilidad, con los cuales se pueda construir los gráficos preliminares que serán utilizados como herramienta de control para cada una de las variables críticas.

Los datos deben pertenecer a un proceso estable, caso en el que las causas asignables hayan sido eliminadas y donde la variación que exista sea sólo originada por las causas aleatorias de variación, pues no existe otra manera de comprobar la estabilidad ya que los gráficos se van a implementar por primera vez. Solo bajo esta premisa se garantiza la confiabilidad de los gráficos para el control de la producción futura.

Para tomar la decisión de cuál sería el periodo seleccionado como estable para el estudio preliminar se reunieron varias personas conocedoras del proceso de la planta de Ciclohexanona, el jefe de la planta, ingenieros del grupo de ingeniería química y el supervisor. Fue así como se concluyó analizar los siguientes periodos para cada una de las variables, pues las condiciones operativas no presentaron ningún problema.

Tabla 11. Periodos estables para variables críticas

Variable	Periodo estable
Alcalinidad R526	Diciembre 2002, enero y febrero 2003
Anol C533	Diciembre 2002, enero y febrero 2003
BCHE C534	Octubre 2003
Carbonato en recirculación	Septiembre y octubre 2003
Sodio C526	Diciembre 2002, enero 2003

Para cada una de las variables fue necesario analizar información consignada en los libros de operación de la planta, para encontrar datos que hayan sido resultado de condiciones anormales en el proceso como problemas operativos para eliminarlos del análisis pues no serían representativos.

Después de tener el grupo de datos a analizar para la etapa inicial, se comprobó la normalidad de cada una de las variables, pues se debe cumplir la condición de que los datos provengan de una población aproximadamente normal para iniciar el control estadístico.

El análisis para la normalidad de los datos se hizo a través del programa estadístico SPSS. El test de normalidad para cada una de las variables se presenta en el Anexo B.

4.7 CARACTERIZACIÓN DE LA PRODUCCIÓN.

Esta etapa consiste en conocer parámetros del proceso como la media y alguna medida de dispersión, como la desviación estándar. Por medio de estos datos propios del proceso, se pueden determinar unos límites de control para cada una de las variables críticas del proceso, los cuales permitirán realizar un monitoreo para el control de la producción de la Ciclohexanona.

Se desarrolló un formato en Excel (anexo C), para que a través de un gráfico para valores individuales se pudiera calcular la media para cada variable, la desviación estándar y los límites de control.

En el gráfico se representan los puntos correspondientes a las observaciones con las que se calcularon los límites de control. Este gráfico de prueba se analizó detenidamente para verificar si estaba de acuerdo con la hipótesis de que la

variabilidad del proceso se debe sólo a un sistema de causas aleatorias o si, por el contrario, existen causas asignables de variación.

Esto se puede establecer porque cuando la fluctuación de las mediciones se debe a un sistema constante de causas aleatorias la distribución de las observaciones es normal. Cuando las observaciones sucesivas tienen una distribución normal, la mayor parte de los puntos se sitúa muy cerca del promedio, algunos pocos se alejan algo más y prácticamente no hay ninguno en las zonas más alejadas.

Si no se descubren causas asignables entonces se adoptan los límites de control calculados como definitivos, y se construyen cartas de control con esos límites

Para el cálculo de la desviación típica de cada variable fue necesario analizar varios periodos y sus respectivas variaciones, para luego compararlas estadísticamente según la prueba Chi cuadrado y obtener así una estimación mucho más confiable de la desviación estándar.

Mediante una prueba de hipótesis se quiere comparar el promedio de las desviaciones muestrales con la desviación de cada uno de los periodos para determinar si son estadísticamente iguales. Si la hipótesis no se puede rechazar, se puede adoptar este parámetro como la desviación típica del proceso y entonces calcular con este valor los límites de control para el monitoreo del proceso.

El procedimiento utilizado para la prueba de hipótesis es el siguiente:

Se desea probar la hipótesis de que la desviación de la muestra tomada de una población Normal S es igual a un específico (valor promedio de las varianzas muestrales), $\bar{\sigma}$. Sea X_1, X_2, \dots, X_n una muestra aleatoria de n observaciones tomadas de cada variable. Para probar

$$H_0 : S = \bar{\sigma}$$

$$H_1 : S \neq \bar{\sigma}$$

Se utiliza el estadístico de prueba

$$X_0^2 = \frac{(n-1)S}{\sigma}$$

Donde S es la desviación muestral. Ahora, $H_0 : S = \bar{\sigma}$ es verdadera, entonces el estadístico de prueba X_0^2 sigue una distribución chi-cuadrada con $n - 1$ grados de libertad. Por consiguiente, se calcula el valor del estadístico de prueba X_0^2 , y la hipótesis $H_0 : S = \bar{\sigma}$ debe rechazarse si

$$X_0^2 > X_{\alpha/2, n-1}^2$$

o si

$$X_0^2 < X_{1-\alpha/2, n-1}^2$$

donde $X_{\alpha/2, n-1}^2$ y $X_{1-\alpha/2, n-1}^2$ son los puntos que corresponden a los porcentajes inferior y superior de la distribución Chi-cuadrada con $n - 1$ grados de libertad y un nivel de confianza del 95% (nivel de significancia = 5%).

En la siguiente tabla se muestran los resultados de la prueba de hipótesis para cada una de las variables críticas del proceso.

Tabla 12. Resumen prueba Chi cuadrado

Variable	Periodo Estable	Desviación muestral	n	Punto crítico	Estadístico de prueba	Decisión
Alcalinidad R526	Diciembre	0.038	183	221,251	177.333	Acepta
	Enero	0.038	173	210.208	167.590	Acepta
	Febrero	0.040	170	206.889	173.333	Acepta
Anol C533	Diciembre	77.116	177	214.628	190.143	Acepta
	Enero	74.532	173	210.208	179.595	Acepta
	Febrero	62.491	160	195.805	139.200	Acepta
BCHE C534	Octubre	0.228	79	104.316	78	Acepta
Carbonato en recirculación	Septiembre	0.012	65	88.004	85.333	Acepta
	Octubre	0.006	66	89.177	43.333	Acepta
Sodio C526	Diciembre	13.088	91	118.136	83.511	Acepta
	Enero	15.122	87	113.544	92.201	Acepta

Los valores de las desviaciones muestrales corresponden a la variación para cada mes seleccionado. El punto crítico es el valor Chi cuadrado calculado con un nivel de significancia de 5% y n-1 grados de libertad.

Observando los puntos críticos y los estadísticos de prueba podemos concluir que no se puede rechazar la hipótesis de que las desviaciones muestrales y la desviación promedio sean estadísticamente iguales, por lo que se toma este valor como la variación típica del proceso.

La siguiente tabla muestra la desviación típica para cada variable, la media y los límites de control.

Tabla 13. Parámetros y límites de control

Variable	Media	Desviación	LIC	LSC
Alcalinidad R526	0.837	0.039	0.720	0.954
Anol C533	505.49	71.380	291.35	719.63
BCHE C534	0.795	0.228	0.111	1.479
Carbonato	0.239	0.009	0.212	0.266
Sodio C526	68.757	14.105	26.442	111.072

5 CONTROL DEL PROCESO.

Una vez que se ha concluido con la etapa preliminar de caracterización del proceso, en el que se ha logrado conocer los parámetros propios de cada variable como la media, desviación y los límites de control para el proceso, se prosigue con la fase de implementación del control o monitoreo de las variables.

En esta etapa, las nuevas observaciones que van surgiendo se grafican en la carta de control y se controlan de tal manera que estén dentro de los límites establecidos anteriormente y se presenten lo menos posible, causas asignables que originen problemas en el proceso.

Para que el proceso se mantenga bajo control estadístico el 99.73% de las observaciones deben estar dentro de los límites de 3σ alrededor de la media. Entonces cuando se encuentra un punto fuera de los límites de control o se presentan patrones irregulares, indica que el sistema de causas aleatorias que provocaba la variabilidad habitual de las observaciones ha sido alterado por la aparición de una causa asignable que es necesario descubrir y eliminar.

En ese caso, el supervisor del proceso debe detener la marcha del mismo e investigar con los que operan el proceso hasta descubrir la o las causas que desviaron al proceso de su comportamiento habitual. Una vez eliminadas las causas del problema, se puede continuar con la producción normal.

Para realizar el monitoreo de las variables de la planta de Ciclohexanona se diseñó un formato en Excel, el cual una vez introducidos los datos, grafica cada una de las cartas de control para el periodo de tiempo que se desee controlar. La aplicación también permite comparar las gráficas de varios periodos de tiempo para observar cambios en el comportamiento de las variables.

Fecha-Hora	Alcalinidad R-526	Anol C-533	Fecha-Hora	Carbonato	BCHE C-534
1/11/2003 08:00:	1	392	1/11/2003 10:00:	0,173	1,86
1/11/2003 12:00:	0,95	437	1/11/2003 18:00:	0,196	1,03
1/11/2003 16:00:	0,87	664	1/11/2003 02:00:	0,222	1,84
1/11/2003 20:00:	0,85	543	2/11/2003 10:00:	0,227	2,14
1/11/2003 00:00:	0,8	585	2/11/2003 18:00:	0,226	1,91
1/11/2003 04:00:	0,82	558	2/11/2003 02:00:	0,226	1,78
2/11/2003 08:00:	0,87	499	3/11/2003 10:00:	0,238	2,01
2/11/2003 12:00:	0,83	519	3/11/2003 18:00:	0,232	1,64

Figura 8. Formato para control del proceso

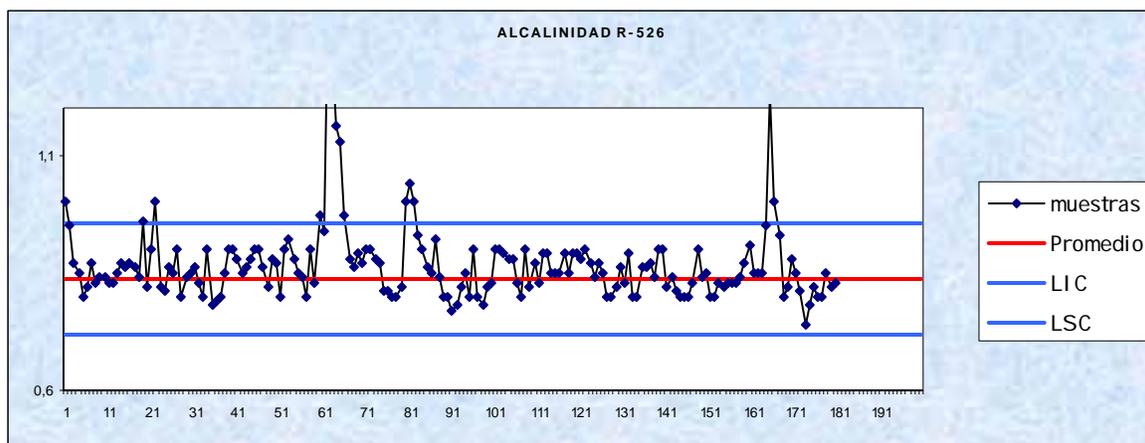


Figura 9. Gráfica de control para monitoreo de alcalinidad, noviembre de 2003

En el formato se pueden hacer todo tipo de observaciones acerca de la tendencia de las gráficas y las posibles causas que estén originando que el proceso esté por fuera de los límites establecidos.

5. 1. RESULTADOS EN EL PERIODO DE CONTROL.

Estas observaciones son resultado de la etapa de control que se realizó entre el 10 de noviembre y el 28 de diciembre de 2003. De esta manera también se comprueba la efectividad de las gráficas de control para el monitoreo del proceso. (ver anexo D)

Las siguientes son las principales anotaciones de cada una de las variables incluidas en el análisis.

5.1.1. Anol C533.

Esta variable se mide en la etapa de purificación, para controlar el porcentaje de anol que se encuentra en la corriente de anona. Esta característica es muy importante y crítica en el producto final; de no cumplirse la especificación establecida (1000 ppm), el producto no podría pasar a la planta 7 para seguir con la producción de la caprolactama. Este incidente generaría alta extinción en el producto final (caprolactama) lo que resultaría poco favorable para la operación de la planta 7.

Inicialmente el anol no presentó ningún comportamiento irregular, los datos se encontraban dentro de los límites de fluctuación natural que se habían establecido para esta variable.

El principal problema surgió por el aumento de carga a la planta, pues se recibió un anol que estaba en los tanques de almacenamiento en la sección 8 para guardar el Ka-oil (mezcla de anol y anona) que se adquirió en la empresa, aproximadamente 23 toneladas.

Este anol de reproceso causó un aumento en el porcentaje que se maneja en operación normal, pues la carga de la planta estaba al 100%. Sin embargo los datos se mantenían por encima de la línea central sin sobrepasar el límite de control superior. De todas maneras había que tener especial cuidado con este aumento por las implicaciones en la operación de la planta de caprolactama.

En la última etapa del control se tomó la decisión de dejar de reprocesar el anol y se empezó a trabajar con la mezcla nueva de anol y anona que se había recibido en la sección 8. Con esta medida se lograron valores normales para esta variable pues el Ka-oil es de mejor calidad que el anol reprocesado.

5.1.2. BCHE C534

Esta variable se mide en la sección de purificación, para verificar que tanta cantidad de compuestos pesados es arrastrada en la corriente de anol. Esta variable no incide directamente en la calidad de la anona, sino en la vida útil del catalizador y que es indispensable para la operación de conversión del anol.

La decisión de reprocesar el anol afectó el comportamiento de esta variable pues de cierta manera este producto estaba algo contaminado lo que ocasiona un aumento en la cantidad de pesados en el proceso. Cuando se dejó de reprocesar este producto, el BCHE disminuyó aunque aún se mantenía fuera de control.

Otra de las causas de la salida de control de esta variable está relacionada con la columna de purificación de anol (C534) que no se encontraba en las mejores condiciones pues estaba sucia, tapando algunos orificios en el equipo y afectando la capacidad y eficiencia de la separación entre el anol y los compuestos pesados.

En ocasiones la planta no se podía operar al 100% de su capacidad y como consecuencia la carga que entraba al reactor de conversión era menor. Esta situación afectó el comportamiento de la variable pues con baja carga al reactor 525, la producción de pesados aumenta.

La mayor preocupación con respecto a esta variable era la vida útil del catalizador de cobre en el reactor de conversión pues el aumento del BCHE ocasiona problemas en la transformación de anol a anona, lo cual se ve reflejado en el % de conversión que se controla en la salida del reactor. Para mediados del año 2004 se tiene planeado una parada de planta para el arreglo de varios equipos y se aprovechará también para el cambio del catalizador del reactor.

5.1.3 Sodio C526.

Esta característica es analizada en la columna de destilación de ciclohexano para comprobar la cantidad de sodio que va en la corriente orgánica (anol, anona). Si los valores que se obtienen son altos probablemente la calidad de la anona se vea afectada pues si el sodio sobrepasa la especificación establecida, el producto final se degradará ocasionando problemas con la producción.

El principal problema de arrastre de sodio hacia el fondo de la columna 526 está en la operación de lavado que se lleva a cabo en los separadores del

efluente cáustico y en el grupo de intercambiadores de calor por donde pasa la corriente orgánica después de ser separada de la corriente inorgánica.

Aunque el problema anterior es de mucho cuidado no se han planteado mejoras que traten de acabar con esa situación; se hacen continuamente paradas para limpiar los equipos en los que se acumula el sodio, lo que de alguna manera ocasiona pérdidas y desequilibrio de la operación en cada una de las paradas. (Ver recomendaciones)

Otra causa de la salida de control de algunos datos tiene que ver con problemas en el control de los instrumentos, pues emiten al cuarto de control un nivel diferente al existente en la planta, lo que puede llevar a tomar medidas equivocadas.

5.1.4 Alcalinidad R526.

Esta característica se controla en el primer reactor de descomposición. El comportamiento de esta variable fue estable en el periodo de control. Se presentaron algunos inconvenientes con algunos equipos que en ocasiones se tuvieron que sacar de servicio y provocaron irregularidades en la gráfica.

Puntos muy altos de la gráfica fueron causados por paradas de la planta, pero estos son considerados como normales dentro de la operación por la naturaleza del proceso. Durante un arranque de planta este parámetro debe controlarse entre 1.2-1.4 meq/gr.

5.1.5 Carbonato en recirculación cáustica.

Esta variable no presentó mayor variación en el periodo de control, se mantuvo entre los límites de fluctuación establecidos para una operación normal. Sólo al final del periodo tuvo algunos datos por fuera de los límites de control ocasionados por una alta recirculación cáustica pues se ha hecho una mala separación del efluente.

Una consecuencia importante es que esta situación aumenta el problema que existe en la columna de destilación pues el arrastre de sodio hacia este equipo es mayor.

6 ESTUDIO DE APTITUD DEL PROCESO. INDICES DE CAPACIDAD.

Antes de realizar el análisis de capacidad para las variables críticas, es necesario establecer algunas hipótesis bajo las cuales se va a desarrollar el análisis. En primer lugar, vamos a suponer que la característica de calidad (Variable aleatoria) es continua y de distribución normal, lo cual se verificó con la comprobación de la normalidad de cada una de la variables (ver anexo B).

En segundo lugar, consideraremos que el proceso está bajo control estadístico, es decir que la variabilidad se debe solamente a un sistema constante de causas aleatorias (No intervienen causas asignables). Para esto se analizó el periodo estable elegido para cada variable.

Al analizar una sucesión de mediciones de la característica de calidad sobre muestras del producto fabricado, se encontró que los valores fluctúan alrededor de un valor central. Esto es lo que llamamos la fluctuación natural y esperable del proceso. Esta variación de la característica de calidad medida se debe a un conjunto muy grande de causas que afectan el proceso, cuyo efecto individual es pequeño y que actúan en forma aleatoria (Sistema constante de causas aleatorias).

La fluctuación natural del proceso es inherente al mismo y no puede eliminarse, sólo puede reducirse realizando modificaciones al proceso mismo, lo cual significa, trabajar con otro proceso. La fluctuación natural de un proceso puede cuantificarse

a través de la desviación estándar del mismo, con la cual podemos calcular los Límites de Tolerancia Natural del proceso. Se debe insistir en que estos límites no pueden fijarse voluntariamente, dependen del proceso y de las variables no controlables del mismo.

Los Límites de Especificación de un producto son fijados voluntariamente por el cliente, por el fabricante o por alguna norma. Estos límites constituyen un requisito a cumplir por el producto y no deben confundirse en ningún caso con los Límites de Control o con los Límites de Tolerancia Natural del proceso.

La Capacidad de un proceso es la aptitud para generar un producto que cumpla con determinadas especificaciones. En el mejor de los casos, es conveniente que los Límites de Tolerancia Natural del proceso se encuentren dentro de los Límites de Especificación del producto. De esta manera nos aseguramos que toda la producción cumplirá con las especificaciones.

Complementos fundamentales en el estudio de la capacidad de un proceso son los histogramas y los gráficos de control. Con el uso del histograma, se tiene la ventaja de que se puede apreciar la forma de la distribución, con lo cual se puede confirmar o rechazar la hipótesis de que la misma es normal. Pero el problema es que no se puede detectar la presencia de patrones no aleatorios, con lo cual no es posible confirmar o rechazar la hipótesis de que el proceso está bajo control estadístico. Si el proceso no está bajo control estadístico los resultados del análisis de la capacidad de proceso no serán válidos y pueden llevar a conclusiones equivocadas.

Aquí juegan un papel muy importante los gráficos de control, pues la implementación de estos exige necesariamente colocar el proceso bajo control estadístico. En consecuencia, se puede utilizar la desviación estándar utilizada para calcular los Límites de Control para calcular los coeficientes de capacidad de proceso C_p o C_{pk} .

En la siguiente tabla se muestran todas las variables con sus límites de especificación, desviación estándar y la media calculada para el periodo de estabilidad analizado anteriormente.

Tabla 14. Parámetros y límites de especificación

Variable	Media	Desviación	LIE	LSE
Alcalinidad R526	0.837	0.039	0.75	1
Anol C533	505.49	71.380		1000
BCHE	0.795	0.228		3
Carbonato	0.239	0.009	0.18	0.25
Sodio C526	68.757	14.105		100

Se calculó en primer lugar el índice Cp para las variables que tienen dos límites de especificación para compararlos más adelante con los otros indicadores. Estas variables son la alcalinidad en el R526 y el carbonato en la recirculación. Se utilizó la siguiente fórmula para la capacidad potencial.

- $$C_p = \frac{LSE - LIE}{6\sigma}$$

Tabla 15. Índices de capacidad potencial

Variable	Cp
Alcalinidad R526	1.07
Carbonato	1.30

De acuerdo a lo establecido anteriormente, para las dos variables el proceso está cumpliendo con las especificaciones y el índice muestra que es adecuado para el trabajo sin embargo se tiene que tener cuidado pues el Cp está muy cerca a 1 sobre todo para la variable alcalinidad. Para valores cercanos a 1 habrá un mínimo de defectos siempre y cuando el proceso esté centrado.

En segundo lugar se calculó el índice de capacidad Cpk, el cual si es una medida del desempeño del proceso, pues tiene en cuenta la media real de cada una de las variables, para poder comparar la especificaciones con la variabilidad natural del proceso.

Tabla 16. Índices Cpk

Variable	Cpk
Alcalinidad R526	0.74
Anol C533	2.31
BCHE C534	3.22
Carbonato	0.41
Sodio C526	0.74

Se tomaron los datos para realizar un histograma de cada una de las variables y así observar como se encuentra el proceso de acuerdo a las especificaciones.

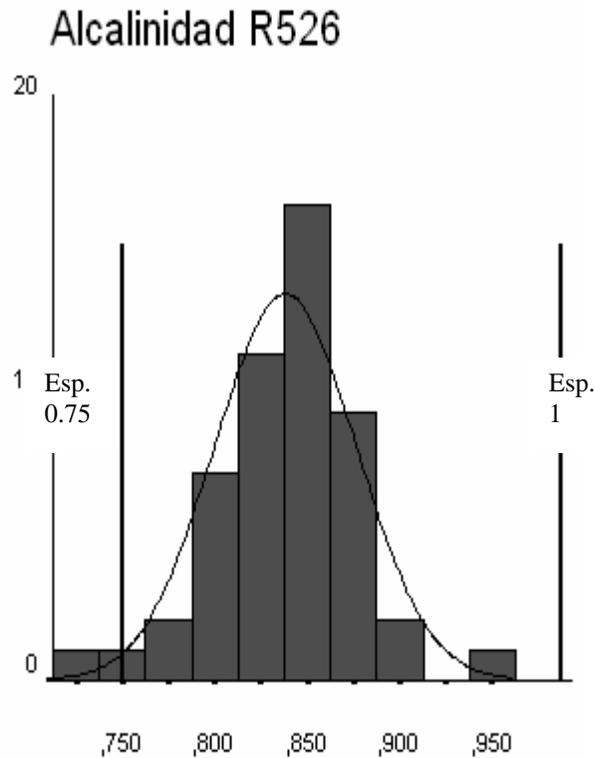


Figura 10. Histograma para Alcalinidad R526

Para poder interpretar correctamente los índices de capacidad obtenidos necesitamos verificar primero que los datos provienen de una distribución aproximadamente normal, lo cual parece cumplirse a raíz del histograma anterior.

Podemos ver, sin embargo que la media del proceso es algo inferior al objetivo y que la cola izquierda de la distribución cae fuera del límite de especificación inferior (0.75). Esto significa que vemos ocasionalmente algunas observaciones que no cumplen con la especificación de 0.75.

A pesar de que el C_p es igual a 1.07 lo que diría que el proceso es capaz, el $C_{pk} = 0.74$ nos confirma que el proceso está descentrado y que no puede cumplir con una parte de las especificaciones, tal como se ve en el histograma.

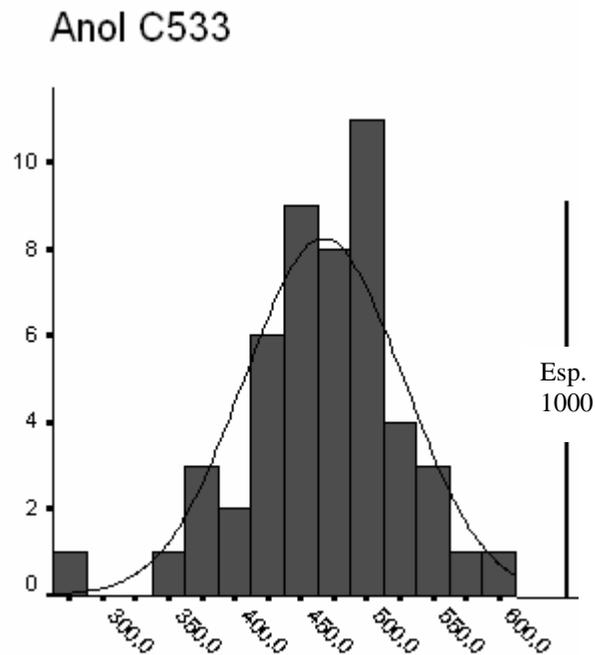


Figura 11. Histograma para Anol C533

Del gráfico podemos concluir que los datos siguen aproximadamente una ley normal y que no hay observaciones fuera del límite de especificación.

El índice de capacidad para esta variable fue de 2.31 lo que confirma que el proceso es capaz de cumplir con la especificación establecida de 1000 ppm de anol en la producción de anona.

Este es uno de los parámetros que más control requiere en la operación pues incide directamente en las especificaciones del producto final. Aunque en el periodo de control hubo algunos problemas con el comportamiento de esta variable y su variación fue algo mayor, aún se sigue obteniendo un índice mayor a 1.

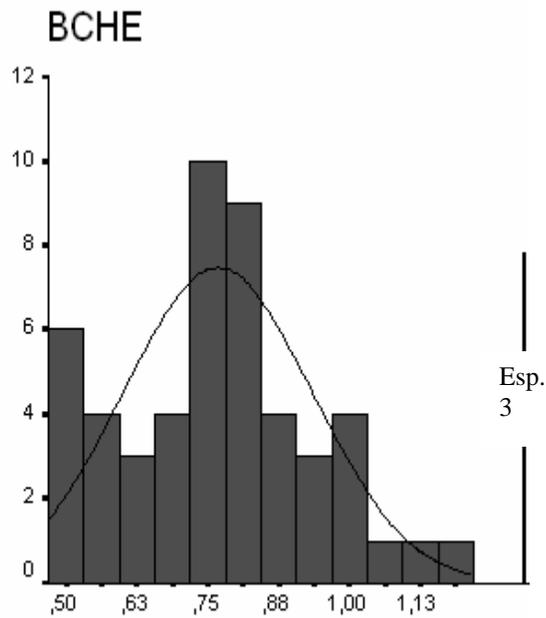


Figura 12. Histograma para BCHE C534

Se calculó el índice de capacidad para esta variable el cual fue de 3.22. Este indicador determina que el proceso puede cumplir la especificación superior establecida de 3.

Durante la etapa de control del proceso, el BCHE fue la variable que presentó más observaciones fuera de control. Se calculó un Cpk para este periodo y aunque este resulta mayor a 1 y podía decirse que aún es capaz, con esto se puede demostrar que las causas asignables de variación están limitando el proceso.

Carbonato en recirculación

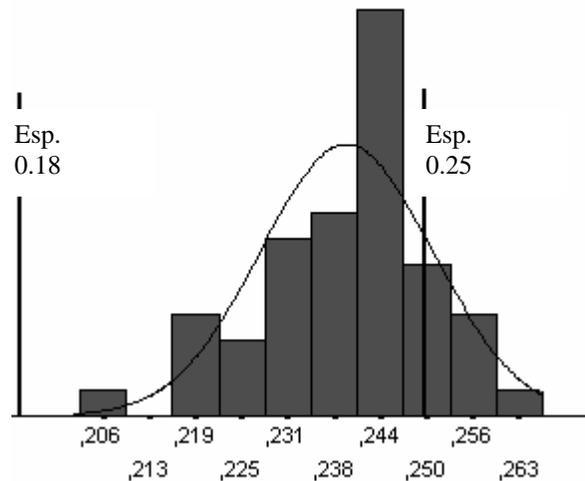


Figura 13. Histograma para Carbonato

Del gráfico podemos concluir que la media del proceso es mayor al objetivo de acuerdo a las especificaciones y que la cola derecha cae fuera del límite de especificación superior. Con esto se demuestra que en algunos casos no se cumplirá con las especificación de 0.25 establecida para esta variable.

Se había calculado el índice de capacidad potencial ($C_p=1.30$) con lo que se podría determinar que el proceso era capaz de cumplir con las especificaciones, pero analizando el C_{pk} para esta variable que dio como resultado $C_{pk}= 0.41$, podemos concluir que no puede cumplir las especificaciones y que una gran parte de las observaciones está por fuera de esos límites como puede verse claramente en el histograma.

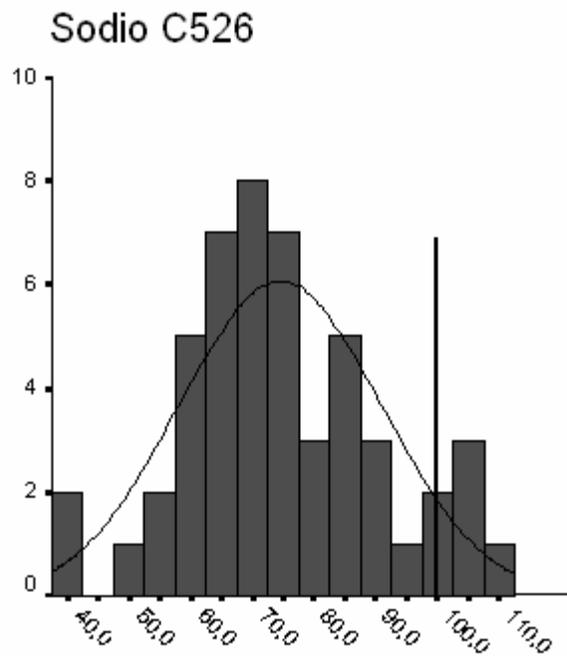


Figura 14. Histograma para Sodio C526

Para el periodo estable analizado vemos que los datos siguen una distribución aproximadamente normal y que no hay datos por fuera de la especificación superior.

Se determinó el Cpk para la variable sodio, el cual fue igual a 0.74. Según este indicador, no se puede cumplir con la especificación que se tiene para el sodio que es de 100 ppm, pues como se puede observar en la gráfica hay datos que sobrepasan este valor. Tendiendo en cuenta la variación del mes de noviembre y diciembre mientras se realizaba el control, se calculó otro Cpk y se observó que disminuyó considerablemente, esto debido a las causas asignables que se encontraron en la columna de destilación.

Para las variables que tienen un índice de capacidad mayor que 1, se puede decir que están en un estado ideal. En este caso se deben aplicar las gráficas de control y demás herramientas básicas para prevenir la ocurrencia de causas especiales que perjudiquen el desempeño futuro del proceso.

Si alguna de las variables no obtuvo un índice de capacidad mayor a 1 no quiere decir que el proceso esté mal. Un Cpk menor que 1 significa que la anchura de las tolerancias es pequeña frente a la variabilidad del proceso y/o que este está descentrado, caso en el cual hay que tomar acciones directamente sobre el proceso para tratar de centrarlo un poco en el objetivo. En este caso se deben usar las herramientas estadísticas para diagnosticar y mejorar y las gráficas de control para identificar patrones en el proceso se deben hacer esfuerzos serios de mejora y analizar las especificaciones.

El cumplir o no con las especificaciones se vuelve más crítico para las variables de producto final, en este caso para el anol, pues de cumplir unos parámetros depende la aceptación de la anona en la planta de caprolactama. Para las otras variables también es importante, pero en cada caso hay tiempo de intentar arreglar el problema pues todas son variables de proceso y con la ayuda del laboratorio se tiene una herramienta para actuar en el momento indicado para tratar de evitar problemas antes de que lleguen al producto final.

7. CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que se obtuvieron después del periodo de implementación del Control Estadístico de Procesos en la planta de Ciclohexanona en Monómeros Colombo Venezolanos S.A. son:

- Se identificaron las variables críticas para el proceso; cada una con un nivel de criticidad que indica hacia donde se deben dirigir los esfuerzos en el control de la operación de la planta.
- Se calcularon los parámetros de operación para cada una de las variables, tales como promedio, desviación y los límites de fluctuación que servirán como límites de control para la producción.
- Con el seguimiento de las variables críticas mediante un periodo de control, se logró identificar causas asignables de variación para cada variable analizada, esto con la colaboración de personal de la planta y del laboratorio.
- Se pudo monitorear el comportamiento de las variables después de realizar algunos ajustes y así comprobar la efectividad de algunas medidas correctivas puestas en marcha.
- Mediante la creación de formatos desarrollados a partir del programa Excel de Microsoft, se creó un sistema que permite almacenar datos, procesarlos y graficarlos de tal manera que sea más fácil analizar el comportamiento de las

variables en el tiempo, y que se puedan hacer comparaciones para tomar alguna decisiones.

- Se determinó el índice de capacidad para las variables críticas analizadas, de las cuales solo dos son capaces de cumplir con las especificaciones establecidas. Para las otras tres deben hacerse algunas revisiones para tratar de disminuir la variación presente.
- Se logró motivar a una parte del personal de la planta en el aprendizaje y la aplicación de técnicas estadísticas que contribuyen al mejoramiento continuo de la calidad.

8. RECOMENDACIONES

- Capacitar al personal operativo de la planta de Ciclohexanona en el manejo de las herramientas estadísticas empleadas en el programa de Control Estadístico de Procesos. Inicialmente no se incluyó al personal de la planta pues el control estaría a cargo del jefe de la planta y de los ingenieros del Grupo de Ingeniería Química. Es necesario que exista un lenguaje común entre todo el personal, tanto directivo como operativo; sólo de esta manera se hará más fácil emprender un camino hacia el mejoramiento continuo de los procesos, donde todos se sientan comprometidos y trabajen en pro del mismo objetivo: la calidad.
- Actualizar las especificaciones de las variables en los formatos que se manejan en la planta y en los registrados en el laboratorio. Muchos de estos parámetros no concuerdan en los diferentes formatos y otros ya han sido renovados y aún aparecen como vigentes. Esto podría causar confusiones entre el personal que no tiene mucha experiencia en el control de las variables.
- Mantener el control de las variables críticas que se establecieron, como herramienta para verificar el comportamiento de las variables y para comprobar resultados cuando se decida implementar acciones correctivas con el fin de eliminar la variabilidad.
- Revisar periódicamente todos los parámetros que se han establecido en este análisis y actualizarlos si es necesario.

- Realizar un análisis para un diseño de experimentos para estudiar el problema existente con el arrastre de sodio a la columna de destilación (C526). A pesar de que se ha contemplado la posibilidad de llevar a cabo este estudio en varias ocasiones nunca se ha concluido nada y las consecuencias siguen viéndose en la degradación del producto final, y en pérdidas de tiempo y dinero por paradas de planta. En muchas ocasiones se toman acciones para disminuir la cantidad de sodio en el equipo, pero además de que esta medida no es definitiva, obliga a parar la planta para hacer una especie de limpieza a ciertos equipos que muchas veces causa desequilibrios en la operación de la planta. (ver anexo C)

BIBLIOGRAFÍA

- MONTGOMERY, Douglas, RUNGER, George, PROBABILIDAD Y ESTADÍSTICA APLICADA A LA INGENIERIA, Mc Graw Hill, 1ª Edición, 1996.
- DUNCAN Acheson J. Control de Calidad y Estadística Industrial. Editorial Alfaomega. México D.F 1990.
- KUME, Hitoshi, HERRAMIENTAS ESTADÍSTICAS BASICAS PARA EL MEJORAMIENTO DE LA CALIDAD, Editorial Norma, 1ª Edición, 1992.
- KENNEDY, Jhon, NEVILLE, Adam, ESTADISTICA PARA CIENCIA E INGENIERIA, Editorial Harla, 2ª Edición.
- www.calidad.com.ar
- KENNETT Ron. Estadística Industrial Moderna. Thomson. México, 2000

ANEXOS

Anexo A. AMFE PARA VARIABLES CRÍTICAS

ANALISIS MODAL DE FALLOS Y EFECTOS			
Fecha: septiembre de 2003	Página: 1	De: 1	
Planta: Ciclohexanona	Responsable: Ivonne Acosta		
Descripción del fallo: Sodio en la columna 526 por fuera de las especificaciones			
Causas del fallo: <ul style="list-style-type: none"> Suciedad en el equipo de destilación. Inapropiada operación del E-522 Alto contenido de carbonato en la recirculación cáustica. 	Consecuencias del fallo: <ul style="list-style-type: none"> Ensuciamiento acelerado del E-530. Pérdida de producción y eficiencia. Degradación de la anona Parada de planta para limpieza de equipos 		
Controles Actuales: <ul style="list-style-type: none"> Monitoreo de la operación del sistema de separación. Seguimiento y aplicación de un plan para operar apropiadamente el E-522 			
Acciones Correctivas: <ul style="list-style-type: none"> Corridas especiales de análisis del laboratorio Control con el agua de proceso en el S-541 Consultas al licenciador de la tecnología 			
G: 7	O:10	P:2	NPR:140

ANALISIS MODAL DE FALLOS Y EFECTOS			
Fecha: septiembre de 2003		Página: 1	De: 1
Planta: Ciclohexanona		Responsable: Ivonne Acosta	
Descripción del fallo: Anol fuera de las especificaciones en la columna de purificación de anona.			
Causas del fallo: <ul style="list-style-type: none"> • Operación a una alta temperatura en la cima de la columna. • Mayor concentración de anol en el flujo de alimento. 		Consecuencias del fallo: <ul style="list-style-type: none"> • Pérdida de producto pues no puede ser utilizado en la planta 7 si no cumple con las especificaciones. • Aumento de bases volátiles en la operación de la planta 7. 	
Controles Actuales: <ul style="list-style-type: none"> • Control de flujo de vapor (calentamiento), en el fondo de la columna por el operador. • Pruebas de laboratorio 			
Acciones Correctivas: <ul style="list-style-type: none"> • Instalación de un cromatógrafo en línea en la cima de la columna C533. 			
G: 10	O:3	P:3	NPR:90

ANALISIS MODAL DE FALLOS Y EFECTOS			
Fecha: septiembre de 2003		Página: 1	De: 1
Planta: Ciclohexanona		Responsable: Ivonne Acosta	
Descripción del fallo: Butil Ciclohexil Éter fuera de especificaciones en la columna de purificación de anol.			
Causas del fallo: <ul style="list-style-type: none"> • Columna de destilación en mal estado. • Suciedad en equipos • Baja carga al reactor de conversión 		Consecuencias del fallo: <ul style="list-style-type: none"> • Deterioro del catalizador de cobre del reactor de conversión. • Rápido desgaste de algunos equipos en la etapa de purificación. 	
Controles Actuales: <ul style="list-style-type: none"> • Reflujo a la columna 534 entre 1.4-1.5 ton/h • Aumentar la presión de C534 entre 60-70 mm Hg. 			
Acciones Correctivas: <ul style="list-style-type: none"> • Cambio del catalizador del reactor de conversión de ciclohexanol. • Mantenimiento para la columna de purificación. 			
G: 7	O:4	P:3	NPR:84

ANALISIS MODAL DE FALLOS Y EFECTOS			
Fecha: septiembre de 2003		Página: 1	De: 1
Planta: Ciclohexanona		Responsable: Ivonne Acosta	
Descripción del fallo: Alcalinidad fuera de especificaciones en el reactor de descomposición R526.			
Causas del fallo: <ul style="list-style-type: none"> • Corte en el suministro de soda cáustica al reactor. • Excesiva alimentación de soda. • Aumento del efluente cáustico recirculado. 		Consecuencias del fallo: <ul style="list-style-type: none"> • Pérdida de producción y eficiencia. • Formación de subproductos indeseables. • Descomposición incompleta de los CHHP. 	
Controles Actuales: <ul style="list-style-type: none"> • Análisis del laboratorio para ajuste del flujo de soda por el operador. • Control de la alcalinidad en la recirculación cáustica. 			
Acciones Correctivas: <ul style="list-style-type: none"> • Instalación de un analizador en línea de la alcalinidad para toma de acciones inmediatas. 			
G: 7	O:4	P:3	NPR: 84

ANALISIS MODAL DE FALLOS Y EFECTOS			
Fecha: septiembre de 2003		Página: 1	De: 1
Planta: Ciclohexanona		Responsable: Ivonne Acosta	
Descripción del fallo: Carbonato fuera de especificaciones en la recirculación cáustica.			
Causas del fallo: <ul style="list-style-type: none"> • Excesiva recirculación cáustica. • Desviaciones en la presión de la vasija 524. 		Consecuencias del fallo: <ul style="list-style-type: none"> • Deficiente separación entre las fases orgánica y acuosa en el grupo de separadores del efluente cáustico. 	
Controles Actuales: <ul style="list-style-type: none"> • Aplicación de flujos establecidos por balance de materia. • Operación de la vasija 524 entre 1.5-1.8 Kg/cm² de presión. 			
Acciones Correctivas: <ul style="list-style-type: none"> • Aplicación de controles actuales. 			
G: 6	O:6	P:2	NPR:72

Anexo B. PRUEBAS DE NORMALIDAD

Con la ayuda del software estadístico SPSS se realizaron las pruebas de normalidad para cada una de las variables críticas incluida en el estudio para la planta de Ciclohexanona.

Los datos fueron tomados de los periodos estables de cada variable. Se analizaron muestras aleatorias de 50 datos.

Tests of Normality

	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
	Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
ALCALINI	,115	50	,095	,950	50	,034
ANOL	,071	50	,200*	,978	50	,454
BUTIL	,097	50	,200*	,970	50	,228
CARB	,115	50	,095	,967	50	,167
SODIO	,113	50	,151	,972	50	,281

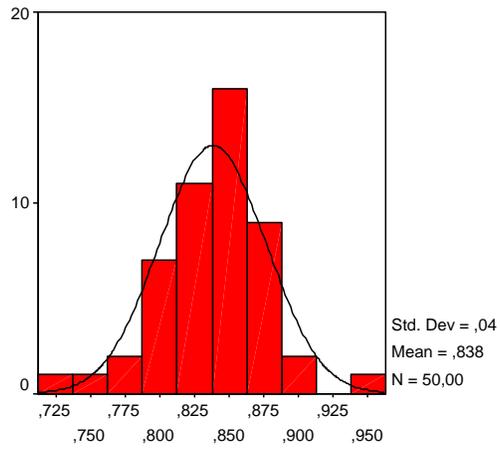
*. This is a lower bound of the true significance.

a. Lilliefors Significance Correction

Comparando el nivel crítico (sig) con el nivel de significación establecido de 5%, podemos concluir que no se puede rechazar la hipótesis de que los datos provienen de una distribución aproximadamente normal, pues todos los puntos críticos son mayores que 0.05.

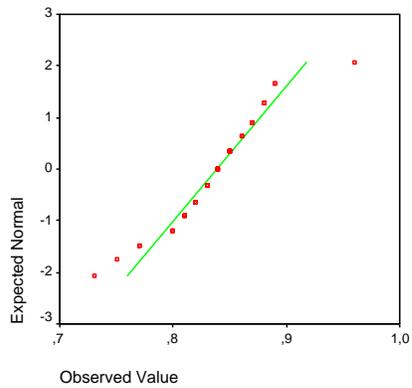
Con las siguientes gráficas se puede observar el comportamiento de cada una de las variables.

Alcalinidad R526

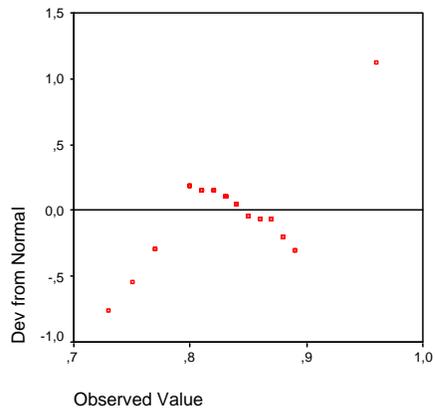


ALCALINI

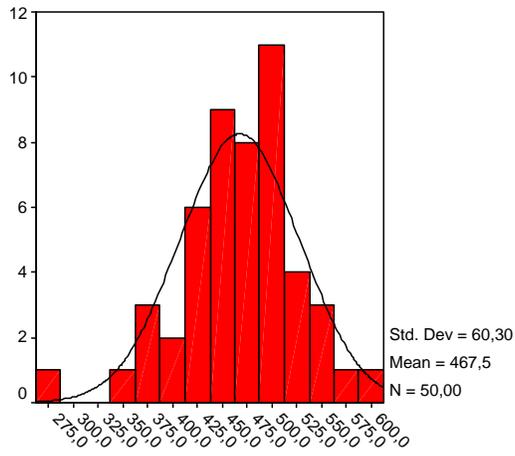
Normal Q-Q Plot of ALCALINI



Detrended Normal Q-Q Plot of ALC

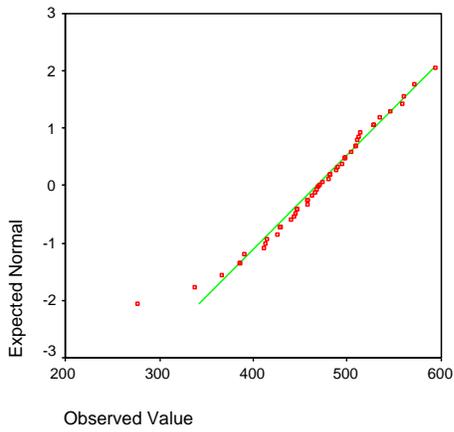


Anol C533

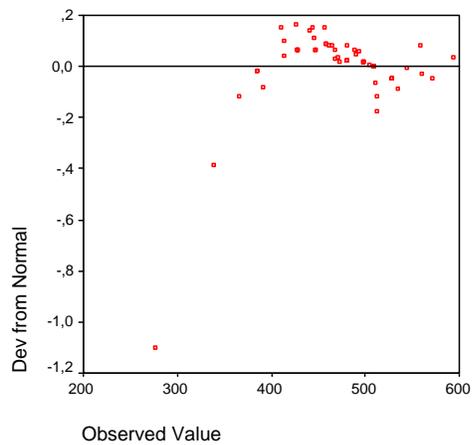


ANOL

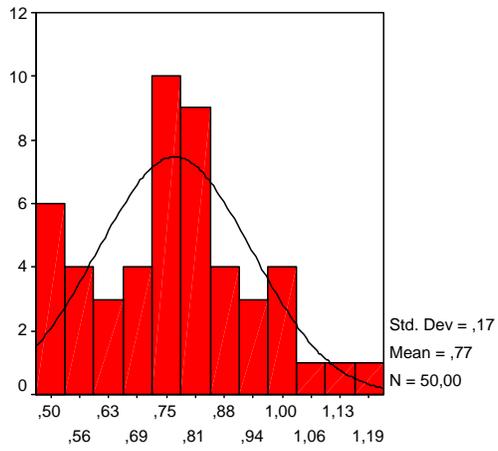
Normal Q-Q Plot of ANOL



Detrended Normal Q-Q Plot of AN

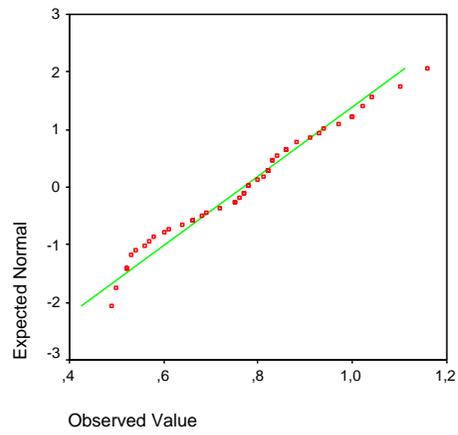


BCHE C534

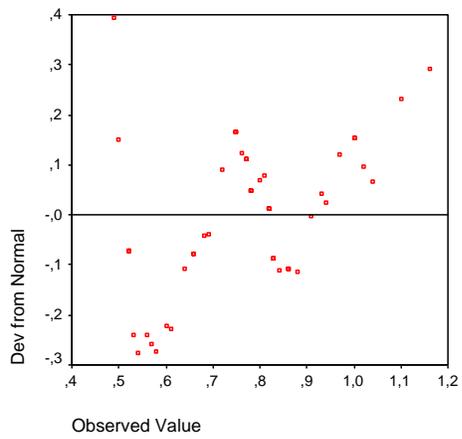


BUTIL

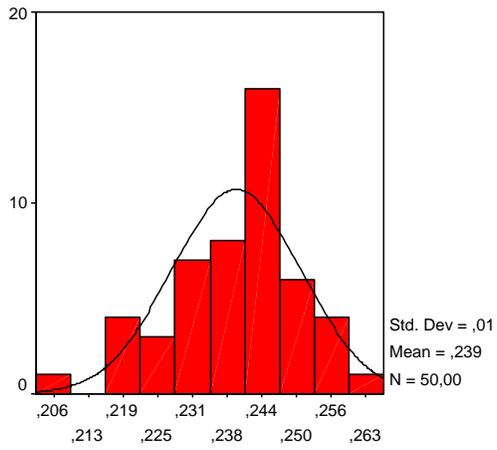
Normal Q-Q Plot of BUTIL



Detrended Normal Q-Q Plot of BUT

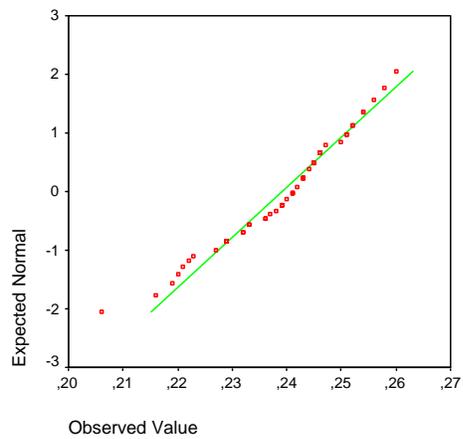


Carbonato en recirculación

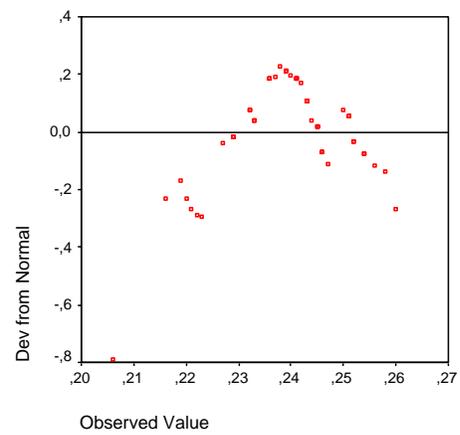


CARBONAT

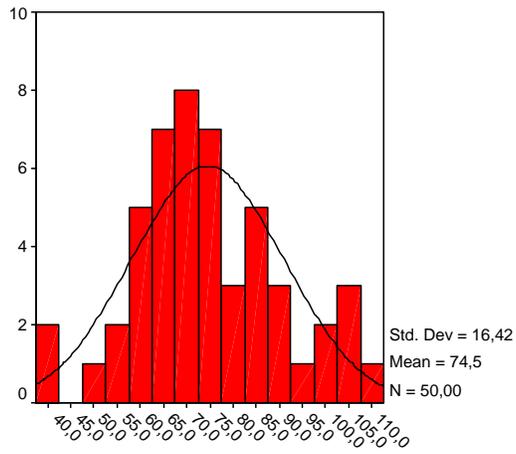
Normal Q-Q Plot of CARB



Detrended Normal Q-Q Plot of CAF

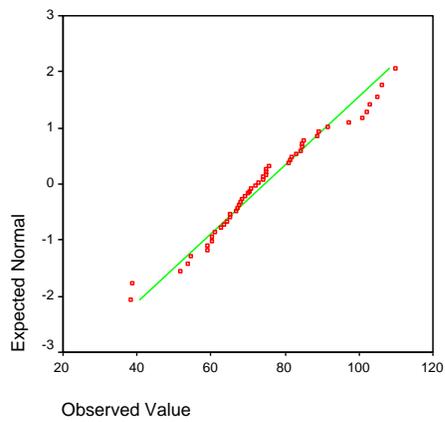


Sodio C526

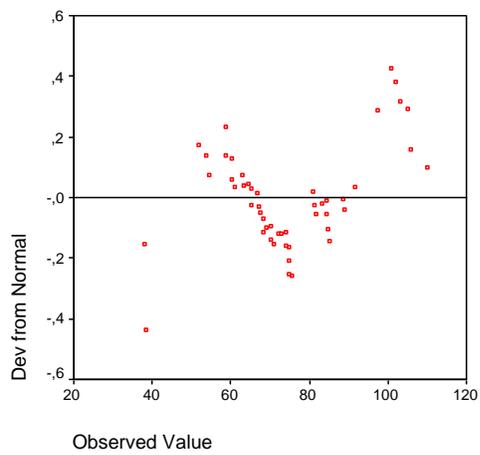


SODIO

Normal Q-Q Plot of SODIO



Detrended Normal Q-Q Plot of SODIO



Anexo C. ANALISIS PARA DISEÑO DE EXPERIMENTOS

MARCO TEÓRICO

Las técnicas estadísticas del *diseño experimental* tienen su razón de ser en la investigación empírica que trata de indagar cómo ciertas variables, conocidas como *factores*, actúan sobre una variable respuesta registrada tras la realización del experimento.

Los modelos de “Diseño de experimentos” son modelos estadísticos clásicos que además de averiguar si unos determinados factores influyen en la variable de interés, permite cuantificar la influencia de algún factor.

Es importante hacer destacar que los factores que influyen sobre el valor de la variable respuesta sólo pueden tomar un número finito de estados o *niveles*.

La metodología del diseño de experimentos se basa en la experimentación. Es conocido que si se repite un experimento, en condiciones indistinguibles, los resultados presentan *variabilidad* que puede ser grande o pequeña. Si la experimentación se realiza en un laboratorio donde la mayoría de las causas de variabilidad están muy controladas, el error experimental será pequeño y habrá poca variación en los resultados del experimento. Pero si se experimenta en procesos industriales, la variabilidad es grande en la mayoría de los casos.

El objetivo del diseño de experimentos es estudiar si utilizar un determinado tratamiento produce una mejora en el proceso o no. La metodología del Diseño de Experimentos estudia cómo variar las condiciones habituales de realización de un proceso empírico para aumentar la probabilidad de detectar cambios significativos

en la respuesta, de esta forma se obtiene un mayor conocimiento del comportamiento del proceso de interés.

Un experimento se realiza por alguno de los siguientes motivos:

- * Determinar las principales causas de variación en la respuesta.
- * Encontrar las condiciones experimentales con las que se consigue un valor extremo en la variable de interés o respuesta.
- * Comparar las respuestas en diferentes niveles de observación de variables controladas.
- * Obtener un modelo estadístico-matemático que permita hacer predicciones de respuestas futuras.

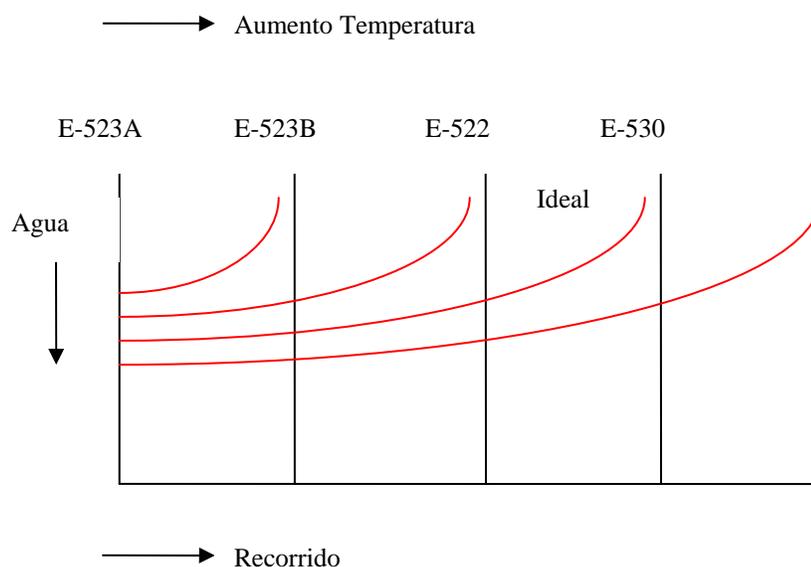
La utilización de los modelos de diseño de experimentos se basa en la experimentación y en el análisis de los resultados que se obtienen en un experimento bien planificado. En muy pocas ocasiones es posible utilizar estos métodos a partir de datos disponibles o datos históricos, aunque también se puede aprender de los estudios que se hayan realizado.

ANALISIS DEL ESTUDIO.

La fase orgánica que sale del S-541 y que depende de la carga (92-102 TM/h), es bombeada hacia los intercambiadores de calor , pasando en su orden por el E-523B, E-523A y E-522 para finalmente llegar al separador S-528 (sección de destilación).

Normalmente el producto de descomposición proveniente del Separador S-541, que pasa por los Intercambiadores de calor E-523 A/B se lava con agua de proceso de la vasija V-544 para prevenir el posible ensuciamiento por precipitación de sales, principalmente de carbonato de sodio en los intercambiadores. El agua de lavado se suministra a la línea de producto de descomposición antes de entrar al E-523B. El flujo de agua se controla de acuerdo a la cantidad de sales de sodio de salida del intercambiador.

Actualmente unos de los problemas más importantes es el que tiene que ver con el ensuciamiento del equipo E-530 (rehervidor de la columna 526) por precipitación de sales. Es muy importante tener en cuenta la concentración de sodio en este equipo (E-530), así como la presión. Una alta presión es sinónimo de alto contenido de sodio lo que causa ensuciamiento. Los parámetros de control de agua de lavado en el E-522 son importantes en el sentido en que evitan el arrastre de sodio hacia el rehervidor, causando menos ensuciamiento y degradación de la Ciclohexanona ante la presencia de soda. La experiencia ha demostrado que valores por encima de 100 ppm de soda en el fondo de la columna 526 degrada la anona, disminuyendo las producciones de la planta y la producción de compuestos aumenta, por la degradación de productos por la presencia de soda.



La corriente orgánica que sale del S-541 es principalmente una corriente orgánica (anol, anona), ciclohexano, agua y sodio. El recorrido es realizado por los intercambiadores E-523A, E-523B, E-522 y E-530 respectivamente, mientras la corriente sufre un aumento en la temperatura.

Antes de entrar al primer intercambiador se adiciona agua de proceso al sistema para prevenir el ensuciamiento de los equipos. El E-522 está diseñado principalmente para ensuciarse, el objetivo principal es que todas las impurezas se queden en él, y que no pasen al equipo siguiente E-530.

El sodio siempre se encuentra disuelto en agua. El agua y el Ciclohexano no son miscibles, pero al aumentar la temperatura, el ciclohexano atrapa un poco de agua, lo que ocasiona que el sodio se quede sin medio para disolverse y empieza a saturarse y por lo tanto a cristalizarse.

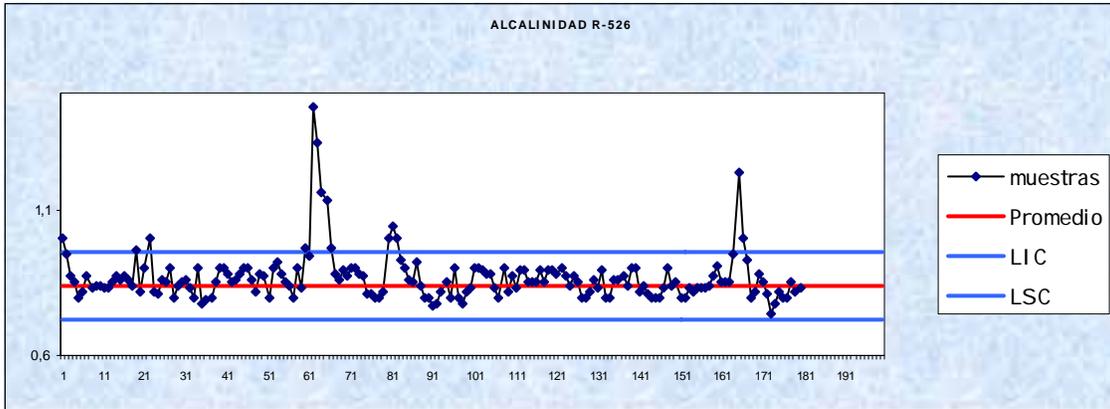
La curva de cristalización depende entonces de la cantidad de agua que se adicione al proceso. Lo que se quiere es que la cantidad de agua sea tal, que la cristalización por el sodio se de en el E-522 y no en el siguiente equipo E-530.

Actualmente se toman muestras antes y después del E-522 y no hay diferencia significativa entre ellas, lo que demuestra que este equipo no se está ensuciando y la cristalización se da en el E-530.

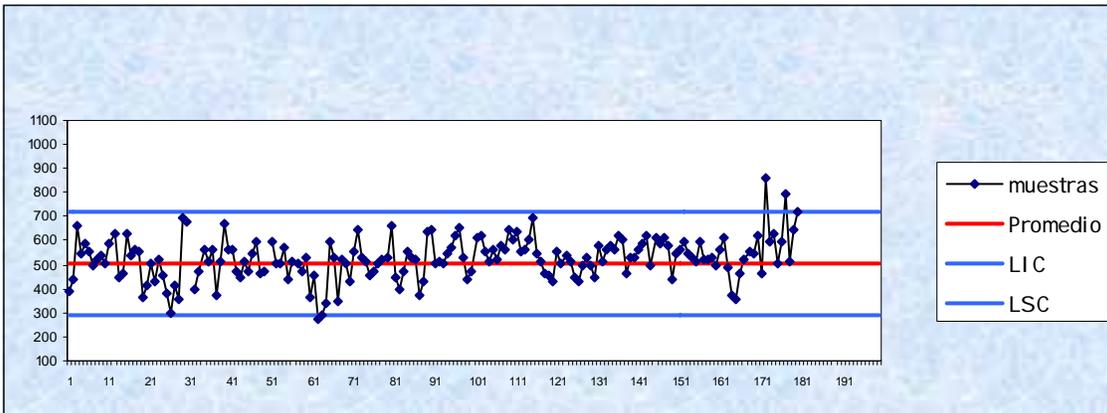
El factor a analizar en el diseño es la cantidad de agua adicionada al sistema para prevenir el ensuciamiento del rehervidor de la columna de destilación de ciclohexano (E-530). El objetivo principal es encontrar los valores para este factor, con los cuales se consigue alguna diferencia significativa en las muestras tomadas antes y después de entrar al E-52

Anexo D. COMPORTAMIENTO DE LAS VARIABLES CRÍTICAS, MES DE NOVIEMBRE.

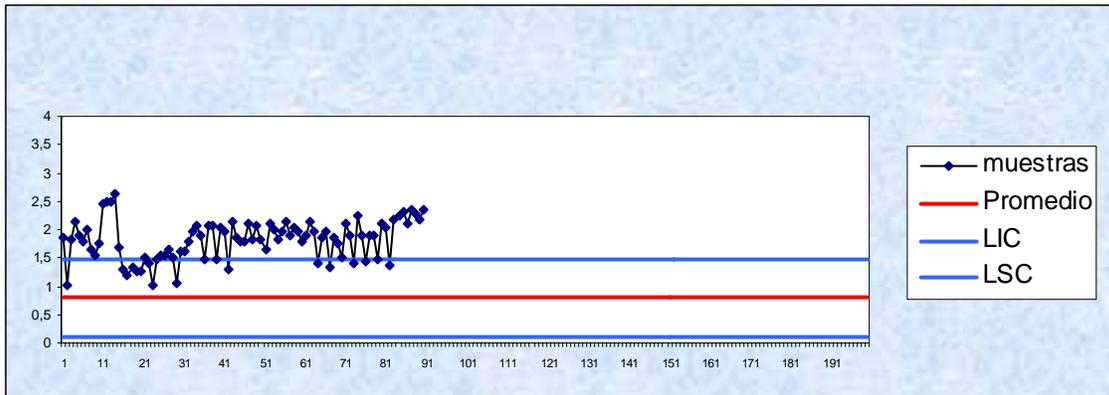
Alcalinidad R-526



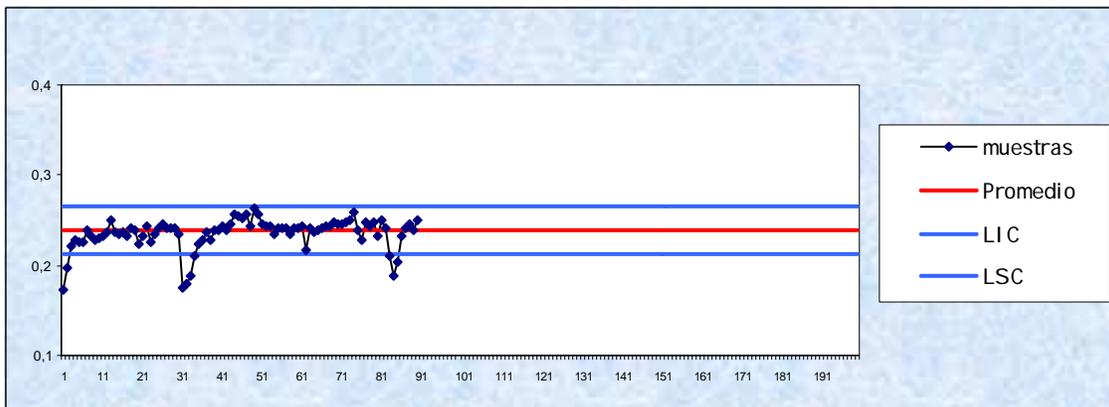
Anol C-533



BCHE C-534



Carbonato en recirculación



Sodio C-526

