

UNIVERSITÀ DI PISA
FACOLTÀ DI INGEGNERIA



CORSO DI LAUREA SPECIALISTICA IN INGEGNERIA CHIMICA

TESI DI LAUREA SPECIALISTICA

**Analisi di processi discontinui in un impianto
di produzione di cosmetici**

Relatori:

Prof. Cristiano NICOLELLA

Dott.ssa Elena OTTOMANI

Candidata:

Monica ANNUNZIATO

Controrelatore:

Prof. Alessandro BRAMBILLA

a.a. 2011/2012

A Laura e Alessandro

Indice

1	Introduzione.....	1
1.1	L'azienda Ludovico Martelli	1
1.2	L'impianto produttivo oggi	2
1.3	Schematizzazione del lavoro svolto	4
1.3.1	L'impianto produttivo.....	4
1.3.2	Caratterizzazione dei processi di produzione	6
1.3.3	Caratterizzazione dei prodotti	7
1.4	Bilanci materiali ed energetici.....	7
1.5	Schemi di produzione.....	8
2	Chimica e tecnologia dei prodotti cosmetici	9
2.1	Formulazione del prodotto cosmetico.....	9
2.2	Processi a freddo: i detergenti	10
2.3	Processi a caldo: le emulsioni	15
2.3.1	I vantaggi delle emulsioni	15
2.3.2	Cos'è un'emulsione?	15
2.3.3	Stabilità delle emulsioni	17
2.3.4	Composizione dell'emulsione	19
2.3.5	Modalità di preparazione	23
2.3.6	Considerazioni reologiche	24
2.3.7	Raffinazione dell'emulsione	24
2.4	Processi a caldo con reazione: i saponi	25
2.4.1	Classificazione dei saponi	26
2.4.2	Il processo produttivo.....	27
2.4.3	La struttura del sapone e il comportamento delle sue fasi.....	28
2.4.4	Problematiche nella produzione del sapone	30
3	Mixing di fluidi non Newtoniani	33
3.1	Fluidi non newtoniani	33
3.1.1	Misurazione della viscosità	37
3.2	I reattori agitati e lo scambio termico.....	38
3.2.1	Modalità di scambio termico nei reattori agitati.....	42
3.3	Non stazionarietà dei processi discontinui	43
4	L'impianto produttivo	46
4.1	Struttura dell'impianto.....	46
4.2	La zona di produzione	49
4.3	I reattori	49
4.3.1	Reattori "a caldo"	53
4.3.2	Sistemi di controllo dei reattori principali.....	59
4.4	I serbatoi di stoccaggio.....	62
4.5	Produzione di fluidi ausiliari (utilities).....	65
4.5.1	Acqua refrigerata	65
5	Caratterizzazione dei processi produttivi	71
5.1	Considerazioni preliminari sui processi produttivi.....	71
5.2	Modifiche preliminari agli schemi di processo	75
5.3	Suddivisione in fasi dei processi	77
5.3.1	Crema Proraso rinfrescante.....	78
5.3.2	Sapone Tubo Proraso.....	79

5.3.3	Kaloderma Idratante	79
5.3.4	Kaloderma Nutriente	80
5.3.5	Burro Mani	81
5.3.6	Burro Corpo	81
5.3.7	Oxy Schiarente	83
5.4	Schema delle prove sperimentali effettuate	83
5.5	Svolgimento delle prove	85
5.5.1	Problemi incontrati durante lo svolgimento delle prove.....	86
5.6	Prove sull'impianto pilota.....	86
6	Proprietà fisiche dei cosmetici	89
6.1	Proprietà fisiche nella fase di riscaldamento	90
6.2	Proprietà fisiche nella fase di raffreddamento	92
6.2.1	Misure di conducibilità termica.....	93
6.2.2	Misure di calore specifico	96
6.2.3	Misure di densità.....	99
6.3	Determinazione della viscosità dei prodotti	101
6.3.1	Metodo di misurazione [6.4] [6.5].....	101
6.3.2	Diagrammi reologici	103
6.3.3	Determinazione del modello	108
6.3.4	Applicazione del modello ai risultati sperimentali.....	110
6.3.5	Determinazione della viscosità durante la fase di raffreddamento.....	118
7	Risultati delle prove sperimentali	121
7.1	Fase di riscaldamento	121
7.1.1	Confronti tra reattori in riscaldamento	121
7.1.2	Considerazioni conclusive sulla fase di riscaldamento	128
7.2	Determinazione del coefficiente globale di scambio.....	130
7.2.1	Coefficiente di scambio lato reattore.....	132
7.3	Fase di raffreddamento [3.4]	136
7.3.1	Storico delle preparazioni – fase di raffreddamento.....	137
7.3.2	Misure sperimentali.....	143
7.3.3	Raffreddamento interrotto e raffreddamento continuo	152
7.3.4	Considerazioni conclusive sul raffreddamento	155
8	Conclusioni e sviluppi futuri	156
	Appendice 1: Misure di viscosità.....	159
	Appendice 2: Valutazione del calore totale ceduto dal vapore nelle fasi di riscaldamento	162
	Appendice 3: Determinazione dei coefficienti globali di scambio termico per le fasi di riscaldamento e raffreddamento.....	165
	Bibliografia.....	168



La presente tesi è stata svolta in collaborazione con l'azienda Ludovico Martelli S.r.l. con sede in Via Faentina 169/12, Caldine (FI)

1 Introduzione

L'obiettivo della tesi di Laurea é l'analisi e l'ottimizzazione del processo produttivo di un'industria che produce prodotti di cosmetica. In particolare il lavoro è consistito nello studio dell'impianto produttivo, la rappresentazione e la modellazione dei processi, la caratterizzazione dei prodotti e l'ottimizzazione della produzione. Lo studio è stato condotto effettuando prove sperimentali mirate alla caratterizzazione dei processi produttivi e degli ausiliari dell'impianto. Sono state determinate le modifiche da apportare agli schemi di produzione e la strumentazione necessaria per poter raggiungere l'obiettivo finale. Il lavoro è ancora in corso e verrà concluso dopo aver effettuato le misurazioni con gli strumenti selezionati, che confermeranno o meno le lacune dell'impianto individuate dalle prove sperimentali.

L'azienda presa in esame è la Ludovico Martelli di Firenze, produttrice di vari marchi commerciali. Nata come azienda a gestione familiare, ma ormai matura e consolidata, necessita di una modifica della struttura produttiva e della sua gestione per poter far fronte agli aumenti di produzione richiesti dal mercato.

1.1 L'azienda Ludovico Martelli

L'azienda Ludovico Martelli (nel seguito indicata come LM) è nata come un'azienda a gestione familiare, espansa poi negli anni fino a diventare una delle più importanti aziende nazionali per la produzione di prodotti per la cura del corpo, gode oggi di un'intensa attività e di prosperità economica, e un previsto aumento delle vendite negli anni futuri. Questo settore infatti non risente della crisi finanziaria che sta colpendo i mercati.

La storia della LM nasce nel 1908, quando in un piccolo laboratorio domestico venivano prodotti i primi esemplari di sapone da barba prorasato. Il prodotto che ha portato il marchio Proraso ad essere considerato innovativo, quando erano pochi i prodotti per il benessere dell'uomo, fu la crema Proraso pre e dopo rasatura che ancora oggi è in vendita con la stessa formula di cento anni fa. Negli anni l'azienda è cresciuta e ha messo sul mercato diversi marchi tra cui i più noti: sono Kaloderma, Erbaviva, Marvis, Oxy e Prokrin. Nel 2011 la LM ottiene un fatturato di 39 milioni di euro, con 21 milioni di pezzi prodotti all'anno.

I marchi con la percentuale del fatturato totale nel 2011 sono riportati nella figura 1.1. Il grosso della distribuzione, circa il 70% del totale, viene effettuata nei grandi magazzini, piccole percentuali anche in profumeria e all'ingrosso e circa il 5% dei prodotti sono esportati.

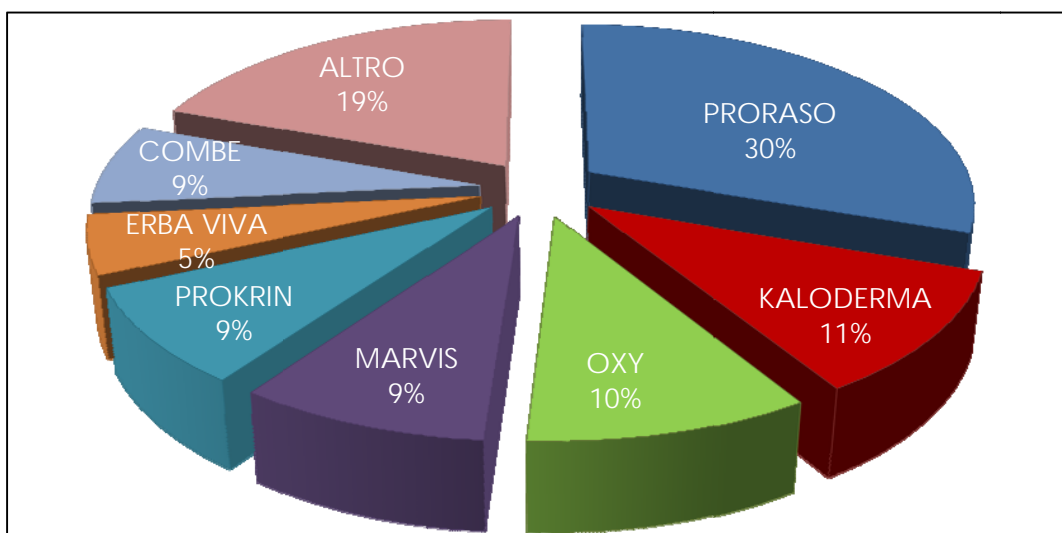


Figura 1.1 Percentuale del fatturato 2011 dei marchi LM

1.2 L'impianto produttivo oggi

“La nostra azienda si è mantenuta molto tradizionale, la crema da barba è rimasta pressoché identica dalla prima volta che fu messa in commercio da mio nonno nel 1908”

È con queste parole che Ludovico Martelli, il nipote del fondatore del marchio Proraso spiega quali siano i concetti che reggono l'azienda e ne fanno un'icona nazionale, ma allo stesso tempo rende chiaro quali problemi dal punto di vista ingegneristico può incontrare questo tipo di impostazione.

L'impianto produttivo infatti pur avendo alcune apparecchiature moderne, viene gestito in modo molto tradizionale, in alcuni casi, come specificato sopra, seguendo dei procedimenti tramandati di generazione in generazione. Questo, pur fornendo l'immagine di azienda tradizionale, crea problemi sia dal punto di vista organizzativo che da quello della qualità del prodotto. Tutti i processi che avvengono sono processi discontinui (batch) che non essendo standardizzati, hanno una durata variabile. Questa variabilità viene inoltre accentuata quando due o più preparazioni vengono sovrapposte, in quanto l'impianto non dispone di un controllo adeguato per gestire i fluidi ausiliari (utilities) utilizzati per il riscaldamento e il raffreddamento.

A causa di questa variabilità non è possibile effettuare una programmazione della produzione creando molti inconvenienti tra cui:

- Tempi morti elevati;
- Incertezza sulla produttività futura;
- Problemi con l'ordine di materie prime;

- Problemi con la gestione dei turni di confezionamento dei prodotti finiti.

L'effetto che arreca però la maggior perdita in senso finanziario è l'ottenimento di prodotti sempre diversi, che a volte non rientrano nelle specifiche di qualità richieste e vengono pertanto respinti dai controlli non potendo essere venduti. Questo secondo problema dovuto alla non standardizzazione dei processi provoca oltre ad un costo diretto di perdita del prodotto, un elevato costo indiretto. Vengono infatti dissipate materie prime, ore di mano d'opera e si rendono necessari costi di smaltimento del prodotto non in specifica. Il tutto rende difficile la gestione dell'impianto. Il bilancio materiale varia da settimana a settimana anche se le preparazioni effettuate sono le stesse. L'incertezza sul prodotto in uscita dalla produzione rende impossibile ordinare materie prime in modo regolare (materia IN) e organizzare i turni di confezionamento (materia OUT). L'effetto generato da entrambi è un blocco della produzione. L'operatore supervisiona gli stoccaggi e decide quando è necessario ordinare le materie prime. In queste circostanze gli errori di valutazione sono frequenti e le sostanze da alimentare ai processi potrebbero non arrivare in tempo costringendo ad un blocco della produzione. Allo stesso modo non potendo organizzare i turni di confezionamento ci si trova a dover bloccare la produzione di un determinato prodotto in quanto il suo stoccaggio dedicato non è ancora stato svuotato e la produzione deve quindi "aspettare" il confezionamento.

Anche per quanto riguarda il consumo energetico degli impianti non vi è alcun tipo di controllo o misurazione ed è pertanto impossibile effettuare un bilancio energetico globale. Nell'impianto sono presenti caldaie per la produzione di vapore e cicli frigorifero per il raffreddamento dell'acqua di cisterna, ma non si conosce la quantità di vapore o di acqua che viene effettivamente utilizzata nei reattori. Inoltre i processi di raffreddamento e riscaldamento hanno una durata dipendente dalle condizioni di processo, ed è questo uno dei fattori che influisce in modo incisivo sulla variabilità della durata del processo globale.

È chiaro a questo punto come sia necessario, al fine di aumentare i profitti e diminuire le perdite, effettuare una razionalizzazione dell'impianto, partendo dallo studio delle apparecchiature e dalla caratterizzazione dei processi. Una volta stabilite le incognite del processo sarà possibile l'identificazione di colli di bottiglia che rappresenta il primo passo per stabilire quali unità devono essere modificate o ottimizzate per poter aumentare la capacità dell'impianto e ottenere una riproducibilità delle produzioni. Solo a questo punto sarà fattibile lo studio degli schemi di sovrapposizione della produzione che portano ad un maggior profitto.

È importante osservare però che l'industria della cosmesi e dei prodotti per la cura del corpo è estremamente soggetta alle variazioni del mercato e pertanto la produzione deve tenere il passo delle nuove tendenze e trasformarsi continuamente.

Per questo motivo le modifiche che verranno studiate saranno mirate a standardizzare per quanto possibile i processi discontinui senza mirare a trasformare la logica di lavoro dell'azienda che ha comunque bisogno di numerosi gradi di libertà per potersi rinnovare continuamente adattandosi alle richieste del mercato.

1.3 Schematizzazione del lavoro svolto

Per poter affrontare il problema è stato necessario:

- Studiare l'impianto produttivo in modo accurato;
- Rappresentare i processi di produzione;
- Caratterizzare i prodotti studiati.

Di seguito verranno brevemente descritte queste operazioni in modo da fornire un'idea del lavoro svolto.

1.3.1 L'impianto produttivo

Tutti i processi che vengono effettuati alla LM sono processi batch, che possono essere schematizzati con una fase di caricamento delle materie prime, una fase di lavorazione e uno scaricamento del prodotto finito nello stoccaggio, seguito poi dal confezionamento. Lo studio è stato principalmente volto a caratterizzare la lavorazione del prodotto nel reattore, e a tale scopo si è suddivisa questa fase in diversi periodi contraddistinti dalla loro dipendenza o meno da fattori esterni. La lavorazione può infatti avere una durata indipendente da fattori esterni, dipendente esclusivamente dagli operatori, o dipendente dalla presenza di altri processi contemporanei.



Successivamente si è studiato in che modo queste fasi siano collegate tra loro, fisicamente e logicamente. Nell'azienda pur avendo sempre presenti i collegamenti di base, le linee produttive sono state modificate nel tempo cercando di migliorarne l'efficienza, ma non è mai stato sviluppato uno schema complessivo dell'impianto. Un'ulteriore necessità quindi è stata quella di creare inizialmente uno schema dell'impianto semplificato ma corrispondente alla realtà, e successivamente con l'aiuto del personale di identificare i flussi presenti all'interno del ciclo produttivo in senso lato e dei componenti fisici presenti sulle linee.

Si sono suddivise le linee in quattro tipi in base al fluido circolante:

- le linee di movimentazione delle materie prime dallo stoccaggio al reattore;
- le linee di movimentazione dei prodotti finiti;
- le linee per l'acqua di raffreddamento;
- le linee per il vapore.

Una volta ottenuta la tracciatura delle linee è stato possibile effettuare i relativi disegni funzionali, indispensabili nello studio successivo, per schematizzare in che modo acqua e vapore vengono suddivisi tra i reattori principali.

Le apparecchiature chiave dell'impianto sono i miscelatori in cui avvengono le preparazioni. Questi possono essere di due tipi: reattori a freddo e reattori a caldo. I secondi a differenza dei primi sono dotati di una serpentina esterna coibentata nella quale passa vapore o acqua di raffreddamento a seconda della fase di lavorazione. Tutti i reattori sono provvisti di un sistema di miscelazione e alcuni dei reattori a caldo dispongono di un turboemulsore rotore-statore. Dato che per la maggior parte dei reattori non si ha a disposizione il disegno tecnico è stato fondamentale misurare le dimensioni principali dei reattori e delle giranti. Inoltre per ogni girante è stata rilevata la targa del motore, l'assorbimento in movimento con e senza prodotto e la misurazione del numero di giri. A questo punto avendo a disposizione uno schema dei reattori e delle linee è stato studiato il sistema di pompe a vuoto e di stoccaggio delle materie prime e dei prodotti finiti. È stato infine esaminato il funzionamento delle caldaie e del sistema di refrigerazione presente.

Infine è stato necessario lo studio del sistema di controllo che permette di effettuare le operazioni. Le variabili controllate sono il peso del prodotto nei reattori tramite celle di carico, la temperatura e a pressione interna, queste ultime due solo in quei reattori che dispongono di sistema di riscaldamento e raffreddamento. Il sistema computerizzato chiamato DOSA è collegato alle celle di carico e alle termocoppie e tramite delle valvole ON-OFF gestisce la carica delle materie prime e la temperatura nel reattore. Altro fondamentale oggetto di studio sono state le numerose azioni che gli operatori devono svolgere durante la produzione e in che modo vanno ad agire sul sistema computerizzato. Gli operatori costituiscono di fatto il principale sistema di controllo dell'impianto. Possono agire manualmente sulle valvole per ovviare alle problematiche dell'impianto e intervengono quando il sistema automatico richiede loro lo svolgimento di operazioni manuali. È anche questo punto che rende i processi non standard perché lo stesso operatore non sempre impiega il medesimo tempo per svolgere la stessa mansione. L'intervento dell'operatore dotato di un elevato grado di esperienza è indispensabile per un'azienda come la LM che non dispone di pressochè alcuna automazione, ma porta a dover considerare il fattore umano, e quindi imprevedibile, quando si studiano le tempistiche del processo.

Si fa osservare che l'assenza di misuratori di portata dei servizi (utilities), rappresenta una ulteriore lacuna dell'impianto. Questo punto ha condizionato molto il presente studio e l'accuratezza delle fasi ordinarie di riscaldamento e raffreddamento. L'attuale funzionamento di queste operazioni è assicurato solamente dal controllo di temperatura nel reattore, ma spesso è proprio l'operatore che agendo sul sistema di controllo interrompe il flusso di vapore o di acqua refrigerata prima che venga raggiunto il set point stabilito, per evitare innalzamenti critici della temperatura. Ciò potrebbe essere evitato se le portate dell'acqua e del vapore fossero misurate e controllate.

1.3.2 Caratterizzazione dei processi di produzione

I processi produttivi che vengono effettuati alla LM hanno frequenze molto diverse: alcuni vengono effettuati una volta al mese, alcuni una decina di volte all'anno e altri tre volte a settimana. È stato quindi scelto un insieme di preparazioni che costituiscono maggior interesse sia dal punto di vista dei volumi di produzione e sia dal punto di vista delle previsioni di vendita per i prossimi anni. Dei prodotti prescelti è stata poi studiata la composizione chimica e la formula di preparazione, sia quella utilizzata in laboratorio, sia quella utilizzata nell'impianto e in che modo il sistema di dosaggio automatico operasse al fine di rispettare le specifiche richieste. I processi sono stati caratterizzati in base alla modalità di preparazione in tre categorie: i processi a freddo, i processi a caldo e processi a caldo con reazione chimica. I primi non necessitano di riscaldamento o raffreddamento e consistono essenzialmente nella miscelazione delle materie prime. I prodotti ottenuti sono bagnoschiuma e shampoo liquidi che rappresentano i grossi volumi di produzione dell'impianto. I prodotti a caldo sono invece ottenuti formando un'emulsione ad alta temperatura e raffreddando poi il prodotto in modo da bloccarlo in questa fase. In questo modo si ottengono le creme e i burri corpo, che costituiscono il prodotto con maggiore valore aggiunto. La terza categoria comprende quei prodotti che subiscono la reazione di saponificazione, e comprendono fasi di riscaldamento e raffreddamento. I prodotti così ottenuti sono i saponi da barba Proraso.

Per quanto riguarda i processi a freddo si è studiata la possibilità di passare da una produzione discontinua ad una semicontinua in quanto la composizione di un gran numero di prodotti differisce solo per piccole percentuali in peso del totale. Si sono ipotizzate soluzioni impiantistiche che permettano di produrre una base in un miscelatore e poi caratterizzare ciascun prodotto in una struttura secondaria.

I processi a caldo e quelli con reazione chimica sono stati invece oggetto di uno studio più approfondito. Ciascun processo è stato suddiviso in fasi e ciascuna fase è stata classificata in base alla sua dipendenza o meno dalle condizioni esterne. Il programma DOSA registra e memorizza per ogni lotto le tempistiche di fabbricazione. Inizialmente sono stati studiati gli storici delle preparazioni e la durata

di ciascuna fase al fine di determinare quali fossero i periodi più critici per variabilità di durata. A questo punto si è stabilito un piano di prove necessarie a valutare in che modo la contemporaneità tra due processi ne influenzasse la durata delle fasi. Durante sei mesi di tempo sono state effettuate tutte le prove programmate, seguendo il processo e monitorando le temperature interne del reattore, del refrigerante e la pressione del vapore in ingresso alla camicia, oltre che le durate dei singoli periodi.

Dopo aver determinato quali fossero i vincoli, per ogni processo è stato studiato in che modo modificare l'intervento dei tecnici e la struttura della preparazione in modo tale da limitare il più possibile la variabilità della durata di ciascuna operazione manuale. Sono stati individuati tempi morti e operazioni che se strutturate in modo lievemente diverso avrebbero portato ad un notevole miglioramento del processo globale e della qualità del prodotto. Questo è stato poi verificato con prove sperimentali che hanno confermato una netta diminuzione dei tempi di produzione, ma soprattutto una maggior ripetibilità della durata.

1.3.3 Caratterizzazione dei prodotti

I prodotti dell'azienda sono fluidi non newtoniani che non possono essere assimilati a sostanze con proprietà fisiche note. Inoltre differiscono notevolmente tra loro, quindi è stato necessario misurarne sperimentalmente in laboratorio le proprietà fisiche. Erano infatti necessarie al fine di studiare la fluidodinamica all'interno del reattore e determinare le proprietà di trasporto di massa e di calore. Con questi dati sarà possibile determinare il coefficiente globale di scambio termico per il reattore agitato e avere una verifica dei risultati ottenuti a partire dalle prove sperimentali.

1.4 Bilanci materiali ed energetici

Una volta effettuato lo studio preliminare è possibile effettuare i bilanci materiali ed energetici per i processi presi in considerazione.

Sono stati effettuati sia bilanci globali per ciascun processo che bilanci parziali, al fine di determinare quale massa e con quale composizione fosse in riscaldamento o in raffreddamento nel reattore in una determinata fase. A partire poi dalle misure della durata di queste fasi e dalle temperature è stato possibile determinare la quantità di energia fornita al sistema, tradotta poi in consumo di utilities.

L'incertezza nelle misure presenti ha in parte condizionato il risultato dello studio. In un reattore agitato ideale tutte le proprietà del fluido sono uguali in ogni punto del reattore, si suppone una miscelazione perfetta. Nei reattori reali invece la temperatura e la composizione variano da punto a punto, quindi un controllo di temperatura posto sul fondo del reattore fornisce solo un'informazione puntuale sulla

temperatura interna del miscelatore. Questo costituisce un elevato fattore di incertezza quando si calcola l'energia fornita al reattore perché non si conosce quanto sia l'effettivo innalzamento o abbassamento medio della temperatura, ma si ha solo una misura puntuale di tale variazione. Da misure sperimentali è stato verificato infatti che la temperatura può variare fino a 5°C all'interno del prodotto. Allo stesso modo il calore specifico utilizzato per determinare questi consumi ha un errore molto elevato, essendo misurato in laboratorio ad una sola temperatura.

È per questo motivo che è stato infine evidente come la misura delle portate di vapore e acqua di raffreddamento fossero indispensabili ai fini di un corretto bilancio energetico.

1.5 Schemi di produzione

Conoscendo a questo punto sia i processi di produzione, sia l'impianto e i suoi limiti, è possibile studiare in che modo due o più processi possano svolgersi nell'arco della giornata lavorativa in modo da minimizzare le sovrapposizioni degli intervalli di riscaldamento e di raffreddamento. Come si vedrà più avanti, non sempre la soluzione migliore è quella di evitare in assoluto la sovrapposizione dei processi, ma ci sono delle sovrapposizioni che vanno evitate. Ad aiutare lo studio delle possibili sovrapposizioni sono state le modifiche proposte agli schemi produttivi, che hanno permesso di limitare al minimo il numero delle fasi presenti e le hanno rese sempre meno dipendenti da fattori esterni. In questo modo è stato possibile aumentare l'efficienza del riscaldamento e raffreddamento evitando sprechi e diminuendo il tempo totale richiesto indipendentemente dalle contemporaneità.

Quello che dovrà essere determinato durante il presente studio sarà in che modo poter eliminare o almeno ridurre la variabilità della durata delle fasi produttive, che attualmente è dell'ordine di grandezza dell'ora. Una volta individuate le eventuali modifiche sarà necessario fare in modo che possano essere applicate sull'impianto e gestite in modo semplice dagli operatori. È quindi fondamentale la conoscenza del programma di gestione della produzione DOSA e delle operazioni che svolgono i tecnici, senza trascurare però che qualsiasi modifica deve rispettare le specifiche di qualità del prodotto, principale vincolo del presente lavoro.