

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**“OBTENCIÓN DEL LACTATO DE BENZALCONIO MEDIANTE REACCIÓN DE
METÁTESIS”**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

KEVIN REMIGIO AZORZA GUILLEN

CYNTHIA LILIANA ROCA PELAYO

Two handwritten signatures in blue ink are positioned to the right of the authors' names. The top signature appears to be "Kevin Azorza" and the bottom one appears to be "Cynthia Roca".

Callao, 2021

PERÚ

PRÓLOGO DEL JURADO

La presente Tesis fue Sustentada por la señorita Bachiller **ROCA PELAYO CYNTHIA LILIANA** y el señor Bachiller **AZORZA GUILLEN KEVIN REMIGIO** ante el **JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios:

ING° OSCAR JUAN RODRIGUEZ TARANCO	: PRESIDENTE
ING° JULIO CESAR CALDERÓN CRUZ	: SECRETARIO
ING° POLICARPO AGATÓN SUERO IQUIAPAZA	: VOCAL
ING° JUAN TAUMATURGO MEDINA COLLANA	: ASESOR

Tal como está asentado en el Libro de Actas N° 2 de Tesis sin Ciclo de Tesis Folio N° 142 y Acta N° 323 de fecha **CINCO DE ABRIL DEL 2021**, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Titulación de Tesis sin Ciclo de Tesis, de conformidad establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado con la Resolución N° 245–2018–CU de fecha 30 de octubre de 2018

DEDICATORIA

El presente trabajo investigativo lo dedicamos principalmente a nuestros padres por su apoyo incondicional, por sus palabras de aliento, por sus enseñanzas, que han contribuido inmensamente en todo el trayecto de nuestra formación profesional.

A nuestros hermanos (as) por estar siempre presentes, por el apoyo moral que nos brindaron a lo largo de esta etapa de nuestras vidas.

AGRADECIMIENTO

A nuestros padres por ser los principales impulsores de nuestros sueños, por confiar y creer en nuestras habilidades, por los consejos, principios y valores que nos han inculcado.

Agradecemos a los docentes de nuestra alma máter por haber compartido sus conocimientos a lo largo de la preparación de nuestra profesión, de manera especial, al Dr. Juan Medina Collana, asesor de nuestro trabajo de investigación.

Un cordial agradecimiento a la Empresa INDUSTRIAS DQ SAC, por brindarnos el permiso para uso de sus instalaciones.

ÍNDICE

RESUMEN	13
INTRODUCCIÓN	14
I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	15
1.1. Descripción de la realidad problemática	15
1.2. Formulación del problema.....	15
1.2.1. Problema General.....	15
1.2.2. Problemas Específicos	16
1.3. Objetivos	16
1.3.1. Objetivo General	16
1.3.2. Objetivos Específicos	16
1.4. Limitantes de la Investigación	16
II. MARCO TEÓRICO.....	17
2.1. Antecedentes Nacionales	17
2.2. Antecedentes Internacionales.....	17
2.2. Bases Teóricas	18
2.2.1. Desinfectantes	18
2.2.2. Amonios Cuaternarios	19
2.2.3. Cloruro de Benzalconio	20
2.2.4. Líquidos Iónicos.....	21
2.2.5. Síntesis de Líquidos Iónicos	22
2.2.6. Ácido Láctico	24
2.2.7. Reacción de Metátesis	25
2.2.8. Solubilidad	26
2.2.9. Separación de Mezclas	27
2.2.10. Metodología de Taguchi	29
2.3. Conceptual.....	30

2.3.1. Neutralización del Ácido Láctico	31
2.3.2. Reacción de Metátesis	31
2.3.3. La Importancia del Etanol como Solvente	31
2.3.4. Determinación de Cloruros	31
2.3.5. Diseño Experimental de Taguchi	31
2.4. Definición de Términos Básicos	32
III. HIPÓTESIS Y VARIABLES	34
3.1. Hipótesis	34
3.2. Definición Conceptual de las Variables.....	34
3.3. Operacionalización de la Variable.....	35
IV. DISEÑO METODOLÓGICO	36
4.1. Tipo y Diseño de la Investigación	36
4.1.1. Tipo de investigación	36
4.1.2. Diseño de investigación	36
4.2. Método de Investigación	37
4.2.1. Análisis Físicoquímico del Lactato de Potasio	38
4.2.2. Parámetros para la Obtención del Lactato de Benzalconio	38
4.2.3. Caracterización del Lactato de Benzalconio	39
4.3. Población y Muestra	40
4.4. Lugar del Estudio	41
4.5. Técnicas e Instrumentos para la Recolección de la Información	41
4.5.1. Instrumentos para la Recolección de la Información	44
4.6. Análisis y Procesamiento de Datos.....	45
V. RESULTADOS.....	46
5.1. Características de las Materias Primas.....	46
5.1.1. Análisis del Alcohol Etílico	46
5.1.2. Análisis del Ácido Láctico	46

5.1.3. Análisis del Hidróxido de Potasio.....	47
5.1.4. Análisis del Cloruro de Benzalconio	47
5.2. Resultado de Análisis del Lactato de Potasio	48
5.2.1. Análisis de la Neutralización del Ácido Láctico	48
5.2.2. Análisis del Lactato de Potasio	49
5.3. Resultados en la Obtención del Lactato de Benzalconio	49
5.3.1. Análisis de Cloruros Obtenidos de la Reacción de Metátesis.....	49
5.3.2. Análisis de Cloruros de Potasio	54
5.3.3. Análisis Estequiométrico en la Reacción de Metátesis.....	56
5.3.4. Análisis Comparativos de Cloruros en los Líquidos.....	58
5.3.5. Evaluación del Rendimiento del Proceso de Metátesis	59
5.4. Resultados del Análisis de Taguchi de las Pruebas Experimentales	62
5.4.1. Resultados obtenidos del Software Minitab 19	62
5.5. Resultados de Análisis Característico del Lactato de Benzalconio.....	66
VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	68
6.1 Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados	68
6.2. Contrastación de los resultados con otros estudios similares.....	68
6.3. Responsabilidad ética de acuerdo con los reglamentos	70
VII. CONCLUSIONES	71
VIII. RECOMENDACIONES.....	72
IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	73
ANEXOS	76

INDICE DE TABLAS

Tabla 1 Taguchi arreglo ortogonal L8 (27).....	30
Tabla 2 Matriz de Operacionalización de variables.....	35
Tabla 3 Código de valores para los niveles experimentales	39
Tabla 4 Diseño de Taguchi de 4 variables a 3 niveles (3 ⁴)	40
Tabla 5 Instrumentos usados en las pruebas experimentales	44
Tabla 6 Análisis fisicoquímicos realizados al etanol	46
Tabla 7 Análisis fisicoquímicos realizados al ácido láctico	46
Tabla 8 Análisis fisicoquímicos realizados al hidróxido de potasio	47
Tabla 9 Análisis fisicoquímicos realizados al cloruro de benzalconio	47
Tabla 10 Cantidades de los reactantes totales en la neutralización	48
Tabla 11 Análisis fisicoquímicos realizados al lactato de potasio	49
Tabla 12 Diseño experimental de Taguchi para la reacción química.....	49
Tabla 13 Líquidos y sólidos obtenidos del proceso de filtración	51
Tabla 14 Porcentaje de los cloruros en el proceso de filtración.....	54
Tabla 15 Cantidades de cloruros de potasio obtenidos para cada experiencia	54
Tabla 16 Resultados estequiométricos que reaccionan, obtenidos a partir del KCl	57
Tabla 17 Resultados estequiométricos al finalizar la reacción de metátesis	57
Tabla 18 Porcentaje de cloruros en los líquidos, obtenidos a partir del KCl	58
Tabla 19 Porcentaje de error de los cloruros en los líquidos	59
Tabla 20 Consolidado de las pruebas para la obtención de Lactato de Benzalconio	59

Tabla 21 Rendimiento promedio de la obtención del lactato de benzalconio	61
Tabla 22 Tabla de respuesta para relaciones de señal a ruido (Más grande es mejor)	62
Tabla 23 Tabla de respuesta para Medias.....	63
Tabla 24 Porcentaje de productos obtenidos sin solvente.....	66
Tabla 25 Análisis físicos y químicos del lactato de benzalconio (Experiencia N° 7)	67

INDICE DE FIGURAS

Figura 1 Estructura de amonio cuaternario	19
Figura 2 Estructura química del cloruro de benzalconio.....	21
Figura 3 Cationes comúnmente usados para la formación de líquidos iónicos	23
Figura 4 Síntesis Líquidos Iónicos (sales de amonio cuaternario)	24
Figura 5 Dependencia de la solubilidad en agua.....	27
Figura 6 Filtración por gravedad.....	28
Figura 7 Filtración al vacío	29
Figura 8 Diseño y etapas del proceso en la investigación.....	36
Figura 9 Diagrama del proceso experimental.....	37
Figura 10 Acondicionamiento de las pruebas experimentales	50
Figura 11 Equipo experimental para la Reacción de metátesis.....	50
Figura 12 Representación gráfica de los sólidos y líquidos obtenidos	52
Figura 13 Equipo experimental para el proceso de filtración al vacío	52
Figura 14 Sólido obtenido de la filtración.....	53
Figura 15 Líquido obtenido de la filtración.....	53
Figura 16 Representación gráfica del KCl obtenido respecto a los sólidos	55
Figura 17 Valoración de la solución para determinar la cantidad de cloruro de potasio.....	55
Figura 18 Solución correctamente valorada	56
Figura 19 Representación gráfica de los resultados finales	58
Figura 20 Representación gráfica del rendimiento	62

Figura 21 Gráfico de efectos principales para Relaciones SN	63
Figura 22 Gráfico de efectos principales para Medias.....	64
Figura 23 Influencia de los parámetros con respecto a la respuesta	65
Figura 24 Gráfica de contorno de rendimiento vs. Tiempo vs. Temperatura.....	66

RESUMEN

La resistencia bacteriana es un problema mundial que ha llevado a la generación de nuevos productos desinfectantes, provocando aun así una mayor resistencia biológica del microorganismo. Se propone la sustitución de la parte aniónica de un amonio cuaternario para la elaboración de un nuevo producto. Es así que el objetivo fue obtener de manera óptima el lactato de benzalconio mediante la reacción de metátesis, entre el lactato de potasio y el cloruro de benzalconio. Se realizaron 27 experimentos (9 pruebas preliminares y 18 pruebas experimentales), se establecieron como parámetros operacionales el tiempo (h), temperatura (°C), cantidad de solvente (expresado en gramos) y velocidad de agitación (rpm) y se hizo uso del diseño experimental de Taguchi, importante para nuestra investigación ya que nos permite determinar las mejores combinaciones de los parámetros de nuestro proceso para obtener de manera óptima el lactato de benzalconio, se hace hincapié el uso de etanol como solvente en las experiencias, debido a que evita el uso de otros solventes orgánicos como por ejemplo la acetona, cloroformo, tolueno, entre otros; de modo que la reacción es considerada amigable con el medio ambiente. Los resultados más adecuados obtenidos luego de culminadas todas las pruebas, tanto preliminares como experimentales, fueron las siguientes, se obtuvo un rendimiento de lactato de benzalconio igual 88.48% y los parámetros que contribuyeron a dicho porcentaje fueron 5 horas, 30°C, 150 g y 300 rpm.

Palabras clave: *lactato de benzalconio, reacción de metátesis, cloruro de benzalconio, desinfectante, diseño experimental de Taguchi.*

INTRODUCCIÓN

Una causante por la que se desarrolla esta investigación es el hecho de que los desinfectantes convencionales más usados en el mercado nacional e internacional ya no actúan de manera eficiente frente a los microorganismos, debido a la resistencia mostrada por estos seres biológicos, que han evolucionado amenazando la salud de los seres vivos (Eugenia, Fabián y Edmundo 2007).

Los líquidos iónicos pueden usarse como desinfectante para diferentes áreas industriales, principalmente para el sector de alimentos por su alto poder desinfectante garantizando la calidad e inocuidad de los alimentos.

La problemática anterior conlleva al estudio de los líquidos iónicos, específicamente los compuestos de amonio cuaternario (QAC), que según varios autores fueron los mejores agentes bactericidas catiónicos conocidos, ya que presentan una estructura básica de ion amonio (NH_4^+) y un haluro (Cl^-), donde éste al ser sustituido da lugar a diferentes derivados de amonios cuaternarios con distintas características físicas, químicas y biológicas como una mayor eficiencia contra microorganismos.

La reacción de metátesis es el proceso químico que permite el intercambio entre especies químicas, modificando de este modo sus propiedades, brindándole una actividad microbiana distinta de su precursor. La síntesis de la sal de benzalconio mediante este proceso es eficiente y se rige bajo el principio de una química sostenible.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1. Descripción de la realidad problemática

Actualmente existe una gran oferta a nivel nacional e internacional de productos desinfectantes, que no sólo se han enfocado en la industria de alimentos, sino también en todo tipo de áreas contaminadas con el fin de eliminar de manera eficiente los microorganismos que perjudican principalmente la salud de las personas.

La resistencia de bacterias es un problema a nivel mundial después de la aparición de los antibióticos, el uso inadecuado de estos ha generado una respuesta de supervivencia de los microorganismos que los capacita para evadir con eficiencia la acción bactericida de algunos agentes (Eugenia, et al., 2007).

Los desinfectantes son agentes químicos que destruyen o inhiben el crecimiento de microorganismos patógenos, los desinfectantes no necesariamente eliminan en su totalidad los organismos, pero generalmente los reducen a un nivel que no dañan la salud de las personas, un factor muy importante a tener en cuenta es la rotación de los productos empleados, pues el uso continuado de un mismo producto puede dar lugar a la selección de microorganismos resistentes al mismo (Herrera, 2016).

El cloruro de benzalconio, también conocido como n-alquil dimetil bencil amonio, es la primera generación de amonio cuaternario usado como desinfectante y bactericida, esta presenta una baja actividad biocida y dado que tiene muchos años en el mercado pueden existir ya resistencias bacterianas a este producto (Aldebarán Sistemas, 2016).

Por todo lo mencionado se propone la obtención del lactato de benzalconio mediante la reacción de metátesis, a partir del cloruro de benzalconio, sustituyendo el ión cloruro por lactato, con los parámetros óptimos para una mayor actividad biocida y la propuesta de un novedoso desinfectante para el mercado nacional.

1.2. Formulación del problema

1.2.1. Problema General

- ¿Es posible la obtención del lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis?

1.2.2. Problemas Específicos

- ¿Cuáles son las características fisicoquímicas del lactato de potasio?
- ¿Cuáles son los parámetros para la obtención del lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis?
- ¿Cuáles son las características fisicoquímicas del lactato de benzalconio obtenido?

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo General

- Obtener el lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis.

1.3.2. Objetivos Específicos

- Evaluar las características fisicoquímicas del lactato de potasio.
- Determinar los parámetros para la obtención del lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis.
- Evaluar las características fisicoquímicas del lactato de benzalconio obtenido.

1.4. Limitantes de la Investigación

a) Teórica

La limitación teórica se presentó debido a que se contaba con poca información sobre la obtención de lactato de amonio cuaternario, por lo cual se tuvo que tomar como referencia las síntesis de otras sales de amonios cuaternarios.

b) Temporal

En cuanto a las limitaciones temporales que se presentaron durante la realización de la tesis, fue el hecho de que al laborar en distintos lugares generó algunos inconvenientes al momento de realizar nuestras pruebas experimentales.

c) Espacial

Como limitación espacial de la investigación se circunscribe en el ámbito nacional, ya que se deberán constatar los resultados en un laboratorio nacional especializado, para verificar la eficiencia de este nuevo producto como desinfectante.

II. MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes Nacionales

Elias, J. (2017). *Evaluación de la actividad bactericida de los desinfectantes green desinfectante, forward e hipoclorito de sodio en cepas ATCC y cepas aisladas de superficies de áreas quirúrgicas de dos clínicas de Lima.* Menciona que los amonios cuaternarios poseen cinco generaciones de desarrollo, donde el cloruro de benzalconio (primera generación) fueron aceptados por su amplio espectro microbiano y su fuerte actividad detergente. Además, agrega que los diversos haluros de amonio (dialkylmethyl y dialkylbeznyl haluro) también tienen actividad antimicrobiana y son diversamente desplegados como antisépticos, biocidas y conservantes.

2.2. Antecedentes Internacionales

Cybulski, J., Wiśniewska A., Kulig-Adamiak A., Lewicka L., Cieniecka-Rosłonkiewicz A., Kita K., ... Pernak J. (2008). *Long-Alkyl-Chain Quaternary Ammonium Lactate Based Ionic Liquids.* Mencionan que han sintetizado un nuevo grupo de líquidos iónicos a base de lactato de amonio cuaternario entre los cuales, el lactato de n-alkil dimetil bencil amonio (lactato de benzalconio) y el lactato de didecil dimetil amonio son agentes antibacterianos y antifúngicos muy eficaces, además, que su actividad antimicrobiana es comparable o más efectiva que sus sales originales. La síntesis del lactato de benzalconio obtiene una eficiencia superior al 90% mediante una reacción de intercambio iónico.

Pernak, J., Nawrot, J., Kot, M., Markiewicz, B. y Niemczak, M. (2013). *Ionic liquids based stored product insect antifeedants.* Definen a los líquidos iónicos como productos eficaces contra insectos, estos fueron obtenidos por intercambio aniónico en una o dos etapas a partir de cloruros de amonio, además nos comentan que mediante la selección adecuada del catión y el anión se pueden diseñar antialimentantes para el control de plagas, donde el catión determina la función biológica, mientras que el anión inorgánico es decisivo para las propiedades fisicoquímicas del compuesto.

Pernak, J., Łęgosz, B., Walkiewicz, F., Klejdysz, T., Borkowski, A. y Chrzanowski, L. (2015). *Ammonium Ionic Liquids with Anions of Natural Origin*. Estudian las propiedades fisicoquímicas básicas de los diferentes líquidos iónicos obtenidos a partir de sales de amonios cuaternarios, así como su actividad microbiana y disuasiva. Adicionalmente nos presenta un nuevo método para obtener líquidos iónicos amigables con el medio ambiente con propiedades atractivas a partir de fuentes naturales con hidróxidos de amonios cuaternarios con un alto rendimiento y pureza.

Rogala, A. & Ksiezniak, K. (2013). *Bioactive quaternary ammonium ionic liquids*. Describen la metodología y los resultados de la síntesis de nuevos líquidos iónicos por intercambio iónico a partir de amonios cuaternarios, sus propiedades y la posibilidad de su aplicación en la industria. También nos comentan que los líquidos iónicos sintetizados en base a estos compuestos a menudo exhiben una actividad biológica superior a sus precursores.

2.2. Bases Teóricas

2.2.1. Desinfectantes

Los desinfectantes son agentes químicos que destruyen o inhiben el crecimiento de microorganismos patógenos en fase vegetativa o no esporulada. Los desinfectantes no necesariamente eliminan a la totalidad de los organismos, pero generalmente los reducen a un nivel que no dañan la salud del consumidor ni la calidad de los productos (Herrera, 2016).

Los desinfectantes desempeñan un papel importante en el mantenimiento de estándares de salud, al reducir significativamente las cargas microbianas, así como la eliminación de agentes patógenos (Tezel y Pavlostathis, 2015).

Según MINSA (2002) existen 3 niveles que se basan en el efecto microbicida hacia los agentes químicos y son los siguientes:

- Desinfección de alto nivel (DAN): es realizada por agentes químicos en estado líquido los cuales eliminan en su totalidad a los microorganismos.
- Desinfección de nivel intermedio (DNI): es realizada por agentes químicos de tal modo que eliminan bacterias vegetativas y algunas esporas bacterianas.

- Desinfección de bajo nivel (DBN): realizado por agentes químicos que eliminan bacterias vegetativas, hongos y algunos virus en un periodo de corto tiempo, aproximadamente unos 10 minutos.

Existen también métodos de desinfección:

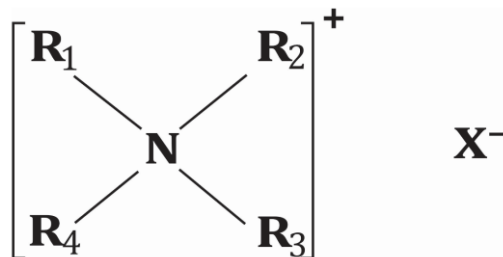
- Métodos físicos: los más conocidos son la pasteurización, el hervido, la radiación ultravioleta (UV).
- Métodos químicos: es el método más utilizado debido a su eficiencia y entre los más conocidos tenemos a orthophthaldehído, glutaraldehído, cloro, compuestos clorados, formaldehído, peróxido de hidrógeno, ácido peracético, fenoles y amonio cuaternario.

2.2.2. Amonios Cuaternarios

Los compuestos de amonio cuaternario (QAC) se introdujeron por primera vez en 1917 y son probablemente los mejores agentes tensioactivos catiónicos conocidos. Su fórmula general es la siguiente:

Figura 1

Estructura de amonio cuaternario



Nota: La imagen indica que X suele ser un haluro, pero a veces un ion sulfato. R₁, R₂, R₃ y R₄ pueden ser una variedad de grupos alquilo o arilo Tomado de CLEANING PROCEDURES IN THE FACTORY/Types of Disinfectant (p.1384), por J Fisher, 2003, Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition.

Los compuestos de amonio cuaternario representan una familia de compuestos antimicrobianos, considerados como agentes activos catiónicos potentes en cuanto a su actividad desinfectante (bactericidas, fungicidas y virucidas). Son generalmente incoloros o amarillentos, no irritantes y desodorantes (Buljubasich, 2016).

Los productos desinfectantes que utilizan compuestos de amonio cuaternario (quats) como ingrediente activo se encuentran entre los más utilizados.

Las ventajas de los quats son la buena estabilidad, toxicología, actividad superficial y la compatibilidad con ingredientes de formulaciones más limpias e inodoras. Estas propiedades lo hacen adecuado para productos de consumo que combinan limpieza y desinfección (Fu, McCue y Boesenberg, 2007).

Betelgeux (2017) (Especialista en higiene y seguridad alimentaria, cosmética y farmacéutica) indica lo siguiente, que los compuestos de amonio cuaternario poseen una eficiente actividad como detergente y se encuentran activos incluso en presencia de agua dura, indican también que la longitud de las cadenas alquílicas es determinante del poder microbicida de una sal de amonio cuaternario.

Entre los derivados del amonio cuaternario tenemos al cloruro de benzalconio que fue el primero introducido en el mercado, caracterizado por su buena actividad bactericida. Como dato importante indican que las combinaciones sinérgicas entre distintos amonios cuaternarios podrían incrementar la actividad desinfectante y mejorar su eficiencia.

2.2.3. Cloruro de Benzalconio

El cloruro de benzalconio (BAC) es un tipo de surfactante catiónico y una mezcla de cloruros de alquil bencil dimetil amonio, donde el grupo alquilo tiene varias longitudes de cadena de alquilo de números pares.

El BAC está conformado por 24 compuestos de amonio cuaternario estructuralmente similares, caracterizado por tener un nitrógeno cargado positivamente unido covalentemente a tres sustituyentes del grupo alquilo y un bencilo (Kampf, 2018).

Las características más importantes de las sales de benzalconio son sus propiedades bactericidas y antimicrobianas. La actividad antimicrobiana depende de una longitud cambiante de la cadena lateral n-alquilo. Es bien sabido que el homólogo C12 es más

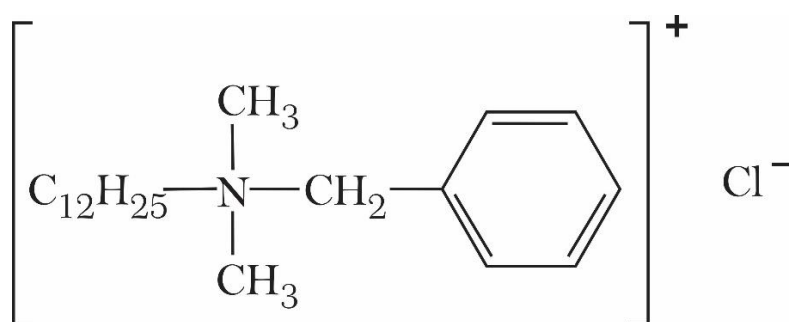
efectivo contra la levadura y los hongos, el homólogo C14 contra las bacterias gram positivas y el homólogo C16 contra las bacterias gram negativas (Kuca, et al., 2007)

El BAC es un agente biocida ampliamente utilizado en el cuidado de la salud, principalmente en desinfectantes de superficies y limpiadores (Kampf, 2018).

Se considera seguro para el uso humano y como conservante en gotas para los ojos, biocida en enjuagues bucales, cremas espermicidas, antisépticos para la piel y desinfectantes en aerosol (Yan, Liu, Chen y Niu, 2019).

Figura 2

Estructura química del cloruro de benzalconio



Nota: Adaptado de Desinfectantes utilizados en la industria alimentaria: Características, modo de actuación y aspectos que inciden en su eficacia, por Especialistas en higiene y seguridad alimentaria, cosmética y farmacéutica, 2017, Betelgeux (<https://www.betelgeux.es/images/files/>)

2.2.4. Líquidos Iónicos

Un líquido iónico (LI) es un compuesto orgánico que contiene al menos un enlace iónico. Consiste en un catión y un anión orgánicos o inorgánicos. Es una sal orgánica que tiene un punto de fusión por debajo de 100 ° C.

Un grupo muy interesante de LI son aquellos con un catión de amonio cuaternario de cadena larga. Se forman por síntesis directa o por una reacción de intercambio aniónico en haluros de amonio cuaternario (Rogala y Ksiezniak, 2013).

Los IL han surgido como una clase de productos químicos de gran utilidad con una buena estabilidad térmica y química, una especificidad apreciable para las tareas y una liberación ambiental mínima, con diversas aplicaciones en química sintética, electroquímica, química analítica, separación y extracción, y otras aplicaciones de ingeniería y biológicas.

Teóricamente, hay más de 1 millón de IL que se pueden sintetizar, aunque los datos de propiedades experimentales y toxicidad se han reportado solo para una pequeña fracción de ellos (Roy, Kar y Das, 2015).

La evolución de las IL avanza muy rápidamente desde la primera generación (IL con propiedades físicas ajustables únicas), a la segunda generación (IL con propiedades químicas específicas combinadas con propiedades físicas seleccionadas), y finalmente a la tercera generación (IL con propiedades biológicas específicas) combinado con propiedades físicas y químicas). La última generación incluye productos farmacéuticos y fitofarmacéuticos (Pernak, et al., 2013).

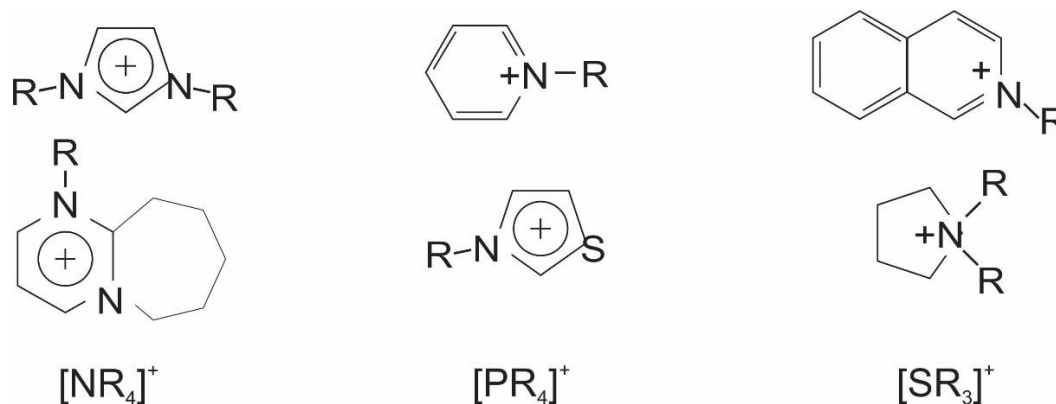
Debido al gran interés en las aplicaciones de líquidos iónicos, los nuevos líquidos iónicos multifuncionales, más baratos y fáciles de preparar son altamente deseables. Estas sales a base de amonio cuaternario tienen utilidad como agentes antibacterianos, antifúngicos. Además, la aplicación potencial de estos líquidos iónicos para la conservación de la madera se probó con resultados positivos (Pernak, et al. 2006).

2.2.5. Síntesis de Líquidos Iónicos

Los líquidos iónicos están formados por sales orgánicas o mezclas de al menos un componente orgánico. Las sales más utilizadas están compuestas por los cationes que se muestran a continuación: (Cabildo, et al., 2012)

Figura 3

Cationes comúnmente usados para la formación de líquidos iónicos



Nota: Adaptado de Procesos orgánicos de bajo impacto ambiental. Química verde por Cabildo, et al, 2012, Madrid, España: Edición Universidad Nacional de Educación a Distancia.

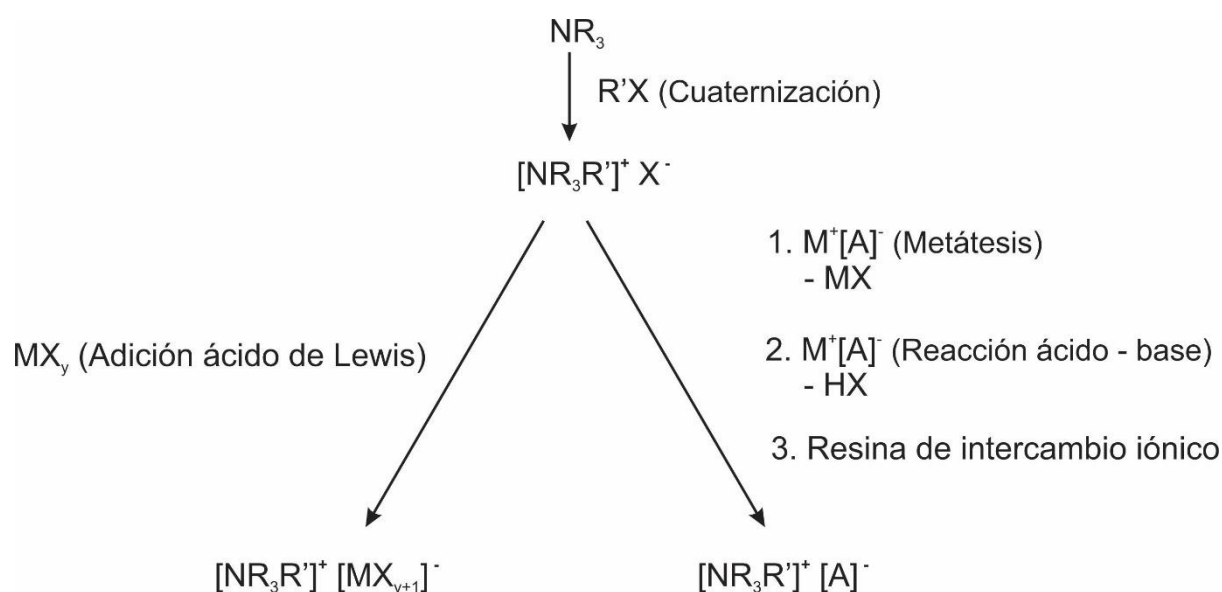
De forma general, la síntesis de los líquidos iónicos puede dividirse en dos partes:

1) Formación del catión deseado y 2) intercambio del anión para la obtención del producto final. Este proceso se muestra en la *Figura 4*, para el caso de sales de amonio cuaternario

La primera reacción de metátesis, para el intercambio de aniones. Fue llevada a cabo por Wilkes y Zaworotko en 1992, entre el [EMIM]I (yoduro de 1-etil-3-metilimidazolio) y una serie de sales de plata ($AgNO_3$, $AgNO_2$, $AgBF_4$, $Ag[CO_2CH_3]$ y Ag_2SO_4) en metanol o en una disolución acuosa de metanol. La baja solubilidad del yoduro de plata formado en estas disoluciones hace que éste se separe por filtración; la eliminación posterior del disolvente por evaporación permite obtener el líquido iónico con un elevado rendimiento y pureza (Cabildo, et al., 2012).

Figura 4

Síntesis Líquidos Iónicos (sales de amonio cuaternario)



Nota: Adaptado de Procesos orgánicos de bajo impacto ambiental. Química verde por Cabildo, et al, 2012, Madrid, España: Edición Universidad Nacional de Educación a Distancia.

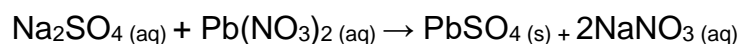
2.2.6. Ácido Láctico

El ácido láctico o ácido 2-hidroxipropanoico ($CH_3CHOHCOOH$) es un líquido incoloro o ligeramente café, parecido a un jarabe, obtenido a partir de la fermentación del azúcar. El ácido láctico es producido por una clase de bacteria homofermentativa, llamada bacteria ácido-láctica. El ácido láctico tiene efectos bacteriostáticos y bactericidas (Di, Rebagliati y Libonatti, 2015).

El ácido láctico es uno de los primeros ácidos que se utilizan en los alimentos. Se fabricó comercialmente por primera vez hace unos 70 años aproximadamente, y en las últimas décadas se ha convertido en un ingrediente importante. Las características de sabor suave del ácido láctico no ocultan sabores aromáticos más débiles. El ácido láctico funciona en la reducción del pH, la mejora del sabor y la inhibición microbiana (Dziezak, 2003).

2.2.7. Reacción de Metátesis

Todavía menos energéticos que el proceso redox o ácido – base son los de simple cambio iónico, es decir, las reacciones de metátesis. Por ejemplo, si deseáramos preparar una muestra pura de sal inorgánica de sulfato de plomo, PbSO_4 , podíamos utilizar la siguiente reacción:



La fuerza impulsora de esta reacción no es la atracción relativa de los átomos por los electrones, ni la tendencia de los átomos a compartir pares electrónicos; la causa es, simplemente, la insolubilidad del sulfato de plomo en agua. A su vez, esta insolubilidad es el resultado de un delicado equilibrio entre la atracción de los iones plomo y sulfato por las moléculas de agua de la disolución y la atracción entre ellos dentro de la red cristalina. El sulfato de plomo se puede recoger filtrando y lavando con agua para eliminar alguna impureza soluble (Dickerson, Gray, Darensbourg, M. y Darensbourg, D., 1992).

Las reglas de solubilidades para las sales inorgánicas en disolución acuosa son una guía útil para predecir el resultado de la reacción metátesis:

1. Todas las sales de los metales del grupo IA, los alcalinos, y todas las sales aniónicas son soluble.
2. Todas las sales que contengan aniones nitrato (NO_3^+), acetato (CH_3COO^-) y clorato (ClO_3^+) son solubles.
3. Todos los cloruros, bromuros y yoduros son solubles, excepto los de Ag^+ , Pb^{2+} y Hg_2^{2+} .
4. Excepto los sulfatos de Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Hg_2^{2+} y Ag^+ , todos los demás sulfatos son solubles.
5. Excepto los óxidos de los metales alcalinos y los de Ca^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+} , los demás óxidos metálicos son insolubles.
6. Excepto los hidróxidos de los metales alcalinos y los de Sr^{2+} y Ba^{2+} , los demás hidróxidos son insolubles.
7. Todos los carbonatos, fosfatos, sulfuros y sulfitos son insolubles, excepto los de NH_4^+ y metales alcalinos.

Estas reglas se basan en una definición arbitraria, pero al menos invariable, de la solubilidad: diremos que una sustancia es soluble si 1 g, o más, de ella se disuelve en 100 ml de agua a temperatura ambiente (Dickerson, et al., 1992).

2.2.8. Solubilidad

Cuando un compuesto se disuelve en un solvente, se puede disolver como máximo una cantidad de soluto en una cantidad de solvente a una temperatura determinada. Esta máxima cantidad se denomina “solubilidad” del soluto a una temperatura dada y constituye una “solución saturada”.

Cuando se llega a la solubilidad de un soluto se establece un fenómeno reversible en el cual, a la velocidad con que se disuelven las moléculas del soluto, ellas se juntan de nuevo en una fase aparte, en un proceso dinámico. Este fenómeno se conoce como “equilibrio de solubilidad”. Cuando se trata de un soluto sólido, en el equilibrio sus iones o moléculas se unen para precipitar como un sólido, a la misma velocidad con que se disuelven. Cuando la cantidad del soluto es menor a la solubilidad, se constituye lo que denomina una “solución insaturada”. Cuando una solución se satura, en muchas ocasiones es posible seguir disolviendo solutos, aumentando la temperatura de la solución. Después de enfriarla es posible obtener una solución relativamente estable, conocida como “solución sobresaturada” (Riaño, 2007).

Estas soluciones no son estables del todo y cualquier cambio de temperatura o agitación mecánica las puede desestabilizar, liberando el exceso de soluto en una fase aparte y formando cristales (Riaño, 2007).

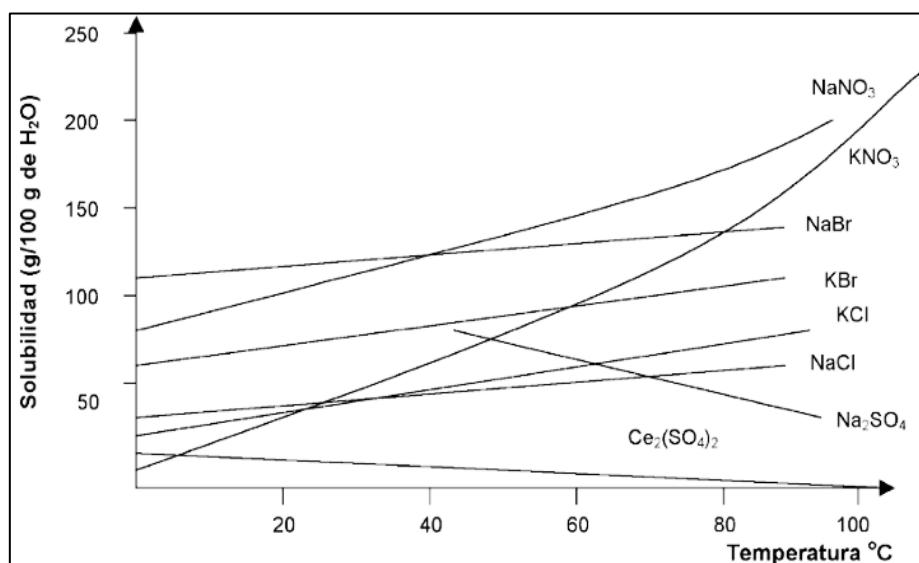
Los factores que afectan la solubilidad:

1. Temperatura

La temperatura de la solución influye sobre la solubilidad de un soluto en un solvente dado. Al aumentar la temperatura usualmente aumenta la solubilidad para muchas sustancias; sin embargo, para otras puede haber una disminución. La mejor manera de determinar la influencia de la temperatura sobre la solubilidad de un soluto, es determinarla experimentalmente frente a la temperatura y construir una gráfica de solubilidad vs temperatura para obtener lo que se denomina una “curva de solubilidad”.

Figura 5

Dependencia de la solubilidad en agua



Nota: Adaptado de *Fundamentos de la Química Analítica Básica - Análisis Cuantitativo por Riaño, N, 2007, Segunda edición. Manizales, Colombia: Editorial Universidad de Caldas.*

2. La Presión

La presión es un factor que afecta la solubilidad de los gases en líquidos, pero no afecta la de los sólidos o líquidos, particularmente porque estos últimos no son compresibles (Riaño, 2007).

2.2.9. Separación de Mezclas

Mezcla: Es la unión básica de dos o más sustancias puras, la mezcla tiene composición variable y sus componentes pueden separarse por métodos físicos, además la temperatura es variable durante el cambio de estado de la mezcla. Las mezclas se clasifican en heterogéneas y homogéneas.

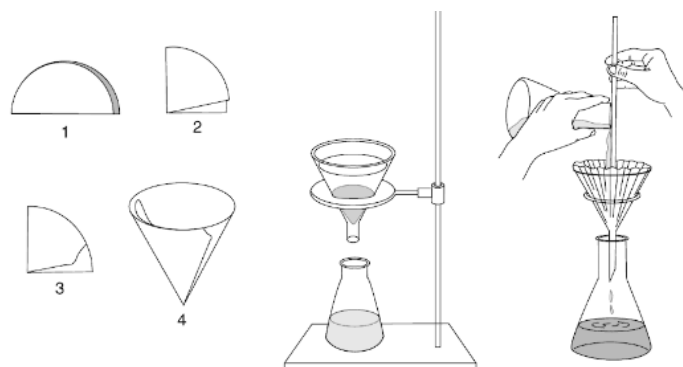
Técnicas de separación de mezclas: Si se trata de mezclas líquidas constituidas por una sola fase, puede usarse la destilación fraccionada. Por otra parte, la cristalización aprovecha la diferencia en los puntos de solidificación. Para mezclas sólidas se pueden utilizar las siguientes técnicas de separación: disolución, lixiviación y extracción (Osorio, 2009).

Para separar mezclas heterogéneas, por ejemplo, sólido-líquido o líquido – líquido insolubles, se pueden utilizar técnicas como la filtración, la centrifugación o la decantación.

La filtración puede ser simple (por gravedad) y al vacío. La filtración por gravedad se realiza vaciando la mezcla sobre un embudo que contiene un papel filtro. El líquido pasa a través del papel y el sólido es retenido. El embudo generalmente se soporta sobre un aro de hierro o sobre un trípode (Osorio, 2009) como se ilustra en la *Figura 6*.

Figura 6

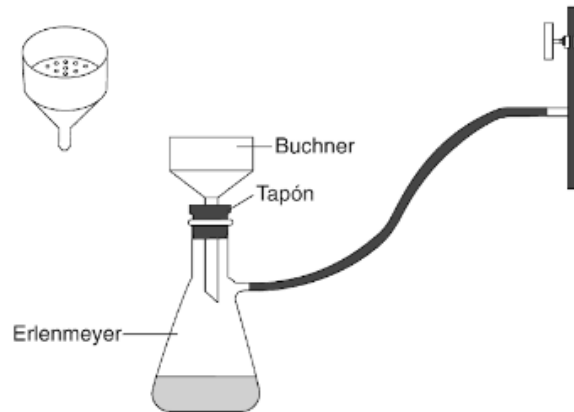
Filtración por gravedad



Nota: Adaptado del Manual de Técnicas de Laboratorio Químico por Osorio, R., 2009, Primera edición. Medellín, Colombia: Editorial Universidad Antioquia.

Figura 7

Filtración al vacío



Nota: La filtración al vacío se utiliza cuando se requiere un proceso más rápido. El embudo Bushner característico porque posee una placa con huecos para soportar el papel de filtro. Adaptado del Manual de Técnicas de Laboratorio Químico por Osorio, R., 2009, Primera edición. Medellín, Colombia: Editorial Universidad Antioquia.

2.2.10. Metodología de Taguchi

El Diseño de Experimentos es una herramienta que también puede llegar a ser usada en las etapas de diseño de productos y procesos con el objetivo de minimizar la variación del desempeño de éstos en manos de los consumidores finales con respecto a los factores ambientales como medio para mejorar la calidad. La idea de diseñar productos y procesos cuyo desempeño sea insensible a las condiciones ambientales (robustez del sistema) y realizar esto en las etapas de diseño a través del uso de Diseño de Experimentos ha sido la piedra angular de la metodología Taguchi. Las fortalezas de la metodología de Taguchi son las siguientes: (Medina, Cruz y Restrepo, 2007).

- Enfatiza en la calidad durante la etapa del diseño del proceso.
- Reconoce la importancia relativa de los factores que influyen en el desempeño de los productos o procesos.

- Enfatiza en la reducción de la variabilidad, por medio del uso de la función de pérdida y de la razón señal-ruido (existiendo una para cada objetivo que se quiera lograr con el experimento).

El diseño de Taguchi también conocido como arreglo ortogonal permite reducir la cantidad de experimentos al optimizar un proceso. A modo de ejemplo, representar un arreglo ortogonal L8 (2^7), que se muestra a continuación:

Tabla 1

Taguchi arreglo ortogonal L8 (2^7)

	A	B	C	D	E	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

2.3. Conceptual

Para la obtención del lactato de benzalconio debemos obtener inicialmente una sal de ácido láctico, como por ejemplo lactato de sodio o de potasio, el cual nos permitirá mediante una reacción de metátesis (o de doble desplazamiento) con el cloruro de benzalconio sintetizar el líquido iónico deseado.

Apoyándonos en la teoría y teniendo en cuenta los antecedentes, ya sean con el mismo propósito o similares para la obtención de líquidos iónicos como el lactato de benzalconio, podemos resumir el proceso de la siguiente manera.

2.3.1. Neutralización del Ácido Láctico

Para la obtención de la sal del ácido láctico, en este caso lactato de potasio, se realizará al neutralizar el ácido láctico con el hidróxido de potasio en una solución de etanol. La neutralización se logra a un pH neutro comprobando así la formación completa de la sal láctica.

2.3.2. Reacción de Metátesis

Seguidamente se llevará a cabo una reacción de metátesis o intercambio iónico entre el lactato de potasio y el cloruro de benzalconio, para ello debemos tener presente los siguientes parámetros en la reacción como son el tiempo de reacción, la temperatura, la cantidad de etanol (solvente) y la velocidad de agitación del proceso, obteniendo así el lactato de benzalconio en solución alcohólica con subproductos como el cloruro de potasio y sustancias sin reaccionar.

2.3.3. La Importancia del Etanol como Solvente

El etanol es una sustancia líquida muy usada como disolvente en reacciones químicas y procesos de purificación, para nuestro caso es muy importante como solvente tomando en cuenta la solubilidad de los subproductos generados en la obtención del lactato de benzalconio y por su fácil separación a temperatura ambiente.

2.3.4. Determinación de Cloruros

Para la determinación de cloruros, se separa la solución alcohólica de los sólidos por filtración al vacío, teniendo en cuenta la baja solubilidad de estos en etanol a temperatura ambiente. Este análisis de los cloruros nos permite evaluar la eficiencia de nuestro proceso.

2.3.5. Diseño Experimental de Taguchi

Finalmente, el diseño experimental de Taguchi nos ayudará a reconocer la importancia de los factores que influyen en nuestra investigación de la obtención del lactato de benzalconio para su optimización.

Se usará el diseño de Taguchi L9 para 4 variables operaciones (tiempo, temperatura, cantidad de solvente y velocidad de agitación) con 3 niveles, apoyándonos con el Software Minitab 19 para su análisis estructural del diseño.

2.4. Definición de Términos Básicos

Antibacteriano: El término se refiere a una sustancia cuyas propiedades son capaces de eliminar agentes bacterianos o la inhibición de su crecimiento o proliferación sin incurrir en el daño del objeto, ambiente u organismo que las porta.

Bactericida: Es una sustancia que tiene la capacidad de matar bacterias, microorganismos unicelulares u otros organismos. Los bactericidas pueden venir en forma de desinfectantes, antisépticos o antibióticos.

Bacteriostático: Sustancia que dificulta la reproducción bacteriana. Una sustancia bacteriostática no produce la muerte de las bacterias, pero al dificultar o impedir su reproducción la cepa bacteriana envejece y desaparece.

Biocida: Son sustancias o mezclas que están compuestas, por lo general, por una o más sustancias activas (incluidos los microorganismos) cuyo objetivo es destruir, contrarrestar, neutralizar, impedir la acción o ejercer un control de otro tipo sobre cualquier organismo nocivo por cualquier medio que no sea una mera acción física o mecánica.

Proceso Químico: Es un conjunto de operaciones químicas y/o físicas encaminadas a la transformación de unas sustancias iniciales en productos finales diferentes.

Soluto: Es la sustancia que, por lo general, se encuentra en menor cantidad y que se disuelve en la mezcla.

Solvente: Es la sustancia que suele aparecer en mayor cantidad y donde se disuelve el soluto.

Surfactante: Es un elemento que actúa como detergente, emulsionante o humectante y que permite reducir la tensión superficial que existe en un fluido. Por lo general se trata de sustancias que ejercen influencia en la zona de contacto que se crea entre dos fases.

Tensoactivo: Los tensoactivos o tensioactivos (también llamados surfactantes) son sustancias que influyen por medio de la tensión superficial en la superficie de contacto entre dos fases.

Reacción de Metátesis: También llamada de doble descomposición o metátesis, es una reacción entre dos compuestos que generalmente están cada uno en solución acuosa. Consiste en que dos elementos que se encuentran en compuestos diferentes intercambian posiciones, formando dos nuevos compuestos.

III. HIPÓTESIS Y VARIABLES

3.1. Hipótesis

Hipótesis General

- La obtención del lactato de benzalconio es viable mediante la reacción de metátesis.

Hipótesis Específicas

- La evaluación de las características fisicoquímicas del lactato de potasio permitirá obtener el lactato de benzalconio.
- La determinación de los parámetros de reacción de metátesis será necesario para la obtención del lactato de benzalconio.
- La caracterización fisicoquímica del lactato de benzalconio obtenido permitirá identificar el producto final óptimo.

3.2. Definición Conceptual de las Variables

Variable dependiente (Y)

- Obtención del lactato de benzalconio.

La variable dependiente denominada también respuesta, se determina en el desarrollo de cada experimento y dependen de las variables independientes.

Variable independiente (X)

- Características fisicoquímicas del lactato de potasio.
- Parámetros de la reacción de metátesis.
- Características fisicoquímicas del lactato de benzalconio.

Las variables independientes también conocidas como factores son las variables bajo estudio, las cuales se mantienen controlando durante el experimento y se modifican sistemáticamente para investigar su efecto en los resultados.

3.3. Operacionalización de la Variable

Tabla 2

Matriz de Operacionalización de variables

Variable dependiente	Dimensiones	Indicadores	Método
Y= Obtención del lactato de benzalconio.	Rendimiento	%Cloruros	Pruebas a nivel laboratorio teniendo en cuenta X _n identificados.
Variable independiente	Dimensiones	Indicadores	Método
X ₁ = Características fisicoquímicas del lactato de potasio.	<ul style="list-style-type: none"> - Grado alcohólico - Índice de refracción - Densidad - Acidez - Alcalinidad - Solubilidad 	<ul style="list-style-type: none"> - Volumen/Volumen - Sólidos totales - Peso/Volumen - pH - g/g de solución 	<ul style="list-style-type: none"> - Alcoholímetro - Refractómetro - Picnómetro - Titulación volumétrica - pH-metro - Tablas de solubilidad
X ₂ = Parámetros de la reacción de metátesis.	<ul style="list-style-type: none"> - Tiempo reacción - Temperatura del proceso - Cantidad de solvente - Velocidad de agitación 	<ul style="list-style-type: none"> - Tiempo - Temperatura °C - Peso - Velocidad rpm 	<ul style="list-style-type: none"> - Cronometría - Termómetro digital - Picnómetro - Balanza - Controlador de velocidad
X ₃ = Características fisicoquímicas del lactato de benzalconio.	<ul style="list-style-type: none"> - Humedad - Temperatura - Acidez - Índice de refracción - Cloruro libre - Composición 	<ul style="list-style-type: none"> - %Humedad - Temperatura °C - pH - Sólidos totales - % cloruros 	<ul style="list-style-type: none"> - Método de la estufa - Termómetro digital - Valoración/pH-metro - Refractómetro - Titulación volumétrica

IV. DISEÑO METODOLÓGICO

4.1. Tipo y Diseño de la Investigación

4.1.1. Tipo de investigación

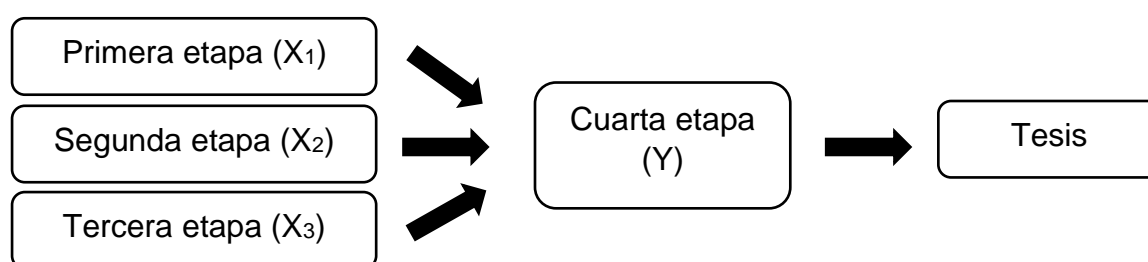
Por su finalidad la investigación es aplicada, ya que busca desarrollar un proceso adecuado para obtener de manera eficiente el lactato de benzalconio mediante la reacción de metátesis y, además, que los resultados sirven para ser empleados en un proceso a mayor escala. Por su diseño interpretativo es experimental, porque la investigación se realizó mediante la observación, registro de datos y análisis de las variables implicadas en proceso de obtención del lactato de benzalconio. Por el énfasis de la naturaleza de los datos manejados es del tipo cuantitativo, ya que las variables de la investigación son medibles.

4.1.2. Diseño de investigación

El presente trabajo de investigación se desarrolló en cuatro etapas de las cuales se plantearon 3 etapas iniciales (X_1 , X_2 , X_3) y modelaron la etapa principal (Y), atendiendo a las variables formuladas en nuestra investigación.

Figura 8

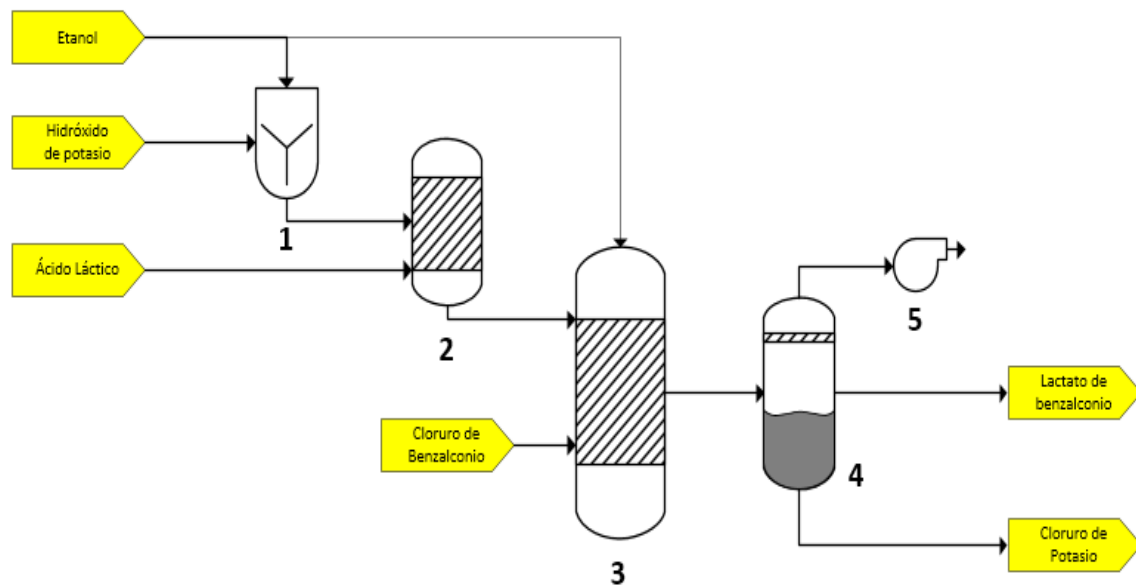
Diseño y etapas del proceso en la investigación



Nota: Detalla las etapas donde X_1 : Características fisicoquímicas del lactato de potasio, X_2 : Parámetros de la reacción de metátesis, X_3 : Características fisicoquímicas del lactato de benzalconio, Y : Obtención del lactato de benzalconio y por último la tesis.

Figura 9

Diagrama del proceso experimental



Nota: Diagrama del proceso de obtención del lactato de benzalconio, (1) Mezclador, (2) Reactor de Neutralización, (3) Reactor de la reacción de metátesis, (4) Separador sólido-líquido, (5) Bomba al vacío. El proceso inicial consiste en disolver los sólidos en alcohol en un mezclador, la base ya disuelta se neutraliza con ácido. Luego, la sal formada reacciona con un amonio cuaternario por intercambio iónico obteniendo el líquido iónico deseado y subproductos. Estos son separados mediante filtración al vacío logrando adquirir un producto con mayor pureza.

4.2. Método de Investigación

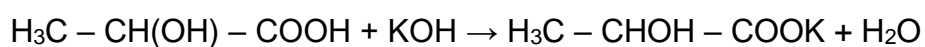
Se propone estudiar la obtención del lactato de benzalconio a partir de cloruro de benzalconio y lactato de potasio mediante una reacción de metátesis en forma experimental, basándonos en nuestro diseño de investigación tenemos:

4.2.1. Análisis Fisicoquímico del Lactato de Potasio

Como primera etapa de nuestra investigación, consistió en la neutralización del ácido láctico, necesarias para la obtención de lactato de benzalconio.

a) Reacción de neutralización del ácido láctico

Teniendo en consideración las purzas de nuestras materias primas, se lleva a cabo una reacción estequiométrica de neutralización del ácido láctico con hidróxido de potasio en solución alcohólica, donde el ácido reacciona totalmente con la base produciendo lactato de potasio.



4.2.2. Parámetros para la Obtención del Lactato de Benzalconio

a) Reacción de Metátesis

Se realiza una reacción de metátesis o de intercambio iónico del cloruro de benzalconio y el lactato de potasio en medio alcohólico (etanol), para obtener el lactato de benzalconio, considerando los parámetros de reacción:

- Tiempo de reacción
- Temperatura del sistema
- Cantidad de solvente
- Velocidad de agitación

Tabla 3

Código de valores para los niveles experimentales

Parámetros	Código de valores		
	1	2	3
Tiempo de reacción (t)	1 hora	3 horas	5 horas
Temperatura del sistema (T)	30°C	40°C	50°C
Cantidad de solvente (W)	100 g	120 g	150 g
Velocidad de agitación (r)	100 rpm	300 rpm	500rpm

b) Separación Solido – Líquido

El método más rápido de filtración para una mezcla sólido – líquido es la filtración al vacío, el cual se emplea para separar el subproducto formado de cloruro de potasio insoluble en etanol de la solución líquida de lactato de benzalconio.

La diferencia de solubilidad del lactato de benzalconio y el cloruro de potasio en etanol, favorece la separación de las sustancias.

4.2.3. Caracterización del Lactato de Benzalconio

a) Método para la determinación de cloruros

La determinación de cloruros por el método volumétrico de Mohr, nos permite calcular la cantidad de cloruros, específicamente el cloruro de potasio, en los sólidos contenidos en el papel filtro después de la filtración al vacío.

Una vez obtenido la cantidad de cloruro en la muestra y con la estequiometría de la reacción, se puede calcular la cantidad real del lactato de benzalconio producido, por ende, el rendimiento del proceso (Y_n).

Finalmente, con los rendimientos de cada experimento se construye el diseño experimental de Taguchi, siendo la técnica estadística precisa para nuestra investigación, este diseño nos permite determinar las mejores combinaciones de los parámetros de nuestro proceso para obtener de manera óptima el lactato de benzalconio.

Tabla 4

Diseño de Taguchi de 4 variables a 3 niveles (3⁴)

Corrida experimental	t	T	W	R	Rendimiento
1	1	1	1	1	Y ₁
2	1	2	2	2	Y ₂
3	1	3	3	3	Y ₃
4	2	1	2	3	Y ₄
5	2	2	3	1	Y ₅
6	2	3	1	2	Y ₆
7	3	1	3	2	Y ₇
8	3	2	1	3	Y ₈
9	3	3	2	1	Y ₉

4.3. Población y Muestra

Población

El criterio de población no se aplica para la presente investigación, lo que si se aplica es el criterio de muestra experimental.

Muestra experimental

La muestra experimental está referida específicamente a la materia prima que se usará en cada experiencia, estas serán divididas en 27 experiencias (9 pruebas preliminares con sus respectivas 18 corridas experimentales). Al finalizar cada experiencia se tomarán alícuotas para su posterior análisis cualitativo y cuantitativo.

4.4. Lugar del Estudio

La investigación experimental se desarrolló en el laboratorio de Investigación y Desarrollo de la empresa INDUSTRIAS DQ SAC ubicado en Av. San Enrique Lt 50 "D" Urb. Los Huertos de Tungasuca – Comas, donde se contó con los equipos y materiales necesarios para el desarrollo de nuestra investigación para que finalmente contribuya en su nueva línea de desinfectantes industriales.

4.5. Técnicas e Instrumentos para la Recolección de la Información

El desarrollo del presente trabajo de investigación ha utilizado técnicas, procedimientos e instrumentos para la observación experimental y registro de datos, resultados de los análisis y mediciones realizadas, con la disposición de equipos, instrumentos y reactivos, requeridos en cada etapa de investigación, adoptando diferentes técnicas y procedimientos.

En la recolección de datos se aplicaron técnicas de investigación descriptiva y métrica

Determinar el grado alcohólico

El grado alcohólico es la expresión en grados del número de volúmenes de alcohol (etanol) contenidos en 100 volúmenes del producto, medidos a la temperatura de 20 °C. Permite conocer e identificar la pureza del alcohol etílico usado como solvente en nuestro estudio.

En una probeta de 100 ml se llenó alcohol etílico y se introdujo el alcoholímetro o densímetro alcoholimétrico de Gay-Lussac y se tomó la medición directamente del instrumento.

Determinar el índice de refracción

El índice de refracción es una medida para saber cuánto se reduce la velocidad de la luz dentro del medio, nos servirá para determinar la pureza de las materias primas.

Para determinar el índice de refracción se toma unas gotas de la muestra y se colocan sobre el prisma principal o cubierta de prisma del refractómetro y se toma la medición directamente del instrumento.

Determinación de Acidez

La acidez de una sustancia se puede determinar por métodos volumétricos. Esta medición se realiza mediante una valoración, la cual implica siempre tres agentes: el titulante, el analito y el indicador. Donde el analito es el ácido láctico valorado con una solución estandarizada de hidróxido de sodio 0.1N.

Para el análisis de acidez medir 1 ml de muestra en una fiola de 100 ml, enrasar con agua y mezclar, agregar 10 ml de la mezcla en un matraz Erlenmeyer. Añadir unas 5 gotas de solución de fenolftaleína y titular con hidróxido de sodio 0.1 N hasta la aparición de un color rosado que persista de 15 a 30 segundos.

$$\text{Acidez g/L (ácido láctico)} = \frac{V \times N \times 90}{A}$$

V = Volumen gastado de la sol. de NaOH

N = Normalidad de NaOH

90 = Peso equivalente del ácido láctico

A = Volumen en ml de la muestra

Determinación de Alcalinidad

La alcalinidad de una sustancia se puede determinar por métodos volumétricos. Nos permite saber la pureza del hidróxido de potasio valorado con una solución estandarizada de ácido clorhídrico 0.1N.

Para el análisis de alcalinidad medir 1 ml de muestra en una fiola de 100 ml, enrasar con agua y mezclar, agregar 10 ml de la mezcla en un matraz Erlenmeyer. Añadir unas 5 gotas de solución de fenolftaleína y titular con ácido clorhídrico 0.1 N hasta que desaparezca el color rosado grosella y que persista de 15 a 30 segundos.

$$\text{Alcalinidad g/L (hidróxido de potasio)} = \frac{V \times N \times 56}{A}$$

V = Volumen gastado de la sol. de HCl

$N = \text{Normalidad de la sol. de HCl}$

$56 = \text{Peso equivalente del hidróxido de potasio}$

$A = \text{Volumen en ml de la muestra}$

Determinación de la Solubilidad

La solubilidad es la capacidad de una sustancia de disolverse en otra llamada disolvente. Implícitamente se corresponde con la máxima cantidad de soluto que se puede disolver en una cantidad determinada de disolvente, a determinadas condiciones de temperatura, e incluso presión.

Para la determinación de la solubilidad se utilizó la técnica de análisis documental, útil para la recolección de información.

Determinación de Cloruros por el Método de Mohr

Para el análisis de cloruros se toma una muestra (0.2 a 0.5 g) seca en fiola de 100 ml y se enrasa con agua desionizada. Coger 2 ml de la solución anterior y colocarlos en un matraz, agregar 50 ml de agua desionizada y agitar. Agregar 1 ml de bicarbonato de sodio para estandarizar el pH y agitar. Adicionar 1 g de cromato de potasio al 5 % y agitar nuevamente. Esta dilución final se valora con una solución estandarizada de nitrato de plata 0.1 N. La medición se toma directamente del volumen gastado de la bureta.

$$\% \text{ cloruros} = \frac{\text{Peso de Cl}^-}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$

$\text{Cl}^- = \text{Cloruros}$

$$\text{Peso de Cl}^- = V \times N \times f \times d \times 35.5$$

$V = \text{Volumen gastado de la sol. de AgNO}_3$

$N = \text{Normalidad de la sol. de AgNO}_3$

$f = \text{factor de corrección}$

$d = \text{factor de dilución}$

35.5 = *Peso equivalente del Cl⁻*

4.5.1. Instrumentos para la Recolección de la Información

Se emplea diferentes equipos, instrumentos, materiales y reactivos de laboratorio tales como:

Tabla 5

Instrumentos usados en las pruebas experimentales

EQUIPOS E INSTRUMENTOS	<ul style="list-style-type: none">- Equipo de Filtración al vacío- Equipo de refrigeración- Equipo de agitación con medidor de temperatura- Balanza analítica, sensibilidad 0.01 g- Estufa- Refractómetro- Alcoholímetro- Medidor de pH- Termómetro
MATERIALES	<ul style="list-style-type: none">- Picnómetro- Balón de 500 ml- Matraz Erlenmeyer 250 ml- Vaso de precipitado 100, 250, 500 ml- Pipeta de 1, 10 ml- Luna de reloj- Bureta 50 ml- Probeta 100 ml- Bagueta- Bombilla- Espátula- Pliego de papel filtro- Botellas PET 250 ml- Envases PET 200 g- Guantes de látex
REACTIVOS	<ul style="list-style-type: none">- Solución estandarizada de NaOH 0.1 N- Solución estandarizada de HCl 0.1 N- Solución estandarizada AgNO₃ 0.1 N- Cromato de potasio K₂CrO₄- Carbonato de sodio Na₂CO₃- Fenolftaleína

4.6. Análisis y Procesamiento de Datos

Durante el desarrollo experimental y los análisis realizados, nos arrojan un número importante de datos para nuestra investigación. Estos datos experimentales se analizaron mediante el uso del software Minitab 19, el cual ayudó a identificar si los parámetros operacionales de la reacción de metátesis que influyeron significativamente en el proceso de obtención de lactato de benzalconio para contrarrestar las hipótesis planteadas. También permitió obtener gráficos y tablas que nos ayudaron a resumir los datos e interpretar los resultados. Adicionalmente contando con el software Microsoft Excel, para un mayor orden en la realización de una serie de tablas y gráficas.

V. RESULTADOS

5.1. Características de las Materias Primas

5.1.1. Análisis del Alcohol Etílico

Tabla 6

Análisis fisicoquímicos realizados al etanol

Alcohol etílico	
Aspecto	Líquido incoloro
Grado alcohólico	96.3% (v/v)
pH	6.93 (10g/L)
Densidad	0.797 g/ml

5.1.2. Análisis del Ácido Láctico

Tabla 7

Análisis fisicoquímicos realizados al ácido láctico

Ácido láctico	
Aspecto	Líquido incoloro
pH	2.8 (10g/l)
Densidad	1.21 g/ml
Acidez	1027.92 g/l
Solubilidad en agua	soluble
Solubilidad en etanol	soluble
Pureza	85.01% (p/p)

5.1.3. Análisis del Hidróxido de Potasio

Tabla 8

Análisis fisicoquímicos realizados al hidróxido de potasio

Hidróxido de potasio	
Aspecto	sólido, escamas
pH	13.5 (10g/l)
Alcalinidad	955.0 g/l
Solubilidad en agua	soluble
Solubilidad en etanol	38.7 g / 100 ml
Pureza	95.51% (p/p)

5.1.4. Análisis del Cloruro de Benzalconio

Tabla 9

Análisis fisicoquímicos realizados al cloruro de benzalconio

Cloruro de benzalconio	
Aspecto	líquido viscoso
pH	6.75 (10g/l)
Densidad	0.98 g/ml
Solubilidad en agua	soluble
Solubilidad en etanol	soluble
Pureza	79.98% (p/p)

5.2. Resultado de Análisis del Lactato de Potasio

Previamente a la obtención del lactato de benzalconio mediante la reacción de metátesis, se preparó una solución única de lactato de potasio en etanol, para un total de 27 experimentos (9 pruebas preliminares y 18 pruebas experimentales).

5.2.1. Análisis de la Neutralización del Ácido Láctico

La neutralización del ácido láctico con el hidróxido de potasio en solución alcohólica se llevó a cabo mediante la siguiente reacción estequiométrica:

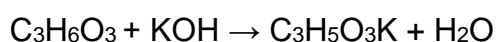


Tabla 10

Cantidades de los reactantes totales en la neutralización

Reactantes	Peso (g)
Ácido láctico	1105.65
Hidróxido de potasio	612.63
Etanol	3330.00

Nota: Las cantidades indicadas son para realizar los 27 experimentos (9 pruebas preliminares y 18 pruebas experimentales) y se debe tener en cuenta que la solución final debe tener un pH neutro.

5.2.2. Análisis del Lactato de Potasio

Tabla 11

Análisis fisicoquímicos realizados al lactato de potasio

Lactato de potasio	
Aspecto	líquido incoloro
pH	7.01 (10g/l)
Densidad	0.971 g/ml

5.3. Resultados en la Obtención del Lactato de Benzalconio

5.3.1. Análisis de Cloruros Obtenidos de la Reacción de Metátesis

Tabla 12

Diseño experimental de Taguchi para la reacción química

Nº	Tiempo de reacción (Horas)	Temperatura del sistema (°C)	Cantidad de solvente (g)	Velocidad de agitación (rpm)
1	1	30	100	100
2	1	40	120	300
3	1	50	150	500
4	3	30	120	500
5	3	40	150	100
6	3	50	100	300
7	5	30	150	300
8	5	40	100	500
9	5	50	120	100

Nota: Se muestran las 9 pruebas que se harán por duplicado teniendo en cuenta el Diseño de Taguchi.

Figura 10

Acondicionamiento de las pruebas experimentales



Figura 11

Equipo experimental para la Reacción de metátesis



Tabla 13*Líquidos y sólidos obtenidos del proceso de filtración*

Nº	Sólidos (g)	Líquidos (g)
1	41.05	293.67
2	40.3	314.75
3	39.89	344.88
4	45.04	309.67
5	39.9	344.59
6	46.75	287.53
7	45.75	338.58
8	57.84	276.56
9	35.48	318.39

Nota: Al momento de finalizar el proceso de filtración al vacío se toma nota de los sólidos y líquidos obtenidos.

Figura 12

Representación gráfica de los sólidos y líquidos obtenidos

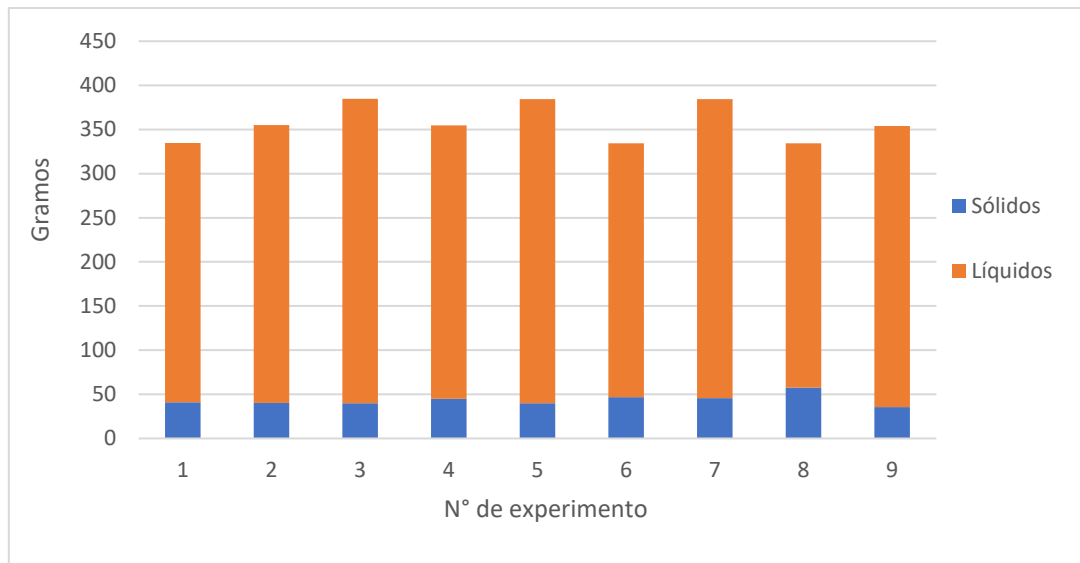


Figura 13

Equipo experimental para el proceso de filtración al vacío



Figura 14

Sólido obtenido de la filtración



Figura 15

Líquido obtenido de la filtración



Tabla 14

Porcentaje de los cloruros en el proceso de filtración

Nº	Sólidos	Líquidos
1	26.40%	1.12%
2	27.43%	1.06%
3	27.67%	0.91%
4	25.84%	0.89%
5	28.60%	0.82%
6	23.12%	1.17%
7	26.52%	0.66%
8	20.78%	0.81%
9	32.45%	0.86%

5.3.2. Análisis de Cloruros de Potasio

Tabla 15

Cantidades de cloruros de potasio obtenidos para cada experiencia

Nº	%KCl	KCl (g)
1	55.45%	22.76
2	57.61%	23.21
3	58.11%	23.18
4	54.25%	24.43
5	60.07%	23.97
6	48.54%	22.69
7	55.69%	25.48
8	43.64%	25.24
9	68.15%	24.18

Figura 16

Representación gráfica del KCl obtenido respecto a los sólidos

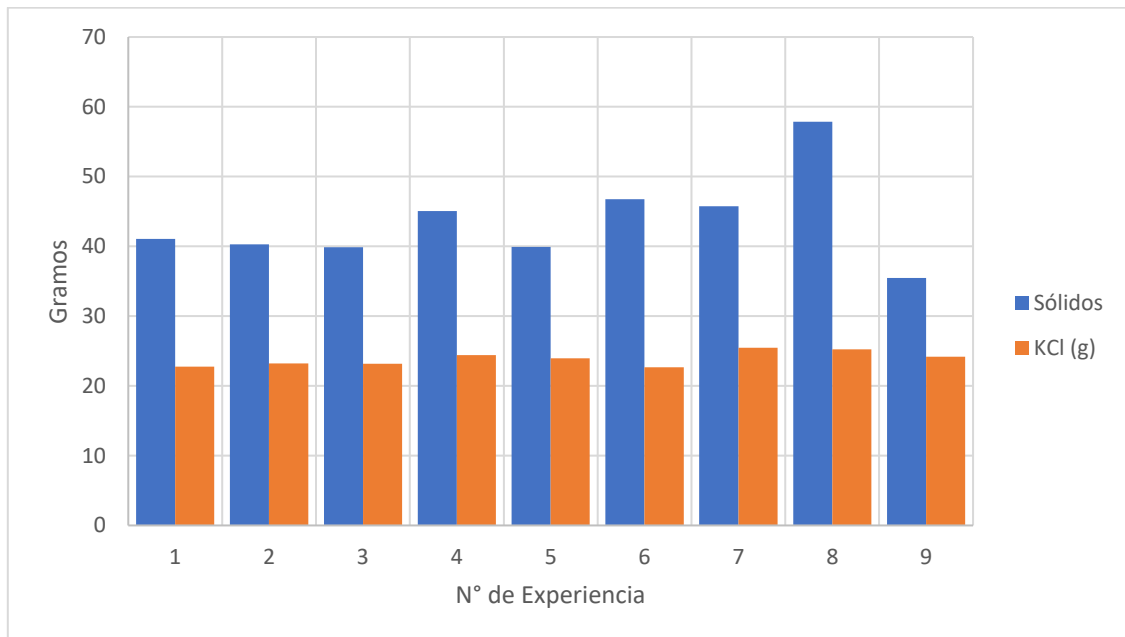
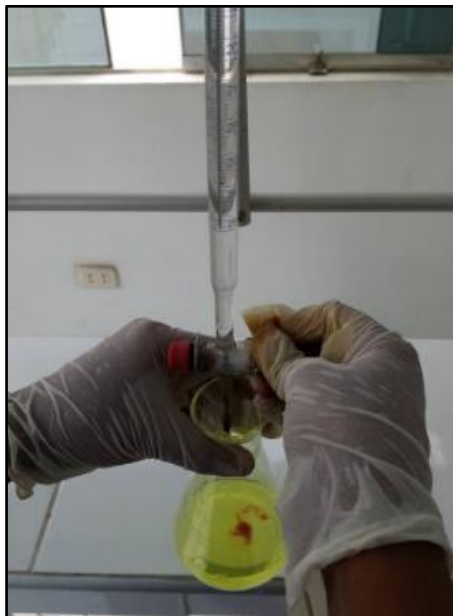


Figura 17

Valoración de la solución para determinar la cantidad de cloruro de potasio



Nota: Antes de realizar la valoración para determinar la cantidad de cloruro de potasio, se debe agregar una 4 a 5 gotas de dicromato de potasio (indicador).

Figura 18

Solución correctamente valorada



5.3.3. Análisis Estequiométrico en la Reacción de Metátesis

Teniendo en cuenta la siguiente reacción química se obtienen diferentes tablas:

	KLac	+	BzCl	→	BzLac	+	KCl
Inicial	C_i		C_j				
Rxn	$-\alpha C_i$		$-\alpha C_i$		$+\alpha C_i$		$+\alpha C_i$
Final	$C_i (1 - \alpha)$		$C_j (1 - \alpha)$		αC_i		αC_i

Donde:

KLac, Lactato de potasio

BzCl, Cloruro de benzalconio

BzLac, Lactato de benzalconio

KCl, Cloruro de potasio

Tabla 16

Resultados estequiométricos que reaccionan, obtenidos a partir del KCl

Nº	Cloruro de potasio (g)	Lactato de benzalconio (g)	Lactato de potasio (g)	Cloruro de benzalconio (g)
1	22.76	120.19	39.14	103.82
2	23.21	122.57	39.91	105.87
3	23.18	122.38	39.85	105.71
4	24.43	129.01	42.01	111.44
5	23.97	126.54	41.21	109.31
6	22.69	119.82	39.02	103.5
7	25.48	134.52	43.8	116.2
8	25.24	133.26	43.39	115.11
9	24.18	127.64	41.56	110.26

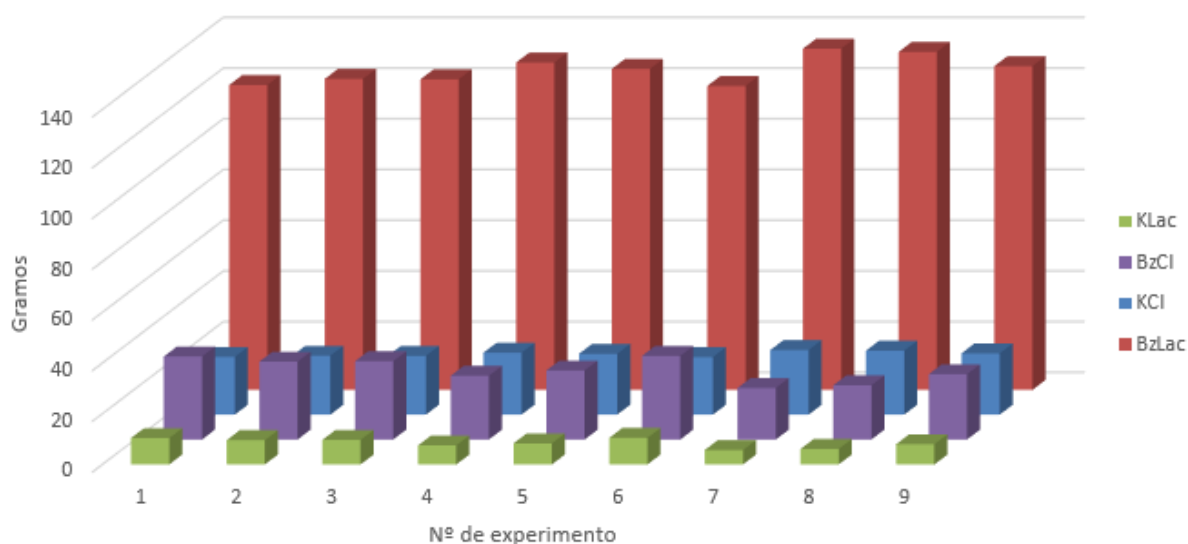
Tabla 17

Resultados estequiométricos al finalizar la reacción de metátesis

Nº	Cloruro de potasio (g)	Lactato de benzalconio (g)	Lactato de potasio (g)	Cloruro de benzalconio (g)
1	22.76	120.19	10.39	32.76
2	23.21	122.57	9.59	30.69
3	23.18	122.38	9.66	30.9
4	24.43	129.01	7.52	25.16
5	23.97	126.54	8.3	27.21
6	22.69	119.82	10.5	32.99
7	25.48	134.52	5.7	20.32
8	25.24	133.26	6.12	21.41
9	24.18	127.64	7.96	25.76

Figura 19

Representación gráfica de los resultados finales



5.3.4. Análisis Comparativos de Cloruros en los Líquidos

Tabla 18

Porcentaje de cloruros en los líquidos, obtenidos a partir del KCl

Nº	Líquidos (g)	BzCl (g)	%BzCl	%Cl ⁻
1	293.67	32.76	11.16%	1.16%
2	314.75	30.69	9.75%	1.02%
3	344.88	30.9	8.96%	0.94%
4	309.67	25.16	8.12%	0.85%
5	344.59	27.21	7.90%	0.82%
6	287.53	32.99	11.47%	1.20%
7	338.58	20.32	6.00%	0.63%
8	276.56	21.41	7.74%	0.81%
9	318.39	25.76	8.09%	0.84%

Tabla 19

Porcentaje de error de los cloruros en los líquidos

Nº	%Cl ⁻ (Estequiométrico)	%Cl ⁻ (Volumétrico)	%Error
1	1.16%	1.12%	4.26%
2	1.02%	1.06%	(3.67%)
3	0.94%	0.91%	3.24%
4	0.85%	0.89%	(4.98%)
5	0.82%	0.82%	0.60%
6	1.20%	1.17%	2.15%
7	0.63%	0.66%	(4.80%)
8	0.81%	0.81%	(0.24%)
9	0.84%	0.86%	(1.78%)

5.3.5. Evaluación del Rendimiento del Proceso de Metátesis

Tabla 20

Consolidado de las pruebas para la obtención de Lactato de Benzalconio

N°	Variables				Sólidos de la filtración (g)	% Cloruro de potasio	Cloruro de potasio (g)	Lactato de benzalconio (g)	Y (%)
	t (h)	T (°C)	W (g)	r (rpm)					
1	1	30	100	100	41.07	55.55%	22.81	120.45	79.20%
					41.01	55.34%	22.69	119.83	78.79%
					41.09	55.45%	22.78	120.28	79.09%
2	1	40	120	300	40.15	58.35%	23.43	123.71	81.38%
					40.46	57.54%	23.28	122.90	80.84%
					40.28	56.94%	22.94	121.10	79.66%
3	1	50	150	500	40.09	58.56%	23.48	123.96	81.53%
					39.96	58.04%	23.19	122.44	80.53%
					39.62	57.73%	22.87	120.75	79.42%
4	3	30	120	500	45.05	53.54%	24.12	127.35	83.72%
					45.02	54.50%	24.53	129.54	85.16%
					45.05	54.72%	24.65	130.14	85.56%
5	3	40	150	100	40.12	59.48%	23.86	125.98	82.85%
					39.85	60.30%	24.03	126.87	83.44%
					39.74	60.42%	24.01	126.77	83.37%
6	3	50	100	300	45.99	49.15%	22.60	119.33	78.47%
					46.69	47.97%	22.40	118.26	77.76%
					47.57	48.51%	23.08	121.85	80.12%
7	5	30	150	300	45.85	55.48%	25.44	134.30	88.35%
					45.65	55.93%	25.53	134.81	88.66%
					45.75	55.66%	25.46	134.45	88.42%
8	5	40	100	500	57.92	43.18%	25.01	132.06	86.83%
					57.65	43.81%	25.26	133.35	87.68%
					57.93	43.93%	25.45	134.36	88.35%
9	5	50	120	100	35.68	68.36%	24.39	128.76	84.67%
					35.25	67.62%	23.83	125.84	82.75%
					35.50	68.47%	24.31	128.34	84.39%

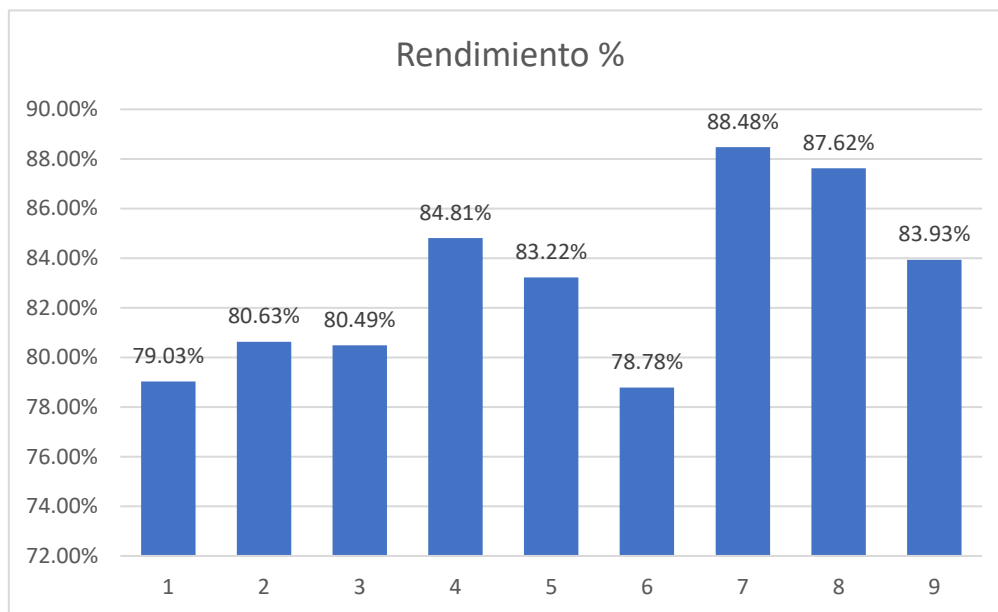
Nota: t: tiempo de reacción, T: temperatura del sistema, W: cantidad de solvente, r: velocidad de agitación.

Tabla 21*Rendimiento promedio de la obtención del lactato de benzalconio*

N°	Variables				Rendimiento Y (%)
	Tiempo (h)	Temperatura (°C)	Cantidad Solvente (g)	Velocidad de agitación (rpm)	
1	1	30	100	100	79.03%
2	1	40	120	300	80.63%
3	1	50	150	500	80.49%
4	3	30	120	500	84.81%
5	3	40	150	100	83.22%
6	3	50	100	300	78.78%
7	5	30	150	300	88.48%
8	5	40	100	500	87.62%
9	5	50	120	100	83.93%

Figura 20

Representación gráfica del rendimiento



5.4. Resultados del Análisis de Taguchi de las Pruebas Experimentales

5.4.1. Resultados obtenidos del Software Minitab 19

Tabla 22

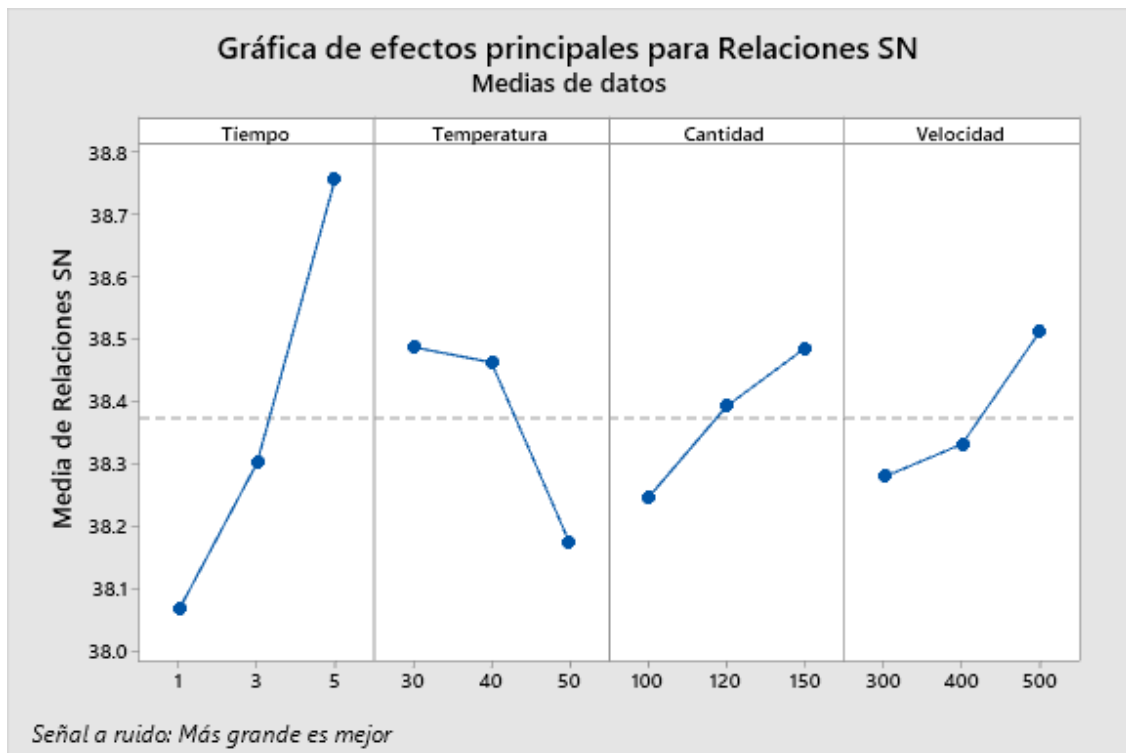
Tabla de respuesta para relaciones de señal a ruido (Más grande es mejor)

Nivel	Tiempo	Temperatura	Cantidad	Velocidad
1	38.07	38.49	38.25	38.28
2	38.30	38.46	38.39	38.33
3	38.76	38.17	38.49	38.51
Delta	0.69	0.31	0.24	0.23
Clasificar	1	2	3	4

Nota: Obtenido a partir de Minitab 19

Figura 21

Gráfico de efectos principales para Relaciones SN



Nota: Obtenido a partir de Minitab 19

Tabla 23

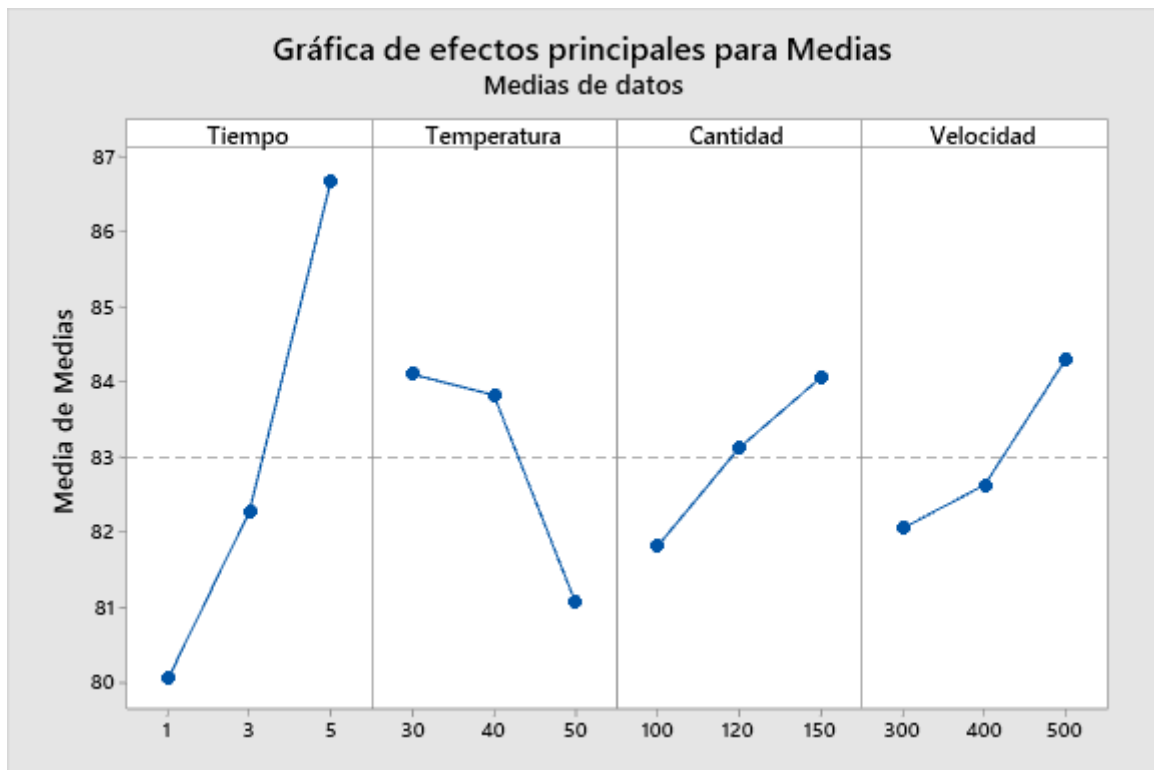
Tabla de respuesta para Medias

Nivel	Tiempo	Temperatura	Cantidad	Velocidad
1	80.05	84.11	81.82	82.06
2	82.28	83.83	83.13	82.63
3	86.68	81.07	84.07	84.32
Delta	6.63	3.03	2.25	2.25
Clasificar	1	2	4	3

Nota: Obtenido a partir de Minitab 19

Figura 22

Gráfico de efectos principales para Medias



Nota: Obtenido a partir de Minitab 19

Estos resultados, nos indican los mejores valores para cada variable (tiempo, temperatura, cantidad de solvente y velocidad) en nuestra investigación para la obtención de lactato de benzalconio.

5.4.2. Modelo de regresión lineal

La ecuación lineal está basada en el modelo de primer orden con cuatro parámetros que se indican en la siguiente ecuación:

$$Y = 74.15 + 1.658 X_1 - 0.1517 X_2 + 0.0441 X_3 + 0.01128 X_4$$

Y: Rendimiento

X₁: Tiempo

X₂: Temperatura

X_3 : Cantidad de solvente

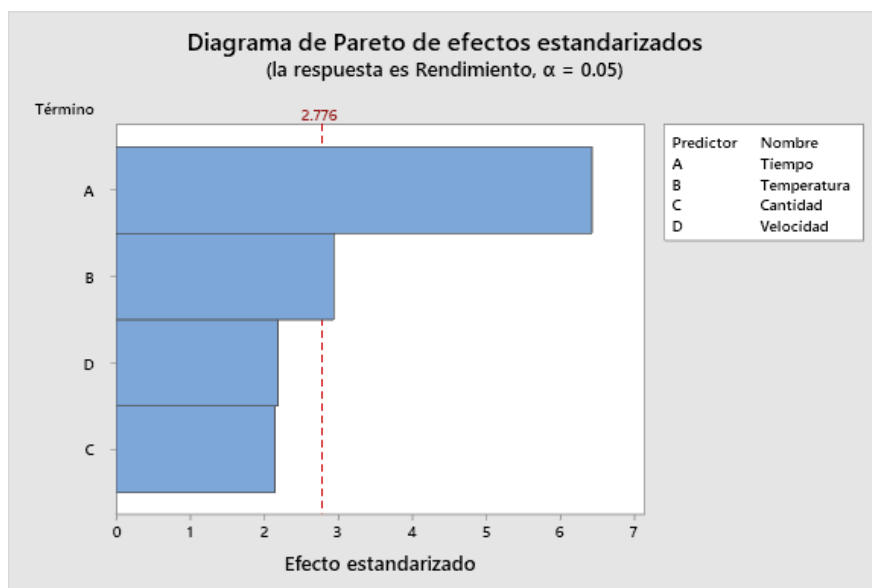
X_4 : Velocidad de agitación

Se realizó un análisis de datos de las tablas 12 y 20, en donde se encontró un coeficiente de determinación $R^2 = 93.69\%$ para la ecuación lineal.

Los efectos de los parámetros en estudio y su interacción en la respuesta se presentan en un diagrama de Pareto. El diagrama presenta los valores absolutos de los efectos de los parámetros principales con respecto a la variable respuesta y se ilustra como barras horizontales.

Figura 23

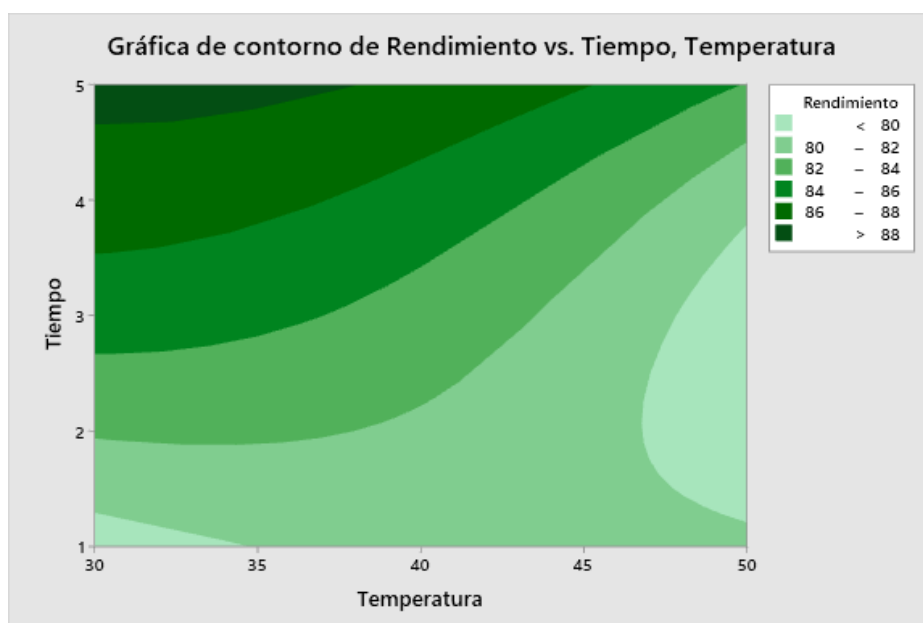
Influencia de los parámetros con respecto a la respuesta



Nota: En los resultados observamos que el tiempo y la temperatura son parámetros estadísticamente significativos ya que pasan la línea de referencia obtenida a partir del nivel de significancia ($\alpha = 0.05$) en el software Minitab 19.

Figura 24

Gráfica de contorno de rendimiento vs. Tiempo vs. Temperatura



5.5. Resultados de Análisis Característico del Lactato de Benzalconio

Tabla 24

Porcentaje de productos obtenidos sin solvente

Nº	KCl%	BzLac%	KLac%	BzCl%
1	12.23	64.59	5.58	17.6
2	12.47	65.87	5.15	16.49
3	12.45	65.75	5.19	16.6
4	13.13	69.31	4.04	13.52
5	12.88	68.02	4.46	14.62
6	12.2	64.42	5.65	17.74
7	13.69	72.31	3.07	10.92
8	13.57	71.63	3.29	11.51
9	13.03	68.79	4.29	13.88

Tabla 25

Análisis físicos y químicos del lactato de benzalconio (Experiencia N° 7)

Lactato de benzalconio	
Aspecto	liquido viscoso
Color	amarillo
Olor	característico
pH	7.2
Densidad (puro)	0.998 g/ml
Densidad (sol. etanol)	0.898 g/ml

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

6.1 Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados

Se logró obtener el lactato de benzalconio mediante la reacción de metátesis, por lo que se pudo demostrar la hipótesis general.

Con respecto a la primera hipótesis específica: La evaluación de las características fisicoquímicas del lactato de potasio son las adecuadas, ya que permitirán obtener el lactato de benzalconio en las condiciones deseadas.

La determinación de los parámetros de reacción de metátesis: el tiempo, temperatura, cantidad de solvente y velocidad de agitación son los necesarios para la obtención del lactato de benzalconio, con lo que se pudo demostrar la segunda hipótesis específica.

La caracterización fisicoquímica del lactato de benzalconio obtenido al finalizar las pruebas experimentales logró identificar el producto final óptimo, con lo cual se demostró la última hipótesis específica.

6.2. Contrastación de los resultados con otros estudios similares

1. Se consiguió la obtención del lactato de benzalconio mediante la reacción de metátesis, los resultados para las experiencias se visualizan en la tabla 20, donde se observa que la prueba N° 7, tuvo el mayor rendimiento siendo igual a 88.48%, comparada con las demás pruebas. Dicho dato que al ser contrastado con lo encontrado por Cybulski, J., Wiśniewska A., Kulig-Adamiak A., Lewicka L., CienieckaRosłonkiewicz A., Kita K., ... Pernak J. (2008) en su investigación "Long-Alkyl-Chain Quaternary Ammonium Lactate Based Ionic Liquids", indican que han sintetizado un nuevo grupo de líquidos iónicos a base de lactato de amonio cuaternario siendo este un agente antibacteriano y antifúngico muy eficaz, obteniendo una eficiencia superior del 90% mediante una reacción de intercambio iónico, con estos resultados se afirma la posibilidad de obtener el lactato de benzalconio con alto rendimiento a partir del lactatos y amonios cuaternarios.
2. Los resultados obtenidos tras la evaluación para el alcohol etílico, ácido láctico, hidróxido de potasio y cloruro de benzalconio, se visualizan en las tablas 6, 7,

8 y 9 respectivamente donde nos indican buenas características con alto grado de pureza, importantes para el caso del ácido láctico y cloruro de benzalconio ya que poseen la capacidad de actuar como bactericidas y desinfectantes. Análisis que, al ser comparados con lo encontrado por Di, Rebagliati y Libonatti (2015) en su tesis titulada "Análisis comparativo entre ácido láctico y ácido cítrico en la desinfección de las carcasas de pollos en el sector de trozado, en una planta de faena", quien comenta que el ácido láctico posee efectos bacteriostáticos y bactericidas. Kampf, G. (2018) en su investigación "Adaptive microbial response to low-level benzalkonium chloride exposure" menciona que el cloruro de benzalconio es un agente biocida ampliamente utilizado en el cuidado de la salud, principalmente en desinfectantes de superficies y impiadores. Con estos resultados se afirma la importancia de las características y el grado de pureza de las materias primas.

3. Los resultados obtenidos para la determinación de los parámetros para la obtención de lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis, son el tiempo, temperatura, cantidad de solvente y velocidad de agitación, elegidos por ser los más relevantes y modificables para ser evaluados en la investigación del proceso de obtención del lactato de benzalconio. Como lo indican Cybulski, J., Wiśniewska A., Kulig-Adamiak A., Lewicka L., Cieniecka-Rosłonkiewicz A., Kita K., ... Pernak J. (2008) en su investigación "Long-Alkyl-Chain Quaternary Ammonium Lactate Based Ionic Liquids", han sintetizado el lactato de amonio cuaternario entre los cuales, el lactato de n-alkil dimetil bencil amonio (lactato de benzalconio) y el lactato de didecil dimetil amonio fueron evaluados a la temperatura de 25°C en el tiempo de 5 horas en solución acuosa.
4. Los resultados tras la evaluación del lactato de benzalconio se pueden visualizar en las tablas 22 y 23, siendo estos los indicadores para las características del producto final. Como lo indican Cybulski, J., Wiśniewska A., KuligAdamiak A., Lewicka L., Cieniecka-Rosłonkiewicz A., Kita K., ... Pernak J. (2008) en su investigación "Long-Alkyl-Chain Quaternary Ammonium Lactate Based Ionic Liquids" muestran estudios fisicoquímicos realizados a los lactatos preparados, destacando por ser los primeros en registrar los parámetros como solubilidad, temperatura de descomposición, densidad, viscosidad, conductividad entre otros en su investigación.

6.3. Responsabilidad ética de acuerdo con los reglamentos

Los autores de la investigación nos responsabilizamos por la información emitida en presente informe final, de acuerdo al Reglamento del Código de Ética de la Investigación de la UNAC, Resolución de Consejo Universitario N° 260-2019-CU., donde se señala los principios éticos como norma de comportamiento conductual, así como también el autor está de acuerdo con el reglamento en donde reconoce que la investigación es una función esencial y obligatoria en la UNAC, por ello el investigador es responsable de los procesos y procedimientos de diseño, desarrollo y evaluación de su investigación para lo cual se actualiza permanentemente sus conocimientos y dedica el tiempo suficiente para desarrollar sus proyectos de investigación.

VII. CONCLUSIONES

- a) Se obtuvo el lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis con un rendimiento de 88.48%, encontrándose que las condiciones óptimas para el proceso son las siguientes: Un tiempo de 5 horas a una temperatura de 30°C con un peso de 150 g del Etanol y una velocidad de agitación de 300 rpm. Los cuales se corroboran en las tablas 12 y 21 en la experiencia N° 7.
- b) Se determinó que las materias primas, ácido láctico, hidróxido de potasio y cloruro de benzalconio tienen las siguientes características físicas: 1.026 g/L de acidez, 0.952 g/L de alcalinidad y 0.031 g/L de alcalinidad respectivamente con una pureza de 85.01%, 95.03% y 79.98% respectivamente.
- c) Se estableció los parámetros operacionales en el proceso de obtención del lactato de benzalconio son los siguientes: tiempo (h), temperatura (°C), cantidad de solvente (expresado en gramos) y velocidad de agitación (rpm).
- d) Se determinó las características del lactato de benzalconio puro y en solución alcohólica del proceso de obtención mediante la reacción de metátesis resultando lo siguiente: densidad de 0.998 g/ml y 0.898 g/ml respectivamente. Los cuales se corrobora en la tabla 25 en la experiencia N° 7.

VIII. RECOMENDACIONES

- Se recomienda el siguiente orden de los parámetros de importancia en el proceso de obtención del lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis: Tiempo > Temperatura > Velocidad > Cantidad de solvente, siendo estos los más significativos según el software Minitab 19.
- Extender el estudio de la obtención de las sales de amonio cuaternario ya que puede aplicarse también en citratos, acetatos, nitratos, propionatos entre otros como a sus cationes conjugados como el didecil dimetil amonio, dioctil dimetil amonio, etc.
- Se recomienda realizar un correcto estudio de las características de las materias primas para obtener un rendimiento similar o superior al de este trabajo de investigación.
- Se sugiere ampliar el estudio del alcohol etílico a otros que al igual que este, eviten el uso de solventes orgánicos para la purificación de la sal de amonio cuaternario.

IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS



- Aldebarán Sistemas (2016). *Tipos de cuaternarios de amonio: Clasificación. Clasificación de los Cuaternarios de Amonio*. Aldebarán Sistemas S.L.
<https://www.aldebaransistemas.com/tipos-de%20cuaternarios-de-amonio%20clasificacion/>
- Betelgeux (2017). *Desinfectantes utilizados en la industria alimentaria: Características, modo de actuación y aspectos que inciden en su eficacia*. Betelgeux Especialistas en higiene y seguridad alimentaria, cosmética y farmacéutica [Archivo PDF].
https://www.betelgeux.es/images/files/Documentos/Articulo_boletin_Desinfectantes_y_Modo_de_accion_en_IIAA.pdf
- Buljubasich, A. (2016). Patente WO 2016/034987 Al. International: Composición acuosa biodegradable a base de extractos naturales para la limpieza, y como desinfectante, repelente de insectos, insecticida y aromatizante.
- Cabildo, P., Cornago, P., Escolástico, C., Esteban, S., Farrán, M., Pérez, M. y Sanz, D. (2012). *Procesos orgánicos de bajo impacto ambiental. Química verde*. Madrid, España: Edición Universidad Nacional de Educación a Distancia.
- Cybulski, J., Wiśniewska, A., Kulig-Adamiak, A., Lewicka, L., Cieniecka-Rosłonkiewicz, A., Kita, K., Fojutowski, A., Nawrot, J., Materna, K. y Pernak, J. (2008). *Long-Alkyl-Chain Quaternary Ammonium Lactate Based Ionic Liquids*. Chem. Eur. J., 14, 9305 – 9311.
- Di, M., Rebagliati, J. y Libonatti, C. (2015). *Análisis comparativo entre ácido láctico y ácido cítrico en la desinfección de las carcasas de pollos en el sector de trozado, en una planta de faena* [Tesis de pregrado]. UNCPBA, Tandil, Argentina.
- Dickerson, R., Gray, H., Darensbourg, M. y Darensbourg, D. (1992). *Principios de Química*. Tercera edición. Barcelona, España: Editorial Reverté S.A.
- Dziezak, J. (2003). *Natural Acids and Acidulants*. En B. Caballero (Ed.), *Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition* (Second Ed., pp. 12-17). Academic Press.



- Elias, P. (2017). Evaluación de la actividad bactericida de los desinfectantes green desinfectante, forward e hipoclorito de sodio en cepas ATCC y cepas aisladas de superficies de áreas quirúrgicas de dos clínicas de Lima [tesis de título]. Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú.
- Eugenia, C., Fabián, R. y Edmundo, A. (2007). *La resistencia de bacterias a antibióticos, antisépticos y desinfectantes una manifestación de los mecanismos de supervivencia y adaptación*. Colomb Med, 38(2), 149-158.
- Fisher, J. (2003). *Types of Disinfectant*. En B. Caballero (Ed.), Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition (Second Ed., pp. 1382-1385). Academic Press.
- Fu, E., McCue, K. y Boesenberg, D. (2007). *Chemical Disinfection of Hard Surfaces- Household, Industrial and Institutional Settings*. En I. Johansson y P. Somasundaran (Ed.), Handbook for Cleaning/Decontamination of Surfaces (pp. 573-592). New York, USA: Elsevier B.V.
- Herrera, J. (2016). *Efecto bactericida de desinfectantes sobre cepas de Escherichia coli y Listeria innocua en superficies de uso en la Industria Alimentaria* [tesis de pregrado]. Universidad de Chile, Santiago, Chile.
- Kampf, G. (2018). *Adaptive microbial response to low-level benzalkonium chloride exposure*. Journal of Hospital Infection, 100, 1-22.
- Kuca, K., Marek, J., Stodulka, P., Musilek, K., Hanusova, P., Hrabínova, M. y Jun, D. (2007). *Preparation of Benzalkonium Salts Differing in the Length of a Side Alkyl Chain*. MDPI Molecules, Vol. 12, 2341-2347.
- Medina, P., Cruz, E. y Restrepo, J. (2007). *Aplicación del modelo de experimentación Taguchi en un ingenio azucarero del valle del cauca*. Scientia et Technica Año XIII, 34, 337-341.
- Ministerio de Salud (2002). *Manual de desinfección y esterilización hospitalaria* [Archivo PDF]. <http://bvs.minsa.gob.pe/local/MINSA/1444.pdf>.
- Osorio, R. (2009). *Manual de Técnicas de Laboratorio Químico*. Primera edición. Medellín, Colombia: Editorial Universidad Antioquia.

- Pernak, J., Łęgosz, B., Walkiewicz, F., Klejdysz, T., Borkowski, A. y Chrzanowski, L. (2015). *Ammonium Ionic Liquids with Anions of Natural Origin*. RSC Advances - Royal Society of Chemistry, Vol. 00, 1-3.
- Pernak, J., Nawrot, J., Kot, M., Markiewicz, B. y Niemczak, M. (2013). *Ionic liquids based stored product insect antifeedants*. RSC Advances - Royal Society of Chemistry, Vol. 3, 25019–25029.
- Pernak, J., Smiglak, M., Griffin, S., Hough, W., Wilson, T., Pernak, A., ... Rogers, R. (2006). *Long alkyl chain quaternary ammonium-based ionic liquids and potential applications*. Green Chem., 8, 798–806.
- Riaño, N. (2007). *Fundamentos de la Química Analítica Básica - Análisis Cuantitativo*. Segunda edición. Manizales, Colombia: Editorial Universidad de Caldas.
- Rogala, A. y Ksiezniak, K. (2013). *Bioactive quaternary ammonium ionic liquids*. PhD Interdisciplinary Journal, Vol. 02, 83-84.
- Roy, K., Kar, S., Das, R. (2015). *Understanding the Basics of QSAR for Applications in Pharmaceutical Sciences and Risk Assessment*. Londres: Reino Unido. Elsevier Inc.
- Tezel, U. y Pavlostathis, S. (2015). *Quaternary ammonium disinfectants: microbial adaptation, degradation and ecology*. Current Opinion in Biotechnology, 33, 296–304.
- Yan, Z. Liu, L., Chen, X. y Niu, Y. (2019) *Physicochemical studies on molecular interactions between small biomolecules and drug benzalkonium chloride at different temperatures $T=(293.15-313.15)$ K*. Journal of Molecular Liquids. 274, 115-124.

ANEXOS

ANEXO A. Procedimiento de Análisis de Neutralización

	
Pesar el hidróxido de potasio	Agregar el etanol y disolver

	
Agregar el ácido láctico lentamente	Agitar hasta disolver completamente







Dejar enfriar a temperatura ambiente

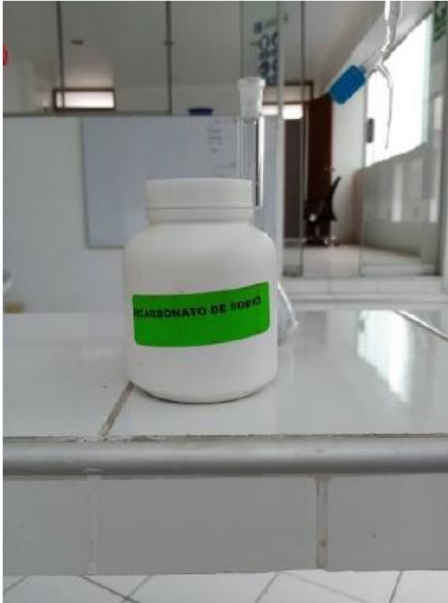


Medir el pH del lactato de potasio en etanol

ANEXO B. Procedimiento de Análisis de Cloruros

	
<p>Pesar la muestra de cloruros</p>	<p>Disolver en una fiola de 100 ml</p>

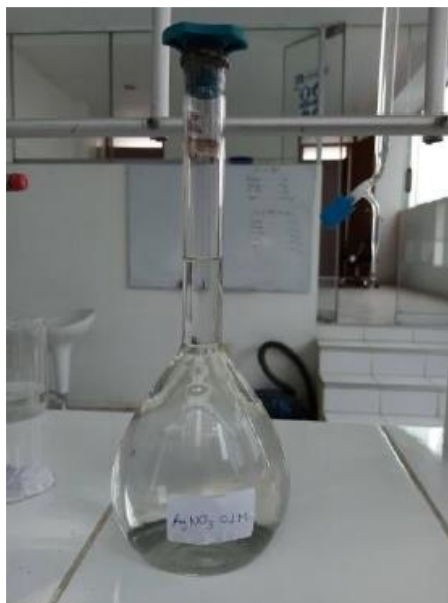
	
<p>Agregar 2 ml de la solución</p>	<p>Agregar 50 ml de agua desionizada</p>



Tamponar con bicarbonato de sodio



Agregar dicromato de potasio



Titular con Nitrato de plata



Mantener una buena agitación



Alcanzar el color rojo ladrillo



Apuntar el volumen final

ANEXO C. Porcentaje de cloruros de cada corrida experimental

En las siguientes tablas se muestran los pesos y volumen gastado las pruebas experimentales

Corrida experimental N°01

N°	Peso	Volumen	Cloruros
1	0.248	8.80	26.45%
2	0.241	9.00	27.79%
3	0.254	9.50	27.89%
4	0.26	8.90	25.50%
5	0.221	8.40	28.32%
6	0.245	7.70	23.40%
7	0.251	8.90	26.42%
8	0.279	7.70	20.56%
9	0.263	11.50	32.55%

Corrida experimental N°02

N°	Peso	Volumen	Cloruros
1	0.232	8.20	26.35%
2	0.261	9.60	27.40%
3	0.213	7.90	27.64%
4	0.241	8.40	25.95%
5	0.218	8.40	28.71%
6	0.251	7.70	22.85%
7	0.249	8.90	26.63%
8	0.275	7.70	20.86%
9	0.236	10.20	32.20%





Corrida experimental N°03

N°	Peso	Volumen	Cloruros
1	0.24	8.50	26.40%
2	0.377	13.70	27.11%
3	0.217	8.00	27.49%
4	0.243	8.50	26.06%
5	0.228	8.80	28.77%
6	0.261	8.10	23.10%
7	0.253	9.00	26.51%
8	0.285	8.00	20.92%
9	0.247	10.80	32.60%

En la siguiente tabla muestra el promedio de las tres corridas experimentales y el porcentaje de cloruro de potasio resultante.

Promedio de Cloruros	% Cloruro de potasio
26.40%	55.45%
27.43%	57.61%
27.67%	58.11%
25.84%	54.25%
28.60%	60.07%
23.12%	48.54%
26.52%	55.69%
20.78%	43.64%
32.45%	68.15%

ANEXO D. Procesos experimentales para la obtención del Lactato de Benzalconio

	
Preparar el lactato de potasio en etanol	Pesar el cloruro de benzalconio con etanol en el balón
	
Mezclar las preparaciones de cloruro de benzalconio y lactato de potasio	Programar en el equipo el tiempo, temperatura y la velocidad de agitación



Pesar la muestra de cloruros



Disolver en una fiola de 100 ml



Proseguir con una separación al vacío para obtener el lactato de benzalconio



Vaciar la solución por el embudo Büchner



Accionar la bomba para generar vacío



La fase sólida contiene el cloruro de potasio y sólidos sin reaccionar



La fase líquida contiene el lactato de benzalconio en solución alcohólica



Almacenamiento de los sólidos



Almacenamientos de los líquidos

PROBLEMA GENERAL	OBJETIVO GENERAL	HIPOTESIS GENERAL	VARIABLES DEPENDIENTES	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
¿Es posible la obtención del lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis de manera óptima?	Obtener el lactato de benzalconio de manera óptima mediante reacción de metátesis.	La obtención del lactato de benzalconio de manera óptima es viable mediante la reacción de metátesis.	Y= Obtención del lactato de benzalconio de manera óptima.	- Rendimiento	- %Cloruros	- Pruebas a nivel laboratorio teniendo en cuenta Y y Z identificados
PROBLEMAS ESPECÍFICOS	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	HIPÓTESIS ESPECÍFICAS	VARIABLES INDEPENDIENTES	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
¿Cuáles son las características físicas y químicas de las materias primas utilizadas?	Evaluar las características físicas y químicas de las materias primas utilizadas.	La evaluación de las características físicas y químicas de las materias primas permitirá obtener el lactato de benzalconio.	X ₁ = Características físicas y químicas de las materias primas.	- Grado alcohólico - Índice de refracción - Acidez - Solubilidad - Composición	- Alcoholímetro - Refractómetro - pH - g/g de solución - %	- Método de la estufa - Termómetro digital - Valoración/pH-metro - Tablas termodinámicas - Análisis de laboratorio
¿Cuáles son los parámetros para la obtención del lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis?	Determinar los parámetros para la obtención del lactato de benzalconio mediante reacción de metátesis.	La determinación de los parámetros de reacción de metátesis será necesario para la obtención del lactato de benzalconio.	X ₂ = Parámetros de la reacción de metátesis	- Tiempo reacción - Temperatura - Cantidad de solvente - Velocidad de agitación	- Horas - °C - ml - rpm	- Toma de tiempo - Termómetro digital - Picnómetro - Balanza - Controlador de velocidad
¿Cuáles son las características físicas y químicas del lactato de benzalconio obtenido?	Evaluar las características físicas y químicas del lactato de benzalconio obtenido.	La caracterización física y química del lactato de benzalconio obtenido, permitirá identificar el producto final de manera óptimo.	X ₃ = Características físicas y químicas del lactato de benzalconio.	- Humedad - Temperatura - Acidez - Índice de refracción - Cloruro libre - Composición	- %Humedad - Medidor de temperatura - pH - Índice de refracción - % cloruros - %	- Método de la estufa - Termómetro digital - Valoración/pH-metro - Refractómetro - Titulación volumétrica - Cromatografía de gases

