



UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA
SEDE VIÑA DEL MAR – JOSÉ MIGUEL CARRERA

UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA
SEDE VIÑA DEL MAR – JOSÉ MIGUEL CARRERA

**ANÁLISIS DE PERFIL ALCOHÓLICO PARA PISCO MALPASO POR
MEDIO DE LA TÉCNICA CROMATOGRAFÍA GASEOSA**

Trabajo de titulación para optar al
Título de Técnico Universitario en
QUÍMICA, MENCIÓN EN
QUÍMICA ANALÍTICA

Alumna:

Scarlett Urania Torre Córdova

Profesor Guía:

Gonzalo Sepúlveda

Profesor correferente:

Jaime Carmi

DEDICATORIA

Para comenzar este texto, quisiera dedicar unas palabras para personas a las cuales va dirigido.

Primeramente y antes que todo agradecer la oportunidad que tuve de formar parte de la universidad, tanto académicamente como en talleres, trabajos y conocer a gran parte del equipo que conforma la Sede Viña Del Mar.

En mi caso fue demoroso este último proceso por diversos motivos de distancia, tiempo y proyectos personales, pero lo que me dio gran impulso a finalizar fue mi hijo “José Manuel” a quien especialmente dedico este trabajo.

Conjuntamente con él, existieron personas que formaron y forman parte importante de mi vida durante el proceso y en la actualidad, como lo es mi mamá, mi hermano, mi pareja, mi abuela, a mi tía y mi padre, que lamentablemente no pudo vivir conmigo esta experiencia ya que el Señor decidió llevárselo antes. A todos ellos les agradezco profundamente su confianza en mí, su apoyo, su preocupación y por sobre todo el ánimo que me transmitían en sus palabras.

A todos quienes estuvieron conmigo en el proceso, amigos, grandes amigos, que hasta el día de hoy los quiero con el alma, muchas gracias por esas horas interminables de risas, de estrés, de alegrías y tristezas, infinitas gracias a todos.

Solo resta decir que este proceso es hermoso y hay que vivirlo al máximo, sacar todo el provecho de aquello y “aprender a aprender” que es lo fundamental que te enseñan en este proceso.

RESUMEN

KEYWORDS: ANÁLISIS DE ALCOHOLES SUPERIORES – CROMATOGRAFIA GASEOSA – MÉTODO ESTANDAR INTERNO – ALCOHOLES – ANÁLISIS CUANTITATIVO – IDENTIFICACIÓN DE ANALITOS – ANALITO.

El objetivo de este trabajo, consistió en la elaboración de un perfil alcohólico de metanol y alcoholes superiores en una muestra de destilado de uva, todo esto se realizó por medio de la técnica de cromatografía gaseosa. Este destilado de pisco fue extraído desde la misma planta de elaboración, Hacienda Mal Paso que está ubicada en el sector de Huamalata, comuna de Ovalle cuarta región de Coquimbo.

Para proceder en el análisis, se realizaron distintas preparaciones de muestras con alcoholes, a los que se les conoce su identidad y concentración, para luego proceder a identificar y cuantificar los alcoholes encontrados en la muestra.

La técnica utilizada en este trabajo es la metodología por estándar interno de cromatografía gaseosa, esta técnica se basa en identificar los alcoholes desconocidos en una muestra problema, a partir de una solución con los mismos alcoholes buscados más un componente en común (que se agrega a la muestra de referencia elaborada y a la muestra de alcoholes desconocidos), de esta forma con los datos que se entregan en el cromatograma podremos encontrar, gracias a las variantes de tiempos de retención y áreas bajo la curva, la identidad de los analitos y posteriormente calcular su concentración.

La técnica utilizada en este desarrollo, es una de las más habituales a nivel global la cromatografía gaseosa, gracias a su precisión y rapidez, además permite realizar análisis con un mínimo de muestras, ya que las cantidades inyectadas en el cromatógrafo son sumamente pequeñas.

Para resumir, se busca elaborar un perfil alcohólico para el destilado de pisco Mal Paso, logrando otorgar a esta empresa un respaldo de los componentes de su producto, todo esto debido a que en la actualidad muchas empresas carecen de esta información por la falta de profesionales y de equipamientos para realizarlos. Además esta información es crucial para tener un sello característico del producto que pueda perdurar a través de los años.

Entre los resultados del cromatograma para las 2 muestras incógnitas que se analizaron, podemos concluir que en la muestra Moscatel de Alejandría se encontraron 22 tipos de analitos presentes en la muestra, de los cuales se logró identificar 7 con las

siguientes concentraciones: 369,5 ppm de Metanol, 1837 ppm de Propanol, 262 ppm de Acetato de Etilo (que por lo demás es un éster), 272 ppm de Isobutanol, 6,1 ppm de Butanol, 1529 ppm de Isopentanol y 10 ppm de Pentanol.

En cuanto a la muestra Pedro Jiménez se logró detectar 19 alcoholes, de los cuales estaban presentes y reconocidos los siguientes: 430 ppm de Metanol, 1522 ppm de Propanol, 846 ppm de Acetato de Etilo (que es un éster), 55 ppm de Isobutanol, 4 ppm de Butanol y 1124 ppm de Isopentanol.

Como resumen a todo lo analizado, se puede concluir que los alcoholes y éster identificados en las muestras analizadas son muy importantes para el perfecto desarrollo de un buen producto final, ya que son los responsables, más que de otorgar el grado alcohólico del pisco propiamente tal, de entregar cada sabor, nota de olor, dulzor y sensaciones en el paladar de cada consumidor.

Además realizar este tipo de análisis de cromatografía de gases permite al profesional desarrollarse un área nacional muy reconocida a nivel mundial, que poco énfasis tiene en mejorar sus productos en base a conocimientos teóricos de cada elemento que posee el destilado de uva, ya que no muchos logran saber la precaria existencia de profesionales en el área.

ÍNDICE DE MATERIAS

<u>DEDICATORIA</u>	
<u>RESUMEN</u>	
<u>SIGLA Y SIMBOLOGÍA</u>	
<u>INTRODUCCIÓN</u>	1
<u>OBJETIVOS</u>	3
<u>OBJETIVOS GENERALES</u>	3
<u>OBJETIVOS ESPECIFICOS</u>	3
<u>CAPITULO 1: ANTECEDENTES GENERALES</u>	4
<u>1 GENERALIDADES</u>	5
<u>1.1 HACIENDA MAL PASO</u>	5
<u>1.2 DEFINICIONES DE PISCO Y ALCOHÓLES</u>	6
<u>1.2.1 Pisco</u>	6
<u>1.2.2 Denominación de Origen</u>	7
<u>1.2.3 Uva Moscatel</u>	7
<u>1.2.4 Destilado</u>	8
<u>1.2.5 grado alcohólico</u>	8
<u>1.3 ALCOHOLES Y SUS PROPIEDADES</u>	9
<u>1.3.1 Identificación de Alcoholes</u>	10
<u>1.4 CROMATOGRAFÍA GASEOSA</u>	14
<u>1.4.1 Muestra Patrón</u>	15
<u>1.4.2 Estándar Interno</u>	15
<u>CAPITULO 2: METODOLOGIA</u>	16
<u>2 CROMATOGRAFÍA GASEOSA</u>	17
<u>2.1 TÉCNICA</u>	17
<u>2.1.1 Ventajas del Método</u>	17
<u>2.1.2 Desventajas del Método</u>	18
<u>2.2 SISTEMA CROMATOGRÁFICO</u>	18
<u>2.2.1 Gas Portador</u>	18
<u>2.2.2 Sistema de Inyección</u>	19
<u>2.2.3 Sistema de Regulación de Flujo</u>	20
<u>2.2.4 Columna y Horno</u>	20
<u>2.2.5 Detector</u>	21

<u>2.2.6 Cromatograma</u>	22
<u>2.2.7 Teoría del Plato Teórico</u>	23
<u>2.2.8 Teoría Cinética</u>	25
<u>2.3 METODOLIAS PARA ANÁLISIS CUANTITATIVO</u>	23
<u>2.3.1 Estándar Externo</u>	27
<u>2.3.2 Estándar Interno</u>	27
<u>2.3.3 Normalización</u>	28
 <u>CAPÍTULO 3: DESARROLLO EXPERIMENTAL</u>	 29
<u>3 PARTE EXPERIMENTAL</u>	30
<u>3.1 TOMA DE MUESTRA</u>	30
<u>3.2 MATERIALES Y EQUIPOS</u>	30
<u>3.2.1 Materiales</u>	30
<u>3.2.2 Equipos</u>	31
<u>3.3 REACTIVOS Y SOLUCIONES</u>	32
<u>3.3.1 Reactivos</u>	32
<u>3.3.2 Soluciones</u>	32
<u>3.4 DESARROLLO EXPERIMENTAL</u>	33
<u>3.4.1 Preparación de Solución Stock</u>	33
<u>3.4.2 Preparación de Estándar Interno</u>	33
<u>3.4.3 Preparación de Solución de Calibración</u>	33
<u>3.4.4 Preparación de Solución Hidro – Alcohólica</u>	33
<u>3.4.5 Preparación de Muestra</u>	34
<u>3.5 CÁLCULOS</u>	34
<u>3.5.1 Cálculos para Solución Stock</u>	34
<u>3.5.2 Cálculos para Solución Estándar Interno</u>	35
<u>3.5.3 Cálculos para Solución Hidro – Alcohólica</u>	35
<u>3.5.4 Cálculos para Solución de Calibración</u>	35
<u>3.5.5 Cálculos para solución de Muestra</u>	36
<u>3.6 INYECCIÓN EN CROMATÓGRAFO DE GASES</u>	37
<u>3.7 EXPRESIÓN DE CÁLCULOS</u>	43
<u>3.7.1 Cálculos del Factor de Respuesta</u>	43
<u>3.7.2 Cálculos de la Concentración de Analito en la Muestra Moscatel</u>	44
<u>3.7.3 Cálculos de la Concentración de Analito en la Muestra Pedro Jiménez</u>	45
<u>3.8 RESUMEN DE RESULTADOS</u>	47
<u>3.8.1 Muestra Moscatel de Alejandría</u>	47
<u>3.8.2 Muestra Pedro Jiménez</u>	48

<u>DISCUSIÓN</u>	49
<u>CONCLUSION</u>	51
<u>BIBLIOGRAFÍA</u>	52
<u>ANEXO 1</u>	53
<u>ANEXO 2</u>	54
<u>ANEXO 3</u>	55

ÍNDICE DE TABLAS

<u>2-1</u>	<u>Datos usuales de las columnas</u>	21
<u>3-1</u>	<u>Materiales</u>	31
<u>3-2</u>	<u>Gramos de alcoholes masados</u>	34
<u>3-3</u>	<u>Resultados de inyección solución de calibración</u>	39
<u>3-4</u>	<u>Resultados de inyección muestra Moscatel</u>	41
<u>3-5</u>	<u>Resultados de inyección muestra Pedro Jiménez</u>	43
<u>3-6</u>	<u>Resumen de Resultados</u>	47

ÍNDICE DE FIGURAS

<u>1-1</u>	<u>Contenedores de Pisco</u>	5
<u>1-2</u>	<u>Pisco 40° Reservado</u>	7
<u>1-3</u>	<u>Uva Moscatel de Alejandría</u>	8
<u>1-4</u>	<u>Alcohómetro</u>	9
<u>1-5</u>	<u>Estructura del Metanol</u>	10
<u>1-6</u>	<u>Estructura del 1 Propanol</u>	11
<u>1-7</u>	<u>Estructura del Acetato de Etilo</u>	11
<u>1-8</u>	<u>Estructura del Isobutanol</u>	12
<u>1-9</u>	<u>Estructura del 1 Butanol</u>	12
<u>1-10</u>	<u>Estructura del 1 Pentanol</u>	13
<u>1-11</u>	<u>Estructura del 3 Metil – 1 Butanol</u>	13
<u>1-12</u>	<u>Estructura del 2 Metil – 2 Butanol</u>	14
<u>1-13</u>	<u>Esquema cromatografía gaseosa</u>	15
<u>2-1</u>	<u>Cámara de inyección</u>	19
<u>2-2</u>	<u>Detector FID</u>	22
<u>2-3</u>	<u>Cromatograma entregado por el equipo cromatográfico</u>	23
<u>2-4</u>	<u>Esquema simplificado de una columna cromatográfica</u>	24
<u>2-5</u>	<u>Ilustración de multipasos</u>	25
<u>2-6</u>	<u>Comparación de difusión molecular</u>	26
<u>2-7</u>	<u>Esquema regresión lineal</u>	27
<u>3-1</u>	<u>Cromatograma de gases solución de calibración</u>	38
<u>3-2</u>	<u>Cromatograma de gases muestra Moscatel de Alejandría</u>	40
<u>3-3</u>	<u>Cromatograma de gases muestra Pedro Jiménez</u>	42

SIGLA Y SIMBOLOGÍA

°C	Grados Celcius.
°GL	Grados Gay-Lussac, Grados alcohólicos.
g/ml	Gramos por mililitro.
g/mol	Gramos mol, Masa Molar, masa por unidad de cantidad de sustancia.
CGL	Cromatografía Gas Líquido.
CGS	Cromatografía Gas Sólido.
CG	Cromatografía Gaseosa.
FE	Fase Estacionaria.
FM	Fase Móvil.
E.I	Estándar Interno, Analito utilizado como referente en una muestra para la identificación y cuantificación de sus componentes.
0	Punto de inyección.
t_m	Tiempo muerto.
t_r	Tiempo de retención no recogido.
t_r	Tiempo retención recogido.
W_b	Ancho de la base del pico.
H	Altura del pico.
$W_{b/2}$	Ancho del pico a media altura.
K	Coeficiente de reparto.
C1	Concentración del soluto en Fase Líquida o fase Estacionaria.
C2	Concentración del soluto en Fase Móvil.
L	Longitud de la columna.
F1	Factor común.
A	Área del pico cromatográfico.
W	Concentración del patrón (analito).
Fr	Factor de respuesta, coeficiente de referencia calculado a base de razones de áreas y peso (concentración) entre el analito y el estándar interno.
Conc.	Concentración de una solución.
A_i	Área del analito.
A_s	Área del Estándar interno.
W_s	Peso (concentración) Estándar interno.
W_i	Peso (concentración) Analito.
mg	Miligramo.
ml	Mililitro.
μg	Microgramo.

ppm	Partes por millón.
g	Gramos.
PSI	Medida de presión, Libra de fuerza por pulgada cuadrada.
V/V	volumen/volumen, Unidad de concentración de un analito liquido en una solución líquida.
mm	Milímetros.
m	Metro.
µl	Microlitro.

INTRODUCCIÓN

El alcohol es conocido mundialmente por la población debido a sus diversas utilidades, tanto en la vida cotidiana como en los procesos industriales. Es un compuesto químico orgánico que posee un grupo hidroxilo (-OH) sustituyendo a un hidrógeno que se encuentra enlazado a un átomo de carbono.

En Chile existe una gran actividad vinícola. Dicha actividad es todo el proceso que se realiza a la uva para la obtención de alcoholes fermentados a partir de ella. Estos procesos tienen diversas etapas, partiendo desde la plantación y finalizando en el embotellado. Dentro de ellos se pueden destacar los más importantes de toda la cadena de producción como lo son el *macerado*, *fermentado* y *destilado*.

En este trabajo se detalla específicamente el último proceso nombrado (destilado) ya que se trabaja con una muestra obtenida por medio de esta. La muestra fue extraída de una hacienda vinícola ubicada en la cuarta región de Coquimbo, la Hacienda Mal Paso, la que realiza la propia elaboración desde los inicios (plantación) del pisco, el que lleva su mismo nombre, Mal Paso.

La Hacienda Mal Paso está ubicada en la cuarta región de Coquimbo, en la comuna de Ovalle y en la localidad de Huamalata. Es una hacienda que posee una capacidad de producción de 15 millones de kilos de uva, de los cuales 9,5 son destinados para la elaboración de pisco y 5,5 para vino de venta a granel a otras empresas.

En esta empresa se realiza el proceso de destilación por medio de alambiques de cobre para la obtención del pisco, además de contar con la mayor tecnología posible para que el proceso de producción sea rápido, eficaz y eficiente, pero sin dejar de lado la nota artesanal que lo destaca dentro de los piscos de la zona.

ALCANCE

Este trabajo se llevará a cabo entre los meses de Septiembre y Noviembre del 2014, en las dependencias de la Universidad Técnica Federico Santa María, Sede José Miguel Carrera, específicamente en los laboratorios de Química que se encuentran en esta dependencia.

Solamente se realizarán los análisis cromatográfico correspondientes para lograr obtener un perfil alcohólico del corazón del destilado de una cepa Moscatel de Alejandría y Pedro Jiménez, no se observará el proceso completo de la elaboración de este pisco.

JUSTIFICACIÓN

Como bien se sabe, en la actualidad es de suma importancia que cada empresa cuente con respaldos de la composición y procesos de cada uno de los productos que elabora, este tipo de información sólo puede realizarse si se cuenta con los instrumentos y personal adecuados para hacerlo, en este caso, la asistencia de un laboratorio, es por eso que se necesita realizar un análisis cromatográfico para determinar el perfil alcohólico de su producto.

Es por este motivo que se decide realizar el trabajo con muestras de esta empresa, ya que no posee dicha información debido a que no cuenta con los instrumentos adecuados ni el personal capacitado, además de eso, este tipo de información no es obligatoria, pero sí de suma importancia ante cualquier eventualidad de reclamo o insatisfacción por parte del consumidor ante las autoridades.

Además, de esta experiencia el alumno puede adquirir nuevos conocimientos y prácticas en el uso de la técnica cromatográfica de gases en una matriz alcohólica.

OBJETIVOS

OBJETIVOS GENERALES

Como objetivo general, en este trabajo se busca desarrollar un perfil de alcoholes superiores para un destilado de uva Moscatel de Alejandría y Pedro Jiménez, utilizada para la elaboración de pisco Mal Paso, por medio de la técnica cromatográfica en fase gaseosa. Las muestras fueron seleccionadas desde la misma planta pisquera Hacienda Mal Paso, ubicada en la comuna de Ovalle cuarta región, con la ayuda del jefe de laboratorio de la planta Rodrigo Collao.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Realización de patrones de alcoholes superiores para ser leídos posteriormente en el cromatógrafo de gases.
- ✓ Identificar los componentes encontrados en la muestra.
- ✓ Calcular las concentraciones de cada analito encontrado en la muestra.
- ✓ Realizar el informe, desarrollando un perfil alcohólico de la muestra de destilado.

CAPITULO 1: ANTECEDENTES GENERALES

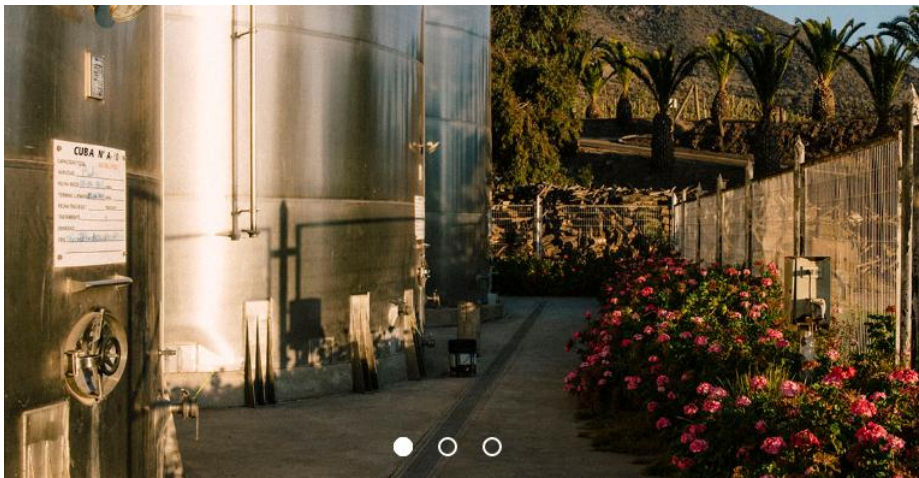
1 **GENERALIDADES**

1.1 **HACIENDA MAL PASO**

La Sociedad Agrícola Hacienda Mal Paso, constituye una de las cinco empresas Prohens, agrupadas en un holding llamado Prosom S.A., el cual constituye la cabeza central de cada una de ellas. Prohens es un grupo familiar con más de 90 años de experiencia en la producción y exportación de uva de mesa, palta, otros cultivos menores, vinos, alcoholes y pisco. Agrícola Mal Paso es la empresa que concentra todo el proceso industrial de vinos y alcoholes.

En el año 2002 la planta de alcoholes comenzó con una reestructuración privilegiando tecnología de última generación aplicada en procesos tales como recepción, molienda, prensado, flotación, fermentación, guarda de vinos, destilación y guarda de alcoholes. Todo esto con el fin de obtener un producto de alta calidad tanto en vino base como alcohol.

La planta cuenta con una capacidad de procesamiento de 15 millones de kilos, de los cuales 9.5 millones son destinados a alcohol para pisco y 5.5 millones a vino a granel, ambos son vendidos a grandes empresas pisqueras y vineras. Uno de los últimos desafíos de la empresa fue desarrollar un pisco Premium de calidad incomparable denominado MAL PASO ^[3].



Fuente: <https://www.provalle.com//malpaso/>

Figura 1-1 Contenedores de pisco, fundo Huamalata S/N, Ovalle, Valle del Limarí, IV Región.

1.2 **DEFINICIONES DE PISCO Y ALCOHOLES**

1.2.1 Pisco

El pisco es una bebida alcohólica que pertenece a una variedad de aguardiente de uvas. Es un producto que posee denominación de origen en Chile. El pisco se obtiene por medio de la destilación de vinos genuinos potables de ciertos vides (uvas), en las regiones Chilenas de Atacama y Coquimbo (III y IV región), plantadas en las regiones nombradas.

Para la elaboración del pisco sólo se pueden utilizar alcoholes de vino provenientes de algunas especies de Vitis vinífera las cuales sólo deben provenir de plantaciones en zonas pisqueras. Las vides utilizadas son las siguientes:

- Moscatel de Alejandría o uva Italia
- Moscatel rosada o pastilla
- Toronel
- Moscatel de Austria
- Pedro Jiménez
- Moscatel blanca o temprana
- Chasselas Musque vrai
- Moscatel Amarilla
- Moscato de Canelli
- Moscatel de Frontignan
- Moscatel de Hamburgo
- Moscatel Negra
- Muscat Orange



Fuente: <https://www.malpasso.cl/home/>

Figura 1-2 Pisco 40° reservado, elaborado con uva Moscatel de Alejandria.

1.2.2 Denominación de origen

Es la denominación reservada por la ley para designar exclusivamente al pisco en reconocimiento de sus especialidades características derivadas fundamentalmente de los factores naturales y humanos tradicionales, propios e inherentes a su origen geográfico.

Esta denominación de origen “pisco” y su utilización en el mercado, posee una gran controversia entre Chile y Perú, ya que Perú considera que dicho nombre tiene una relación estrecha con el espacio geográfico donde comenzó a producirse en ese país (localidad de Pisco) que existe desde la época precolombina. Por su parte, Chile sostiene que el término es igualmente aplicable a la bebida destilada producida a partir de uvas en su territorio, en el cual hay una zona geográfica que fue delimitada legalmente en 1931 para usar la denominación (antes de que lo hiciera Perú) y en donde existe una localidad que utiliza dicho nombre desde 1936, llamada Pisco Elqui. ^[4]

1.2.3 Uva moscatel

La uva moscatel es una variedad de uva que puede presentarse de color blanco o morada, posee un grano redondo y muy liso, con un dulzor muy intenso. Su origen es de Alejandría.



Fuente: <https://www.provalle.com/>

Figura 1-3 Uva Moscatel de Alejandría

Este tipo de uva es de una variedad del tipo blanca de maduración media, y posee una gran utilidad. Es considerada procedente del mediterráneo, y para lograr su mejor crianza necesita sol, tierra muy húmeda e influencia marítima.

Para la elaboración de vinos (VINICULTURA), se adapta a cualquier tipo de suelo, aunque se obtienen de mejor calidad en terrenos de pendiente suave y cantos rodados.

Respecto al clima, mientras más cercana al mar se encuentre la plantación, mejor será el resultado.

1.2.4 Destilado

Es el resultado de una operación llamada destilación, en la cual se realiza un proceso de separación de componentes mediante la vaporización y condensación. Los elementos pueden ser líquidos, sólidos disueltos en líquidos o gases licuados de una mezcla.

1.2.5 Grado alcohólico

La graduación alcohólica, Es el número de unidades de volumen de alcohol presentes por 100 unidades de volumen de producto a 20°C.

En Latinoamérica suele ocuparse la medida °GL en honor al sabio Joseph Gay-Lussac, quien inventó el alcoholómetro que se utiliza para la medición de alcohol en un líquido determinado. De todas formas, °GL o Volúmenes (Vol) son la misma cosa.

A cada unidad de porcentaje de alcohol en el volumen total le corresponde un grado en la escala alcohólica, lo que nos indica que por ejemplo si en un licor, en este caso pisco, nos dice su etiquetado que posee 35°GL, lo que compone al pisco son 35 mililitros de alcohol por cada 100 mililitro de pisco. ^[7]



Fuente: https://es.wikipedia.org/wiki/Graduacion_alcoholica

Figura 1-4 Alcohómetro, Desarrollado por Gay Lussac

1.3 ALCOHOLES Y SUS PROPIEDADES

Químicamente se denomina alcohol a aquellos compuestos químicos orgánicos que contienen un grupo hidroxilo (-OH) en sustitución de un átomo de hidrogeno enlazado de forma covalente a un átomo de carbono. Además este carbono debe estar saturado, es decir, debe tener solo enlaces simples a otros átomos, esta característica diferencia los alcoholes de los fenoles.

Si contienen varios grupos hidroxilos se denominan polialcoholes. Los alcoholes pueden ser primarios, secundarios o terciarios, en función del número de átomos de hidrogeno sustituidos en el átomo de carbono en el que se encuentra enlazado el grupo hidroxilo.

Suelen ser líquidos incoloros de olor característico, solubles en agua en proporciones variables y menos densas que ella. Al aumentar la masa molecular, aumentan sus puntos de fusión y ebullición, pudiendo ser sólidos a temperatura ambiente como el pentaeritrol que se funde a los 260°C.

A diferencia de los alcanos de los cuales derivan, el grupo funcional hidroxilo permite que la molécula sea soluble en agua y le permite formar enlaces de hidrogeno. La solubilidad de la molécula depende del tamaño y forma de la cadena alquílica, ya que

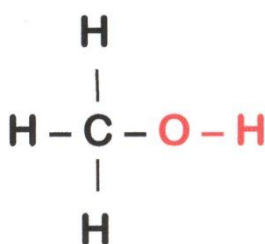
a medida que la cadena alquílica sea más larga y más voluminosa, la molécula tendera a parecerse más a un hidrocarburo y menos a la molécula de agua, por lo que su solubilidad será mayor en disolventes apolares, y menos en disolventes polares. Algunos alcoholes tienen una densidad mayor que la del agua, principalmente los polihidroxílicos y con anillos aromáticos. ^[8]

1.3.1 Identificación de alcoholes

Para la realización de este trabajo se realizó la solución patrón con los mismos alcoholes que se buscan identificar y cuantificar en la muestra de pisco Mal Paso. Estos alcoholes son el metanol, 1-propanol, acetato de etilo, 2-metil-1-propanol, 1-butanol, 3-metil-1-butanol, 1-pentanol y 2-metil-2-butanol.

a) Metanol: Conocido también como alcohol de madera o alcohol metílico, es el más sencillo, a temperatura ambiente se presenta como liquido ligero, incoloro, inflamable y toxico, utilizado como disolvente y combustible

- Densidad: 0.7918 g/ml
- Punto de fusión: -97°C
- Punto de ebullición: 65°C
- Masa molar: 32.04 g/mol

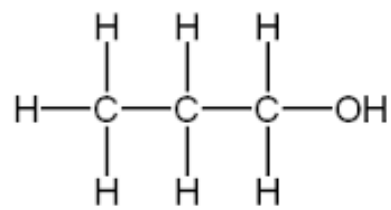


Fuente: <https://es.wikipedia.org/wiki/Metanol>

Figura 1-5 Estructura del Metanol

b) 1-propanol: Alcohol incoloro, muy miscible con el agua. Comúnmente llamado. Propanol o alcohol propílico. Es utilizado como anticongelante, en lacas, hule, aceites esenciales y tintas de secado rápido

- Densidad: 0.79 g/ml
- Punto de fusión: -126°C
- Punto de ebullición: 97°C
- Masa molar: 60 g/mol

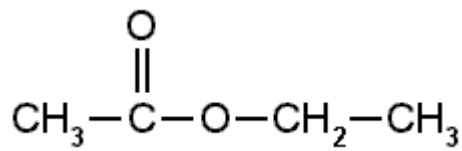


Fuente: <https://es.wikipedia.org/wiki/1-Propanol>

Figura 1-6. Estructura del 1 Propanol

c) Acetato de etilo: También llamado etanoato de etilo, es un éster, su nombre antiguo es éter de vinagre, es un líquido incoloro, no residual. Es miscible con hidrocarburos, cetonas alcoholes y esteres y es muy poco soluble en agua. Se emplea en arte como disolvente universal.

- Densidad: 0.9 g/ml
- Punto de fusión: -84°C
- Punto de ebullición: 77°C
- Masa molar: 88.11 g/mol

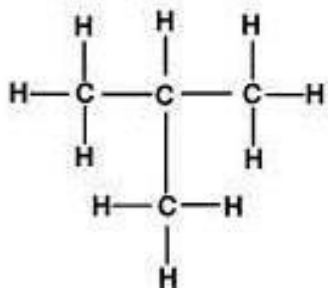


Fuente: https://es.wikipedia.org/wiki/Etanoato_de_etilo

Figura 1-7 Estructura Acetato de Etilo

d) 2-metil-1-propanol: También llamado isobutanol o metilpropan-1-ol, es un alcohol derivado del metilpropano, isómero del metil-2-propanol, 1-butanol y 2-butanol.

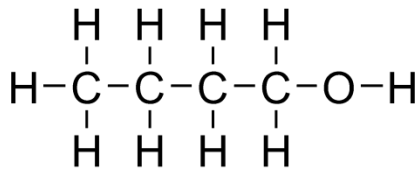
- Densidad: 0.8098 g/ml
- Punto de fusión. -89°C
- Punto de ebullición: 118°C
- Masa molar: 74.121 g/mol



Fuente: <https://es.wikipedia.org/wiki/Isobutanol>
Figura 1-8. Estructura del Isobutanol

e) 1-butanol: También llamado butan-1-ol, los isómeros de este compuesto son el butan-2-ol, metilpropan-2-ol y el metilpropan-1-ol. Es un subproducto de la fermentación de azúcares y otros carbohidratos.

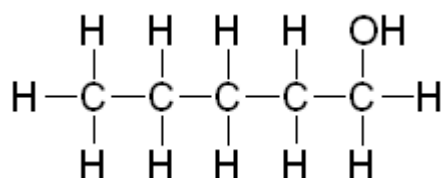
- Densidad: 0.8098 g/ml
- Punto de fusión: -89°C
- Punto de ebullición: 118°C
- Masa molar: 74.121 g/mol



Fuente: <https://es.wikipedia.org/wiki/Butan-1-ol>
Figura 1-9. Estructura del 1 Butanol

f) 1-pentanol: También llamado pentan-1-ol o alcohol amílico normal, es u alcohol liquido e incoloro de olor desagradable.

- Densidad: 0.8144 g/ml
- Punto de fusión: -78°C
- Punto de ebullición: 138°C
- Masa molar: 88.15 g/mol

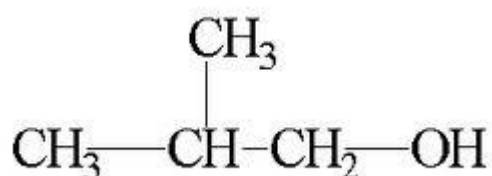


Fuente: Wikipedia

Figura 1-10. Estructura 1 Pentanol

g) 3-metil-1-butanol: También llamado alcohol iso-amílico, es un líquido incoloro de un olor característico.

- Densidad: 0.809 g/ml
- Punto de fusión: -117.2°C
- Punto de ebullición. 131°C
- Masa molar: 88.15 g/mol

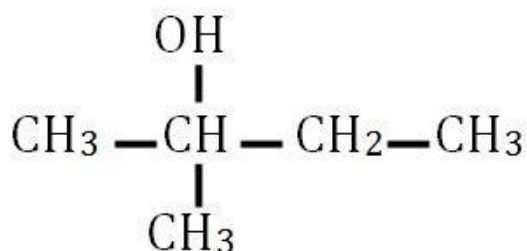


Fuente: Wikipedia

Figura 1-11. Estructura de 3 Metil 1Butanol

h) 2-metil-2-butanol también llamado alcohol terc-amilo (TAA), es un pentanol utilizado principalmente como disolvente farmacéutico. Es un componente traza en la fermentación de etanol, es un líquido incoloro con un olor acre de alcanfor, soluble en agua y otros solventes orgánicos.

- Densidad: 0.805 g/ml
- Punto de fusión: -9°C
- Punto de ebullición: entre 101 a 103°C
- Masa molar: 88.15 g/mol



Fuente: Wikipedia

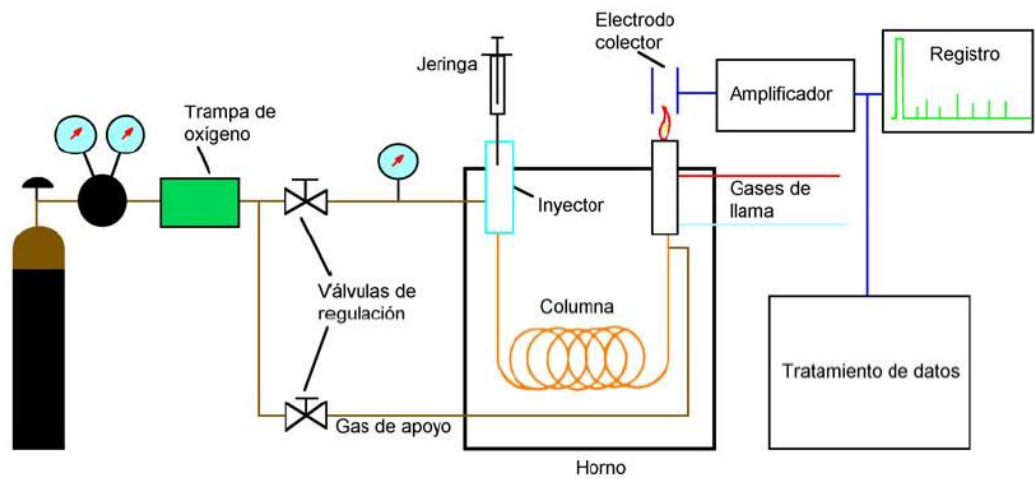
Figura 1-12 Estructura del 2 Metil 2 Butanol

1.4 CROMATOGRAFÍA GASEOSA

En este trabajo se utilizará la técnica de cromatografía en fase gaseosa.

La cromatografía en fase gaseosa es una técnica analítica ampliamente utilizada para la identificación, separación y cuantificación de componentes en una mezcla.

Esta técnica se basa en las diferencias de migración que presentan los distintos componentes de una mezcla al ser arrastrados por un gas inerte (FASE MÓVIL), el cual transporta el analito por un tubo relleno de un material adecuado para cada cromatografía, a este relleno se le llama FASE ESTACIONARIA.



Fuente:Documento de apoyo docente, PDF cromatografía gaseosa
Figura 1-13. Esquema cromatografía gaseosa

Esta técnica analítica tiene gran potencial ya que mediante ella se pueden analizar muestras a nivel trazas, lo que favorece a aquellos análisis en los cuales la muestra es muy pequeña.

En este trabajo se dará uso de esta técnica por su gran capacidad de identificación y cuantificación de componentes, que en este caso serán alcoholes. Para realizar aquello se procederá a analizar previamente una muestra **patrón** la cual contiene todos aquellos alcoholes que se quieren identificar y cuantificar en la muestra, luego se analizará la muestra y con los resultados obtenidos de ambos análisis, por medio de un cálculo matemático, se determinará la concentración de cada uno de sus alcoholes encontrados, para dar paso a la elaboración del perfil alcohólico del pisco Mal Paso.

1.4.1 Muestra patrón

Solución patrón o solución estándar, es el término analítico que se da a una solución que posee un analito de concentración conocida y es utilizado como referencia para un análisis.

1.4.2 Estándar interno

Es un analito que se agrega tanto a la muestra como a la solución de calibración, con fines de referencia para tener un componente en común, y de esa manera lograr tener una comparación respecto de la solución de calibración.^[1]

CAPÍTULO 2: METODOLOGÍA

2. CROMATOGRAFIA GASEOSA

2.1 TÉCNICA

La técnica utilizada en este trabajo es una que se utiliza ampliamente para la identificación, separación y cuantificación de diversos componentes que pueda tener una mezcla (muestra), esta técnica es la llamada CROMATOGRAFÍA GASEOSA (CG).

La cromatografía gaseosa es una técnica que se basa principalmente en la diferencia de velocidades de migración que poseen los analitos en una muestra, esta muestra es arrastrada por un gas inerte, llamado FASE MÓVIL (FM), a través de un tubo relleno de un material adecuado para cada cromatografía, llamada FASE ESTACIONARIA (FE).

Con la utilización de esta técnica se pueden analizar muestras del tipo gaseosas, líquidas y solidas que sean capaces de vaporizarse por debajo de 0°C hasta los 450°C, o para cualquier sustancia que pueda calentarse ofreciendo una presión de vapor de unos 30mm de mercurio sin que esta muestra se descomponga.

Dentro de la cromatografía gaseosa podemos encontrar varios tipos de esta, esto dependerá únicamente de su fase estacionaria. Si la FE es un líquido que se dispersa sobre un sólido entonces se denomina cromatografía GAS-LÍQUIDO (C.G.L), si por el contrario, la FE es un sólido la cromatografía se llama cromatografía GAS-SÓLIDO (C.G.S).^[2]

2.1.1 Ventajas del Método

- Rapidez: La determinación de un análisis cromatográfico puede tardar entre 5 y 10 minutos aproximadamente.
- Simplicidad: Si bien no es completamente necesario conocer en su totalidad la teoría del método, si es fundamental poseer conocimientos básicos del equipo para así lograr un provecho máximo de este.
- Versatilidad: Las separaciones de los analitos se pueden modificar notablemente dependiendo de la FE escogida y las condiciones cromatográficas empleadas.
- Sensibilidad: La sensibilidad que posee este equipo es considerablemente alta, ya que se pueden llegar a detectar partes por billón (ppb) y las cantidades del analito inyectadas pueden llegar a ser menor a 1 microlitro (µl).

2.1.2 Desventajas del Método

- La muestra utilizada debe ser volátil.
- Se requiere de una instrumentación especial para la identificación de los componentes de la muestra.
- Para el empleo de técnicas especiales, se requiere un entrenamiento previo.
- Existen algunos compuestos que no pueden ser analizados mediante este método.
- Compuestos que posean peso molecular muy elevado (mayor a 600 g/mol).
- Compuestos muy polares y no volátiles, como azúcares, aminoácidos y nucleótidos.
- Compuestos iónicos – sales.

2.2 SISTEMA CROMATOGRÁFICO

El sistema (equipo) de cromatografía gaseosa cuenta con las siguientes piezas:

- Cilindro del gas portador.
- Control de flujo y regulador de presión.
- Inyector.
- Columna y Horno.
- Detector.
- Registrador.

2.2.1 Gas Portador

El gas portador es un gas que se encuentra almacenado a alta presión en un cilindro es también llamado FM, hay 3 tipos de gases portadores que son los más utilizados: Hidrógeno, Helio y Nitrógeno. Para que puedan ser un gas portador deben cumplir con los siguientes requisitos: ^[2]

- Inerte: No debe reaccionar por ningún motivo con la muestra.
- Pureza: No debe poseer impurezas, ya que están serían detectadas por el cromatógrafo
- Bajo costo: Su adquisición debe ser fácil y además debe ser económico.
- Baja difusión: Debe ser capaz de minimizar la difusión gaseosa.

El Flujo del gas portador es una importancia muy alta ya que la eficiencia de la columna va relacionada con este. El gas puede ser medido mediante un manómetro de burbuja y un cronometro, a la salida de la columna.

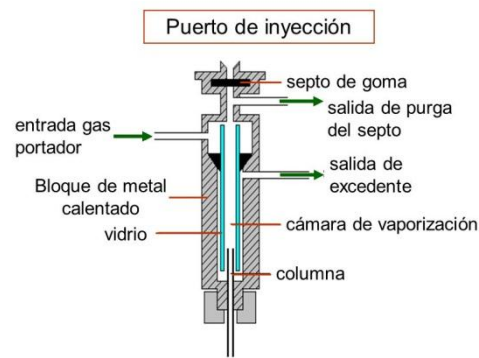
2.2.2 SISTEMA DE INYECCIÓN

Para poder introducir la muestra al cromatógrafo de gases pueden emplearse dos formas, una es utilizando las válvulas de muestreo (utilizadas generalmente para muestras gaseosas) o la más común, traspasando un diafragma de un elastómero mediante una micro jeringa.

El inyector permite la inyección de una muestra líquida, solida o gaseosa al sistema de cromatografía y la evaporación de la muestra solida o liquida.

La muestra debe introducirse y evaporarse casi en forma instantánea, así mismo debe ser arrastrada por la FM, ya en forma de vapor, hasta la columna con un mínimo de ensanchamiento. ^[5]

- a) Inyección Vía Jeringa: Una micro-jeringa atraviesa un diafragma de caucho, el cual se encuentra posicionado al comienzo de la columna, al inyectar la muestra esta debe ser vaporizada casi instantáneamente para que el gas portador la pueda trasladar hacia la columna cromatográfica. La constitución de la cámara de inyección es de un diafragma, un tubo metálico que se dirige a la columna, una resistencia de calefacción y envoltura aislante y de una entrada para el gas portador. ^[2]



Fuente: Wikipedia

(https://es.wikipedia.org/wiki/Cromatograf%C3%ADa_de_gases#/media/Archivo:Inyector_gc.png)

Figura 2-1. Cámara de Inyección

2.2.3 Sistema de regulación de flujo

Para lograr la medición del gas portador se emplean rotámetros y medidor de burbujas de jabón. Los primeros si bien son más cómodos, son más imprecisos, aunque se encuentren calibrados, ya que el flotador de este se va desgastando con su utilización y se contamina con los componentes que van saliendo de la columna.

Más utilizado es el medidor de burbujas de jabón, que da valores bastante precisos y es de fácil construcción, se utiliza en conjunto con un manómetro.

2.2.4 Columna y Horno

Seguido del sistema de inyección se encuentra la columna, la cual puede ser elaborada de cobre, acero inoxidable, aluminio o vidrio. Con relación a la inercia que poseen frente a los diferentes solutos utilizados, las de mayor uso son las de vidrio y acero inoxidable.

La columna es el corazón del cromatógrafo, ya que la separación de los componentes de la muestra se lleva a cabo en ella.

Para las cromatografías C.G.L existen columnas capilares y rellenas. Las capilares son columnas, tubos de pequeño diámetro, cuyas paredes interiores están recubiertas por una fina película de una fase líquida. Las columnas rellenas a diferencia de las capilares poseen un sólido sobre el cual se deposita una delgada capa de una fase líquida. Estas columnas pueden ser construidas de vidrio, metal o plástico y se encuentran enrolladas en espiral para que se ajusten al tamaño del horno del cromatógrafo. ^[5]

Para lograr una buena resolución se deben tomar en cuenta los siguientes factores:

- Soporte
- Fase líquida y porcentaje de esta
- Método de relleno
- Longitud de la columna
- Temperatura

Siendo la fase líquida y su porcentaje más la longitud de esta columna las que influyen en el tamaño de la muestra que se puede inyectar en ellas.

Tabla 2-1. Datos usuales de las columnas.

DETALLE	COLUMNAS RELLENAS (EMPAQUETADAS)		COLUMNAS CAPILARES
	ANALITICAS	PREPARATIVAS	
Diámetro	1/16 '' - 1/4 '' de 2 – 6 mm Di.	¼'' - ¾'' de 6 – 500 mm Di	1/16'' de 0.1 – 0.5 mm Di
Longitud	2 – 10 m	2 – 6 m	10 – 100 m
Porcentaje de fase líquida	1 – 15%	20 – 30%	Película líquida de...
Tamaño de muestra	0.5 - 10µl	10 - 1000µl	0.004 – 0.5µl
Altura equivalente de un plato teórico	0.5 – 1 mm	1 – 5 mm	0.5 mm

La selección de la fase líquida (FE) dependerá de la naturaleza de los solutos que se desean separar de la muestra. Para lograr una separación buena, la fase líquida debe ser lo más parecida estructuralmente a la del soluto, por ejemplo, si se desean separar solutos polares, estos serán mejor separados por una FE polar, y viceversa. ^[5]

2.2.5 Detector

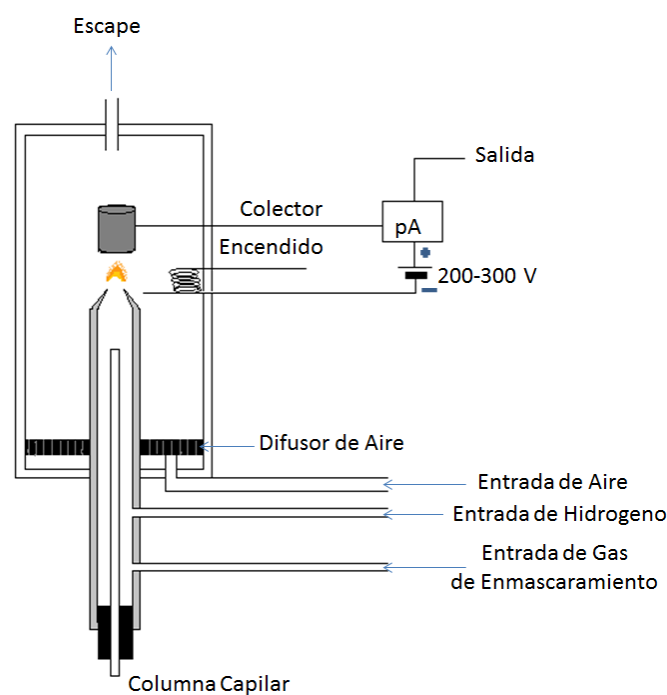
Luego de que la muestra pasara por la columna de fraccionamiento es llevada hacia un detector, en donde este es el encargado de detectar la señal que emite el compuesto (analito) para así identificarlo y cuantificarlo.

Existen varios tipos de detectores:

- Conductividad Térmica
- Ionización por llama (FID)
- Captura de electrones
- Detector termoiónico (NPD)
- Fotométrico de llama
- Fotoionización

El detector más utilizado es el detector de ionización por llama (FID), y por lo general todos los detectores deben tener una temperatura de 25°C por sobre la temperatura del horno. ^[6]

- **Detector de ionización por llama (FID):** Este detector opera según el principio de que la conductividad eléctrica de un gas es directamente proporcional a las partículas cargadas que hay en él. El efluente gaseoso que proviene de la columna se mezcla con hidrogeno y es quemado usando aire como comburente. Se producen iones y electrones que son colectados por un electrodo colector (ánodo), lo cual produce una corriente I , que es amplificada y registrada en un registrador como diferencia de voltaje

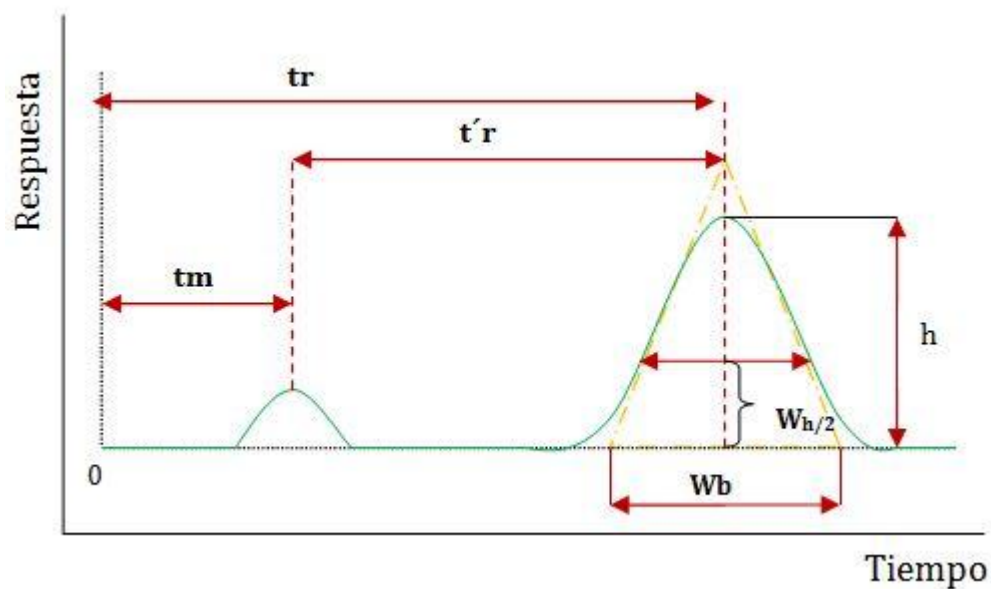


Fuente: Wikipedia la enciclopedia en línea, detector de ionización por llama

Figura 2-2. Detector FID

2.2.6 Cromatograma

El Cromatograma es el grafico dibujado que entrega el registrador y representa la señal dada por el detector en función del tiempo



Fuente: Documento pedagógico de Cátedra “apunte Histórico”

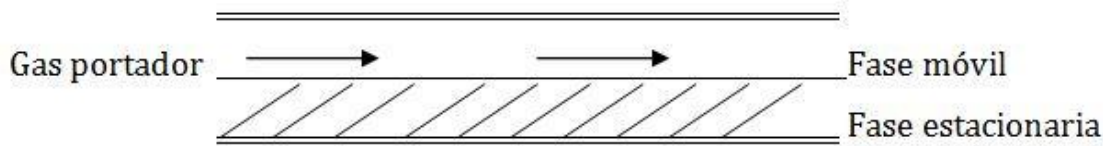
Figura 2-3. Cromatograma entregado por el equipo cromatográfico

En el Cromatograma anterior se pueden distinguir varios detalles y medidas

- 0 Punto de inyección
- t_m Tiempo muerto
- t_r Tiempo de retención no corregido
- t'_r Tiempo de retención corregido
- w_b Ancho de la base a la distancia entre las interacciones de las tangentes a los puntos de inflexión de la curva con la línea base
- h Altura del pico cromatográfico
- $w_{h/2}$ Ancho del pico cromatográfico a media altura

2.2.7 Teoría del Plato Teórico

Se considera la columna cromatográfica como un simple tubo relleno hasta cierto nivel, de un material denominado FE, la cual está depositada sobre un soporte, formando una delgada película, y por esta se hace pasar la muestra (analito) que es arrastrada por un gas portador. ^[9]



Fuente: Elaboración Propia

Figura 2-4. Esquema simplificado de una columna cromatográfica

La fase líquida debe tener una presión de vapor despreciable a la temperatura de trabajo. Si se introduce un compuesto cualquiera al sistema cromatográfico, éste será vaporizado en la cámara de inyección y arrastrado por el gas portador hasta la columna, donde disolverá en la fase líquida hasta que se establezca un equilibrio de acuerdo al coeficiente de partición del soluto que rige la distribución de éste en las fases líquida y móvil.

$$K = \frac{C1}{C2}$$

Dónde:

- K = Coeficiente de reparto.
- C1 = Concentración del soluto en la fase líquida o estacionaria.
- C2 = Concentración del soluto en la fase móvil.

De acuerdo a la teoría del plato teórico, la columna se considera dividida en un número de unidades iguales, denominadas “Platos Teóricos”. En cada una de estas secciones iguales en que se ha dividido la columna, se establece el equilibrio liquido – vapor. A lo largo de la columna se establecerán “N” equilibrios, siendo “N” igual al número de platos teóricos en que está dividida la columna.

$$N = 16 * \left(\frac{tr}{wb}\right)^2$$

Dónde:

- N = Numero de platos teóricos.
- tr = Tiempo de retención no corregido.
- wb = Ancho de la base del pico cromatográfico.

El número de platos teóricos puede ser calculado a partir del Cromatograma. A partir del número de platos teóricos y conociendo la longitud de la columna, se puede encontrar el valor de la altura equivalente a un plato teórico.

$$H = \frac{L}{N}$$

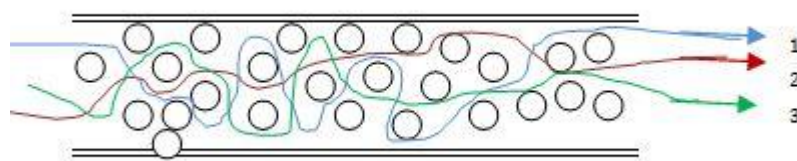
Dónde:

- L = Longitud de la columna

2.2.8 Teoría Cinética

Existen tres aspectos que pueden influir en la resolución del cromatógrafo, estos pasos son aquellos que dan ensanchamiento de banda y por ende puede que se superpongan unos picos, escondiendo otros. Estos factores son los “Multipasos”, “difusión molecular” y “Resistencia a la transferencia de masa”. [2]

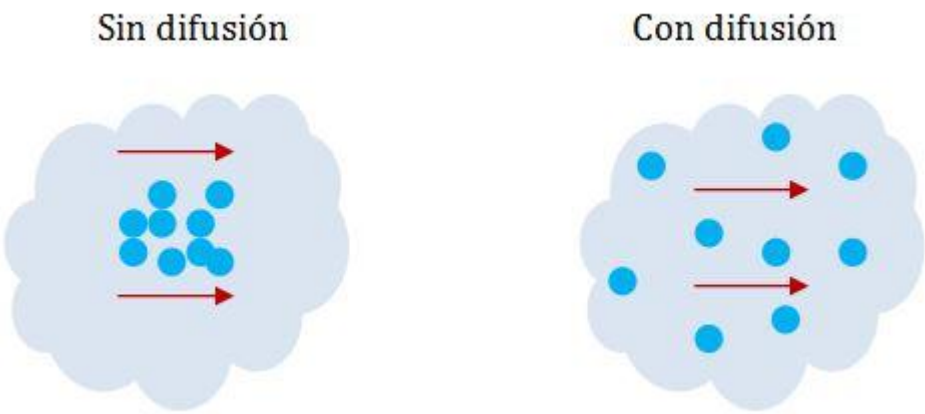
- a) Multipasos: Es un ensanchamiento de banda provocado por la dispersión que sufren las moléculas del soluto en virtud de los varios caminos que pueden tomar dentro de la columna, lo que conlleva a que algunas se demoren más tiempo en eluir.



Fuente: Propia

Figura 2-5. Ilustración de Multipasos

- b) Difusión Molecular: Se refiere a la dilución, dispersión de las moléculas de soluto en la fase gaseosa FM lo que provoca que el equilibrio tarde más tiempo en lograrse, para que siga avanzando la muestra y por ende retrase el tiempo de elución.



Fuente: Propia

Figura 2-6. Comparación de Difusión Molecular

- c) Resistencia a la transferencia de masa: Este fenómeno se presenta cuando la resistencia a la transferencia de masa es mayor en la fase líquida, es decir que la resistencia a la transferencia de masa en la fase gaseosa es menor, por ende tiene mayor interacción con la FM que con la FE como debería ser, provocando un retraso en el equilibrio en cada plato teórico

2.3 METODOLOGÍAS PARA ANÁLISIS CUANTITATIVO

Se basa en el hecho de que la cantidad de determinada sustancia es directamente proporcional al área del pico cromatográfico obtenido en el Cromatograma correspondiente a dicha sustancia.

Los métodos utilizados en esta técnica para sacar los cálculos correspondientes al analito son los siguientes:

- Estándar Externo
 - Estimación Puntual
 - Curva de Calibración
- Estándar Interno
- Normalización

2.3.1 Estándar Externo

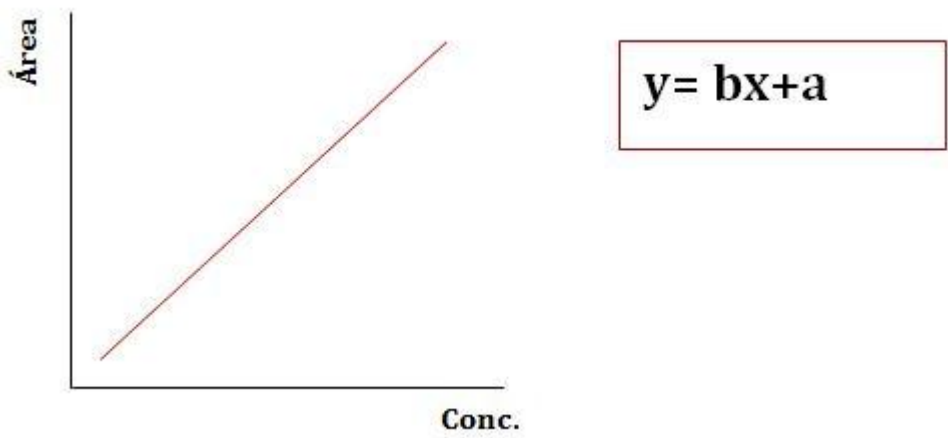
- a) Estimación Puntual: Se realiza un patrón del analito buscado para que sea inyectado y de esta forma poder obtener un factor común, para hacer la posterior relación con los datos de la inyección de la muestra.

$$f1 = \frac{A}{W}$$

Dónde:

- A = Área del pico del Cromatograma.
- W = Concentración del patrón (analito).

- b) Curva de Calibración: Se realiza una regresión lineal en donde se inyectan varias porciones del analito, que tienen distintas concentraciones, por separado, luego con estos resultados, se realiza una curva de calibración y con la ecuación de la recta más los datos de la muestra, se calcula la concentración.



Fuente: Wikipedia

Figura 2-7. Esquema Regresión Lineal

2.3.2 Estándar Interno

Es la aplicación de un analito que se encuentra ausente en la muestra pero debe ser parecido estructuralmente al analito buscado. Este cálculo se lleva a cabo por medio

de razones de áreas y de masas entre el estándar interno y el analito. Este método hace independiente la concentración con el volumen de inyección.

$$fr = \frac{Ai}{As} * \frac{Ws}{Wi}$$

Dónde:

- Ai = Área analito.
- As = Área E.I.
- Ws = Peso (concentración) E.I.
- Wi = Peso (concentración) analito

2.3.3 Normalización

El método establece que el porcentaje de áreas que entrega el Cromatograma es el mismo porcentaje en peso del compuesto en la muestra. Este método se utiliza para calcular la composición porcentual de una mezcla que tenga constituyentes que respondan de manera equivalente en el detector.

CAPÍTULO 3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

3 **PARTE EXPERIMENTAL**

3.1 **TOMA DE MUESTRA**

Para lograr un buen desarrollo de un análisis, es imprescindible que cada parte de él sea estructurada y lo más analíticamente protocolizada para que no ocurra ningún tipo de desorden o equivocación al realizarlo.

Para ello, es fundamental conseguir un orden y un cronograma sobre cómo y cuándo se realizara cada procedimiento.

Para la toma de muestras de este trabajo, se procedió de la siguiente manera:

- Esterilización de botellas contenedoras de muestra.
- Sanitificación de pipeta de alambique.
- Toma de directa del destilado en pipeta del alambique.
- Almacenaje con golpe de frío.

Luego de esto la muestra fue trasladada a la V región para ser analizada en el laboratorio de Química Analítica de la universidad. En ella se realizaron los siguientes procedimientos para la preparación de la muestra:

- Realización de solución stock de alcoholes superiores (metanol; 1-propanol; acetato de etilo; 2-metil-1-propanol; 1-butanol; 3-metil-1-butanol; 1-pentanol).
- Preparación del estándar interno (E.I. 2-metil-2-butanol).
- Preparación de la solución de calibrado.
- Preparación de la muestra con E.I.

3.2 **MATERIALES Y EQUIPOS**

3.2.1 **Materiales**

Para llevar a cabo este análisis se necesitó una serie de materiales rutinarios de un análisis químico de muestras. A continuación se detallan los materiales utilizados en este experimento:

Tabla 3-1: Materiales

Detalle	Cantidad	Especificación técnica
Matraz aforo	2	Matraz de aforo 100 ml
Matraz aforo	1	Matraz de aforo 50 ml
Matraz aforo	1	Matraz de aforo 500 ml
Matraz aforo	1	Matraz de aforo 200ml
Pinzas para Pipeta	3	-
Pizeta	1	-
Pipeta Aforada	3	Pipetas de aforo de: 2, 10, 20 ml
Pipeta Graduada	1	Pipeta graduada de 1 ml
Alcohómetro	1	Alcohómetro Gay Lussac
Termómetro	1	Termómetro 0° - 100 °C
Probeta	1	Probeta de 100 ml

3.2.2 Equipos

Para llevar a cabo este análisis se utilizaron únicamente dos equipos, el primero siempre de gran importancia es la balanza analítica, la que se utilizó en la elaboración de los estándares (solución stock) de modelo Sartorius ED 2245, con sensibilidad de 0.1 mg, y con una capacidad máxima de masado de 220 g.

La mantención de este equipo es de suma importancia para un laboratorio ya que es un punto crítico en la mayoría de los análisis y el desperfecto de esta provocaría un error sistemático difícil de detectar.

El otro equipo utilizado en el desarrollo experimental fue el Cromatógrafo de Gases Agilent Technologies 7890A con detector FID y columna capilar RTX20, el cual tiene la finalidad de dar a conocer la cuantificación de cada uno de los analitos presentes tanto en la muestra como en la solución de calibración.

Para este análisis se trabaja en el equipo con las siguientes condiciones cromatográficas:

- Temperatura horno inicial 35°C
- Temperatura horno final 90°C
- Tiempo inicial 5 minutos
- Tiempo final 5 minutos

- Velocidad calentamiento 10°C/minuto
- Temperatura inyector 180°C
- Temperatura detector 180°C
- Flujo gas portador 5 ml/minuto
- Columna Rtx-20 (capilar)
Crossbond 80% dimetil – 20% difenil
polisiloxano estable hasta los 310°C
- Gas portador He 1ml/min
- Presión gas portador 4 psi.

3.3 REACTIVOS Y SOLUCIONES

3.3.1 Reactivos

En este práctico se utilizaron como reactivo los siguientes analitos:

- Metanol grado P.A (Merck)
- 1 – Propanol grado P.A (Merck)
- Acetato de Etilo grado P.A (Merck)
- 2 - Metil - 1- Propanol grado P.A (Merck)
- 1 – Butanol grado P.A (Merck)
- 3 - Metil - 1 – Butanol grado P.A (Merck)
- 1 – Pentanol grado P.A (Merck)
- 2 - Metil - 2 – Butanol grado P.A (Merck)

3.3.2 Soluciones

A partir de los reactivos anteriores se procedió a realizar las siguientes soluciones:

- Solución Stock
- Solución de Calibración
- Solución de Estándar Interno
- Solución de Muestra
- Solución Hidro-alcohólica

3.4 DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.4.1 Preparación de Solución Stock

Se pesaron en un matraz de aforo de 100 ml y en balanza analítica (al 0,1 mg) las siguientes cantidades de cada reactivo:

- Metanol 0,9105g.
- 1 - Propanol 0,2064g.
- Acetato de Etilo 0,1656g.
- 2 - Metil - 1 - Propanol 0,5095g.
- 1 - Butanol 0,1025g.
- 3 - Metil - 1 - Butanol 0,5144g.
- 1 - Pentanol 0,1609g.

Luego de pesar estas cantidades de alcohol en el matraz, se afora con una solución Hidro-alcohólica al 40% v/v, y se refrigera hasta su uso.

3.4.2 Preparación de Solución de Estándar Interno

Para realizar el E.I se pesa en un matraz de aforo de 100 ml, y en una balanza analítica 0,25 g de 2 - Metil - 2 - Butanol, luego se afora con una solución Hidro-alcohólica al 40% v/v, y se refrigera hasta su uso.

3.4.3 Preparación de Solución de Calibración

Tomar una alícuota de 20 ml de Solución Stock y una de 10 ml de E.I (preparadas en el punto anterior)

Llevar a matraz de aforo de 200 ml y aforar con solución Hidro-alcohólica al 40 % v/v, luego refrigerar.

3.4.4 Preparación de Solución Hidro-alcoholica

En un matraz de aforo de 500 ml agregar una alícuota de 200ml de etanol y enrasar con agua destilada, mantener refrigerada para su uso como agua de dilución.

3.4.5 Preparación de Muestra

Tomar una alícuota de 2,5 ml de E.I y agregarla a un matraz de aforo de 50 ml.

Rellenar el matraz hasta su aforo con la muestra del destilado (en este caso Pisco Mal Paso).

3.5 CÁLCULOS

3.5.1 Cálculos para Solución Stock

A continuación se procederá a calcular las concentraciones correspondientes a cada analito en la solución Stock.

Tabla 3-2: Gramos de Alcoholes masados

ANALITO	GR. MASADOS	MILIGRAMOS
Metanol	0,9105	910,5
1-Propanol	0,2064	206,4
Acetato de Etilo	0,1656	165,6
2-Metil-1-Propanol	0,5095	109,5
1-Butanol	0,1025	102,5
3-Metil-1-Butanol	0,5144	514,4
1-Pentanol	0,1609	160,9

Para calcular los ppm (pastes por millón) de alcoholes mazados se realiza el siguiente cálculo:

$$\text{Ppm: } \frac{\text{mg de analito}}{\text{volumen del aforo (l)}} \times 1l$$

Cálculos:

Metanol	$= \frac{910,5}{0,1} \times 1 =$	9105 ppm
1-Pentanol	$= \frac{206,4}{0,1} \times 1 =$	2064 ppm
Acetato de Etilo	$= \frac{165,6}{0,1} \times 1 =$	1656 ppm
2-Metil-1-Propanol	$= \frac{509,5}{0,1} \times 1 =$	5095 ppm
1-Butanol	$= \frac{102,5}{0,1} \times 1 =$	1025 ppm
3-Metil-1-Butanol	$= \frac{514,4}{0,1} \times 1 =$	5144 ppm
1-Pentanol	$= \frac{160,9}{0,1} \times 1 =$	1609 ppm

3.5.2 Cálculos para Solución de Estándar Interno

De la misma forma anterior se calculan los ppm de 2-Metil-2-Butanol, (Estándar Interno) que se utilizaron. La cantidad de E.I masados para esta solución fue de 0,2607 g. (ó 260,7 mg) y fueron aforados en un matraz de 100 ml con solución Hidro-alcohólica

Cálculos

2-Metil-2-Butanol	$= \frac{260,7}{0,1} \times 1 =$	2607 ppm
-------------------	----------------------------------	----------

3.5.3 Cálculos para Solución Hidro-alcoholica

Para realizar esta solución se procede a tomar una alícuota de 200 ml de etanol al 95%, la cual fue transferida a un matraz de aforo de 500 ml y luego fue aforado con agua destilada.

3.5.4 Cálculos para Solución de Calibración

Para preparar una solución de calibración se necesita tomar una alícuota de 20 ml de la solución stock previamente realizada y 10 ml de E.I, luego diluyendo en un matraz de aforo de 200 ml y aforando con la solución Hidro-alcohólica.

Como el procedimiento anterior se trata de una disolución de los analitos presentes en la solución stock, se debe proceder a conocer su nueva concentración en la solución de calibración.

Utilizar la siguiente fórmula para calcular la nueva concentración:

Concentración inicial * volumen inicial = concentración final * volumen final

Cálculos

Metanol

$$= \frac{9105 \times 0,020l}{0,2l}$$

= 910,5 ≈ 910 ppm (nueva concentración)

1-Propanol

$$= \frac{2064 \times 0,020l}{0,2l}$$

= 206,4 ≈ 206 ppm (nueva concentración)

Acetato de Etilo

$$= \frac{1656 \times 0,02l}{0,2l}$$

= 165,6 ≈ 165 ppm (nueva concentración)

2-Metil-1-Propano

$$l= \frac{5095 \times 0,02l}{0,2l}$$

= 509,5 ≈ 509 ppm (nueva concentración)

1-Butanol

$$= \frac{1025 \times 0,02l}{0,2l}$$

= 102,5 ≈ 102 ppm (nueva concentración)

3-Metil-1-Butanol

$$= \frac{5144 \times 0,02l}{0,2l}$$

= 514,4 ≈ 514 ppm (nueva concentración)

1-Pentanol

$$= \frac{1609 \times 0,02l}{0,2l}$$

= 160,9 ≈ 160 ppm (nueva concentración)

E.I:

2-Metil-2-Butanol

$$= \frac{2607 \times 0,01l}{0,2l}$$

= 130,35 ≈ 130 ppm (nueva concentración)

3.5.5 Cálculos para Solución de Muestra

Para la preparación de la muestra problema de Pisco Mal Paso, se debe tomar una alícuota de 2,5 ml de E.I e introducirla en un matraz de aforo de 50 ml y aforar con la muestra de pisco.

Cálculos:

E.I:

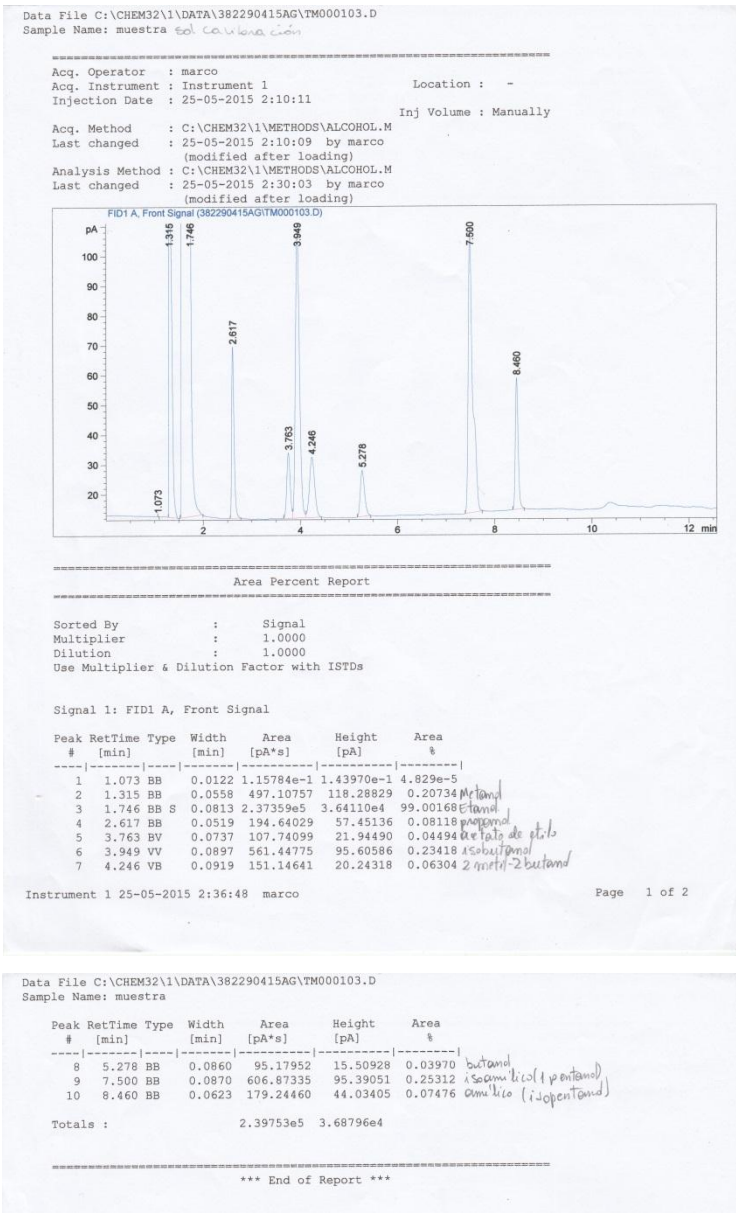
2-Metil-2-Butanol

$$= \frac{2607 \times 0,0025l}{0,05l}$$

= 130,35 ≈ 130 ppm (nueva concentración)

3.6 INYECCIÓN EN CROMATÓGRAFO DE GASES

Una vez que las soluciones se encuentran preparadas, se debe proceder a la inyección en el cromatógrafo de gases para obtener las lecturas. Para comenzar hay que inyectar la Solución de Calibración, con estos valores se puede determinar un **FACTOR DE RESPUESTA** (Fr) para cada analito de la solución. Posterior a esta inyección de debe analizar la muestra problema del Pisco Mal Paso, el cual debe ser inyectado con las mismas condiciones cromatográficas que la anterior y a partir de los valores obtenidos, más cada factor de respuesta de la solución de calibración se logra obtener la concentración de cada uno de los analitos presentes en la muestra problema del pisco.

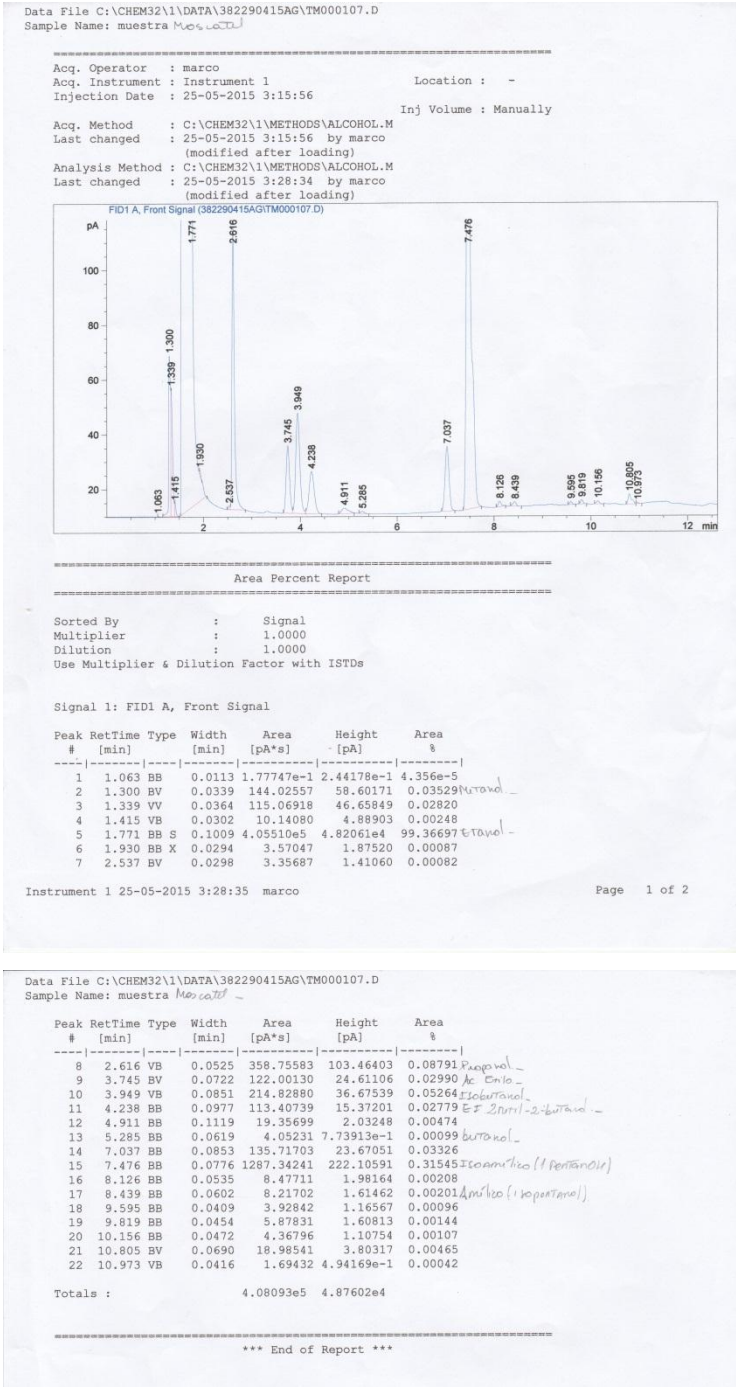


Fuente: Elaboración propia en base a datos entregados por cromatógrafo

Figura 3-1: Cromatograma de gases Solución de Calibración.

Tabla 3-3: Resultados de inyección Solución de Calibración

ANALITO	CONCENTRACIÓN (ppm)	ÁREA BAJO LA CURVA
Metanol	910	497,10757
1-Propanol	206	194,64029
Acetato de Etilo	165	107,74099
2-Metil-1-Propanol	509	561,44775
1-Butanol	102	95,17952
3-Metil-1-Butanol	514	606,87335
1-Pentanol	160	179,24460
2-Metil-2-Butanol	130	151,12641

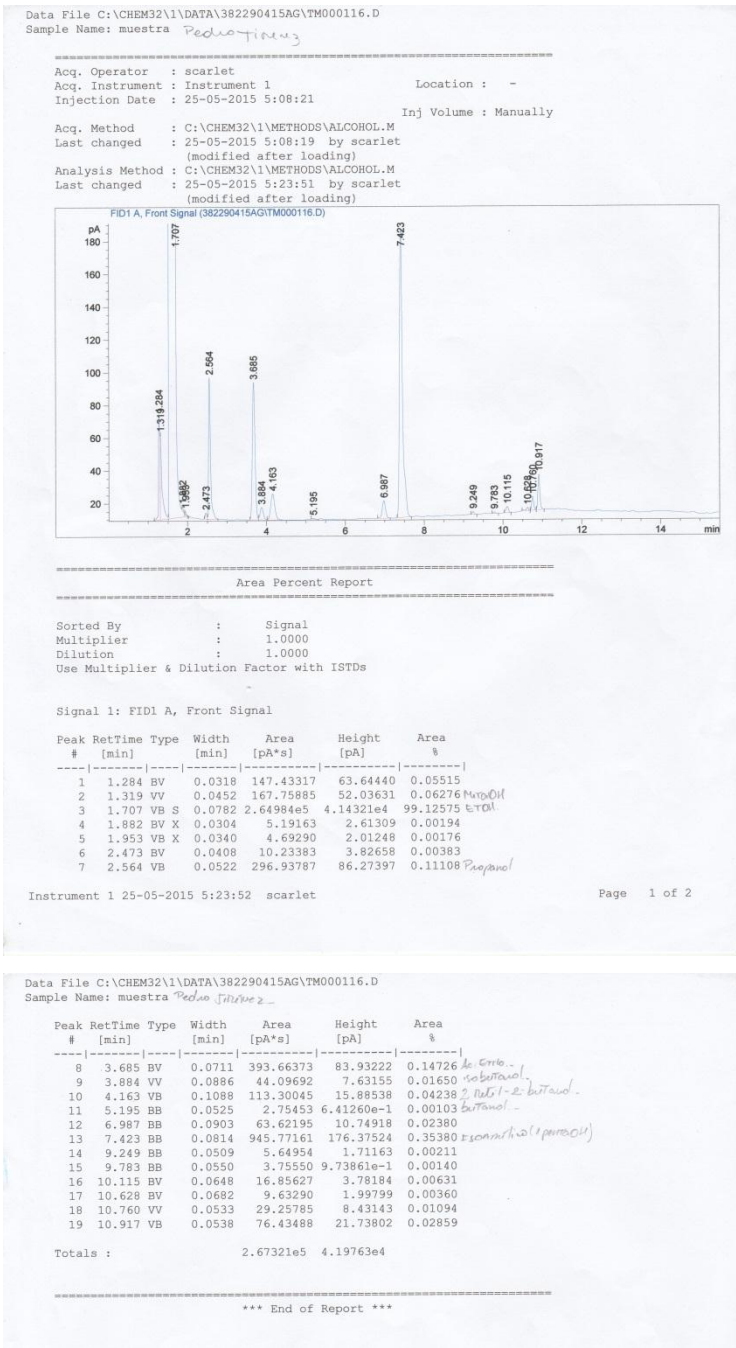


Fuente: Elaboración propia en base a datos entregados por cromatógrafo

Figura 3-2: Cromatograma de gases Muestra Moscatel.

Tabla 3-4: Resultados de inyección muestra Moscatel

ANALITO	ÁREA BAJO LA CURVA
Metanol	144,02557
1-Propanol	358,75583
Acetato de Etilo	122,00130
2-Metil-1-Propanol	214,82880
1-Butanol	4,05231
3-Metil-1-Butanol	1287,34241
1-Pentanol	8,21702
2-Metil-2-Butanol	113,40739



Fuente: Elaboración propia en base a cromatograma entregado por el cromatógrafo

Figura 3-3: Cromatograma de gases Muestra Pedro Jiménez.

Tabla 3-5: Resultados de inyección Muestra Pedro Jiménez

ANALITO	ÁREA BAJO LA CURVA
Metanol	167,75885
1-Propanol	296,93787
Acetato de Etilo	393,66373
2-Metil-1-Propanol	44,09692
1-Butanol	2,75453
3-Metil-1-Butanol	945,77161
1-Pentanol	0
2-Metil-2-Butanol	113,30045

3.7 EXPRESIÓN DE CÁLCULOS

Factor de respuesta:

$$Fr = \frac{\textit{área bajo la curva del analito}}{\textit{área bajo la curva del E.I}} \times \frac{\textit{peso (concentración) del E.I}}{\textit{peso (concentración) del analito}}$$

Concentración de la muestra:

$$[\textit{conc.}] = \frac{\textit{área bajo la curva del analito}}{\textit{área bajo la curva de E.I}} \times \frac{\textit{peso (concentración) del E.I}}{\textit{Fr (correspondiente a cada analito)}}$$

3.7.1 Cálculos del Factor de Respuesta

Metanol

$$Fr = \frac{497,10757}{151,14641} \times \frac{130 \textit{ ppm}}{910,5 \textit{ ppm}} = 0,470$$

1-Propanol

$$Fr = \frac{194,64029}{151,14641} \times \frac{130 \textit{ ppm}}{206,4 \textit{ ppm}} = 0,811$$

Acetato de Etilo

$$Fr = \frac{107,74099}{151,14641} \times \frac{130 \textit{ ppm}}{165,6 \textit{ ppm}} = 0,560$$

2-Metil-1-Propanol

$$Fr = \frac{561,44775}{151,14641} \times \frac{130 \textit{ ppm}}{509,5 \textit{ ppm}} = 0,947$$

1-Butanol

$$Fr = \frac{95,17952}{151,14641} \times \frac{130 \textit{ ppm}}{102,5 \textit{ ppm}} = 0,799$$

3-Metil-1-Butanol $Fr = \frac{606,87335}{151,14641} \times \frac{130 \text{ ppm}}{514,4 \text{ ppm}} = 1,016$

1-Pentanol $Fr = \frac{179,24460}{151,14641} \times \frac{130 \text{ ppm}}{160,9 \text{ ppm}} = 0,958$

3.7.2 Cálculos de la concentración del analito en la muestra Moscatel

Metanol $[conc.] = \frac{144,02557}{113,40739} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,470} = 351,277$

$= 351,277 \mu \times 50ml = 17563,85 \mu g/50ml$

$= \frac{17563,85}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 369,765 \text{ ppm Finales}$

1-Propanol $[conc.] = \frac{358,75583}{113,40739} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,811} = 507,016$

$= 507,016 \mu \times 50ml = 25350,8 \mu g/50ml$

$= \frac{25350,8}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 533,701 \text{ ppm Finales}$

Acetato de Etilo $[conc.] = \frac{122,00130}{113,40739} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,560} = 249,786$

$= 249,786 \mu \times 50ml = 12489,3 \mu g/50ml$

$= \frac{12489,3}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 262,933 \text{ ppm Finales}$

2-Metil-1-Propanol $[conc.] = \frac{214,82880}{113,40739} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,947} = 260,001$

$= 260,001 \mu \times 50ml = 13000,05 \mu g/50ml$

$= \frac{13000,05}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 273,685 \text{ ppm Finales}$

1-Butanol
$$[\text{conc.}] = \frac{4,05231}{113,40739} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,799} = 5,857$$

$$= 5,857 \mu \times 50 \text{ ml} = 292,85 \mu \text{g} / 50 \text{ ml}$$

$$= \frac{292,85}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 6,165 \text{ ppm Finales}$$

3-Metil-1-Butanol
$$[\text{conc.}] = \frac{1287,34241}{113,40739} \times \frac{130 \text{ ppm}}{1,016} = 1452,394$$

$$= 1452,394 \mu \times 50 \text{ ml} = 72619,7 \mu \text{g} / 50 \text{ ml}$$

$$= \frac{72619,7}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 1528,836 \text{ ppm Finales}$$

1-Pentanol
$$[\text{conc.}] = \frac{8,21702}{113,40739} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,958} = 9,825$$

$$= 9,825 \mu \times 50 \text{ ml} = 491,25 \mu \text{g} / 50 \text{ ml}$$

$$= \frac{491,25}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 10,342 \text{ ppm Finales}$$

3.7.3 Cálculos de la concentración del analito en la muestra Pedro Jiménez

Metanol
$$[\text{conc.}] = \frac{167,75885}{113,30045} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,470} = 409,639 \text{ ppm}$$

$$= 409,639 \mu \times 50 \text{ ml} = 20481,95 \mu \text{g} / 50 \text{ ml}$$

$$= \frac{20481,95}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 431,199 \text{ ppm Finales}$$

1-Propanol
$$[\text{conc.}] = \frac{296,93787}{113,30045} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,811} = 420,136 \text{ ppm}$$

$$= 420,136 \mu \times 50 \text{ ml} = 21006,8 \mu \text{g} / 50 \text{ ml}$$

$$= \frac{21006,8}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 442,248 \text{ ppm Finales}$$

$$\text{Acetato de Etilo [conc.]} = \frac{393,66373}{113,30045} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,560} = 806,465 \text{ ppm}$$

$$= 806,465 \mu \times 50 \text{ ml} = 40323,25 \mu \text{g}/50 \text{ ml}$$

$$= \frac{40323,25}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 848,910 \text{ ppm Finales}$$

$$\text{2-Metil-1-Propanol [conc.]} = \frac{44,09692}{113,30045} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,947} = 53,400 \text{ ppm}$$

$$= 53,400 \mu \times 50 \text{ ml} = 2670 \mu \text{g}/50 \text{ ml}$$

$$= \frac{2670}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 56,210 \text{ ppm Finales}$$

$$\text{1-Butanol [conc.]} = \frac{2,75453}{113,30045} \times \frac{130 \text{ ppm}}{0,799} = 3,905 \text{ ppm}$$

$$= 3,905 \mu \times 50 \text{ ml} = 195,25 \mu \text{g}/50 \text{ ml}$$

$$= \frac{195,25}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 4,110 \text{ ppm Finales}$$

$$\text{3 – Metil – 1 - Butanol [conc.]} = \frac{945,77161}{113,30045} \times \frac{130 \text{ ppm}}{1,016} = 1068,024 \text{ ppm}$$

$$= 1068,024 \mu \times 50 \text{ ml} = 53401,2 \mu \text{g}/50 \text{ ml}$$

$$= \frac{53401,2}{X} \leftrightarrow \frac{47,5 \text{ ml de pisco}}{1 \text{ ml de pisco}} = 1124,236 \text{ ppm Finales}$$

3.8 **RESUMEN DE RESULTADOS**

Tabla 3-6: Resumen de Resultados.

Analito	Concentración Solución Calibración	Concentración Muestra Moscatel Alejandría	Concentración Muestra Pedro Jiménez
Metanol	910,5 ppm	369,765 ppm	431,199 ppm
Propanol	206,4 ppm	533,701 ppm	442,248 ppm
Acetato de Etilo	165,6 ppm	262,933 ppm	848,910 ppm
Isobutanol	509,5 ppm	273,685 ppm	56,210 ppm
Butanol	102,5 ppm	6,165 ppm	4,110 ppm
Isopentanol	514,4 ppm	1528,836 ppm	1124,236 ppm
Pentanol	160,9 ppm	10,342 ppm	-

3.8.1 **Muestra Moscatel de Alejandría**

Para esta muestra los analitos encontrados fueron los siguientes:

- Metanol, con una concentración de 369,756 ppm (µg/ml/)
- Propanol, con una concentración de 533,701 ppm (µg/ml)
- Acetato de Etilo, con una concentración de 262,933 ppm (µg/ml)
- Isobutanol, con una concentración de 273,685 ppm (µg/ml)
- Butanol, con una concentración de 6,165 ppm (µg/ml)
- Isopentanol, con una concentración de 1528,836 ppm (µg/ml)
- Pentanol, con una concentración de 10,342 ppm (µg/ml)

Como se puede apreciar en los resultados obtenidos de las concentraciones de los analitos, una de las más altas es la del Propanol, lo que, en este caso, le otorga al destilado el característico olor a madera tostada, además del Isopentanol que en este caso le aporta con un sabor intenso y ardiente al paladar.

3.8.2 Muestra Pedro Jiménez

En el caso de la muestra Pedro Jiménez, los resultados de concentraciones fueron los siguientes:

- Metanol, con una concentración de 431,199 ppm ($\mu\text{g/ml}$)
- Propanol, con una concentración de 442,248 ppm ($\mu\text{g/ml}$)
- Acetato de etilo, con una concentración de 848,910 ppm ($\mu\text{g/ml}$)
- Isobutanol, con una concentración de 56,210 ppm ($\mu\text{g/ml}$)
- Butanol, con una concentración de 4,110 ppm ($\mu\text{g/ml}$)
- Isopentanol, con una concentración de 1124,236 ppm ($\mu\text{g/ml}$)

Como en el caso anterior, también los analitos de mayor concentración son el Propanol y el Isopentanol, lo que le entrega las notas de madera tostada, y sabor fuerte al paladar, pero en este caso además el Metanol es mayor que en la muestra Moscatel de Alejandría, lo que le otorga un olor más fuerte a alcohol, y el Acetato de etilo, lo que le aporta con notas mucho más frutales tanto al olor como al sabor.

DISCUSIÓN

En la actualidad las pisqueras de la zona presentan diversas dificultades e irregularidades en el proceso de la obtención de su destilado de uva, principalmente se debe a que la mayoría de ellas lo realiza de manera más artesanal para así lograr distinción en las notas frutales, olor, sabor y color del pisco. Esto se debe a viejas tradiciones que tratan de mantener, para así lograr un mejor producto final.

Principalmente el “CATADOR” es la persona a cargo de determinar el punto de corte para la extracción del cuerpo del destilado, es decir, capturar sólo lo primordial y necesario de todo el proceso de destilación, este punto es fundamental para lograr el resultado deseado, pero a la vez es bastante vago y muy subjetivo, ya que cada persona tiene y posee cualidades distintas de percepción.

Normalmente en los procesos más industriales (hábese de piscos de marcas más comercialmente grandes como capel, control, cochiguaz, entre otros) su proceso es totalmente automatizado, por lo que es un pisco que no denota tanto olor o sabor a las vides, más bien predomina el sabor a “ALCOHOL” propiamente tal.

Durante la elaboración de este trabajo se puede demostrar que las muestras analizadas a las dos principales variedades de uvas que procesa la viña, nos denotan que poseen algunas características que son proporcionales a sus concentraciones, en el caso de la muestra Pedro Jiménez si olemos podemos sentir un fuerte olor a frutas, pero a su vez cuando lo probamos tiene un intenso sabor a alcohol lo que podemos comprobar por sus resultados, ya que el área bajo la curva para el Acetato de Etilo que es quien aporta con su fuerte olor frutal es de 393,66373 y en cuanto al sabor lo aporta notablemente el Isopentanol que nos da un fuerte ardor en el paladar y lo comprobamos con su área bajo la curva de 945, 77161.

Sin embargo, para la muestra Moscatel de Alejandría cuando descorchamos la botella nos podemos encontrar con un agradable olor a quemado, combinado con su sutil olor frutal, al probarlo es agradable en el paladar pero como residuo nos deja un ardor en la boca, los responsables de todas estas particularidades son el Propanol, quien nos aporta con el sabor y olor a quemado, (similar a la madera) lo que se comprueba con área bajo la curva obtenida que fue de 358,75583, posterior a eso tenemos el suave olor a frutas que tal como en la muestra Pedro Jiménez está a cargo del Acetato de Etilo el cual en este caso tiene un valor de 122,00130, el fuerte olor y sabor a alcohol esta denotado en este caso por el Isopentanol y el Metanol, los cuales aportan con 1287,34241 y 144,02557 en sus áreas bajo la curva respectivamente.

Es decir, que todas las proporciones de los alcoholes y éster encontradas en las muestras analizadas cumplen una función crucial al momento de demarcar el sello característico del destilado, puesto que en este punto es cuando se logra determinar el sabor, aroma, color e intensidad de cada producto.

En la Hacienda MalPaso, tienen 4 variedades de pisco, de las cuales se analizaron 2, logrando percibir las diferencias entre una y otra, confirmando las características que nos presenta el embotellado, cumpliendo a cabalidad con lo esperado al inicio de este proceso de análisis.

CONCLUSIÓN

En la actualidad, la ciudad de Ovalle ha tenido un gran crecimiento agrícola e industrial, lo que ha llevado a la creación de diversas empresas en el rubro pisquero.

Este crecimiento se debe a las favorables condiciones climatológicas que se presentan en la Tercera y Cuarta Región, lo que las hace poseer denominación de origen para el pisco.

A raíz de aquello, surgen varias aristas que se pueden mejorar en el proceso, ya sea para su automatización o control artesanal para la elaboración del destilado, cualquiera sea la manera de producirlo, es indispensable conocer sus componentes para así lograr un sello característico de su marca personal. Cada uva, cada año, cada viñedo poseen condiciones y tratamientos distintos durante todo su proceso, lo que hace distinto cada vino y por ende el pisco obtenido de este.

Dependiendo de la empresa, es el proceso que se realiza para lograr un destilado con las características deseadas, dándole ciertos tiempos de guarda, en barriles o contenedores que cada empresa estime conveniente.

Es por esta razón que es de suma importancia lograr entregarle un perfil alcohólico a este rubro, idealmente cada año, para que en su etiquetado pudiera contener información específica de las notas, sabores, aromas y texturas que se encontrarán en el pisco que el consumidor está comprando.

Además con esta información, la pisquera puede generar registros anuales, logrando anticiparse ante cualquier crisis que puedan sufrir, para salvar la cosecha anual, o bien, hacer cambios en su producto final. Además de contar con un respaldo certificado de su producto ante cualquier problema legal con un consumidor.

Cabe mencionar que en la actualidad estos análisis casi no son realizados a este tipo de productos, ya que no se cuenta con la instrumentación o capacitación para realizarlos periódicamente, lo que sí realizan es la medición de la densidad con un alcoholómetro básico, y de esta forma buscan llegar a los grados deseados en su producto, lo que es una forma bastante irregular y poco eficaz.

Se puede concluir que con este trabajo se lograron los objetivos generales y específicos, tanto como el manejo del equipo cromatográfico, la técnica utilizada y la elaboración del perfil alcohólico.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Skoog, Douglas A. / Leary, James J. MCGRAW- HILL, año 2000
Principios de análisis instrumental 5° edición. [en línea]

- [2] Apunte Histórico de cromatografía de gaseosa, PDF Apoyo académico para cátedra de Análisis instrumental II dictado por Miguel Zazopulos en la Universidad Federico Santa María, Sede José Miguel Carrera.

- [3] Información corporativa Provalle [en línea], visitar en:
<https://www.malpasso.cl/malpasso/>

- [4] Información de Pisco y su denominación de origen según decreto N° 78, Ley 18.455, Título V, Página 23. [en línea]
https://www.sag.gob.cl/sites/default/files/decreto_78_1986.pdf

- [5] Skoog y McNair. Cromatografía gaseosa en línea [Wikipedia] con referencias de https://es.wikipedia.org/wiki/Cromatograf%C3%ADa_de_gases

- [6] Cromatografía gaseosa, Documento PDF de apoyo docente, facilitado en Cátedra de Análisis instrumental II dictada por Zazopulos Garay. En Universidad Federico Santa María, Sede José Miguel Carrera.

- [7] Graduación Alcohólica, extraídos desde Wikipedia la enciclopedia virtual, los extractos de significados y medidas volumétricas. Visitar en Línea https://es.wikipedia.org/wiki/Graduaci%C3%B3n_alcoh%C3%B3lica

- [8] Definición de Alcohól, extraídos desde Wikipedia la enciclopedia virtual, se extrajo las definiciones básicas de un grupo Hidroxilo y posteriormente cada uno de los alcoholes utilizados en el trabajo. Visitar en Línea <https://es.wikipedia.org/wiki/Alcohol>

- [9] PDF columnas cromatográfica y sus características, apoyo docente.
Disponible documento PDF en línea
<http://www.teknokroma.es/es/Productos/cromatografia-de-gases/1/columnas-capilares-restek/12/818/rtx-20.aspx>

ANEXO 1

Información columnas, extraído del documento “Apunte Histórico”

TABLA I. DATOS USUALES DE LAS COLUMNAS

	COLUMNAS RELLENAS		COLUMNAS CAPI- LARES
	ANALITICAS	PREPARATIVAS	
Diámetro	1/16"-1/4" De 2-6 mm Di	1/4"-3/4" De 6-500 mm Di	1/16" De 0,1-0,5 mm Di
Longitud	2-10 m	2-6 m	10-100 m
Porcentaje de fa- se líquida	1-15%	20-30%	Película líqui- da de
Tamaño de muestra	0,5-10 uL	10-1000 uL	0,004-0,5 uL
Altura equivalente de un plato teóri- co H.E.T.P.	0,5-1 mm	1-5 mm	0,5 mm

ANEXO 2

Cromatograma, extraído del “Apunte Histórico”

3.2. Cromatograma

Es el gráfico dibujado por el registrador y representa la señal dada por el detector en función del tiempo.

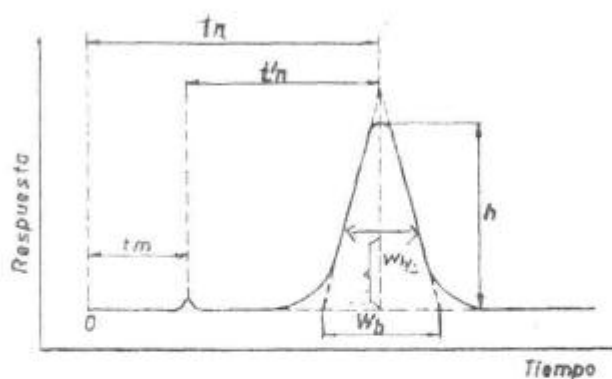


Figura 6. Cromatograma

En el cromatograma se distingue:

- 0 = punto de inyección
- t_m = tiempo muerto
- t_n = tiempo de retención no corregido
- t'_n = tiempo de retención corregido
- W_b = ancho de la base, es la distancia entre las intersecciones de las tangentes a los puntos de inflexión, de la curva, con la línea base.
- h = altura del pico cromatográfico
- $W_{h/2}$ = ancho del pico cromatográfico a media altura.

ANEXO 3

Esquema cromatográfico, apoyo docente PDF Cromatografía gaseosa

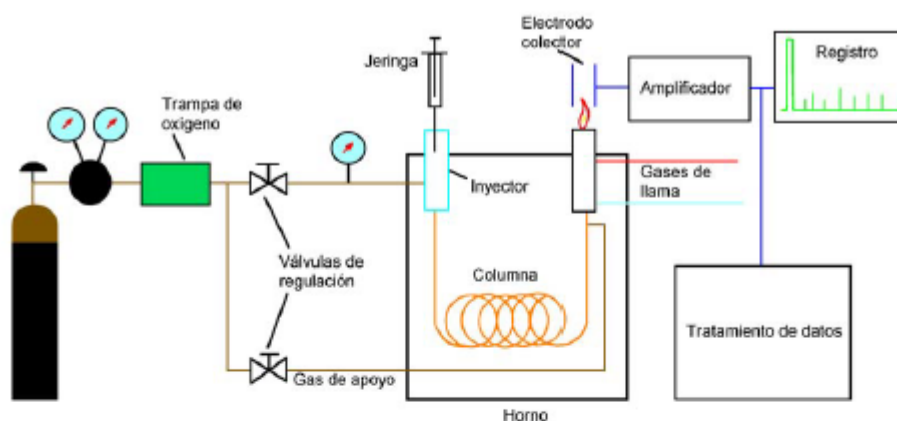


Figura 1. Esquema de un cromatógrafo de gases

Los gases portadores utilizados en cromatografía no afectan, en principio, a la separación ya que no tienen ninguna influencia sobre los procesos de sorción-desorción o de partición que se producen en la columna, por lo que no afectan a la selectividad de ésta; de cualquier forma, los términos de difusión en la fase móvil de la ecuación de Van Deemter, sí dependen de la naturaleza del gas portador, por lo que las curvas de AEPT (figura 2) serán ligeramente distintas para cada tipo de gas, lo que a su vez influirá sobre la velocidad óptima de la fase móvil y, en consecuencia sobre los tiempos de análisis.

Al margen del efecto que la naturaleza del gas portador puede ejercer sobre la altura de plato, la elección de uno u otro tipo de gas, estará determinada fundamentalmente por el sistema de detección utilizado. Como fuentes de gas portador se suelen utilizar cilindros de gas comprimido de elevada pureza, capaces de suministrar una presión de gas adecuada y constante; es de hacer notar que, en muchos casos, es necesario eliminar las trazas de impurezas que pueda contener el gas (O_2 y H_2O fundamentalmente) que pueden afectar al sistema cromatográfico, por