



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTITLÁN

IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE LOS PRINCIPALES COMPUESTOS DE DIFERENTES  
TIPOS DE WHISKYS A PARTIR DE UN ANÁLISIS POR CROMATOGRFÍA DE GASES CAPILAR

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERA QUÍMICA

P R E S E N T A:

DANIELA VICTORIA HERNÁNDEZ VIVEROS

ASESORES:

Dra. Guadalupe Pérez Caballero

Q. Pablo Hernández Matamoros



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN  
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

U.N.A.M.  
FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLAN

DRA. SUEMI RODRIGUEZ ROMO  
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN  
PRESENTE



ATN: L. A. ARACELI HERRERA HERNANDEZ  
Jefe del Departamento de Exámenes  
Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos la Tesis:

"Identificación y cuantificación de los principales compuestos de diferentes tipos de whiskys a partir de un análisis por cromatografía de fases capilar".

que presenta la pasante: Daniela Victoria Hernández Viveros  
con número de cuenta: 40401254-4 para obtener el título de:  
Ingeniera Química

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE  
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 03 de Septiembre de 2008.

PRESIDENTE QFB. Elis Granados Enriquez

VOCAL Dra. Alma Revilla Vázquez

SECRETARIO Q. Pablo Hernández Matamoros

PRIMER SUPLENTE QFB. Dalis Bonilla Martínez

SEGUNDO SUPLENTE MC. Enrique Ramos López

## AGRADECIMIENTOS.

Quiero dar las gracias primero que nada a Dios, quien me dio la vida y la oportunidad de crecer en una gran familia, ese ser lleno de luz, el cual desde que nací me ha llenado de bendiciones. Quien me ha permitido llegar hasta esta etapa de mi vida, el que me ha dado la oportunidad de ver concluida esta meta, pero quien por encima de todo siempre me ha amado y cuidado, y ha permitido que mis padres y hermana sigan conmigo, no solo unidos sino con mucho amor y salud que es lo más importante.

Gracias Dios, porque sin ti nada soy y de ti depende toda mi vida. Te amo.

Gracias a mis papás, que les puedo decir, saben que todo lo que soy es por ustedes y que son lo más importante para mí, porque sin ustedes no lo habría logrado.

Gracias mamá porque me diste la vida, porque me has apoyado en todo lo que he hecho, por tus consejos, los ánimos que siempre me has dado y porque no me has permitido dejarme vencer, por el apoyo, las palabras de amor y la confianza que me has brindado, por tu trabajo tanto en la casa como laboralmente, por cuidarme siempre en la salud y enfermedad, por todos los momentos bellos que con mi papá me has dado, por esto y mucho más no tengo palabras ni modo de agradeceréte, solo puedo decir que te amo.

Gracias papá porque sin ti simplemente no estaría aquí, por todo tu apoyo, las preocupaciones que has tenido por mí, por cuidarme en todos los aspectos, por las palabras de “tu échale ganas y tu puedes”. Gracias por todo tu amor, porque siempre has estado ahí para mí, por tus constantes muestras de amor para todas nosotras, por que junto con mamá han sido mi ejemplo, y aunque no es una muestra perfecta trato de hacerlo bien. Gracias por todo tu trabajo, por que se que es mucho y hasta el momento lo haces para darnos algo mejor. Te amo.

A ti Lupita mi hermosa hermana, gracias por todo lo compartido, por ser mi confidente y amiga, incluso gracias por tus regaños y consejos, porque sin ti mi vida no sería igual, te amo mi niña, eres un pilar muy importante en mi vida, gracias por todo tu apoyo y amor, eres única folis.

Gracias de manera muy especial a la Dra. Guadalupe Pérez Caballero, gracias profesora por ser mi asesora, porque todo este proyecto no hubiera sido posible sin usted. Gracias por todos los consejos por que no solo fue mi asesora sino mi amiga, gracias por todo su apoyo incondicional, le debo mucho y no tengo como pagárselo. Es una persona en toda la extensión de la palabra, mi admiración y respeto para usted, la quiero mucho.

Gracias también de igual manera al Q. Pablo Hernández Matamoros, por que el trabajo de este proyecto fue realizado también conjuntamente con usted como mi asesor, muchas gracias por todos los consejos, asesorías, conocimientos y tiempo que me ha brindado. Gracias por que sin usted tampoco se hubiera realizado igual este proyecto, fue un pilar muy importante en el desarrollo del mismo. Gracias por su apoyo y la oportunidad de conocerlo un poco más es una persona con muchas cualidades, lo respeto y quiero mucho.

Gracias a mis abuelitos Victoria Campos y Antonio Hernández, a mis abuelitos que no conocí pero que se que también han estado conmigo Daniel Viveros y Cesaria Vega, gracias por tener tan buenos hijos como mis padres, porque sin ustedes no hubiera ni existido, son muy importantes para mí, los amo mucho, gracias por todo su amor y sabiduría compartida. Son los pilares más importantes en la familia, no tengo palabras para decirles todo el amor que tengo hacia a ustedes, que dios los bendiga.

A todos mis tíos: Hermanos de mi papá (Lupita, Gaspar, Esther y Raúl Hernández), hermanos de mi mamá (Rocío, Bernardo, Gabriela, Victor, Jaime Viveros y Ma. De Jesús Sánchez), a todos mis primos, y en general gracias a toda mi familia porque todos han contribuido para que yo llegara hasta esta etapa en mi vida, saben que los quiero mucho y son muy importantes para mí, son una súper familia, esto sería interminable si doy la gracias de manera individual, pero todos ustedes saben que los adoro.

A mi madrina y Padrino (Gabriela y Victor Viveros), porque me han apoyado mucho desde chiquita y son como mis segundos padres, gracias por que al igual que mis papás me han impulsado mucho.

A mi otra familia que aunque no es carnal, significa muchísimo para mí: Alejandro Rodríguez, Willy Cortés, Itzel Ortiz (Amigui), Abel Guillen (Bob), David Ramírez, Rubén Delgadillo (Loco), Juan Carlos Martínez (Juanisimo), Alberto Narváez (spy) y a mis demás amigos de carrera, gracias por todo su apoyo, porque me dieron la oportunidad de conocerlos más afondo, por todos los momentos y tiempos compartidos, son lo máximo. Gracias por todas las risas, las palabras de consejo y amistad, también por los enojos, por las salidas que se hicieron, por las fiestas que tuvimos, créanme son momentos inolvidables. Porque a su lado he aprendido muchas cosas, buenas y malas, porque así son los momentos que hemos compartido. Los quiero un montón y más. Nunca los voy a olvidar y que mas me gustaría que seguir en contacto con ustedes. Son mis mejores amigos. Y hay que festejar esto. Son súper especiales para mí.

Gracias a todos los profesores que han pasado por mi vida como estudiante, por todos los conocimientos brindados. Porque en muchos casos han sido más que profesores, han sido amigos y consejeros, siempre enseñando algo más que ciencia, enseñan parte de la vida. De manera especial quiero agradecer al profesor Melitón Sánchez Gózales, Hugo Viveros, Dr. Fernando Orozco, Ariel Bautista y al profesor Guillermo, porque me enseñaron muchas cosas no solo para mi carrera, si no para mi vida, saber lo que cuestan las cosas y luchar por lograrlas, gracias.

A mis sinodales: Q.F.B. Elia Granados, Dra. Alma Revilla, M en C. Enrique Ramos y Q.F.B. Dalia Bonilla, gracias por la amabilidad y el buen trato que siempre me brindaron desde el momento en que los conocí, por el tiempo y apoyo para las correcciones de este trabajo, y por lo consejos para que esta tesis quedará de la mejor manera, porque gracias a ustedes, aprendí muchas cosas, pude ver a tiempo muchos errores que tenía y corregirlos. Muchas gracias, fue muy importante el apoyo brindado para mí.

Gracias a la Sección de Química Analítica por haberme permitido desarrollar este proyecto bajo sus instalaciones.

Y por supuesto no podía faltar agradecer a la UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO, de manera especial a la FES-Cuautitlán, por haber sido cuna de mis estudios profesionales, porque bajo sus aulas y espacios he aprendido no solo una carrera sino una forma de vida, muchas gracias.

“Por mi raza hablará el espíritu.”

GOYA, GOYA CACHUN CACHUN RA RA , CACHUN CACHUN RA RA, GOYA UNIVERSIDAD.

## INDICE

1. Objetivos.....	1
2. Hipótesis.....	1
3. Introducción.....	2
4. Marco Teórico.....	4
4.1 Definición de Whisky.....	4
4.2 Elaboración del whisky.....	5
4.2.1 Semillas.....	5
4.2.1.1 Cebada.....	5
4.2.1.2 Trigo.....	8
4.2.1.3 Maíz.....	9
4.2.1.4 Centeno.....	10
4.2.2 Malteado.....	11
4.2.3 Secado.....	12
4.2.4 Fermentación.....	13
4.2.4.1 Fermentación en whiskys.....	13
4.2.4.1.1 Mosto.....	13
4.2.4.1.2 Microorganismos implicados en la fermentación.....	15
4.2.4.1.3 Tipos de Fermentación.....	16
4.2.4.1.3.1 Fermentación alcohólica.....	16
4.2.4.1.3.2 Fermentación glicopirúvica.....	17
4.2.4.1.3.3 Formación de alcoholes superiores.....	19
4.2.5 Destilación.....	20
4.2.5.1 Proceso de destilación.....	20
4.2.5.2 Composición de las bebidas destiladas.....	21
4.2.6 Maduración.....	22
4.3 Tipos de whisky.....	24
4.3.1 Whisky escocés o de malta.....	24
4.3.2 Whisky americano.....	28
4.3.3 Whisky Irlandés.....	33
4.3.4 Whisky canadiense.....	34
4.4 Normas de calidad que rigen los whiskys.....	34
4.4.1 Norma Española.....	34
4.4.2 Norma Mexicana.....	35
4.5 Cromatografía.....	36
4.5.1 Cromatografía de gases.....	37
4.5.1.1 Columnas y fases estacionarias.....	38
4.5.1.2 Detectores.....	41
4.5.1.2.1 Detector de ionización de flama (FID).....	43
4.5.1.3 Gas portador.....	44
4.5.1.4 Programa de temperatura.....	44
4.5.1.5 Inyección de la muestra.....	45
4.5.1.5.1 Inyección con división.....	45
4.5.1.5.2 Inyección sin división.....	45

	4.5.1.5.3 Inyección en columna.....	46
	4.5.1.6 Tipos de determinaciones.....	47
	4.5.1.6.1 Determinaciones cualitativas.....	47
	4.5.1.6.2 Determinaciones cuantitativas.....	47
	4.5.1.6.2.1 Calibrado con patrones.....	47
	4.5.1.6.2.2 Método de patrón interno.....	48
5	Desarrollo Experimental.....	49
	5.1 Equipo.....	49
	5.2 Materiales.....	50
	5.2.1 Reactivos.....	50
	5.2.2 Whiskys.....	51
	5.3 Optimización de las condiciones cromatográficas.....	52
	5.4 Inyección de estándares.....	54
	5.5 Inyección de muestras problema.....	54
	5.6 Fortificación.....	54
	5.7 Curvas de calibración de alcoholes superiores.....	55
	5.7.1 Solución patrón.....	55
	5.7.2 Patrón interno.....	58
	5.7.3 Procesamiento de los datos para realizar la curva de calibración.....	58
	5.8 Cuantificación de alcoholes superiores en las muestras problema.....	59
	5.8.1 Cuantificación sin dilución.....	59
	5.8.2 Procedimiento de diluciones.....	60
	5.8.3 Cuantificación de alcoholes superiores con dilución.....	60
	5.9 Curva de calibración de etanol.....	61
	5.9.1 Preparación del estándar Interno.....	61
	5.9.2 Preparación de etanol para curva de calibración de etanol.....	62
	5.9.3 Cuantificación de etanol.....	63
	5.10 Curvas de calibración de calibración de metanol, acetaldehído y acetato de etilo.....	63
	5.10.1 Preparación de la curva de calibración.....	64
	5.10.2 Estimación de la concentración de metanol, acetato de etilo y acetaldehído.....	66
6	RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	67
	6.1 Optimización de las condiciones cromatográficas.....	67
	6.2 Inyección de estándares.....	68
	6.3 Inyección de las muestras.....	69
	6.4 Fortificación.....	72
	6.5 Curvas de calibración de alcoholes superiores.....	73
	6.6 Cuantificación de los alcoholes superiores sin dilución.....	78
	6.7 Cuantificación con dilución de alcoholes superiores.....	79
	6.8 Curva de calibración de etanol.....	81
	6.9 Cuantificación de etanol en las muestras problema.....	83
	6.10 Comparación de alcoholes superiores con las normas española y mexicana.....	84
	6.11 Curvas de calibración de metanol, acetaldehído, acetato de etilo.....	86

6.12	Estimación de la concentración de metanol, acetaldehído y acetato de etilo en las muestras problema.....	91
6.13	Comparación con las normas mexicana y española para acetaldehído y acetato de etilo.....	92
6.14	Límites de detección y cuantificación.....	93
6.14.1	Calculo de los límites de detección y cuantificación.....	93
6.15	Tratamiento estadístico de los resultados.....	101
7	Conclusiones.....	107
8	Bibliografía.....	109
9	Apéndices.....	110



## ÍNDICE DE TABLAS

	Nombre de la Tabla	Página
<b>TABLA 1</b>	Composición media del grano de cebada	6
<b>TABLA 2</b>	Composición del Centeno	10
<b>TABLA 3</b>	Principales alcoholes superiores, y aminoácidos que los proceden	11
<b>TABLA 4</b>	Comparación entre características de columnas empaquetadas y de columna capilares.	38
<b>TABLA 5</b>	Material del que están hechas las fases estacionarias en CG	39
<b>TABLA 6</b>	Columnas recomendadas para varios tipos de muestras	41
<b>TABLA 7</b>	Propiedades de detectores para cromatografía de gases.	42
<b>TABLA 8</b>	Whiskys analizados y su origen	51
<b>TABLA 9</b>	Pruebas de diferentes programas de temperatura que se llevaron a cabo para escoger el programa óptimo de temperatura para el presente proyecto.	53
<b>TABLA 10</b>	Concentraciones para las curvas de calibración de los alcoholes superiores	56
<b>TABLA 11</b>	Preparación de los sistemas para la curva de calibración	57
<b>TABLA 12</b>	Datos para la realización de la curva de calibración de etanol	62
<b>TABLA 13</b>	Preparación de la curva de calibración de metanol, acetato de etilo y acetaldehído	65
<b>TABLA 14</b>	Condiciones experimentales óptimas de gases utilizados	67
<b>TABLA 15</b>	Tiempos de retención promedio de los compuestos (estándares) utilizando las condiciones óptimas de temperatura	68
<b>TABLA 16</b>	Tiempos de retención promedio de acetaldehído, acetato de etilo, metanol y etanol (min).	70
<b>TABLA 17</b>	Tiempos de retención promedio de n-propanol, isobutanol y alcohol isoamílico (min)	71
<b>TABLA 18</b>	Relación de áreas y concentración para la curva de calibración del alcohol isoamílico	73
<b>TABLA 19</b>	Relación de áreas y concentración para la curva de calibración del n-propanol	73
<b>TABLA 20</b>	Relación de áreas y concentración para la curva de calibración del isobutanol	74
<b>TABLA 21</b>	Concentraciones promedio de alcoholes superiores en las muestras problemas sin dilución	78
<b>TABLA 22</b>	Procedimiento para diluciones de las muestras problema.	79
<b>TABLA 23</b>	Concentraciones promedio de los alcoholes superiores obtenidas para las muestras problemas, una vez que se diluyeron.	80
<b>TABLA 24</b>	Relación de áreas y concentración (% v/v) para obtener la curva de calibración	81
<b>TABLA 25</b>	Cuantificación de etanol en las muestras problema	83
<b>TABLA 26</b>	Comparación de las muestras problema con las normas mexicana y española	85
<b>TABLA 27</b>	Relación de áreas promedio y concentración de los compuestos más volátiles.	86

para trazar la curva de calibración.

<b>TABLA 28</b>	Desviación estándar y estimación promedio para las concentraciones de: acetaldehído y acetato de etilo (mg/l de whisky) para las muestras problema	91
<b>TABLA 29</b>	Concentraciones estimadas de acetaldehído y acetato de etilo para las muestras problema, y comparación con las normas.	92
<b>TABLA 30</b>	Datos para el cálculo de $s_{y,x}$ para acetaldehído	94
<b>TABLA 31</b>	Datos para el cálculo de $s_{y,x}$ para acetato de etilo	95
<b>TABLA 32</b>	Datos para el cálculo de $s_{y,x}$ para metanol	96
<b>TABLA 33</b>	Datos para el cálculo de $s_{y,x}$ para etanol	97
<b>TABLA 34</b>	Datos para el cálculo de $s_{y,x}$ para n-propanol	98
<b>TABLA 35</b>	Datos para el cálculo de $s_{y,x}$ para isobutanol	99
<b>TABLA 36</b>	Datos para el cálculo de $s_{y,x}$ para el alcohol isomilico	100
<b>TABLA 37</b>	Codificación de whiskys para tratamiento estadístico.	101

## ÍNDICE DE FIGURAS.

	TITULO	PAGINA
FIGURA 1	Planta de cebada	5
FIGURA 2	Planta de trigo	9
FIGURA 3	Planta de maiz	10
FIGURA 4	Planta de centeno	11
FIGURA 5	Reacción de oxido-reducción de glucosa o fructosa a alcohol etílico	17
FIGURA 6	Reacción de formación de glicerol a partir de dihidroxiacetona	18
FIGURA 7	Barrica de roble blanco	22
FIGURA 8	Fenómenos de crianza en barrica	23
FIGURA 9	Elaboración del whisky de Malta	27
FIGURA 10	Elaboración del whisky Americano	32
FIGURA 11	Esquema con las partes que componen al FID	43
FIGURA 12	Altura de plato óptima para los gases acarreadores N <sub>2</sub> , He, H <sub>2</sub>	44
FIGURA 13	Sistemas de inyección en cromatografía de gases	46
FIGURA 14	Cromatógrafo de Gases de la FES-C, sección de química analítica, L103	49
FIGURA 15	Columna capilar ZB-WAX utilizada en la experimentación	50
FIGURA 16	Programa de temperatura	67
FIGURA 17	Cromatograma del whisky James Martin's sin fortificación	72
FIGURA 18	Cromatograma de la fortificación de n-propanol en el whisky James Martin's	72
FIGURA 19	Cromatograma de la inyección del sistema 3, para trazar la curva de calibración de alcoholes superiores	74
FIGURA 20	Curva de calibración de n-propanol realizada con la relación de áreas promedio	75
FIGURA 21	Curva de calibración de isobutanol realizada con la relación de áreas promedio	76
FIGURA 22	Curva de calibración del alcohol isoamílico realizada con la relación de áreas promedio	77
FIGURA 23	Cromatograma del sistema 3 para obtener la curva de calibración de etanol	81
FIGURA 24	Curva de calibración de etanol realizada con la relación de áreas promedio	82
FIGURA 25	Cromatograma del sistema 3 para la obtención de la curva de calibración de acetaldehído, acetato de etilo y metanol	87
FIGURA 26	Curva de calibración de acetato de etilo, realizada con la relación de áreas promedio	88
FIGURA 27	Curva de calibración de acetaldehído de etilo, realizada con la relación de áreas promedio	89
FIGURA 28	Curva de calibración de metanol, realizada con la relación de áreas promedio	90

<b>FIGURA 29</b>	Intervalos de diferencias mínimas significativas (LSD) de las medias al 95% para el alcohol isoamílico	102
<b>FIGURA 30</b>	Intervalos de diferencias mínimas significativas (LSD) de las medias al 95% para isobutanol	102
<b>FIGURA 31</b>	Intervalos de diferencias mínimas significativas (LSD) de las medias al 95% para n-propanol	103
<b>FIGURA 32</b>	Gráfica de caja y bigote para el alcohol isoamílico	104
<b>FIGURA 33</b>	Gráfica de caja y bigote para isobutanol	104
<b>FIGURA 34</b>	Gráfica de caja y bigote para n-propanol	105

## **OBJETIVOS:**

### **General**

Identificar y cuantificar los principales compuestos volátiles presentes en diferentes marcas de whiskys, es decir, metanol, etanol, n-propanol, isobutanol, alcohol isoamílico y acetaldehído, por Cromatografía de Gases Capilar a fin de contrastar su contenido y concluir si cumplen con los requisitos exigidos por las normas mexicana **NOM-142-SSA1-1995** y española **Real Decreto 665/85 (BOE.Nº 89. 13-04-1985)** vigentes para whiskys.

### **Particulares:**

Optimizar las condiciones experimentales para lograr una adecuada separación de los principales compuestos volátiles presentes en los whiskys, a fin de llevar a cabo su identificación y cuantificación por cromatografía de gases capilar y comparar estos resultados con lo estipulado por las normas mexicanas y españolas.

Realizar un tratamiento estadístico de los datos obtenidos experimentalmente con el fin de encontrar posibles tendencias que den pauta para saber si a partir de un compuesto volátil se puede saber de qué origen se trata el whisky, o bien si hay alguna tendencia a concentración de acuerdo al tipo de whiskys .

## **HIPÓTESIS:**

Con una correcta optimización de las condiciones experimentales, será posible lograr la identificación y cuantificación de metanol, etanol, n-propanol, isobutanol, alcohol isoamílico y acetaldehído, mediante el método de Cromatografía de Gases Capilar, con la finalidad de poder verificar si dichos resultados cumplen con lo establecido por las Normas.

## INTRODUCCIÓN.

Todo producto que es elaborado debe de cumplir con ciertos parámetros de calidad y debe de llevar un estricto control para verificar que cumplan con los mismos. Por esta razón se realizó el estudio de la composición de los whiskys comercialmente más importantes en México, y se determinó si cumplían o no con las normas española **Real Decreto 665/85 (BOE.Nº 89. 13-04-1985)** y Mexicana **NOM-142-SSA1-1995**.

El whisky es una de las bebidas alcohólicas más populares en la actualidad, entre un cierto sector de la sociedad. Esta bebida alcohólica es obtenida de la destilación del fermento de granos de cereal molidos y añejados en barriles de madera, tradicionalmente de roble blanco. Su grado de etanol según el productor, oscila entre un 35% y un 50% de alcohol [11].

El proceso de elaboración del whisky consiste básicamente en 6 etapas [6].

Malteado.-Tras limpiar la cebada, se somete el grano a remojo durante 2 o 3 días en agua caliente, con removidos periódicos para proporcionar aeración, comenzando así la germinación. La germinación se completa entre 8 y 10 días. Posteriormente se seca a 70°C en hornos para detener todo crecimiento posterior [6].

Prensado.- Tras esta deshidratación, el grano se muele en un molino de rodillos, obteniéndose una harina que es conocida como *grist* o malta molida [6].

Fermentación.-Se coloca la malta molida en una caldera circular de remojo o '*mash tun*' y se mezcla con agua caliente, para provocar que las enzimas de la malta transformen el almidón en azúcar. El producto de este procedimiento es conocido como mosto fermentado [6].

Destilación.-La destilación del mosto fermentado se efectúa en dos etapas en alambiques. En la primera destilación (5 - 6 horas) se obtiene el llamado *low wine*, teniendo entre un 20%-22% de alcohol. En la segunda destilación se destila el *low wine*. Las cabezas y las colas se separan y reciclan. Se obtiene un líquido claro y con más alcohol (de 58% -60% alcohol), que se diluye con en agua hasta 55% de alcohol; este producto ya es el whisky [6].

Maduración.-El whisky obtenido, incoloro es sometido a envejecimiento durante al menos 3 años, y a veces hasta 12 años, en barricas de roble siendo más apreciadas las que han contenido vino de Jerez, que le dan una ligera coloración dorada característica [6].

Envasado.-Finalmente una vez que ha madurado, es envasado en botellas de vidrio [6].

En cada una de las etapas de la elaboración del whisky se van formando diferentes compuestos que al final lograrán darle el sabor y la calidad al whisky. Sin embargo, algunos de ellos son compuestos indeseables, como el metanol, que debe de estar en pocas cantidades en la bebida; otros como el acetaldehído, dan pauta para saber el tiempo de maduración que ha sufrido el whisky; por otra parte los alcoholes superiores también son decisivos en la calidad del whisky. Por éstos y otros motivos existen normas que rigen a dichas bebidas, como son la Norma Mexicana **NOM-142-SSA1-1995** y la Norma Española **Real Decreto 665/85 (BOE.Nº 89. 13-04-1985)**. [30,32]

En este proyecto se llevó a cabo el estudio de diferentes whiskys con la finalidad de identificar qué compuestos y en qué cantidad están presentes en 24 muestras diferentes de whiskys por el método de cromatografía de gases capilar, para determinar si cumplen o no con las normas anteriormente mencionadas [4].

# 1. MARCO TEÓRICO

## 1.1 DEFINICIÓN DE WHISKY.

El whisky es el aguardiente compuesto obtenido por la mezcla de aguardientes de malta y el destilado de cereales, previamente envejecidos en recipientes de roble, durante el tiempo suficiente y en las debidas condiciones ambientales de temperatura y humedad.

Los **aguardientes de malta**.-Son los aguardientes obtenidos por destilación de caldos fermentados de cebada malteada en su totalidad. Su graduación alcohólica es del 60 al 80% en volumen [1].

El **destilado de cereales**.-Es el alcohol obtenido por destilación de caldos de cereales, sacarificados y fermentados. Su graduación alcohólica está comprendida entre el 80 y 96% volumen [31].

El **Whisky** es la bebida proveniente de Irlanda, elaborada por fermentación de gramíneas: cebada, maíz, centeno, trigo, avena, arroz, etc. Se destila por evaporación en varios alambiques durante 2 años.

Este aguardiente se comercializa con un contenido alcohólico de entre 40 y 50 % del volumen [22].

El **whisky o güisqui**, en Irlanda se utiliza la grafía whisky; su plural es "*whiskies*" o "*güisquis*". Es un anglicismo y se pronuncia *luískil* o *lgüískil*, como también se escribe. Esta palabra viene del gaélico *uisce beatha*, agua de vida. Esta palabra evolucionó de *uisge beatha* a *usge*, y de ésta a *uski*, y de ésta a la definitiva whisky (whisky). Se dice que los monjes irlandeses cuando fueron a evangelizar a Escocia se llevaron con ellos la receta. Luego los escoceses robaron la receta a los monjes y desarrollaron toda su industria gracias a las leyes inglesas que prohibían destilar éste a los irlandeses. Y lo extendieron, a la vez que la palabra, por el mundo, dando lugar a "whisky" [24].

**Whisky:** Aguardiente obtenido por la fermentación alcohólica y destilación de mostos sacrificados de cereales, tales como cebada, centeno, trigo y maíz. Los destilados se añejan en barriles de roble, por un periodo no menor de tres años. Su grado alcohólico oscila de  $40 \pm 0,5$  hasta  $55 \pm 0.5\%$  volumen [32].

**Whisky:** Es el producto obtenido por destilación de mostos fermentados provenientes de maltas de cereales, sometido a un período de añejamiento no inferior a 3 años en barriles de roble, de tal forma que al final posea el gusto y el aroma que le son característicos.



Destilado de cereales es el alcohol obtenido por destilación de caldos de cereales, sacarificados y fermentados. Su graduación alcohólica estaría comprendida entre el 80 y 96% volumen antes del proceso de maduración.

El whisky ha de contener un mínimo de 25% del alcohol absoluto procedente del aguardiente de malta, y la graduación alcohólica ha de ser de 40% volumen mínimo y de 50% volumen máximo [34].

## **1.2 ELABORACIÓN DEL WHISKY.**

### **1.2.1 SEMILLAS**

#### **1.2.1.1 CEBADA**

Botánicamente, la cebada pertenece a la familia de las Gramíneas, plantas herbáceas con flores.

En la figura 1 se muestra la planta de cebada.



**FIGURA 1.-** Planta de cebada en la etapa de llenado de granos. [20]

La composición media de un grano de cebada aparece en la Tabla 1.

**TABLA 1.-** Composición media del grano de cebada

<b>Componente</b>	<b>Porcentaje</b>
<b>Celulosa</b>	4.8
<b>Almidón y otros carbohidratos</b>	60
<b>Grasas</b>	2.1
<b>Proteínas</b>	10
<b>Otros compuestos nitrogenados</b>	3.4
<b>Sales minerales</b>	2.6
<b>Sólidos totales</b>	85

Las principales características de la calidad de la cebada malteable son:

1. Que la variedad esté aceptada
2. Que los granos sean gordos, tengan lisa la superficie y no estén partidos,
3. Que los granos sean de tamaño uniforme y estén exentos de semillas extrañas,
4. Un buen peso de 1.000 gramos
5. Sin pre-germinación
6. Que la germinación esté próxima al 100% de granos,
7. Bajo contenido de nitrógeno (es decir, poca proteína),
8. Sin mohos ni infecciones y con olor a saludable
9. Que no esté desecada antes de la entrega.

### ESTRUCTURA BIOQUÍMICA DE LA CEBADA.

#### *POLISACÁRIDOS AMILÁCEOS. [1]*

El almidón está localizado en gránulos específicos que se encuentran en el endospermo del grano. Existen dos tamaños: grandes (20-25  $\mu\text{m}$  de diámetro) y pequeños (1-5  $\mu\text{m}$ ). Los últimos sobrepasan numéricamente a los primeros. El almidón de cebada consta de dos fracciones químicas principales:

1. Amilopectina, un polímero ramificado de unidades de D-glucosa, unidas por enlaces. La amilopectina supone aproximadamente el 75-80% del almidón de cebada.

2. Amilosa, polímero de cadena recta (enrollada), formado por unidades de D-glucosa.

#### *POLISACARIDOS NO AMILÁCEOS. [1]*

Son los azúcares y las hemicelulosas.

1. Azúcares. Los principales azúcares simples del grano de cebada son la sacarosa y la rafinosa, fundamentalmente localizados en la capa de aleurona y el embrión. En el proceso de malteado se producen muchos más azúcares, tanto en términos de variedad como de cantidad.
2. Gomas. Son los  $\beta$ -glucanos y pentosanos que son solubles en agua caliente.
3. Hemicelulosas. Esta fracción se refiere al  $\beta$ -glucano y componente pentosano insolubles en agua caliente. La mayor parte se encuentra en las paredes celulares del endospermo, aunque una pequeña cantidad procede de la cáscara. Los pentosanos son, técnicamente, arabino-xilanos.

#### *PROTEÍNAS (NITRÓGENO) [1].*

El contenido en nitrógeno de una cebada malteada, que debe estar dentro del margen, 1.4-1.8% sobre peso seco, es un índice del contenido proteínico presente.

En términos generales:

Contenido de proteína= %N X 6.25

La mayor parte de nitrógeno de la cebada está localizada en el endospermo como proteína de reserva y proteína enzimática. Existen 4 fracciones proteínicas principales:

1. Albúmina (soluble en agua caliente) que supone alrededor del 4% de la proteína total.
2. Globulina (soluble en cloruro sódico diluido) que llega a un 31% de la proteína total.
3. Hordeína (soluble en etanol al 70%) que alcanza hasta el 36% de la proteína total y
4. Glutelina (soluble en hidróxido sódico diluido) entorno al 29% de la proteína total.

La albúmina y la globulina son predominantemente proteínas enzimáticas, representando fuentes potenciales de  $\beta$ -amilasas y peptidasas.

La hordeína y la glutelina son fundamentalmente proteínas estructurales, estando localizadas en las envolturas de los gránulos de almidón. Son las proteínas que más se degradan durante el malteado.

Además del contenido en proteínas, existen diversos compuestos que contienen nitrógeno en pequeñas cantidades. Entre ellos figuran ácidos nucleicos, aminos, amidas, y aminoácidos libres.

#### *LÍPIDOS.*

Están localizados principalmente en el embrión y en la capa de aleurona y constituye aproximadamente el 3-4% del peso seco total del grano. Los ácidos grasos predominantes encontrados en los lípidos de la cebada son los ácidos palmítico, oleico y linoleico. También se encuentran fosfolípidos en cantidades pequeñas.

#### *OTROS CONSTITUYENTES.*

Monofenoles (ejemplo: cumarina) y polifenoles (ejemplo: antocianógenos) están presentes en pequeñas cantidades en cáscara, pericarpio, epispermo y capa de aleurona.

Diversos iones minerales se localizan en la capa de aleurona, siendo los principales  $K^+$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Na^+$ ,  $Cl^-$ . En la cáscara se encuentra la sílice. El embrión y la capa de aleurona contienen una diversidad de vitaminas del grupo B, entre ellas la biotina y el inositol. Éstos son vitales en el proceso de fermentación [1].

### **4.2.1.2 TRIGO**

Es utilizado principalmente en base a su precio. Se dice que el grano de trigo está desnudo, ya que no posee cáscara. Por ello, surgen problemas inherentes durante el malteado, debido a que la acrosira no está protegida y puede desprenderse fácilmente del grano, y por consiguiente puede dar problemas en la germinación debido a que la cascarilla y la cubierta del fruto tienen función protectora. También aseguran la distribución eficaz del agua por capilaridad, sobre la superficie del grano. De esta manera el agua puede luego penetrar al embrión, en parte, a través del micrópilo y en parte, por vía de cualquier discontinuidad casual de la cascarilla de la cubierta de la semilla, la cual es selectivamente permeable. No sólo impide la salida de azúcares y aminoácidos del grano, sino también la entrada de microorganismos [19]. La falta de cáscara, sin embargo, significa que el grano de trigo tendrá aproximadamente el 8% más de almidón, en igualdad de peso, que el equivalente grano de cebada. En teoría, por tanto, pueden alcanzarse niveles de extracto mayores a partir de la malta de trigo.

Los granos de trigo son más fáciles de moler que los granos de cebada y por dicha razón, se someten frecuentemente a tratamiento térmico preliminar.

La capa de aleurona del trigo sólo consta de una célula de espesor, pero responde al ácido giberélico de forma similar a la cebada, a excepción de que la  $\alpha$ -amilasa se produce sin la estimulación necesaria para el ácido giberélico [6].

En la figura 2 se muestra la planta de trigo.



**FIGURA 2.-** Planta de trigo en el periodo de llenado de grano.[16]

#### **4.2.1.3 MAIZ.**

*Zea mays* (nombre científico), otro cereal de grano desnudo. También la capa de aleurona tiene solo una célula de grosor, aunque el maíz no es sensible al ácido giberélico. Las paredes celulares del endospermo son delgadas y, en consecuencia, los niveles de  $\beta$ -D-glucano son bajos, con los que los gránulos de almidón son altamente hidrolizables. [6]

Aunque el contenido de almidón es alto (aproximadamente 72%), los granos de maíz también contienen una fracción de lípidos relativamente alta (4-5%), asociada principalmente al germen. Por tal razón, es preciso eliminar el germen antes de emplear el maíz.

En la figura 3 se muestra la planta de maíz.



**FIGURA 3.-** Planta de maíz en la etapa final de maduración. [14]

#### 4.2.1.4 CENTENO.

La semilla es de grano pequeño. Su composición aproximada se presenta en la tabla 2 [12].

**TABLA 2.-** Composición del Centeno

Cereal	% Humedad	Proteína N.x 6.25	% Grasa	% Hidratos de carbono solubles	% Fibra	% Cenizas	% Ac-Grasos
Centeno	10	12.4	1.3	71.7	2.3	2.0	21.02

En la figura 4 se muestra la planta de centeno.



**FIGURA 4.-** Planta de centeno en el periodo de llenado de grano. [18]

#### **4.2.2 MALTEADO**

La malta está constituida por granos de cereales, ordinariamente cebada, germinados primero, durante un periodo limitado de tiempo, y luego desecados.

Para comenzar el malteado los granos se remojan con agua para aumentar su contenido de humedad, necesaria para la germinación (normalmente 42-46%) [6].

Los granos no solamente se remojan en agua estática, sino que se someten a periodos intermitentes de drenaje (llamados paradas de aireación), en los que se hace pasar aire a través de la cuba de remojo. Esto permite dispersar el dióxido de carbono, favoreciendo así la germinación. Los ciclos de remojo varían, un ciclo habitual podría ser:

- 8h de remojo (humedad hasta 32-34%)

- 14h de drenado

- 8h de remojo (humedad hasta el 38-42%)

- 10h de drenado

- 8h de remojo (humedad hasta el 44-46%).

El grano de cebada sin maltear contiene cantidades considerables de  $\beta$ -amilasa latente, en formas tanto soluble e insoluble. Durante el malteado, la enzima se solubiliza totalmente. Por otra parte, la  $\alpha$ -amilasa se produce durante el malteado.

Durante el malteado, el almidón de la cebada es degradado por las amilasas fundamentalmente a una mezcla de moléculas de poliglucosa, algo menos complejas que las originales.

Los productos de las  $\alpha$ -amilasas son fundamentalmente carbohidratos complejos denominados dextrinas, ramificadas y lineales. La  $\beta$ -amilasa libera también dextrinas ramificadas, pero su principal producto es la maltosa. Las dos trabajan juntas; la  $\alpha$ -amilasa proporcionando nuevos extremos no reductores, para facilitar el ataque de la  $\beta$ -amilasa [6].

#### **4.2.3 SECADO.**

El proceso de germinación es detenido por el malteador desecando los granos de malta. La deshidratación prolongada y la disminución de la temperatura conducen a una malta clara, con gran parte de su contenido enzimático intacto, en tanto que una deshidratación rápida y a temperaturas altas rinde maltas oscuras, deficitarias en actividad enzimática. [1]



## 4.2.4 FERMENTACIÓN.

### 4.2.4.1 FERMENTACIÓN EN WHISKYS

Se coloca la malta molida en una caldera circular de remojo o '*mash tun*' y se mezcla con agua caliente, para provocar las enzimas de la malta a transformar el almidón en azúcar. El líquido desprendido se conoce como '*wort*' o mosto. El mosto se bombea en toneles grandes en donde se le añade la levadura. Una fermentación fuerte transforma el azúcar en alcohol y el líquido resultante se conoce como '*wash*' o mosto fermentado.

#### 4.2.4.1.1 MOSTO.

La malta triturada, se mezcla con agua agitando lentamente, para producir un extracto fermentable que permita el crecimiento de la levadura. La mezcla se tiene que dejar en reposo durante un determinado período de tiempo y el líquido azucarado resultante es lo que se conoce como *mosto*. [1]

#### Carbohidratos.

La naturaleza y composición del mosto dulce es totalmente dependiente de las materias primas empleadas. Un 98% de los carbohidratos proceden del almidón y el resto 2% resultan de la hidrólisis de sustratos de la malta no amiláceos, como las hemicelulosas. En la mayor parte de los mostos, los carbohidratos representan un 91% del extracto seco del mosto y hasta el 75% de esta fracción normalmente es fermentable. Teóricamente, al completarse la hidrólisis, el almidón se ha degradado a glucosa pura en su forma de monohidrato (conocida como dextrosa) que es totalmente fermentable.

En el mosto dulce existen cuatro fracciones principales de carbohidratos:

1. *Oligosacáridos*. Siendo principalmente las dextrinas que representan los productos de degradación parcial del almidón. Pueden suponer entre el 25-27% de los carbohidratos totales del mosto.
2. *Trisacáridos*. El principal azúcar de este grupo es la maltosa, que supone un 14% de los carbohidratos totales del mosto.
3. *Disacáridos*. Los principales disacáridos son la maltosa (aproximadamente el 14% de los carbohidratos totales del mosto) y la sacarosa (aproximadamente 5%).
4. *Monosacáridos*. La glucosa y la fructosa son los principales monosacáridos del mosto, pudiendo alcanzar el 9-10% de los carbohidratos del mosto.

### Compuestos nitrogenados.

Los principales grupos de compuestos nitrogenados son aminoácidos, péptidos, polipéptidos, proteínas, y ácidos nucleídos.

Los compuestos nitrogenados de menor peso molecular, como los aminoácidos, son esenciales para el posterior crecimiento de levaduras.

Un 50-80% de los aminoácidos presentes en el mosto procede directamente de la propia malta.

### Ácidos grasos.

Su presencia en el mosto está totalmente condicionada por la calidad de la malta. Los ácidos grasos son importantes en el metabolismo de las levaduras, pero una concentración demasiado alta, conduce a la formación de compuestos malolientes.

### Compuestos sulfurados.

Una amplia gama de compuestos de azufre pueden proceder de la malta, siendo los más importantes la S-metil-metionina (SMM), los mercaptanos y los polisulfuros. La mayoría son inestables y tienen bajo punto de ebullición, por lo que desaparecen durante el tostado de la malta. [1]

#### 4.2.4.1.2 MICROORGANISMOS IMPLICADOS EN LA FERMENTACIÓN.

Levaduras: Las principales, son sobre todo las *Saccharomyces*. En el whisky se utiliza *Schizosaccharomyces pombe*.

Bacterias: la fermentación por bacteria suele ser espontánea al encontrarse en los productos, aunque también en el whisky se inocula con *Lactobacillus* que influyen en el aroma. En el whisky se utilizan distintas especies de *Clostridium* también con efectos positivos [6].

Las reacciones bioquímicas, por las cuales los microorganismos (levaduras y bacterias) pueden transformar los componentes del mosto, corresponden a fenómenos normales (fermentación alcohólica y maloláctica) o accidentales (enfermedades de origen bacteriano), que cambian la composición química y, por consiguiente, los caracteres organolépticos.

En la fermentación del mosto, las levaduras producen alcohol por fermentación anaerobia. No obstante, es necesaria una cierta aeración, durante la vinificación, utilizándose el oxígeno para la multiplicación celular de las levaduras.

Independientemente de este caso general, existen dos casos particulares de intervención de las levaduras aerobias que se desarrollan en el vino por respiración. Se trata en primer lugar de las levaduras *micodérmicas* responsables de la flor, y también de ciertas levaduras del género *Saccharomyces*, dotadas de una fuerte actividad oxidativa, que son susceptibles de formar un velo sobre vinos ricos en alcohol. Se les designa con el nombre de levaduras de velo, y producen diferentes transformaciones, en particular la producción de compuestos aldehídicos.[1]

Aunque estos dos tipos de levaduras tengan características bioquímicas similares, sus consecuencias enológicas son muy diferentes. De forma esquemática puede decirse que realizan las siguientes transformaciones:

1. Alcohol etílico + O<sub>3</sub> → Acetaldehído
2. Acetaldehído + O<sub>2</sub> → Acido acético
3. Acido acético + O<sub>2</sub> → CO<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>O

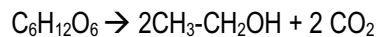
En función del equipamiento enzimático de las células, algunas de estas tres reacciones pueden verse más o menos favorecidas.

Las LEVADURAS de la FLOR transforman el alcohol, así como la acidez volátil y la fija, en carbónico y agua. Las LEVADURAS de VELO forman acetaldehído gracias a la importante actividad de un enzima, el alcohol hidrogenasa, como es el caso de los whiskys. [1]

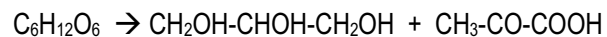
#### 4.2.4.1.3 TIPOS DE FERMENTACIÓN.

##### 4.2.4.1.3.1 FERMENTACIÓN ALCOHÓLICA.

La fermentación alcohólica designa exclusivamente la formación de alcohol a partir de los azúcares según la ecuación de Gay-Lussac [6]:



Pero se sabe que no todas las moléculas de azúcar sufren la transformación anterior, ya que la fermentación glicopirúvica degrada un cierto número de ellas, como indica la ecuación de Neuberg:



Junto con la glicerina aparece el ácido pirúvico, eventualmente descarboxilado en etanal, pero no reducido en alcohol, siendo el origen de diferentes productos secundarios.

La glucólisis (glucólisis comprende el conjunto de las reacciones que permiten a las células vivas transformar los azúcares de seis átomos de carbono “glucosa y fructosa” en ácido pirúvico) constituye la primera fase de la fermentación alcohólica. El ácido pirúvico que aparece está descarboxilado bajo la forma de acetaldehído y reducido en alcohol etílico. Esta reacción la realiza la forma reducida del NAD (Nicotinamida Adenina Dinucleótido) que aparece durante la oxidación del gliceraldehído-3 fosfato. Las dos reacciones están, pues, interrelacionadas, produciéndose una oxido-reducción (Figura 5). Se comprende así la necesidad de la

reoxidación de  $\text{NADH}_2$ , ya que de no ser así la glucólisis se detendría cuando todo el NAD presente en la célula se hubiese reducido [1].

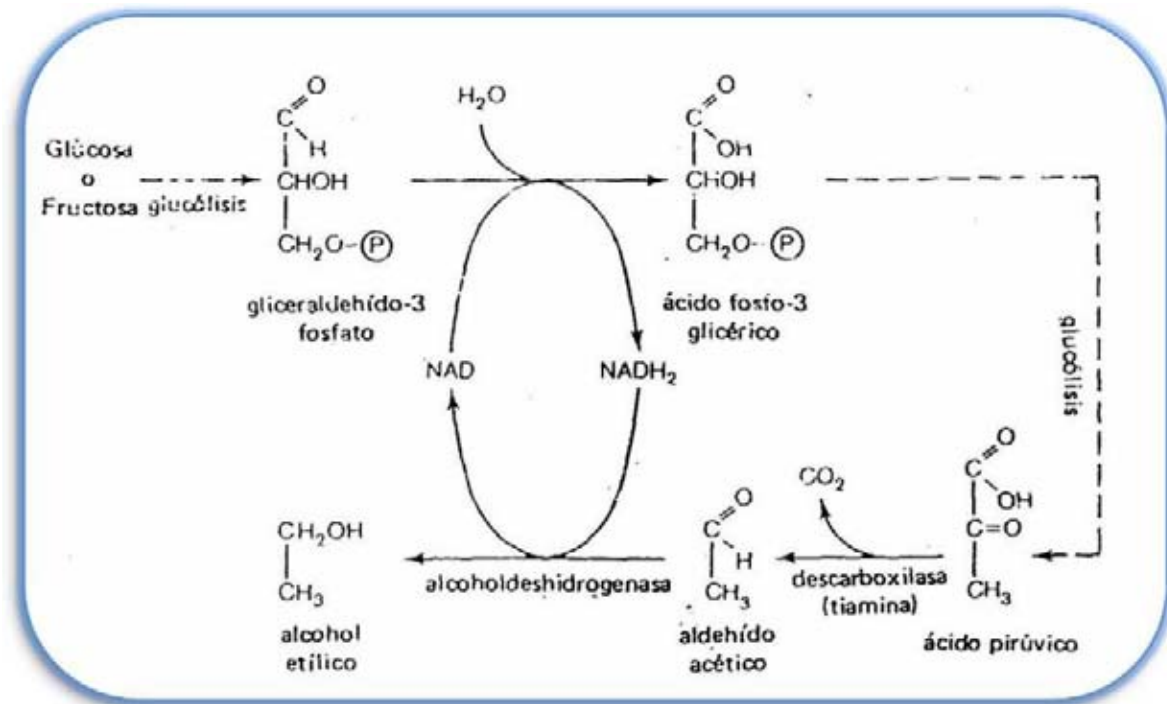


FIGURA 5.-Reacción de oxido-reducción de glucosa o fructosa a alcohol etílico [1].

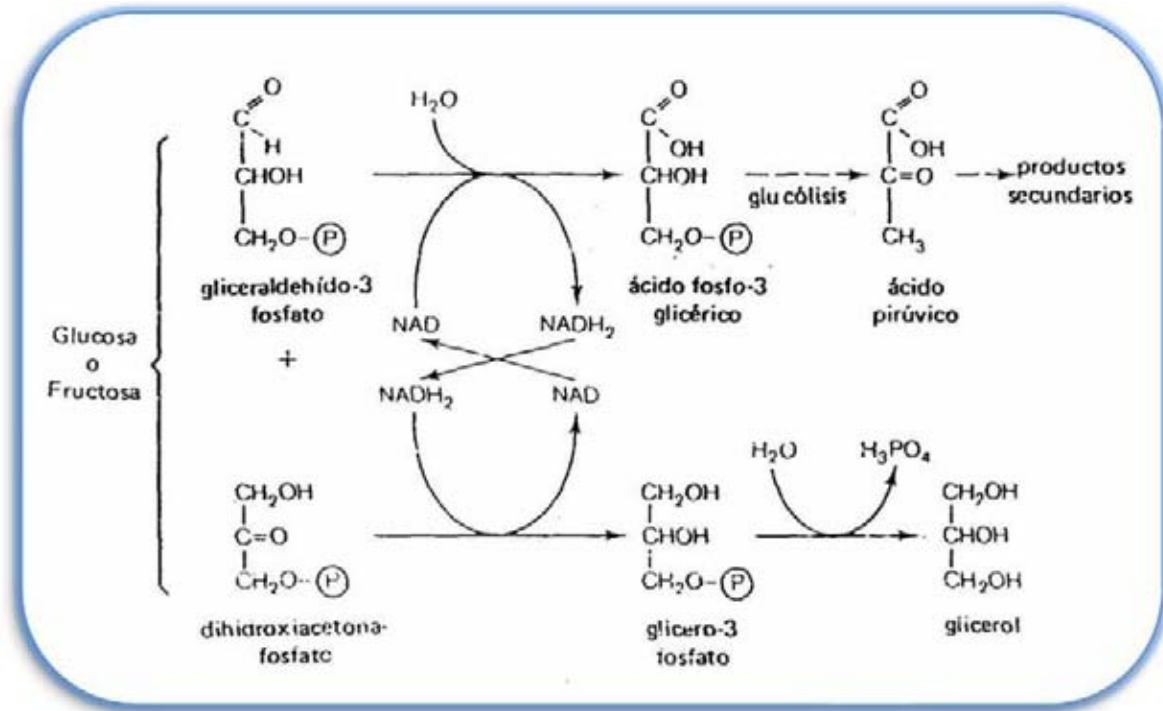
#### 4.2.4.1.3.2 FERMENTACIÓN GLICOPIRÚVICA.

Al describir el mecanismo de la fermentación alcohólica, se puede observar que es necesaria la reoxidación del NAD reducido durante la glucólisis. Esta oxidación se hace a partir del acetaldehído, pero al principio éste está ausente del medio, es decir, que hay un círculo vicioso: para que la glucólisis pueda llevarse a cabo normalmente, es necesaria la presencia de acetaldehído, pero éste se forma justamente al finalizar la glucólisis [1].

Se explica así la existencia de un período de inducción, durante el cual la reoxidación del  $\text{NADH}_2$  se hace a expensas de dihidroxiacetona fosfato procedente de la ruptura de la molécula de azúcar por la glucólisis, esta reducción conduce a la formación de glicerina.

Simultáneamente el ácido fosfo-3 glicérico procedentes de la oxidación del gliceraldehído-3 fosfato se descompone, según las reacciones de la glucólisis, en ácido pirúvico, eventualmente descarboxilado en

acetaldehído, que no se puede reducir en alcohol por que los dos hidrógenos (procedentes de  $\text{NADH}_2$ ), que sirven para esta reducción en el caso de la fermentación alcohólica, ya se utilizaron para formar glicerina a partir de la dihidroxiacetona fosfato. (Figura 6) [1].



**FIGURA 6.-** Reacción de formación de glicerol a partir de dihidroxiacetona [1]

En suma, cada vez que hay formación de una molécula de glicerina, se acumula una molécula de ácido pirúvico (o de acetaldehído) sin ser transformada en ácido láctico (o en alcohol etílico). Es pues, en el ácido pirúvico, procedente de la fermentación gliceropirúvica, donde está el origen de muchos productos secundarios.

La comparación de los esquemas de las fermentaciones alcohólicas y gliceropirúvica muestra muy bien la competencia entre los dos aceptores de hidrógeno, el acetaldehído por una parte, y la hidroxiacetona fosfato por otra. El primero es más fácil de reducir y es el que fija preferentemente los dos hidrógenos procedentes del  $\text{NADH}_2$  cuando están en concentraciones equivalentes. Pero si no hay acetaldehído (que precisamente es lo que sucede al principio del desarrollo de las levaduras sobre un medio azucarado), la dihidroxiacetona fosfato sirve de aceptor de hidrógeno y al mismo tiempo permite la acumulación de acetaldehído, que servirá para iniciar la fermentación alcohólica propiamente dicha. [1]

#### 4.2.4.1.3.3 FORMACIÓN DE ALCOHOLES SUPERIORES.

La síntesis de los aminoácidos y de las proteínas por las levaduras utiliza los mecanismos clásicos de la bioquímica. La introducción del nitrógeno amoniacal se hace a partir del ácido  $\alpha$ -cetoglutáminico. Todos los demás aminoácidos están formados, ya sea por modificación del esqueleto carbonado del ácido glutámico, por ejemplo la formación del ácido aspártico a partir del ácido oxalacético, o la síntesis de la anilina a partir del ácido pirúvico.

Entre los productos de degradación metabólica de los aminoácidos, los alcoholes superiores son los más importantes en Enología, ya que intervienen por sí mismos o por sus ésteres en los caracteres organolépticos. El mecanismo de la reacción comprende la desaminación en ácido cetónico, que es descarboxilado a aldehído y reducido luego a alcohol.

La tabla 3 presenta la correspondencia entre los aminoácidos de  $n+1$  átomos de carbono y los alcoholes de  $n$  átomos de carbono; sin embargo, existen alcoholes como el  $n$ -propanol, que no tiene precursores posibles entre los aminoácidos naturales. Sin embargo, no hay correlación entre los contenidos de aminoácidos y alcoholes superiores correspondientes. [6]

**TABLA 3.-** Principales alcoholes superiores, y aminoácidos que los proceden.

<b>Alcoholes superiores</b>	<b>Aminoácido correspondiente</b>
<b>Alcohol Isoamílico o 3-metil-1-butanol</b>	Leucina
<b>Alcohol Isobutílico o 1-metil-2-propanol</b>	Valina
<b>Alcohol n-propílico</b>	-
<b>Además de encontrarse otros como Alcohol amílico, butanol, etc)</b>	Isoleucina, etc.

Por otra parte, no existe ninguna relación entre la formación de alcoholes superiores y el aporte nitrogenado.

Los precursores indispensables de la síntesis de los alcoholes superiores no son los aminoácidos, sino los correspondientes ácidos cetónicos, que no proceden exclusivamente de la degradación de los aminoácidos, sino que proceden también del metabolismo glucídico. Se explica así, que algunos alcoholes superiores (isobutílico e isoamílicos) puedan tener muchos mecanismos de síntesis (a partir de los aminoácidos o por medio del metabolismo glucídico).

## 4.2.5 DESTILACIÓN.

### 4.2.5.1 PROCESO DE DESTILACIÓN.

El método tradicional de destilación es el alambique. Hoy en día se utilizan alambiques de cobre que constan de una marmita y de un condensador (serpentín) de sustancias volátiles. Tienen el inconveniente de producir una separación entre los distintos componentes muy leve, es decir, tan sólo separa aquellos componentes con mayor diferencia de volatilidad. El cobre se une a los ácidos grasos quedándose unidos éstos a la pared. Así se evitan los malos sabores. Los alambiques continuos tienen dos columnas, un analizador y un rectificador que elimina la mayor parte de agua y de sustancias menos volátiles. Entre ambas columnas se puede situar un purificador. Las columnas de rectificación empleadas mayoritariamente hoy en día están llenas de materiales como anillos de vidrio, lo que permite eliminar sustancias no deseables. En las columnas de rectificación se obtiene:

- ✓ Cabezas: componentes más volátiles como el acetaldehído o el metanol.
- ✓ Fracción intermedia: es el verdadero destilado.
- ✓ Colas: son los componentes menos volátiles como el agua o los terpenos.
- ✓ Podemos eliminar más o menos cantidad de colas y cabeza para obtener un destilado más o menos duro en etanol.

El mosto fermentado está hervido en el primer alambique y condensado en una forma llamada '*low wines*' o flemas. Las flemas se destilan por segunda vez en otro alambique y de allí, se recoge un vapor de alcohol que con el tiempo llegará a ser whisky. En unas pocas destilerías (ej. Auchantoshan) se requieren tres destilaciones.

En las viejas destilerías escocesas se efectúa la destilación en dos etapas, en grandes alambiques discontinuos de cobre. En la primera etapa se separa un líquido con el 23% de alcohol y en la segunda se recoge la parte central del destilado, que es un líquido incoloro con un contenido alcohólico del 55%. Las porciones superior e inferior del destilado, cabezas y colas, respectivamente, se utilizan en el primer alambique en la siguiente destilación. El alcohol obtenido se rebaja con agua hasta los 55% etanol y se almacena en grandes cubas de madera pasando posteriormente a toneles de roble que hayan contenido whisky, bourbon o vino de Jerez. Pasados unos 5 años (3 años es el tiempo mínimo marcado por ley) estará



listo para su consumo ya que durante este tiempo, el whisky habrá cogido su color característico y los aromas procedentes de la madera así como el sabor del tanino. Si el envejecimiento se mantiene 15 años, se consigue la máxima madurez. [1]

#### 4.2.5.2 COMPOSICIÓN DE LAS BEBIDAS DESTILADAS.

Compuestos que confieren sabor y aroma:

- ✓ Metanol: muy frecuente en productos elaborados a partir de fruta ya que éstos contienen pectinas que pueden desprender metanol. Se considera una sustancia indeseable y tóxica.
- ✓ Alcoholes superiores: también denominados alcoholes de fúsel. Se encuentran en altas concentraciones en cualquier tipo de bebida destiladas. Si estas concentraciones son excesivamente altas se pueden considerar como sustancias no deseables. Entre los principales encuentran el isoamílico y el isobutílico.
- ✓ Ácidos orgánicos: El principal es el acético que proviene por una parte de la fermentación y por otra de la madera de la barrica. Otros ácidos orgánicos importantes son el propiónico, isobutírico y el caproico.
- ✓ Esteres de ácidos grasos: el más importante es el acetato de etilo. Otros son el caproato de etilo, butirato de etilo etc.
- ✓ Compuestos carbonílicos: el más importantes el acetaldehído. Otros son el propanol, el furfural y la vainillina, muchos de ellos procedentes de la barrica.
- ✓ Otros compuestos: distintos fenoles que pueden proceder del ahumado con turba, terpenos procedentes de aceites etéreos, glucósidos etc.

Estos compuestos son los que van a caracterizar los distintos tipos de bebidas destiladas. Hay otros compuestos que producen las diferencias más finas entre ellas [7,8].

En el whisky los componentes de mayor importancia son los alcoholes superiores que son mayores en el caso de los whisky escoceses. El isoamílico y el amílico son los más importantes. También se pueden encontrar ácidos grasos como el butírico en el Bourbon, además del ácido acético. También aparecen compuestos carbonílicos como el furfural y la acroleína que se produce durante la destilación. También habrá azúcares

que proceden de la degradación de la madera como la xilosa o la ramnosa. En los whisky también hay alta concentración de glicerol que procede fundamentalmente en de la degradación de la madera [1].

#### 4.2.6 MADURACIÓN

Las bebidas alcohólicas se pueden diferenciar en bebidas congénicas o no congénicas. Los congéneres son aquellos compuestos que se han formado en las distintas etapas del proceso de fabricación y que atribuyen a la bebida los aromas y las propiedades sensoriales que caracterizan al producto final (metanol, alcoholes superiores, aldehidos, esterres de ácidos grasos). Ejemplo de bebidas congénicas son brandy, whisky y ron. Las bebidas no congénicas son aquellas, que no poseen estos compuestos o se encuentran en trazas; por ejemplo, el vodka y la ginebra [21]. La maduración por lo general sólo se da en las bebidas congénicas. Las bebidas no congénicas suelen llevar un proceso con carbón activo que elimina sustancias indeseables en el producto final.

La maduración se realiza en toneles de madera, en cubas o en garrafas de vidrio según se deseen que se produzcan fenómenos de oxidación de la madera como por ejemplo la vainillina, que es uno de los compuestos que dan el olor característico al whisky. Durante la maduración se pueden producir esterificación. Antes o durante la maduración se suelen añadir clarificantes como albúminas, bentonitas que provocan un arrastre y precipitación de sustancias inestables como los taninos. Esos clarificantes también van a disminuir las características aromáticas de estos productos así como el sabor y el color.

En la figura 7 se muestra una barrica de roble blanco, que es la más usada para los whiskys. [6]

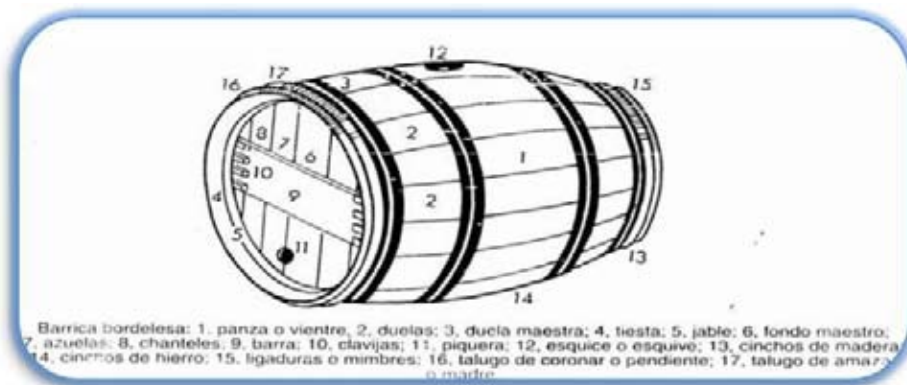


FIGURA 7.- Barrica de roble blanco.[6]

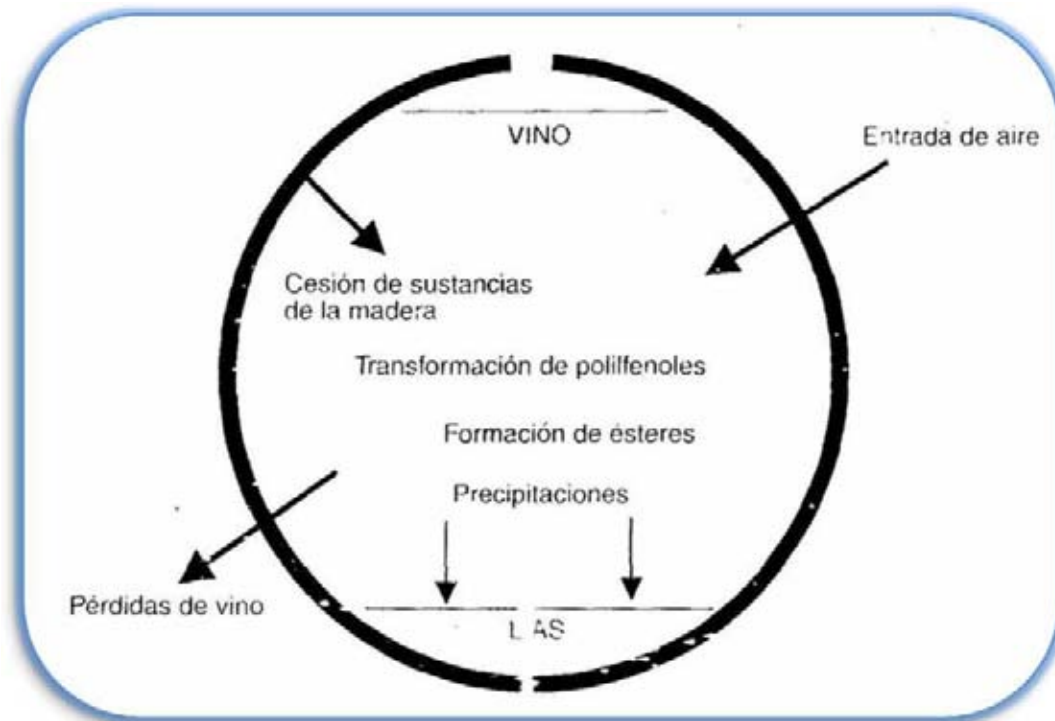
Después de la maduración se filtra, y en algunos casos se pausteriza, y se embotella.

Durante la crianza en barrica se producen una serie de fenómenos o transformaciones de carácter físico, químico, o incluso biológico, que logran por una parte una estabilización natural de los mismos, permitiendo hasta su consumo una vida más larga, y por otra parte una serie de cambios y de mejoras en sus caracteres sensoriales. Todos estos sucesos se producen de manera simultánea, por lo que pueden influir unos sobre otros, y además algunos pueden ser modificados y controlados, pudiendo de este modo mejorar las presentaciones buscadas en la crianza.

Los fenómenos que suceden durante la crianza, pueden resumirse en los siguientes:

- Entrada de aire y oxígeno a través de la madera o de los trasiegos.
- Pérdida de licor a través de la madera o de los trasiegos
- Precipitación de diversas sustancias en la barrica.
- Formación de esteres en los vinos.
- Transformación de los polifenoles en los vinos
- Cesión de sustancias contenidas en la madera.

En la figura 8 se muestra los fenómenos de crianza en la barrica. [6]



**FIGURA 8.-** Fenómenos de crianza en barrica.[6]

### 4.3 TIPOS DE WHISKY

El whisky fue obtenido por primera vez en Irlanda, de donde pasó a Escocia y después a Norteamérica. Es actualmente el aguardiente más difundido en el mundo. Se producen varios tipos de whisky en todo el mundo, diferenciándose fundamentalmente unos de otros en:

1º) La naturaleza y proporción de los cereales utilizados como materia prima.

2º) El tipo de destilación, pudiéndose agrupar en dos tipos:

- Destilación discontinua en alambiques. Son el whisky escocés de malta y el whisky irlandés.
- Destilación continúa. Son el whisky escocés de grano, los whiskys americanos y el whisky canadiense. [17,23]

#### 4.3.1 WHISKY DE MALTA.

Son los aguardientes obtenidos por destilación de caldos fermentados de cebada malteada en su totalidad. Su graduación alcohólica será del 60 al 80% en volumen. [10]

El whisky de malta (*malt whisky*) recibe su nombre y sabor del método con el que se elabora. La cebada se deja germinar (proceso que se denomina malteado) para luego tostarla al fuego de un horno de malta y someterla a los procesos de trituración, destilación y fermentación. Tras su destilación, las maltas singles se dejan envejecer generalmente por un periodo de ocho a quince años antes de su embotellamiento.

Existen otros tipos de whiskys de malta:

Las maltas *single cask* (o 'individuales de tonel') se elaboran destilándolos una sola vez y embotellándolos directamente del tonel de maduración. Mediante este proceso se remarca el carácter particular de la destilación. Estos whiskys suelen ser más fuertes que las maltas comunes (con una graduación de hasta 65°) y el doble de caros. [24]

Los maltas *vatted* son una mezcla de maltas *single* de distintas edades y elaborados en varias destilerías (normalmente propiedad de la misma empresa matriz).

### ELABORACION DEL WHISKY DE MALTA.

Las fases del proceso de elaboración son las siguientes [1]:

1° **La materia prima** de partida es la malta de cebada, que cumple dos objetivos:

- a) Fuente de enzimas (principalmente amilasas), que catalizan la hidrólisis de los polímeros del grano de cebada (conversión) en azúcares fermentables.
- b) Fuente única de almidón.

2° **Malteado.** La operación de malteado puede realizarse en la misma destilería o en plantas especializadas. Tras limpiar la cebada, se somete el grano a remojo durante 2 o 3 días en agua caliente, con removidos periódicos para proporcionar aireación, comenzando así la germinación. Después, se escurre el agua y la malta verde se somete a un tostado, extendiéndola en un suelo perforado debajo del cual se encuentra la turba (combustible). El humo de la turba le da al whisky su sabor característico. La germinación se completa en unos 8-10 días. Cuando el nivel de tostado es el adecuado (el contenido en fenol ha variado de 2 a 20 ppm) la malta se seca a 70°C en hornos para detener todo crecimiento posterior. Los brotes secados se separan, pudiendo servir de alimento para el ganado. Es importante conseguir una temperatura tal que una parte sea lo suficiente elevada para secar el grano, pero que no destruya la actividad enzimática.

3° **Molido** y desdoblamiento del almidón. Tras esta deshidratación, el grano se muele en molido de rodillos, obteniéndose una harina, que es mezclada con agua caliente a 65-70°C, en proporción 1 Kg por 3.2 litros de agua, durante 1 hora, produciéndose el desdoblamiento del almidón. Después se escurre el depósito y el mosto dulce obtenido es enfriado a 21°C, enviándose a continuación a grandes depósitos de fermentación.

4° **Fermentación.** En estos depósitos, de 500 a 1500 HL, se añaden las levaduras *Sacch cerevisiae* en un pie de cuba, normalmente levaduras secas comerciales. Son cepas seleccionadas para tolerar concentraciones de etanol del 12-15%, además de su capacidad para hidrolizar oligosacáridos (maltotriosa,

maltotetraosa) en glucosa. También están presentes bacterias lácticas, sobre todo, que han sobrevivido a la cocción, pudiendo competir con las levaduras y dificultar la actividad amilásica, ya que acidifican el medio a pH 4, aunque muchos destiladores piensan que también contribuyen al carácter del whisky en lugar de ser perjudiciales. La temperatura llega a alcanzar los 35-37°C al final. Si existe riesgo de **parada**, se suele comenzar la fermentación a una temperatura más baja, no siendo usual la fermentación controlada. La fermentación dura unas 36 horas, obteniéndose un contenido de etanol variable del 5 al 11%.

5° **Destilación.** La destilación del mosto fermentado se efectúa en dos etapas en alambiques. En la primera destilación (5-6 horas) se obtiene el llamado "*low wine*", de 20-22°A. En la segunda destilación se destila el *low wine*. Las cabezas y colas se separan y reciclan. Se obtiene un líquido claro y con más alcohol (de 58-60°A), que se reduce con agua hasta 55°A. El residuo de ambas destilaciones puede ser secado y transformado en alimento para el ganado. Al finalizar el proceso, se habrá obtenido aproximadamente un litro de whisky por cada 3 Kg de cebada.

6° **Envejecimiento.** El whisky obtenido, incoloro, es sometido a envejecimiento durante al menos tres años, y a veces hasta 12 años, en barricas de roble, siendo más apreciadas las que han contenido vino de Jerez, que le dan una ligera coloración dorada característica. También se suele añadir caramelo si no se dispone de estas barricas. En las condiciones escocesas (clima frío y humedad) se evapora más alcohol que agua, disminuyendo la graduación alcohólica. Una vez envejecido, el whisky de grano, para dar los "*Blended*". El whisky de grano nunca se consume como tal, sino siempre mezclado con whisky de malta. La figura 1 muestra el esquema de elaboración.

En la figura 9 se muestra el proceso de elaboración para el whisky de malta en forma resumida. [1]

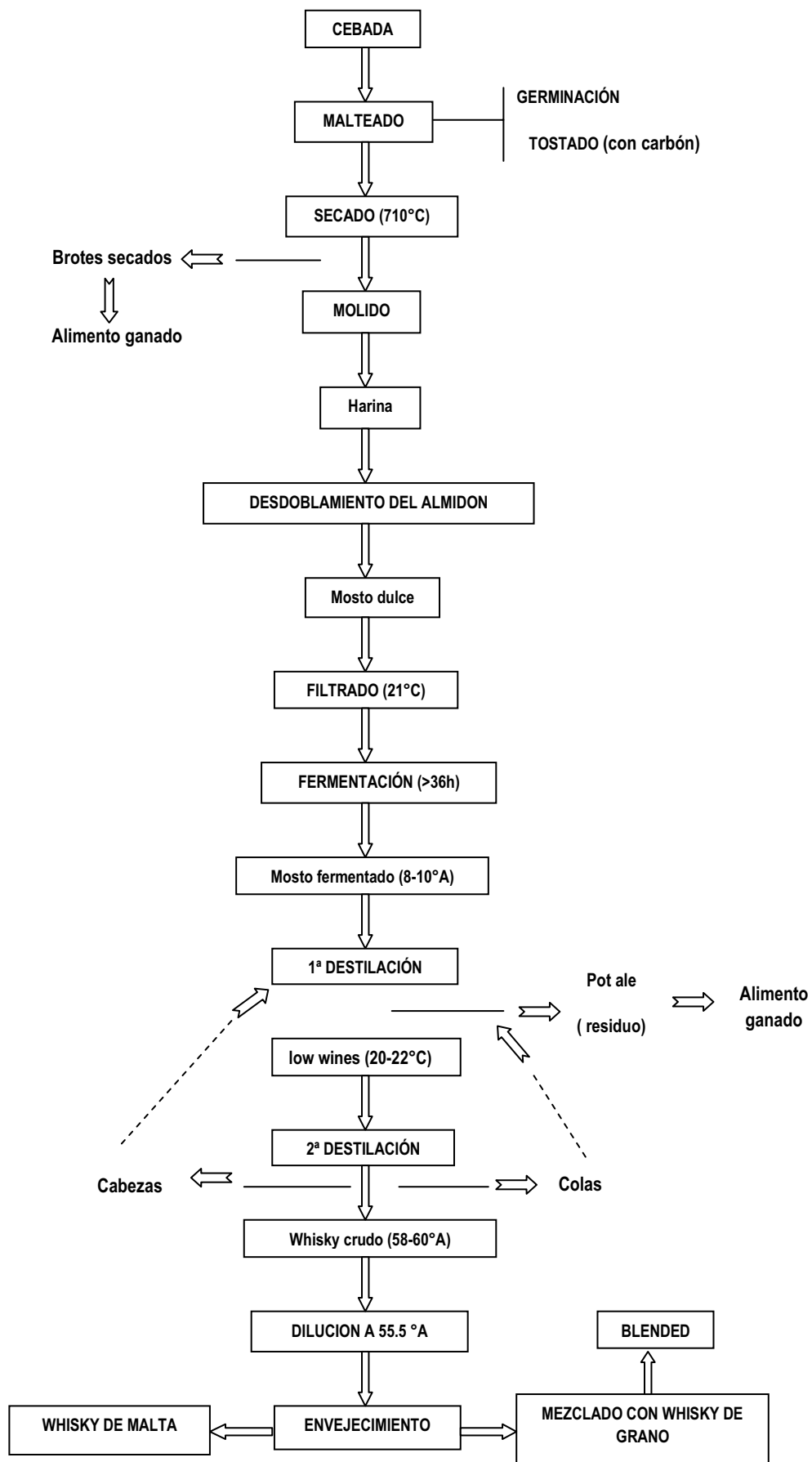


FIGURA9.- Elaboración del whisky de Malta

### 4.3.2 WHISKYS AMERICANOS.

A continuación se describirán los diferentes tipos de whiskys americanos. En particular, se describe en forma detallada el proceso de elaboración del whisky bourbon, ya que todos los demás whiskys son elaborados de manera semejante.

Los distintos tipos y denominaciones de whisky americano son [1]:

**I. Bourbon whisky (elaborado de centeno, trigo, malta).** Son destilados con menos de 80°A, procedentes de un mosto fermentado de al menos 51% de maíz, centeno, trigo, malta de cebada o malta de centeno, respectivamente. Envejecidos, con menos de 62.5°A en el comienzo del envejecimiento, en barricas nuevas de roble carbonizadas interiormente, durante cuatro años mínimo, y embotellados con 40°A como mínimo.

El esquema de elaboración del *bourbon* coincide prácticamente con el del resto de whiskys de grano. El whisky *bourbon* es el más abundante en U.S.A., siendo originario de Georgetown (Kentucky).

Las fases del proceso de elaboración son:

**1ª) Materia Prima.** Ha de tener al menos 51% de maíz (se suele utilizar maíz amarillo híbrido, que contiene un 14% de humedad y 72% de almidón en seco), pero generalmente tiene entre 60 y 70%. El resto de cereales son centeno, cebada y trigo, que transmiten caracteres particulares a los destilados. Una combinación muy usual es 60% maíz, 30% centeno y 10% malta de cebada). La malta de cebada se utiliza como fuente de enzimas amilolácticos, para producir la sacarificación del almidón, además de contribuir al sabor y olor del whisky.

Existen alternativas que permiten emplear menos cantidad de malta utilizando amilasas fúngicas de *Aspergillus niger* (práctica no permitida en el *bourbon*, pero si en el resto de whiskys). Otra opción es reemplazar parte de la malta, usando en su lugar malta tratada con giberilina.



**2ª) Triturado y Cocción.** El primer paso consiste en moler el grano seco en un molino normalmente de martillos, obteniendo mediante tamices un tamaño de partícula de 0.25 a 1.68 mm. Un triturado más grande perjudicaría la exposición del almidón, y más fino dificultaría la recuperación de los sólidos no fermentables después de la destilación. Los granos molidos, junto con parte de la malta. 1 a 5% de premalta, que facilita la licuefacción del almidón), son mezclados en un depósito con agua. La cocción de esta pasta puede realizarse a 110-150°C y a presión, o a 100°C y presión atmosférica. La temperatura de cocción se alcanza en dos horas, siendo la masa constantemente agitada. Esto provoca dos reacciones enzimáticas:

- a) Degradación de las proteínas, péptidos y aminoácidos.
- b) Degradación parcial del almidón por amilasas.

Tras una hora, se enfría la pasta a 63 ° C y se añade el resto de la malta (hasta un 8-13%), lo que permite el licuado de la masa gracias a la actividad de las  $\alpha$ -amilasa, impidiendo el aglutinamiento posterior, a la vez que se van originando los azúcares fermentables. A los 15-30 minutos, la pasta se vuelve a enfriar en un intercambiador de calor, a 20°C, y se envía a fermentar.

**3ª) Fermentación.** Los destilados obtenidos fermentados en depósitos de acero inoxidable, que tienen distintas características organolépticas a los fermentados en cubas de madera, pero no existen diferencias en cuanto a su aceptación. También pueden fermentar en depósitos de cemento.

Se utilizan cultivos puros de cepas de *Sacch. Cerevisiae* seleccionadas por cada destilería y añadidas en pie de cuba (2 a 3% del volumen total a fermentar).

La temperatura ideal de fermentación es de 20-22°C. Es frecuente la fermentación controlada, con sistemas de refrigeración variados. Se ha de evitar en todo caso sobrepasar los 32-35°C. Los depósitos deben estar dotados de agitadores para homogeneizar la pasta entrante. La fermentación dura unas 72 horas. Las principales reacciones que tienen lugar son:

- a) Continúa la sacarificación del almidón por los enzimas hidrolíticas añadidas después de la cocción.
- b) Metabolismo de los azúcares por las levaduras.
- c) Multiplicación de bacterias lácticas.
- d) Producción de una serie de compuestos, algunos de ellos volátiles (aldehídos, ácidos, ésteres y alcoholes superiores), que contribuyen a las características organolépticas del destilado.

**4ª) Destilación.** La destilación de los whiskys de grano se realiza de forma continua. La columna de separación, consta de tres secciones de abajo a arriba:

1ª La sección inferior. Consta de 14 a 21 platos donde se separa el alcohol y otros componentes volátiles del mosto fermentado.

2ª Segunda sección. Constituida por un único plato que recoge pequeñas partículas sólidas que lleva el vapor.

3ª Sección de rectificación. Consiste en tres o cuatro platos de rectificación.

El caldo fermentado entra en la columna y va descendiendo de plato en plato, contactando íntimamente con los vapores que van ascendiendo (se introduce vapor por la base de la columna). Los componentes volátiles se vaporizan y ascienden al plato superior enriqueciéndose cada vez más en alcohol y compuestos volátiles. Por la base de la columna se va descargando continuamente la fracción no volátil, que contiene de 0.05 a 0.10% de alcohol.

Algunas columnas refinan aún más el vapor, con un plato especial de cobre, situado en la parte superior de la columna. Los compuestos volátiles se vaporizan y ascienden al plato superior, enriqueciéndose cada vez más en alcohol y compuestos volátiles. Por la base de la columna se va descargando continuamente la fracción no volátil, que contiene de 0.05 a 0.10% de alcohol.

Algunas columnas refinan aún más el vapor, con un plato especial de cobre, situado en la parte superior de la columna. Los compuestos volátiles azufrados, que dan al destilado un sabor desagradable, reaccionan con el cobre y son eliminados.

Al salir de la columna, los vapores son condensados en un condensador desflemador y el vapor que queda va a otro condensador siendo este condensado introducido de nuevo en la columna como reflujo. La mayor parte del destilado del desflemador, pasa a un departamento aparte, donde se mide su contenido en alcohol y se comprueba su calidad.

En algunas destilerías se vuelve a destilar el producto en un alambique de cobre calentado por vapor. Esto parece dar un aroma y sabor más limpio. En esta operación se separan las cabezas (el producto obtenido tendrá menos aldehídos), y las colas. Ambas pueden volver a ser recicladas.

El whisky recién destilado se diluye con agua hasta alcanzar la graduación requerida para ser introducido en las barricas de roble nuevas y carbonizadas (en el *bourbon*). El tiempo de envejecimiento suele ser mucho

mayor que el mínimo exigido por la ley durante el proceso. Debido al clima seco americano, se evapora más agua que alcohol, aumentando la graduación alcohólica.

Los cambios en el whisky durante la maduración son debido a tres causas:

1° Interacciones químicas entre el destilado y la madera. El alcohol más la lignina forman compuestos intermedios que después darán lugar a aldehídos aromáticos (vainillina).

2° Interacción entre constituyentes del destilado. El etanol con el ácido acético dando acetato de etilo.

3° Extracción física de compuestos de la madera. Extracción de sólidos disueltos no volátiles, que dan color y/o cuerpo al producto.

**5ª) Mezclado y Coloreado.** Tras ser mezclados, los whiskys permanecen otros 6-12 meses en barricas de roble, pudiéndose diluir previamente la mezcla si es necesario. Después, se suele ajustar el color del whisky al deseado, añadiendo caramelo. El agua de dilución siempre es blanda, desmineralizada, para evitar producir turbidez en el whisky.

**6ª) Estabilización y Filtración.** Tras envejecer, el whisky contiene sustancias insolubles:

- Partículas cristalinas y carbonizadas (de la madera)
- Palmitato de etilo (formados en la fermentación),  $\beta$ -sitosterol y  $\beta$ -sitosterol-D-glucósido, lixiviados de la madera. Las primeras, se eliminan con una filtración. Para eliminar los últimos compuestos, insolubles a bajas temperaturas, se reduce la temperatura a  $-9^{\circ}\text{C}$  para provocar su precipitación, y después se filtra el whisky para separarlos.

En la figura 10 se muestra el esquema de la elaboración del Whisky Americano.

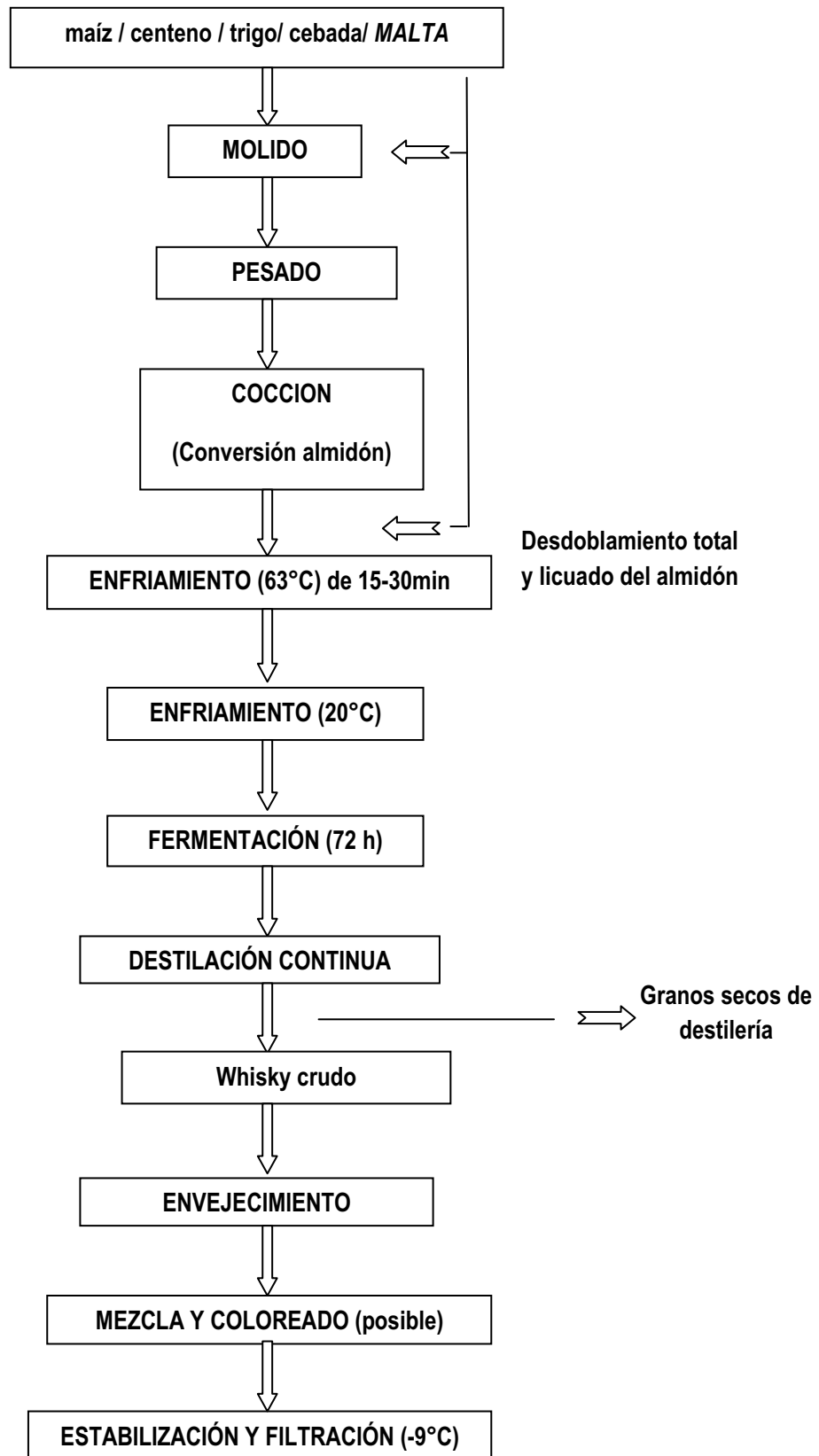


FIGURA10.- Elaboración del whisky Americano

**CORN WHISKY.** Elaborado con un mosto fermentado que contiene al menos 80% de maíz, destilado a menos de 80°A y envejecido (no obligatoriamente) en barricas de roble nuevas sin carbonizar, o usadas. Se embotella con menos de 62.5°A.

II. **STRAIGHT WHISKY.** Se puede denominar así a cualquier whisky que haya sido destilado a menos de 80° A, y salido de la destilería con menos de 62.5°A, envejecido, durante al menos dos años en barricas de roble carbonizadas y embotellado con al menos 40°A.

III. **“BOTTLED IN BOND” WHISKY.** Esta denominación indica que el producto es un *Straight Whisky* envejecido al menos cuatro años, embotellados con 50°A, y producido por un solo destilador, en una única destilería, y en una única temporada. Aunque esta denominación no garantiza una calidad superior, prácticamente todos los whiskys la llevan.

IV. **BLENDED WHISKY.** Los *blended* están formados por mezclas de distintos whisky, pero han de contener al menos 20% de *Straight Whisky* de 50°A, más otro whisky, o bien más alcohol neutro, o ambos. Han de ser embotellados con 40°A mínimo. Son más ligeros y más baratos que los *Straight Whisky*.

V. **LIGHT WHISKY.** Esta categoría de reciente creación indica que el producto ha sido destilado entre 80 y 95°A, y envejecido en barricas de roble quemado, o nuevas sin quemar.

En Norteamérica el whisky no debe ser destilado a más de 95% alcohol etílico (96 en España), pues por encima de esta cifra, el líquido destilado pierde todas las características que le proporciona la composición del grano utilizado, y se obtiene un alcohol neutro sin sabor ni olor llamado “*silén spirit*”. [1]

#### 4.3.3 WHISKY IRLANDES.

Se elabora a partir de un mosto de cereales mixto, que contiene malta de cebada, algo de trigo y centeno. El procedimiento de destilación es en alambiques, similar al del whisky escocés de malta, pero en tres etapas. El destilado final contiene 70-75% de alcohol. El producto es envejecido, en madera de roble usado, durante al menos siete años. [1]

#### **4.3.4 WHISKY CANADIENSE.**

Se denomina así al whisky producido exclusivamente en Canadá y bajo las regulaciones de este país. No hay restricciones en cuanto a los cereales utilizados (predominan maíz y centeno), ni respecto al procedimiento de elaboración, pero básicamente coincide con el whisky americano. Envejece en barricas de madera de roble durante un mínimo de cuatro años. [1]

#### **4.4 NORMAS DE CALIDAD QUE RIGEN LOS WHISKYS.**

Existen diferentes normas que rigen la calidad de los whiskys. Dependiendo de cada país hay una cantidad determinada para todos los componentes principales del whisky, además de tener un control sobre todo lo concerniente a estas bebidas, proceso, etiquetado, etc. [29,34]

Dentro de estas Normas están la Norma Española y la Norma Mexicana, las cuales se usaron como base del estudio realizado.

##### **4.4.1 NORMA ESPAÑOLA. Real Decreto 665/85 (BOE.Nº 89. 13-04-1985)**

Art. 9. Características del whisky elaborado.

1. El whisky contendrá un mínimo del 25 por 100 de alcohol absoluto procedente del aguardiente de malta.
2. La graduación alcohólica del whisky será de 40 grados como mínimo y 58 grados centesimales en volumen como máximo.
3. Las impurezas volátiles del whisky estarán comprendidas entre los límites siguientes, expresados en miligramos por 100 centímetros cúbicos de alcohol absoluto:

Ácidos: Mínimo, 10; máximo, 70 en ácido acético.

Esteres: Mínimo, 8; máximo, 95 en acetato de etilo.

Aldehídos: Mínimo, exento; máximo, 40.

Furfurol: Mínimo, exento; máximo, 4.

Alcoholes superiores: exento; máximo, 750.

Metanol: Mínimo, exento; máximo, 30.

4. El extracto seco no excederá del 3 por 1.000 en masa del producto. [33,9,32]

#### 4.4.2 NORMA MEXICANA NOM-142-SSA1-1995.

##### Especificaciones sanitarias

Como materia prima para la elaboración de bebidas alcohólicas, únicamente se permite el uso de alcohol etílico cuyo contenido de productos secundarios no exceda las siguientes especificaciones:

ESPECIFICACIONES	LIMITE MAXIMO
	mg/100 ml
Metanol	100
Aldehídos	30
Furfural	4
Alcoholes superiores	200

Las bebidas alcohólicas, a excepción de las fermentadas, deben cumplir con las siguientes especificaciones:

ESPECIFICACIONES	LIMITE MAXIMO
	Valores expresados en mg/100 ml de alcohol anhidro.
Metanol	300
Aldehídos	40
Furfural	4
Alcoholes superiores (como aceite de fusel o alcoholes de peso molecular superior al alcohol etílico, expresados como alcohol amílico).	500*

\* El límite máximo de alcoholes superiores para el Whisky y el Cognac no debe exceder de 1000 mg/ 100 mL de alcohol anhidro.

Las bebidas alcohólicas fermentadas deben cumplir con las siguientes especificaciones [30,36]:

ESPECIFICACIONES	LIMITE MAXIMO
	mg/100 ml de alcohol anhidro
Metanol	300

## 4.5 CROMATOGRAFÍA.

La cromatografía reúne una serie de métodos de separación, en los cuales la separación se produce por flujo diferencial en un sistema con dos fases, donde una de ellas fluye continuamente y la otra permanece estacionaria [2].

La cromatografía es la ciencia y el arte de separar entre si los componentes de una sustancia. La separación se consigue a través de una gran variedad de técnicas cuyas bases moleculares tienen diferencias muy diversas. Por ejemplo, se pueden separar moléculas en función de sus cargas moleculares, sus tamaños moleculares, sus masas moleculares, la polaridad de sus enlaces, sus potenciales redox, sus constantes de ionización o bien en función de la disposición de sus enlaces, que determina su estructura isomérica o quiralidad [3].



#### 4.5.1 CROMATOGRAFÍA DE GASES.

La cromatografía de gases (GC), es una técnica analítica en la que los componentes de una muestra vaporizada se separan como consecuencia de su reparto entre una fase móvil gaseosa y otra fase estacionaria líquida o sólida mantenida en una columna. Al realizar una separación cromatográfica de gases, la muestra se vaporiza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se logra mediante el flujo de una fase móvil de gas inerte. A diferencia de muchos otros tipos de cromatografía, la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito, sino que su única función es transportar el analito a lo largo de la columna.

La cromatografía de gases se puede clasificar primero por el tipo de columna utilizada, y después por la fase estacionaria.

En una columna empaquetada de GC, la fase estacionaria está constituida por partículas empaquetadas dentro de una columna de vidrio o de acero inoxidable con diámetro interno (di) normalmente entre 2 y 4 mm. La fase estacionaria puede consistir en varios sólidos porosos por sí solos (**cromatografía de gas-sólido "GSC"**), donde la retención de los analitos se debe al equilibrio proporcionado por la adsorción y desorción sobre la superficie del sólido. Otra opción es recubrir las partículas de la fase estacionaria con cierto número de líquidos con un alto punto de ebullición (**cromatografía de gas-líquido "GSL"**). La separación de los analitos depende de las diferentes fracciones de tiempo en las que se mantienen disueltos en la fase estacionaria líquida. Los componentes más solubles se retienen durante más tiempo, dado que pasan menos tiempo viajando con el gas portador.

Las columnas capilares poseen diámetros internos menores a 1mm, y sus paredes interiores suelen estar recubiertas de una película de fase estacionaria. Las columnas con un di de 530  $\mu\text{m}$  se denominan normalmente **megabore**, y más pequeñas, con di 100  $\mu\text{m}$ , se denominan **microbore**. La razón principal por la que la cromatografía capilar está sustituyendo a la cromatografía empaquetada es porque la eficiencia cromatográfica típica puede llegar hasta 200 000 platos teóricos, comparado con los 10 000 o menos de las columnas empaquetadas. Dado que el número de platos teóricos significa mejor resolución, las columnas capilares pueden utilizarse para separar componentes rápidamente, lo que permite realizar más ensayos en cada instrumento. Esto es, se aumenta el rendimiento en el análisis de muestras.

Las columnas capilares se clasifican entre ellas según se inmovilice la fase estacionaria dentro de la columna. Cuando la fase estacionaria consiste en una película de material recubriendo la superficie interior de la columna, se dice que la columna es una **WCOT** (columna abierta de pared recubierta). Para aumentar la

capacidad de la columna puede incrementarse la superficie situando material de empaquetamiento en la pared. Actualmente existen dos métodos para realizar esto: Una columna SCOT (columna abierta de soporte recubierto) posee partículas de soporte en su pared: éstas son realmente las que se recubren con la fase líquida.

Una columna PLOT (columna abierta de capa porosa) tiene una fina capa de un polímero poroso depositado en su superficie interna. Tanto las columnas WCOT como las SCOT son columnas para la cromatografía de gas-líquido. Las columnas SCOT se emplean más extensamente que las WCOT por su mayor capacidad. Las columnas PLOT se utilizan en cromatografía de gas-sólido [27].

#### 4.5.1.1 COLUMNAS Y FASES ESTACIONARIAS.

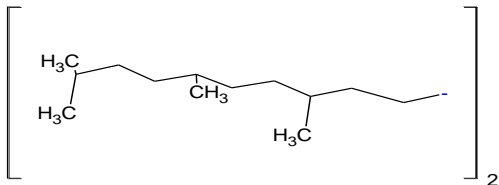
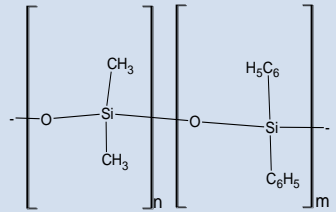
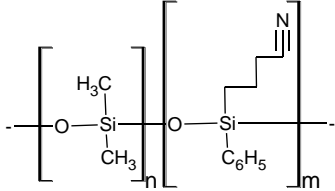
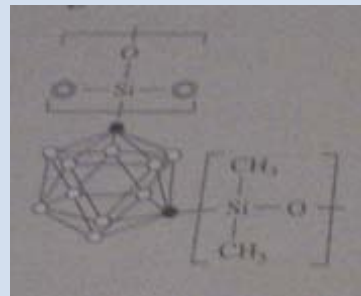
En la tabla 4 se muestra una comparación de diámetros, longitudes y algunas características analíticas para columnas empaquetadas y capilares. Para columnas empaquetadas, los diámetros de partícula se expresan en función del **tamaño de malla** del empaquetado. Estos números definen el tamaño de hueco en un tamiz convencional para sólidos pulverizados. Cuanto más alto es el número, más densa la malla y menor el diámetro de la partícula del empaquetamiento. Tanto en cromatografía gas-sólido como en cromatografía gas-líquido en columnas empaquetadas, la capacidad de la columna y los tiempos de retención del analito aumentan a medida que disminuye el tamaño de partícula. Esta proporción inversa ocurre porque el área por unidad de peso se incrementa con la disminución del tamaño de partícula.

**TABLA 4.-** Comparación entre características de columnas empaquetadas y de columna capilares.

	<b>Empaquetada</b>	<b>WCOT y SCOT</b>	<b>PLOT</b>
<b>d.i. de columna</b>	3-6 mm	0.10-0.53 mm	0.32-0.53 mm
<b>Longitud de columna</b>	1.3 m	30-50 m	30-50 m
<b>Diámetro de partícula (d<sub>p</sub>)</b>	120-185 μm	-	-
<b>Espesor de recubrimiento</b>	-	0.1-0.5 μm	12-25 μm
<b>Platos teóricos/m</b>	1000-5000	1000-8000	1000-8000
<b>Número total típico de platos teóricos (N)</b>	1000-5000	25 000-200 000	250 00-200 000
<b>Capacidad total (μg/componente)</b>	100	0.05-5	0.05-5
<b>Superficie de la fase estacionaria (m<sup>2</sup>)</b>	0.2	10 <sup>-6</sup> -10 <sup>-7</sup>	10 <sup>-6</sup> -10 <sup>-7</sup>
<b>Caudal (mL/min)</b>	20-100	0.5-5	5-10
<b>Flujo lineal (cm/s)</b>	10-50	20-50	50-100

Las fases estacionarias más comúnmente utilizadas y sus usos se reflejan en las tablas 5 y 6 respectivamente [26].

**TABLA 5.-** Material del que están hechas las fases estacionarias en CG.

<b>Adsorbentes sólidos</b>			
<b>Alúmina</b>			
<b>Gel de sílice</b>			
<b>Carbono, grafito</b>			
<b>Tamiz molecular (zeolitas)</b>			
<b>Polímeros orgánicos porosos</b>			
<b>Fases líquidas:</b>	<b>Límite de temperatura<sup>a</sup></b>	<b>Estructura</b>	
<b>NO POLARES</b>			
<b>Escualeno</b>	150	A	
<b>100% metilpolisiloxano</b>	300	B( n=100%, m=0%)	
<b>5% fenil/95% metilpolisiloxano</b>	300	B(n=95%, m=5%)	
<b>MODERADAMENTE POLARES</b>			
<b>14% cianopropilfenil/86% metilpolisiloxano</b>	300	C (n=86%, m=14%)	
<b>50% fenil/50% metilpolisiloxano</b>	225	D (n=m=50%)	
<b>Fenilsiloxano carborano</b>	370	D	

Continuación Tabla 5...

POLARES			
50% cianopropil/50% metilpolisiloxano	275	E	
50% trifluoropropil/50% metilpolisiloxano	250	F	
Glicol de polietileno	225	G	
ALTAMENTE POLARES			
70% cianopropilpolisilfenilenosiloxano	250	H	
Poli (dietilenglicol succinato)	200	I	

<sup>a</sup>Para columnas capilares, las temperaturas máximas son aproximadamente 50-70°C más bajas para películas gruesas (0.3-0.5 μm)

**TABLA 6.-** Columnas recomendadas para varios tipos de muestras.

<b>Tipos de Compuestos</b>	<b>Fases estacionarias más comunes</b>	
<b>Gases</b>	Tamices moleculares	<b>GSC</b>
<b>Gases ligeros</b>	Polímeros porosos	<b>GSC</b>
<b>Líquidos no polares</b>	Metilsiloxanos	<b>GLC</b>
<b>PCB's, muestras petroquímicas</b>	Polisiloxanos-carboranos	<b>GLC</b>
<b>Herbicidas/ pesticidas, farmacéuticos</b>	Fenil polisilfenilsiloxanos	<b>GLC</b>
<b>Azúcares</b>	Cianopropilfenil metilsiloxanos	<b>GLC</b>
<b>Ácidos grasos, alcoholes</b>	Polietilenglicoles	<b>GLC</b>
<b>Alcoholes, aminas</b>	Fenilmetilsiloxanos (>50% fenil)	<b>GLC</b>

GSC.- Cromatografía gas-sólido, GLC.-Cromatografía gas-líquido

#### 4.5.1.2 DETECTORES.

Un detector idóneo en cromatografía de gases tiene las siguientes características:

1. Sensibilidad adecuada. En general, la sensibilidad de los detectores actuales se ubica en el intervalo de  $10^{-8}$  a  $10^{-15}$  gramos de soluto por segundo.
2. Buena estabilidad y reproducibilidad.
3. Respuesta lineal a solutos que abarque varios órdenes de magnitud.
4. Intervalo de temperatura desde la ambiental hasta al menos 400°C.
5. Tiempo de respuesta breve e independiente de la velocidad de flujo.
6. Alta fiabilidad y facilidad de empleo. El detector debe ser, en la medida de lo posible a prueba de errores en manos de operadores inexpertos.
7. Similitud en la respuesta a todos los solutos o, alternativamente, respuesta muy predecible y selectiva hacia una clase de solutos.
8. Que no descomponga la muestra.

No es necesario decir que ningún detector actual posee todas estas características.

Existe una gran variedad de detectores que indican los cambios de la composición del eluato de una cromatografía de gases. En la tabla 7 se muestran los más utilizados, con un breve resumen de sus ventajas.

Las ventajas de estos detectores incluyen su límite de detección y el intervalo de linealidad. Los detectores más sensibles han permitido el desarrollo de métodos de análisis de trazas y ultratrazas. La cromatografía de gases puede usarse para cuantificar niveles de mg/L, requiriendo tan solo  $10^{-10}$  g de cada componente. El límite de detección se expresa en masa por segundo en vez de usar gramos o moles. [27]

**TABLA 7.-** Propiedades de detectores para cromatografía de gases.

TIPÓ	Límite de detección aproximado (gs <sup>-1</sup> )	Intervalo lineal aproximado	Comentarios
Conductividad térmica (TCD)	$10^{-5}$ - $10^{-6}$	$10^3$ - $10^4$	Detector universal Mide cambios en la conducción de calor
Ionización de llama (flama) (FID)	$10^{-12}$	$10^6$ - $10^7$	Detector universal Mide corrientes iónicas de pirolisis
Captura electrónica (EC o ECD)	$10^{-14}$	$10^2$ - $10^3$	Detector selectivo para compuestos que contienen átomos con elevada afinidad electrónica
Fotométrico de llama (FPD)	$10^{-13}$	$10^2$	Detector selectivo para compuestos que contienen S o P
Nitrógeno-fósforo	$10^{-8}$ - $10^{-14}$	$10^5$ - $10^7$	Selectivo para compuestos que contienen N o P
Fotoionización (PID)	$10^{-8}$ - $10^{-12}$	$10^5$	Detector universal (alguna selectividad debida al gas de la lámpara)
Detector Hall	$10^{-11}$	$10^5$	Detector específico para compuestos que contienen halógeno, S o N
Espectrómetro de masas (MS)	$10^{-12}$	a	Detector universal
Detector de infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR)	$10^{-10}$	$10^2$	Moléculas polares

a. Varía, dependiendo del tipo de espectrómetro de masas así como de los tipos de compuestos analizados.

En el presente trabajo se utilizó un detector tipo FID, por lo que a continuación se explica más detalladamente sus características.

#### 4.5.1.2.1. DETECTOR DE IONIZACIÓN DE FLAMA (FID)

El detector de ionización de flama es uno de los más utilizados a la hora de desarrollar nuevos métodos de análisis. El FID es casi un detector universal, lo que significa que responde casi de la misma manera por unidad de masa de analito sin que influya su estructura química mientras tenga carbonos orgánicos. El FID es relativamente insensible a moléculas pequeñas:  $N_2$ ,  $NO_2$ ,  $H_2S$ ,  $CS_2$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $COS$ ,  $COOH$  y  $H_2O$ . No obstante, su límite de detección para compuestos orgánicos es significativamente más bajo que el de TCD.

El FID funciona mediante la pirolisis del efluente en una llamada de hidrógeno/aire con exceso estequiométrico de oxígeno. En ausencia absoluta de compuestos no se producen iones, pero cuando pasan por el detector componentes separados de la muestra, éstos reaccionan en la llama para producir cationes en la corriente de efluente. Los iones son conducidos mediante un campo eléctrico (200-300 V en el electrodo) hacia el colector. Cuantos más carbonos tenga la molécula, más fragmentos se producirán y más sensible será el detector a ese compuesto. La corriente generada se amplifica para producir la respuesta.

Cuando se utiliza un FID, existe normalmente cierto desorden de balas de gases comprimidos alrededor del instrumento. Además del depósito de gas portador, habrá un depósito de hidrógeno y otro aire comprimido necesario para el detector. Todos los flujos deben ser cuidadosamente controlados para obtener óptimos resultados. En la figura 11 se muestra el esquema de las partes de un detector de flama FID [5].

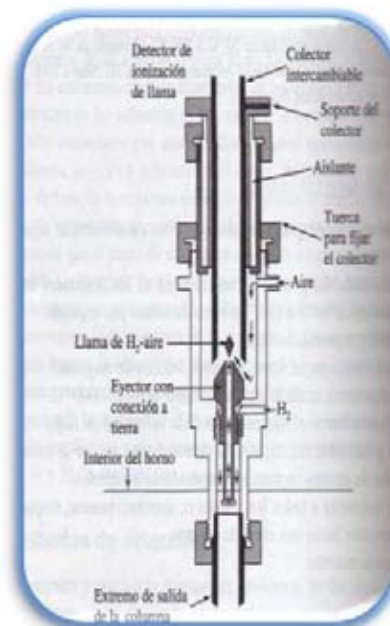


FIGURA 11.- Esquema con las partes que componen al FID [5]

#### 4.5.1.3 GAS PORTADOR.

El funcionamiento de la columna y del detector depende de la naturaleza del gas portador. En la figura 12 se muestra que los gases  $H_2$ , He,  $N_2$  dan alturas de plato óptimas (0.3 mm) a caudales significativamente diferentes. Aunque el  $N_2$  requiere caudales relativamente bajos para conseguir los mejores resultados, el rendimiento de  $H_2$  apenas baja a caudales altos.

El  $H_2$  y el He dan mejor resolución (menor altura de plato) que el  $N_2$  a caudales altos, por que los solutos se difunden más rápidamente en  $H_2$  y en He que en  $N_2$ . Cuanto más rápidamente se difunde un soluto entre las fases, menor es el término de transferencia de masa. [5]

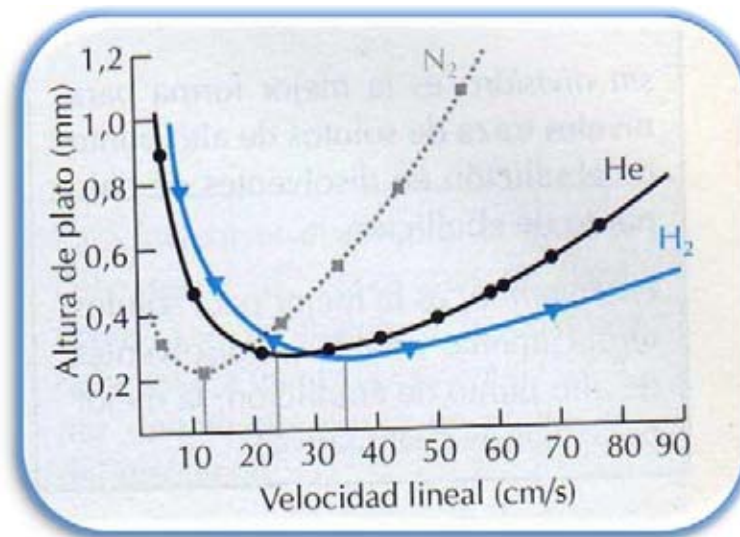


FIGURA 12.-Altura de plato óptima para los gases acarreadores  $N_2$ , He,  $H_2$  [5].

#### 4.5.1.4 PROGRAMA DE TEMPERATURA.

La programación de temperatura consiste en aumentar la temperatura de la columna durante la separación para aumentar la presión de vapor de los solutos, y de este modo disminuir los tiempos de retención de los componentes que se eluyen al final.



En algunos casos se puede usar la programación de presión en lugar de la temperatura para reducir los tiempos de retención de los componentes que se eluyen tarde. Al acabar una separación cromatográfica se puede reducir rápidamente la presión a su valor inicial antes de la siguiente. [5]

#### **4.5.1.5 INYECCIÓN DE LA MUESTRA.**

Existen diferentes tipos de inyección en cromatografía de gases como puede ser: Inyección con división, inyección sin división e inyección en la columna [5].

##### **4.5.1.5.1 INYECCIÓN CON DIVISIÓN**

Si los analitos que interesan constituyen  $>0.1\%$  de la muestra, es preferible una inyección con división (*Split injection*) para introducir la muestra en la columna. En trabajos en que se requiere gran resolución los mejores resultados se obtienen con la mínima cantidad de muestra ( $\leq 1 \mu\text{l}$ ) que pueda detectarse bien. La temperatura del inyector se mantiene alta, por ejemplo a unos  $350^\circ\text{C}$ , para facilitar la evaporación [5].

##### **4.5.1.5.2 INYECCIÓN SIN DIVISIÓN**

La inyección sin división es apropiada para análisis de analitos que constituyen menos de  $0.01\%$  de la muestra. El tubo interior (guía) es un tubo recto vacío, sin cámara de mezcla. Se inyecta dentro de la guía un volumen grande ( $2 \mu\text{l}$ ) de disolución diluida en un disolvente de bajo punto de ebullición, con la válvula de escape cerrada. La temperatura del inyector en la inyección sin división es menor de  $220^\circ\text{C}$  que en la inyección con división, porque la muestra pasa mucho más tiempo en el inyector y se debe evitar que se descomponga térmicamente la muestra [5].

### 4.5.1.5.3 INYECCIÓN EN COLUMNA

La inyección en columna se usa con muestras que se descomponen por encima de su punto de ebullición, y es mejor que las inyecciones con o sin división en análisis cuantitativo. La disolución se inyecta directamente en la columna, sin pasar previamente por un inyector caliente. Si la cromatografía se realiza mediante un programa, la temperatura inicial de la columna debe ser suficientemente baja para que se condensen los solutos en una banda estrecha y de ese modo se minimiza la pérdida de soluto. Una jeringa estándar puede ser acoplada dentro de una columna de 0.53 mm de diámetro, aunque ésta no da una resolución óptima. La mejor resolución se obtiene con columnas en un intervalo de 0.25 a 0.32 mm de diámetro. [5]

En la figura 13 se muestran los 3 sistemas de inyección antes mencionados.

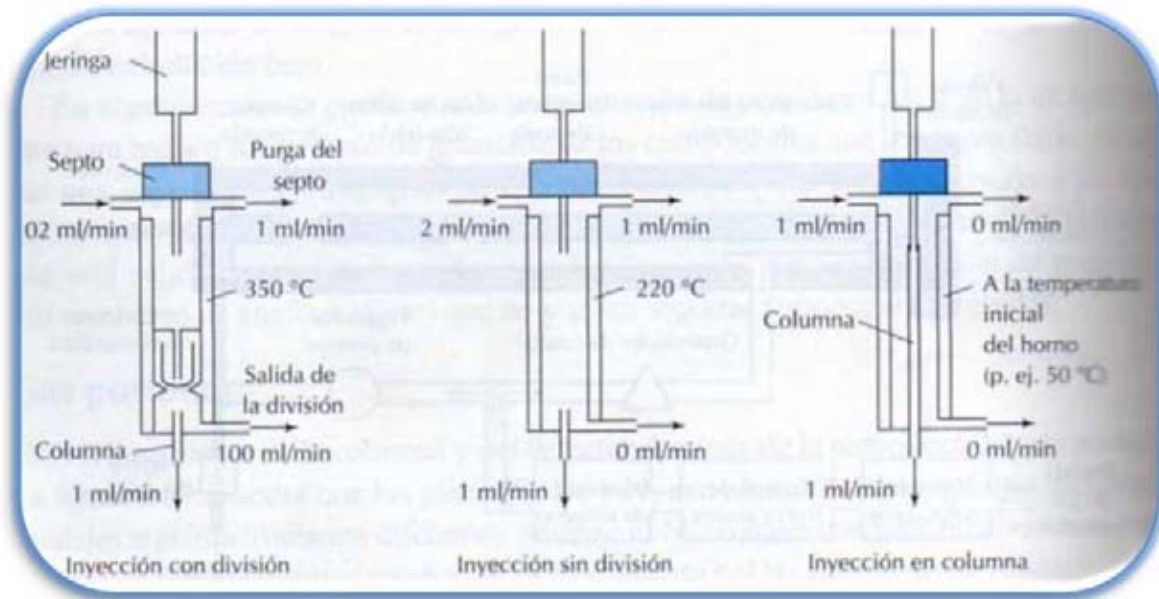


FIGURA 13.- Sistemas de inyección en cromatografía de gases [5].

#### **4.5.1.6 TIPOS DE DETERMINACIONES.**

##### **4.5.1.6.1 DETERMINACIONES CUALITATIVAS.**

La cromatografía de gases es un excelente medio para confirmar la presencia o ausencia de un posible compuesto en una mezcla, si se dispone de una muestra estándar auténtica de dicha sustancia. Al agregar el compuesto conocido no deben aparecer nuevos picos en el cromatograma de la mezcla y ha de observarse la intensificación de un pico ya existente [27].

##### **4.5.1.6.2 DETERMINACIONES CUANTITATIVAS**

La CG cuantitativa se basa en la comparación de la altura o el área del pico de un analito frente al de uno o más patrones. Si las condiciones se controlan de manera apropiada, ambos parámetros varían linealmente con la concentración. El área del pico es independiente de los efectos de ensanchamiento. Por tanto, desde este punto de vista el área es un parámetro analítico más satisfactorio que la altura del pico. Sin embargo, la altura del pico se mide más fácilmente, en el caso de picos estrechos, y su determinación es más precisa [27].

##### **4.5.1.6.2.1 CALIBRADO CON PATRONES**

El método más directo de un análisis cuantitativo por cromatografía de gases consiste en la preparación de una serie de disoluciones patrón de composición que se aproxima a la disolución desconocida (método de patrón externo). Después, se obtienen los cromatogramas de los patrones y se representan gráficamente las alturas o áreas de pico en función de la concentración, para obtener una curva de calibrado. La gráfica de los datos debe generar una recta que pase por el origen; los análisis cuantitativos se basan en dicha gráfica. Para lograr una exactitud máxima se requiere analizar el calibrado con frecuencia [27].

#### **4.5.1.6.2.2 MÉTODO DE PATRÓN INTERNO.**

La máxima precisión en CG cuantitativa se logra mediante el empleo de patrones internos, ya que se minimizan las incertidumbres que se introducen en la inyección de la muestra, la velocidad de flujo y variaciones en las condiciones de las columnas. En este procedimiento, se introduce una cantidad medida de un patrón interno. Para que este método tenga éxito es necesario que el pico del patrón interno este bien separado de los picos de los demás componentes de la muestra. Sin embargo, debe ser cercano al pico del analito. El patrón interno no debe formar parte de la muestra que se analiza. Si se cuenta con un patrón interno adecuado, se logra precisión de 0.5-1%, según informes. [27]

## DESARROLLO EXPERIMENTAL.

### 5.1 EQUIPO

Cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama

Cromatógrafo (Buck Scientific, Modelo 910)

La figura 14 muestra una fotografía del equipo usado durante la experimentación de este proyecto.



**FIGURA 14.-**Cromatógrafo de Gases de la FES-C, sección de química analítica, L103.

#### • **Columna cromatográfica**

Columna Capilar (ZB-WAX)

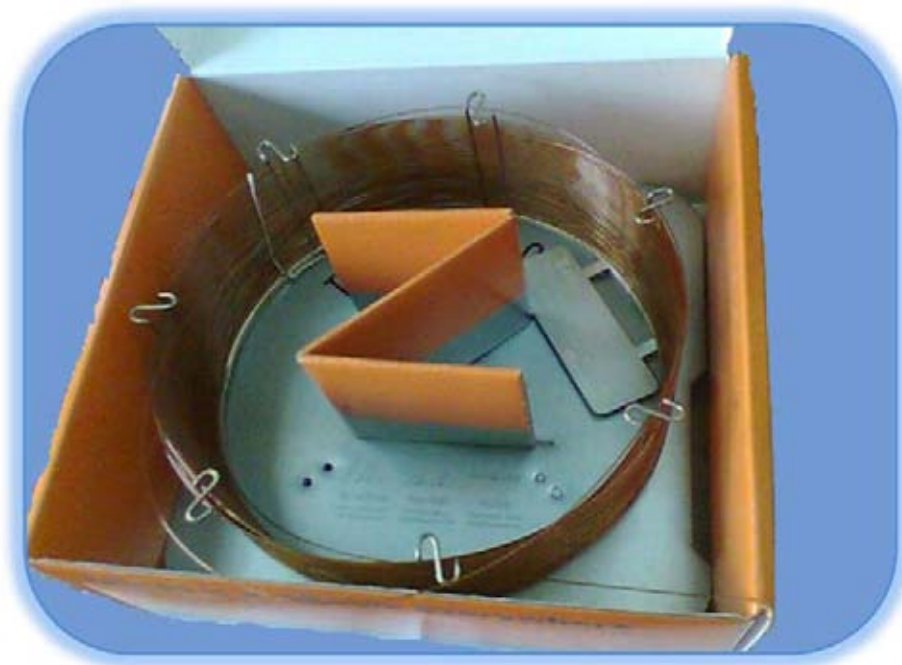
Dimensiones:

60 m de Longitud

0.53 mm I.D.

1.00  $\mu\text{m}$  de espesor de la película.

En la figura 15 se muestra la columna utilizada durante la experimentación de este proyecto.



**FIGURA 15.**-Columna capilar ZB-WAX utilizada en la experimentación del proyecto.

## 5.2 MATERIALES:

### 5.2.1 REACTIVOS

Patrones cromatográficos:

- Acetaldehído. Marca Fluka, Pureza 99.5% GC,  $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$ , P.M. 44.1 g/mol,  $d=0.78$  g/mL
- Acetato de Etilo. Marca Fluka, Pureza 99.7% GC,  $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ , P.M. 88.1 g/mol,  $d=0.9$  g/mL
- Metanol Absoluto. Marca Sigma Aldrich, Pureza 99.8% GC,  $\text{CH}_4\text{O}$ , P.M. 32.04 g/mol,  $d=0.791$  g/mL
- Etanol Absoluto. Marca Sigma Aldrich, Pureza 97.5% GC,  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ , P.M. 42 g/mol,  $d=0.808$  g/mL

- Alcohol Isoamílico. Marca Fluka, Pureza 98.5% GC,  $C_5H_{12}O$ , P.M. 88.15 g/mol,  $d=0.809$  g/mL
- Isobutanol. Marca Fluka, Pureza 99.5% GC,  $C_4H_{10}O$ , P.M. 74.12 g/mol,  $d=0.801$  g/mL
- n-propanol. Marca Fluka, Pureza 99.8% GC,  $C_3H_8O$ , P.M. 60.10 g/mol,  $d=0.80$  g/mL
- Estándar interno (4 metil 2 pentanol). Marca Fluka, Pureza 97.5% GC,  $C_6H_{14}O$ , P.M. 102.18 g/mol,  $d=0.808$  g/mL
- Acetonitrilo. Marca J.T. Backer. Pureza 99.99% HPLC,  $CH_3CN$ , P.M. 41.05 g/mol  $d=0.7795$  g/mL

### 5.2.2 WHISKYS.

La tabla 8 muestra los whiskys que fueron analizados y su correspondiente origen.

**Tabla 8.- Whiskys analizados y su origen**

MARCAS	ORIGEN	MARCAS	ORIGEN
James Martin's	ESCOCES	Jack Daniels	AMERICANO
Passport	ESCOCES	Label 5 Finest Blended	ESCOCES
Grand Old Parr	ESCOCES	Inver House Green Plaid	ESCOCES
Grand Old Parr (Añejo)	ESCOCES	Ballantines "12"	ESCOCES
Mc Harrison	ESCOCES	Buchanan's "12"	ESCOCES
Buchanan's de Luxe	ESCOCES	Glen Morangie	ESCOCES
Chivas Reagal	ESCOCES	Glenfiddich	ESCOCES
Crown Royal	CANADIENSE	The famouse Grouse	ESCOCES
J&B escoces	ESCOCES	Crown Royal (Profr. Rene)	CANADIENSE
Buchanan's 18	ESCOCES	Jack Daniels (Bar)	AMERICANO
Jhonnie Walker Green Label	ESCOCES	Jhonnie Walker (Red Label)	ESCOCES
Jhonnie Walker Black Label	ESCOCES	Jhonnie Walker Blue Label	ESCOCES

### 5.3 OPTIMIZACIÓN DE CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS.

La optimización de las condiciones cromatográficas tiene como finalidad el lograr una buena resolución de cada uno de los compuestos que se quiere identificar.

Para esto, se realizaron 11 pruebas variando el programa de temperatura.

En la tabla 9 se muestran las diferentes pruebas que se realizaron de diferentes programas de temperatura para lograr el programa óptimo de temperatura.

En todos los casos utilizando:

- ✓ Gas acarreador (Nitrógeno) =21 psi
- ✓ Hidrógeno=7psi



**TABLA 9.-** Pruebas de diferentes programas de temperatura que se llevaron a cabo para elegir el programa óptimo de temperatura.

Programa número	Temperatura inicial (T <sub>i</sub> )		Rampa de temperatura (°C/min)									Temperatura final (T <sub>f</sub> )		Tiempo total del programa (min)
	T <sub>i</sub> (°C)	Tiempo de T <sub>i</sub> (min)	T <sub>i</sub> de la rampa 1 (°C)	Rampa 1 (°C/min)	T <sub>f</sub> de la rampa 1 (°C)	Tiempo de T <sub>f</sub> de la rampa 1 (min)	Tiempo total de la rampa 1 (min)	T <sub>i</sub> de la rampa 2 (°C)	Rampa 2 (°C/min)	T <sub>f</sub> de la rampa 2 (°C)	Tiempo de la rampa 2 (min)	T <sub>f</sub> (°C)	Tiempo de T <sub>f</sub>	
1	70	5	70	2	80	1	6	80	4	170	22.5	170	5	38.5
2	60	10	60	4	100	2	12	100	8	150	6.25	150	10	38.25
3	70	5	70	4	170	-	25	-	-	-	-	170	10	40
4	60	10	60	8	160	-	12.5	-	-	-	-	160	15	37.5
5	60	10	60	10	160	-	10	-	-	-	-	160	10	30
6	60	10	60	10	150	-	9	-	-	-	-	150	10	29
7	60	10	60	10	115	-	5.5	115	15	145	2	145	12	29.5
8	60	10	60	15	150	1	7	150	5	160	2	160	10	29
9	60	10	60	10	160	-	10	-	-	-	-	160	12	32
10	60	10	60	10	160	1	11	160	2	170	5	170	1	27
11	60	10	60	15	150	-	6	-	-	-	-	150	15	31

#### **5.4 INYECCIÓN DE ESTANDARES.**

A fin de verificar la pureza y determinar los tiempos de los tiempos de retención de los compuestos que comúnmente contienen los whiskys; se inyectan en forma individual y por triplicado 2  $\mu\text{L}$  de los estándares puros (acetaldehído, acetato de etilo, metanol, etanol, propanol, isobutanol, alcohol isomílico). Posteriormente estos tiempos fueron utilizados para la identificación de los componentes de los whiskys analizados.

#### **5.5 INYECCIÓN DE MUESTRAS.**

Se inyectaron por triplicado ( $n = 3$ ) cada una de las muestras de whiskys a las mismas condiciones que los estándares, para corroborar los compuestos que contenían, por la comparación de los tiempos de retención reportados en las muestras problema con los de los estándares.

#### **5.6 FORTIFICACIÓN.**

Una vez que ya se compararon los tiempos de retención de la muestra con la de los estándares y se observó que eran iguales, para corroborar la presencia de los compuestos identificados, se realizó la fortificación para cada uno de ellos; de esta manera al observar que crecían los picos de los compuestos que se estaban fortificando, se pudo confirmar que efectivamente los whiskys contenían dichos compuestos.

La fortificación se realizó preparando una solución para cada compuesto (acetaldehído, acetato de etilo, metanol, propanol, isobutanol, alcohol isoamílico), para lo cual se tomó el whisky "James Martin's" como muestra a fortificar. Las soluciones consistían en una mezcla de 200 $\mu\text{L}$  de whisky y 40 $\mu\text{L}$  del compuesto a fortificar (estándar).

En la figura 17 (página 72) se muestra un ejemplo del cromatograma obtenido por la inyección del whisky James Martin's y en la figura 18 (página 72) se puede observar la fortificación realizada de n-propanol para corroborar su existencia en la muestra.

## 5.7 CURVA DE CALIBRACIÓN.

### 5.7.1 SOLUCIÓN PATRÓN.

Se realizaron las curvas de calibración correspondiente a los alcoholes superiores, es decir, n-propanol, isobutanol, alcohol isoamílico, con 6 puntos empleando 4-metil-2-pentanol como estándar interno. Las concentraciones a las que se llevaron a cabo se muestran en la tabla 10.

**TABLA 10.-** Concentraciones para las curvas de calibración de los alcoholes superiores.

Compuesto	Sistema	Conc. (ppm)
1propanol	1	60
	2	80
	3	100
	4	120
	5	140
	6	160
2 metil 1 propanol (Isobutanol)	1	80
	2	120
	3	160
	4	200
	5	240
	6	280
3 metil 1 Butanol (Alcohol isoamílico)	1	200
	2	240
	3	280
	4	320
	5	360
	6	400

Todos los alcoholes fueron aforados en un matraz de 5mL (2° aforo) a la concentración indicada para cada sistema, con una solución de etanol al 40%.

Para esto la cantidad que se tomó de cada alcohol es la que se muestra en la tabla 11.

A cada sistema se le agregó 500 $\mu$ L del patrón Interno. Se incorporó completamente al sistema y posteriormente se inyectó por triplicado. Las figuras 20, 21 y 22 muestran las curvas de calibración de n-propanol, isobutanol y alcohol isoamílico, respectivamente (páginas 75, 76 y 77).

En la figura 19 (página 74) se muestra un cromatograma obtenido de la inyección del sistema 3 de la curva de calibración para alcoholes superiores.

**TABLA 11.-** Preparación de los sistemas para la curva de calibración.

SISTEMA	Compuesto	SOLUCIÓN CONCENTRADA					SOLUCIÓN A INYECTAR			
		Conc. (ppm)	aforo requerido	mL Requeridos	µL req.	µL tomados	1er aforo (mL)	µL tomados de aforo1	2º aforo (mL)	Conc. Real (ppm)
1	1propanol	60	5	0.0004	0.3778	38	10	100	5	60.3425
2		80	5	0.0005	0.5038	51	10	99	5	80.1761
3		100	5	0.0006	0.6297	63	10	100	5	100.0415
4		120	5	0.0008	0.7557	76	10	100	5	120.6850
5		140	5	0.0009	0.8816	88	10	101	5	141.1379
6		160	5	0.0010	1.0076	101	10	100	5	160.3840
1	2 metil 1 propanol	80	5	0.0005	0.5051	51	10	100	5	80.7840
2		120	5	0.0008	0.7576	76	10	100	5	120.3840
3		160	5	0.0010	1.0101	101	10	100	5	159.9840
4		200	5	0.0013	1.2626	127	10	100	5	201.1680
5		240	5	0.0015	1.5152	152	10	100	5	240.7680
6		280	5	0.0018	1.7677	177	10	100	5	280.3680
1	3 metil 1 butanol	200	5	0.0013	1.2613	126	10	100	5	199.7906
2		240	5	0.0015	1.5136	151	10	100	5	239.4316
3		280	5	0.0018	1.7658	176	10	100	5	279.0726
4		320	5	0.0020	2.0181	205	10	100	5	325.0562
5		360	5	0.0023	2.2704	230	10	100	5	364.6972
6		400	5	0.0025	2.5226	255	10	100	5	404.3382

### 5.7.2 PATRÓN INTERNO.

La solución de patrón interno se preparó a una concentración de 5 g/L, para ello se tomaron 63  $\mu$ L del estándar interno (4-metil-2-pentanol) y se aforaron en 10 mL.

### 5.7.3 PROCESAMIENTO DE LOS DATOS PARA REALIZAR LA CURVA DE CALIBRACIÓN.

Para realizar la curva de calibración de los diferentes alcoholes se realizó el siguiente procedimiento:

1. Se obtuvieron las áreas de cada alcohol ( $A_{\text{alcohol}}$ ), de los cromatogramas dependiendo del tiempo de retención.
2. Se obtuvo el área del estándar interno ( $A_{\text{s,i}}$ ), del mismo cromatograma.
3. Se obtuvo la relación de áreas ( $A_{\text{alcohol}}/A_{\text{s,i}}$ ), para cada una de las corridas.
4. Se sacó el promedio de dichas corridas.
5. Se obtuvieron las concentraciones reales para cada sistema, de cada alcohol.
6. Se ordenaron los datos de la relación de áreas de acuerdo al sistema, con su respectiva concentración. Para cada alcohol.
7. Se graficaron dichos datos, teniendo en el eje de las Y la relación de áreas y en el eje de las X la concentración del alcohol.
8. Se obtuvo regresión línea por el método de mínimos cuadrados, con su respectiva ecuación y correlación lineal (la cual debió de ser mayor a 0.99).

## 5.8 CUANTIFICACIÓN DE ALCOHOLES SUPERIORES EN LAS MUESTRAS PROBLEMA.

### 5.8.1 CUANTIFICACIÓN SIN DILUCIÓN

Una vez que se obtuvo la curva de calibración se procedió a realizar la cuantificación de los alcoholes superiores en las muestras de whiskys en estudio.

Para ello, se tomaron 500 $\mu$ L de la muestra problema y se le agregaron 50 $\mu$ L de estándar interno (4-metil-2-pentanol), a la misma concentración que tenía la curva de calibración.

Dicha solución se inyectó al cromatógrafo (2 $\mu$ L). Este procedimiento al igual que la curva de calibración se hizo por triplicado.

Una vez que se inyectaron las muestras se procesaron los datos obtenidos. Para ello se tomaron las áreas de los cromatogramas para cada alcohol y estándar interno.

Al igual que en la curva de calibración se obtuvo la relación de áreas de cada alcohol superior y el estándar interno, y se interpoló en la curva de calibración respectiva del alcohol que se desea cuantificar, para obtener su concentración. En caso de que el dato obtenido de la relación de áreas salga de la curva de calibración se procederá a realizar una dilución para poder cuantificar dicho alcohol. La dilución dependerá de cuanto necesita ser diluida la muestra para que el alcohol pueda caer en la curva.

En la tabla 21 (página 78) se pueden observar los whiskys inyectados, la cuantificación de cada alcohol superior (solo de aquellos alcoholes que pudieron ser cuantificados por que caían en la curva de calibración).

### **5.8.2 PROCEDIMIENTO DE DILUCIONES.**

Las diluciones se realizaron de acuerdo a la necesidad de cada muestra problema. Se procuró que la dilución fuera tal que la relación de áreas estuviera aproximadamente a la mitad de la curva de calibración.

El número de dilución para cada muestra problema que tuvo que ser diluida se muestra en la tabla 22. Se realizó de tal forma que una sola dilución fuera suficiente para poder cuantificar los alcoholes que faltaran por cuantificar en la muestra problema.

La tabla 22 (página 79) también muestra los microlitros que se tomaron para llevar a cabo dichas diluciones tanto de whisky como de etanol-agua, ya que se diluyen las muestras con solución de etanol-agua al 40% de etanol. Asimismo, se muestran las concentraciones aproximadas a las que quedarán los alcoholes de los whiskys en caso de la ser diluidos, esto es con la finalidad de poder observar que con dicha dilución caen dentro de la curva de calibración aquellos alcoholes que lo requieren.

### **5.8.3 CUANTIFICACIÓN DE ALCOHOLES SUPERIORES CON DILUCIÓN.**

Una vez que se realizó la dilución, al igual que en el procedimiento para cuantificar alcoholes superiores sin dilución se le agregaron 50  $\mu$ l de patrón interno (4-metil-2-pentanol), a la solución total (500 $\mu$ l).

Dicha solución se inyecta por triplicado en el cromatógrafo de gases (0.2 $\mu$ l).

Posteriormente se procesaron los datos obtenidos de dichas soluciones (áreas que se obtienen en los cromatogramas) de la misma manera que los datos para las muestras problemas sin dilución.

La concentración que se obtiene se debe corregir por el factor de dilución, dependiendo de la muestra problema, ya que cada una requirió un número de dilución diferente.

La tabla 23 (página 80) contiene las concentraciones promedio para los alcoholes superiores que faltaban por cuantificar, en esta tabla se muestra la concentración promedio obtenida en el proceso de dilución así como las concentraciones ya corregidas por el factor de dilución.



## **5.9 CURVA DE CALIBRACIÓN DE ETANOL.**

Para poder comparar con las normas se tiene que realizar la cuantificación de etanol, para ello se realiza lo siguiente:

1. Se prepara el estándar interno a la concentración deseada (acetonitrilo al 20% v/v)
2. Se realiza la curva de calibración para etanol.
3. Se preparan las muestras problemas para que caigan dentro de las curvas de calibración.

### **5.9.1 PREPARACIÓN DEL ESTANDAR INTERNO (ACETONITRILO AL 20% V/V)**

Para la preparación del estándar interno se tomaron 2 mL de acetonitrilo R.A. y se aforaron en 10 mL con agua destilada.

### 5.9.2 PREPARACIÓN DE ETANOL (10% V/V) PARA CURVA DE CALIBRACIÓN.

Se preparó una solución stock de etanol al 10% para la realización de la curva de calibración, para ello se tomó 1 mL de etanol R.A. y se aforó a 10 mL con agua destilada.

La tabla 12 muestra como se realizó la curva de calibración y las concentraciones a la cuales quedó.

**TABLA 12.-** Datos para la realización de la curva de calibración de etanol.

Sistema	Acetonitrilo (mL)	Etanol (mL)	Vol. de aforo	C. acetonitrilo (%v/v)	C. etanol (%v/v)
1	1	0.5	10	2	0.5
2	1	1	10	2	1
3	1	1.5	10	2	1.5
4	1	2	10	2	2
5	1	2.5	10	2	2.5

Una vez realizados los sistemas de la curva de calibración de etanol, al igual que con los alcoholes superiores se inyectó 0.2 $\mu$ l, y se procesaron los datos de la misma manera que los datos de alcoholes superiores.

En la tabla 24 (página 81) se muestra la relación de áreas para la curva de calibración de etanol, de acuerdo a las áreas obtenidas, al igual que las concentraciones de cada sistema.

En la figura 23 (página 81) se muestra un cromatograma de la inyección del sistema 3 para obtener la curva de calibración.

En la figura 24 (página 82) se muestra la curva de calibración, con su ecuación y correlación obtenida.

### 5.9.3 CUANTIFICACIÓN DE ETANOL.

Para cuantificar el etanol contenido en las muestras problemas se tomaron 375 $\mu$ l y se le agregó 1mL de estándar interno (acetonitrilo al 20% v/v) y se aforaron a 10mL con agua destilada.

Dicha solución se inyectó por triplicado al cromatógrafo (0.2 $\mu$ l), y se obtuvieron las áreas de dichas corridas.

Posteriormente al igual que con los alcoholes superiores, se procesaron los datos y se utilizó la ecuación obtenida con la curva de calibración para etanol. La concentración obtenida se corrige con el factor de dilución que en este caso es de 26.666 (10/0.375) para todas las muestras problema.

En la tabla 25 (página 83) se encuentran las muestras problemas con la cuantificación de la concentración promedio de etanol ya corregida con el factor de dilución y la desviación estándar.

### 5.10 CURVA DE CALIBRACIÓN DE METANOL, ACETATO DE ETILO Y ACETALDEHÍDO.

Para obtener la curva de calibración se realizaron 3 soluciones stock, una para cada compuesto a una concentración de 200 mg/L. Para ello se llevó a cabo lo siguiente:

#### **Metanol.**

Se tomaron 127 $\mu$ l de metanol R.A. y se aforaron en 10 mL, posteriormente se tomaron 100 $\mu$ l de dicha solución y se aforaron a 5mL. De esta manera la concentración de metanol en el matraz de 10 mL resulta de 10025.6mg/L y finalmente en el matraz de 5mL fue de 200.512 mg/L.

#### **Acetato de etilo**

Se tomaron 1120 $\mu$ l de acetato de etilo R.A. y se aforaron en 10 mL, posteriormente se tomaron 100 $\mu$ l de dicha solución y se aforaron a 5mL. De esta manera la concentración de acetato de etilo en el matraz de 10 mL resulta de 10059.8mg/L y finalmente en el matraz de 5mL fue de 201.197 mg/L.

### **Acetaldehído.**

Se tomaron 129µl de acetaldehído R.A. y se aforaron en 10 mL, posteriormente se tomaron 100µl de dicha solución y se aforaron a 5mL. De esta manera la concentración de acetaldehído en el matraz de 10 mL resulta de 10041.9mg/L y finalmente en el matraz de 5mL fue de 200.838 mg/L.

#### **5.10.1 PREPARACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN.**

Con las soluciones stock que se prepararon de cada compuesto se realizó la curva de calibración, en la tabla 13 se muestran los 6 sistemas que conformaron la curva de calibración, con sus correspondientes concentraciones.

En el matraz de 5 mL se juntaron todos los compuestos al igual que en alcoholes superiores y se le agregan 500µl del patrón interno (4-metil-2-pentanol) a la misma concentración que se manejó para alcoholes superiores, de esta manera se sigue manteniendo la misma relación de la cantidad de solución y estándar interno. Una vez que se realizaron cada uno de los sistemas se inyectaron al cromatógrafo de gases (0.2µl de inyección).

Posteriormente, se procesan los datos obtenidos del mismo modo que alcoholes superiores y etanol, para obtener la curva de calibración.

**TABLA 13.-**Preparación de la curva de calibración de metanol, acetato de etilo y acetaldehído.

Sistema	compuesto	µl tomados	aforo(mL)	Concentración (ppm)
1	metanol	150	5	6
	acetaldehído	150	5	6
	acetato de etilo	75	5	3
2	metanol	220	5	8.8
	acetaldehído	220	5	8.8
	acetato de etilo	120	5	4.8
3	metanol	300	5	12
	acetaldehído	300	5	12
	acetato de etilo	150	5	6
4	metanol	450	5	18
	acetaldehído	450	5	18
	acetato de etilo	200	5	8
5	metanol	500	5	20
	acetaldehído	500	5	20
	acetato de etilo	250	5	10
6	metanol	600	5	24
	acetaldehído	600	5	24
	acetato de etilo	300	5	12

En la tabla 27 (página 86) se muestran las relaciones de áreas promedio obtenidas para acetaldehído, acetato de etilo y metanol con su respectiva concentración, con las cuales se realizaron las curvas de calibración.

Las figuras 26, 27, 28 (página 88, 89 y 90) muestran las curvas de calibración de acetato de etilo, acetaldehído y metanol, respectivamente.

## 5.10. 2 ESTIMACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE METANOL, ACETATO DE ETILO Y ACETALDEHÍDO

De los cromatogramas obtenidos en las inyecciones sin dilución de las muestras problema, se obtuvieron las áreas de metanol, acetaldehído y acetato de etilo, y se procesaron de la misma manera que en los alcoholes superiores, ahora interpolando en las curvas de calibración de estos compuestos.

En lo concerniente a la cuantificación de metanol, acetato de etilo y acetaldehído, cabe señalar que debido a su marcada presión de vapor, desde el momento que es abierta la botella de whisky, estos componentes empiezan notablemente a volatilizarse, con la consecuente disminución de su concentración. Por esto es pertinente tener el cuidado desde la toma de la muestra, mantenerla herméticamente cerrada, bajo refrigeración y evitar su evaporación durante su análisis. Como en el presente trabajo, estos cuidados no pudieron ser controlados, los resultados obtenidos, sólo se pueden considerar a nivel de estimación. Por esta misma razón, no se consideró que no tenía mucho caso realizar diluciones para aquellas muestras en las que estos alcoholes sobrepasaran el límite de la curva de calibración. En este sentido, se decidió estimar tales componentes, sólo cuando su contenido estuviese dentro del intervalo de las correspondientes curvas de calibración.

Las cuantificaciones estimadas de metanol, acetaldehído y acetato de etilo se llevaron a cabo en las muestras de whisky en que dichos compuestos hayan sido detectados, de la misma manera que en los alcoholes superiores. La tabla 28 (página 91) muestra las concentraciones promedio de dichos compuestos (mg/L de whisky) y la desviación estándar. Asimismo, la tabla 29 (página 92) muestran estas concentraciones en mg/100 mL de etanol, como lo piden las normas, y la comparación con dichas normas, para saber si cumplen o no.

## 6. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.

### 6.1 OPTIMIZACIÓN DE LAS CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS

Una vez que se probaron varios programas de temperatura se eligió el programa de temperatura que daba una mejor resolución para los compuestos deseados.

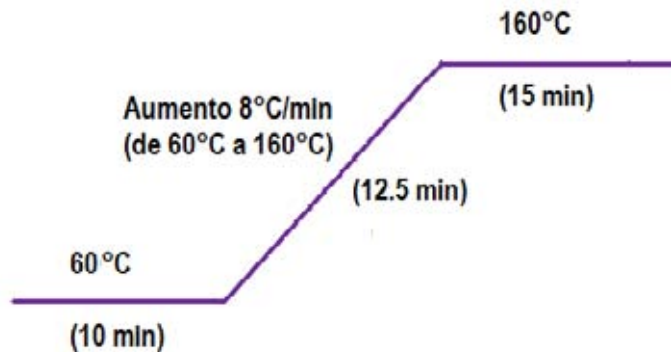
En la tabla 14 se muestran las condiciones experimentales óptimas de presión para los gases utilizados:

**TABLA 14.-** Condiciones experimentales óptimas de gases utilizados.

VARIABLE	PRESION (psi)
PRESIÓN DE GAS ACARREADOR (NITROGENO)	21
PRESIÓN DE HIDROGENO	7

El programa de temperatura con el que se logra una mejor resolución es el programa número 4, el cual se muestra en la figura 16:

La temperatura inicial es de 60°C sostenido durante 10 min, posteriormente se comienza a incrementar la temperatura a razón de 8°C/min hasta llegar a una temperatura de 160°C, finalmente se sostiene la temperatura de 160°C durante 15 min.



**FIGURA 16.-** Programa de temperatura

Las condiciones experimentales mencionadas anteriormente, fueron las utilizadas durante toda la experimentación del presente proyecto, siendo estas las condiciones óptimas.

## 6.2 INYECCIÓN DE ESTÁNDARES.

Una vez que se han inyectado por triplicado los estándares se sacan los tiempos de retención de cada uno de ellos. En la tabla 15 se muestran los tiempos de retención promedio de las inyecciones de cada estándar.

**TABLA 15.-** Tiempos de retención promedio de los estándares bajo las condiciones óptimas.

<b>COMPUESTO</b>	<b>TIEMPO DE RETENCIÓN (min)</b>
Acetaldehído	3.425
Acetato de etilo	4.125
Metanol	5.125
Etanol	5.658
Propanol	10.883
Isobutanol	12.950
Alcohol Isoamílico	17.050
4 metil 2 pentanol	15.866
Acetonitrilo	7.575

Se realizó la identificación de los componentes de los whiskys a través de la comparación de los tiempos de retención con los de los estándares.



### **6.3 INYECCIÓN DE LAS MUESTRAS.**

En las tablas 16 y 17 se presentan los tiempos de retención promedio y su desviación estándar de las muestras de whisky para acetaldehído, acetato de etilo, metanol y etanol (tabla 16), y para isobutanol, n-propanol y alcohol isoamílico (tabla 17). El comparar estos tiempos con los obtenidos para los estándares, se identificaron los componentes presentes en cada whisky

**TABLA 16.-** Tiempos de retención promedio de acetaldehído, acetato de etilo, metanol y etanol (min).

NOMBRE DEL WHISKY	COMPONENTE Y TIEMPO DE RETENCIÓN							
	ACETALDEHÍDO		ACETATO DE ETILO		METANOL		ETANOL	
	t <sub>rp</sub>	desv.	t <sub>rp</sub>	desv.	t <sub>rp</sub>	desv.	t <sub>rp</sub>	desv.
PASSPORT	N.P.	N.P.	4.405	0.013	4.934	0.032	5.721	0.002
GRAND OLD PARR	N.P.	N.P.	4.169	0.034	5.140	0.040	5.739	0.013
MC HARRISON	N.P.	N.P.	4.119	0.001	N.P.	N.P.	5.716	0.002
BUCHANAN'S DE LUXE	N.P.	N.P.	4.155	0.028	N.P.	N.P.	5.758	0.008
CHIVAS REAGAL	3.420	0.030	4.127	0.025	5.168	0.039	5.744	0.041
CROWN ROYAL	N.P.	N.P.	4.197	0.010	5.100	0.050	5.733	0.000
GRAND OLD PARR DE LUXE AÑEJADO	N.P.	N.P.	4.168	0.018	5.099	0.026	5.822	0.114
J&B	N.P.	N.P.	4.211	0.064	5.123	0.010	5.725	0.009
BUCHANAN'S "18"	3.510	0.066	4.178	0.043	5.145	0.056	5.744	0.021
JOHNNIE WALKER RED LABEL	N.P.	N.P.	4.114	0.024	N.P.	N.P.	5.736	0.029
JOHNNIE WALKER GREEN LABEL	3.411	0.020	4.191	0.046	5.067	0.029	5.758	0.001
JHONNIE WALKER BLACK LABEL	3.372	0.043	4.179	0.037	5.135	0.030	5.755	0.033
JACK DANIELS	3.388	0.052	4.198	0.016	5.179	0.035	5.761	0.021
JAMES MARTIN'S V.V.O	N.P.	N.P.	4.235	0.068	N.P.	N.P.	5.725	0.000
BUCHANAN'S "12"	N.P.	N.P.	4.294	0.017	5.161	0.009	5.739	0.017
GLENFIDICH "SPECIAL RESERVE"	3.417	0.009	4.199	0.077	5.154	0.032	5.741	0.001
INVER HOUSE GREEN PRAID	N.P.	N.P.	4.286	0.005	5.163	0.013	5.727	0.013
THE FAMOUS GROUSE	N.P.	N.P.	4.147	0.046	5.099	0.043	5.771	0.026
BALLANTINES "12"	3.489	0.027	4.163	0.041	5.118	0.030	5.749	0.038
GLEN HORANGIE	3.430	0.031	4.241	0.036	5.155	0.024	5.733	0.022
LABEL 5	N.P.	N.P.	4.286	0.009	5.172	0.010	5.742	0.014
CROWN ROYAL (PROFR. RENE)	N.P.	N.P.	4.207	0.004	5.121	0.004	5.752	0.003
JHONNIE WALKER BLUE LABEL	N.P.	N.P.	4.282	0.008	5.176	0.018	5.724	0.008
JACK DANIELS (BAR)	N.P.	N.P.	4.291	0.000	4.839	0.581	5.725	0.001

t<sub>rp</sub>. Tiempo de retención promedio desv . Desviación estándar N.P. No presente

**TABLA 17.-** Tiempos de retención promedio de n-propanol, isobutanol y alcohol isoamílico (min)

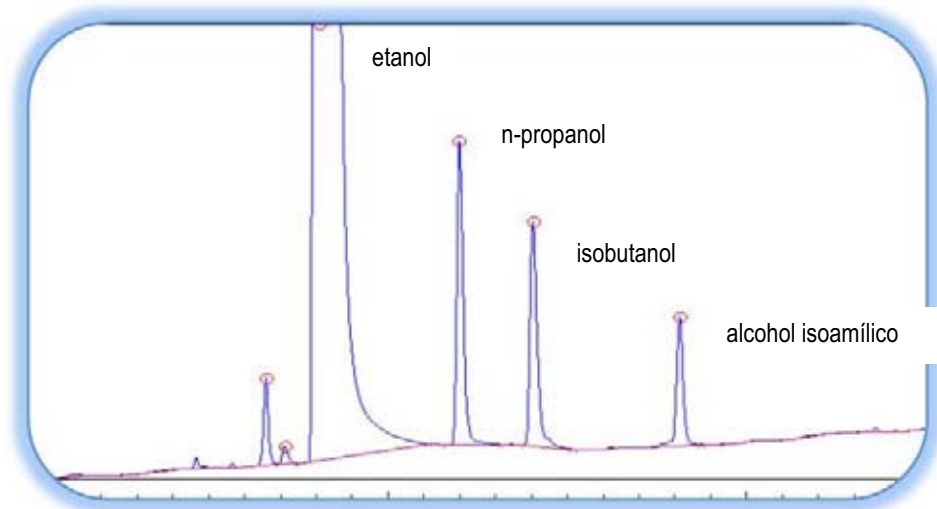
NOMBRE DEL WHISKY	COMPONENTE Y TIEMPO DE RETENCIÓN					
	n-PROPANOL		ISOBUTANOL		ALCOHOL ISOAMÍLICO	
	t <sub>rp</sub>	desv.	t <sub>rp</sub>	desv.	t <sub>rp</sub>	desv.
PASSPORT	10.727	0.051	12.894	0.063	17.194	0.054
GRAND OLD PARR	10.671	0.062	12.837	0.042	17.112	0.043
MC HARRISON	10.797	0.164	12.936	0.097	17.344	0.067
BUCHANAN'S DE LUXE	10.511	0.075	12.680	0.049	16.905	0.057
CHIVAS REAGAL	10.594	0.099	12.764	0.082	17.000	0.058
CROWN ROYAL	10.602	0.128	12.744	0.130	17.002	0.135
GRAND OLD PARR DE LUXE AÑEJADO	10.844	0.125	12.975	0.087	17.394	0.140
J&B	11.033	0.115	13.092	0.038	17.268	0.071
BUCHANAN'S "18"	10.872	0.075	13.040	0.031	17.275	0.043
JOHNNIE WALKER RED LABEL	10.811	0.019	12.983	0.017	17.250	0.017
JOHNNIE WALKER GREEN LABEL	10.945	0.418	13.047	0.292	17.189	0.169
JHONNIE WALKER BLACK LABEL	10.646	0.018	12.809	0.017	17.033	0.014
JACK DANIELS	10.638	0.065	12.786	0.046	17.044	0.017
JAMES MARTIN'S V.V.O	10.926	0.051	13.094	0.042	17.330	0.018
BUCHANAN'S "12"	10.850	0.126	12.952	0.076	17.136	0.087
GLENFIDICH "SPECIAL RESERVE"	10.864	0.163	12.953	0.107	17.114	0.082
INVER HOUSE GREEN PRAID	10.855	0.121	12.961	0.089	17.141	0.068
THE FAMOUS GROUSE	10.769	0.024	12.880	0.013	17.066	0.017
BALLANTINES "12"	10.611	0.080	13.007	0.217	17.155	0.157
GLEN HORANGIE	10.896	0.074	12.980	0.024	17.155	0.013
LABEL 5	10.675	0.022	12.827	0.013	17.055	0.013
CROWN ROYAK (PROFR. RENE)	N.P.	N.P.	12.845	0.012	17.005	0.042
JHONNIE WALKER BLUE LABEL	10.742	0.126	12.081	0.056	17.684	0.023
JACK DANIELS (BAR)	10.745	0.105	12.855	0.097	16.824	0.376

t<sub>rp</sub>. Tiempo de retención promedio desv . Desviación estándar N.P. No presente

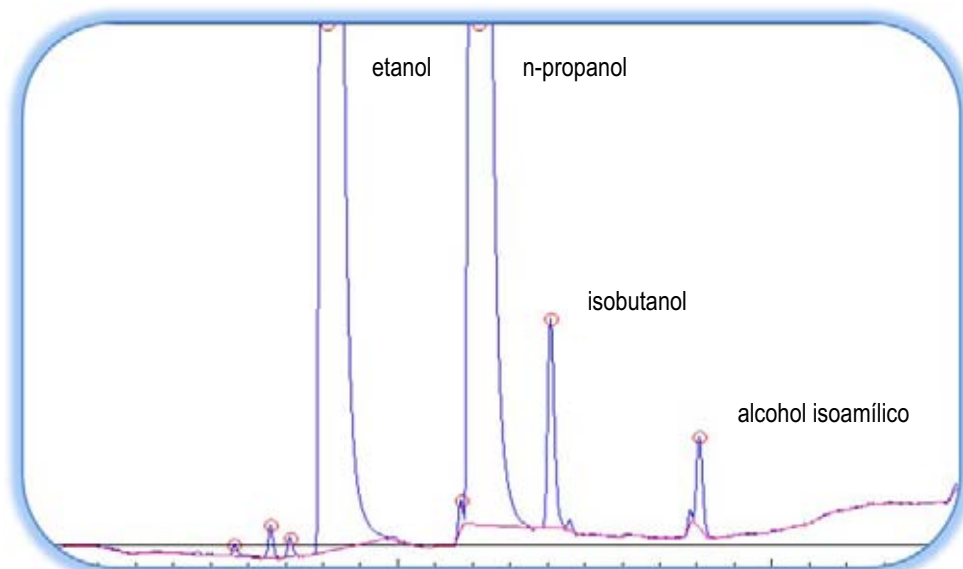
## 6.4 FORTIFICACIÓN

Según lo comentado en el apartado 5.5 se realizó la fortificación de cada uno los compuestos volátiles que tenían los whiskys (acetaldehído, acetato de etilo, metanol, etanol, n-propanol, isobutanol y alcohol isoamílico).

En la figura 17 se muestra el cromatograma del whisky James Martin's sin fortificar y en la figura 18 se muestra la fortificación de n-propanol en dicho whisky.



**FIGURA 17.-**Cromatograma del whisky James Martin's sin fortificación.



**FIGURA 18.-**Cromatograma de la fortificación de n-propanol en el whisky James Martin's

## 6.5 CURVAS DE CALIBRACIÓN DE ALCOHOLES SUPERIORES.

Las curvas de calibración se realizaron según el procedimiento expuesto en la sección 5.7.3, para cuantificar la concentración de estos compuestos en las muestras estudiadas.

En las tablas 18, 19 y 20 se muestran los promedios de la relación de áreas con la respectiva concentración de cada sistema para cada alcohol isoamílico, n-propanol, e isobutanol, respectivamente, con los cuales se construyeron las curvas de calibración.

**TABLA 18.-** Relación de áreas y concentración para la curva de calibración del alcohol isoamílico

<b>SISTEMA</b>	<b>Aa/As.i. promedio</b>	<b>Conc. alcohol/Cs.i. promedio</b>
1	0.3996	199.7906
2	0.4807	239.4316
3	0.5604	279.0726
4	0.6719	325.0562
5	0.7418	364.6972
6	0.8229	404.3782

**TABLA 19.-** Relación de áreas y concentración para la curva de calibración del n-propanol

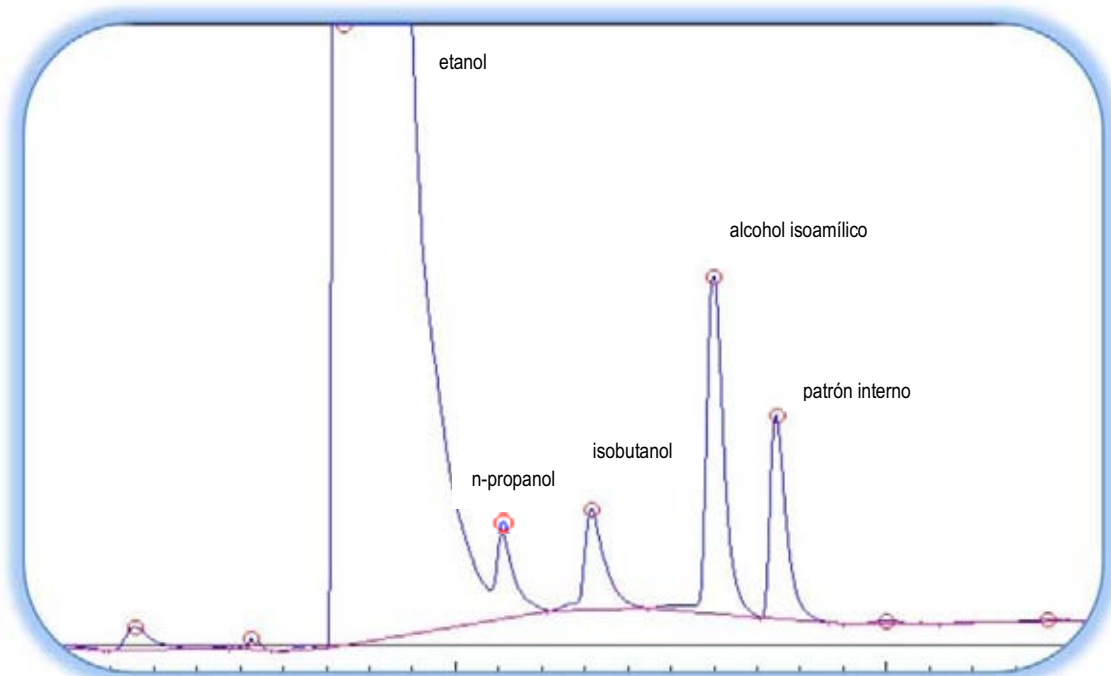
<b>SISTEMA</b>	<b>Aa/As.i. promedio</b>	<b>Conc. alcohol/Cs.i. promedio</b>
1	0.1781	60.3425
2	0.2415	80.1761
3	0.3362	100.0415
4	0.4122	120.6850
5	0.4806	141.1379
6	0.5770	160.3840

**TABLA 20.-** Relación de áreas y concentración para la curva de calibración del isobutanol

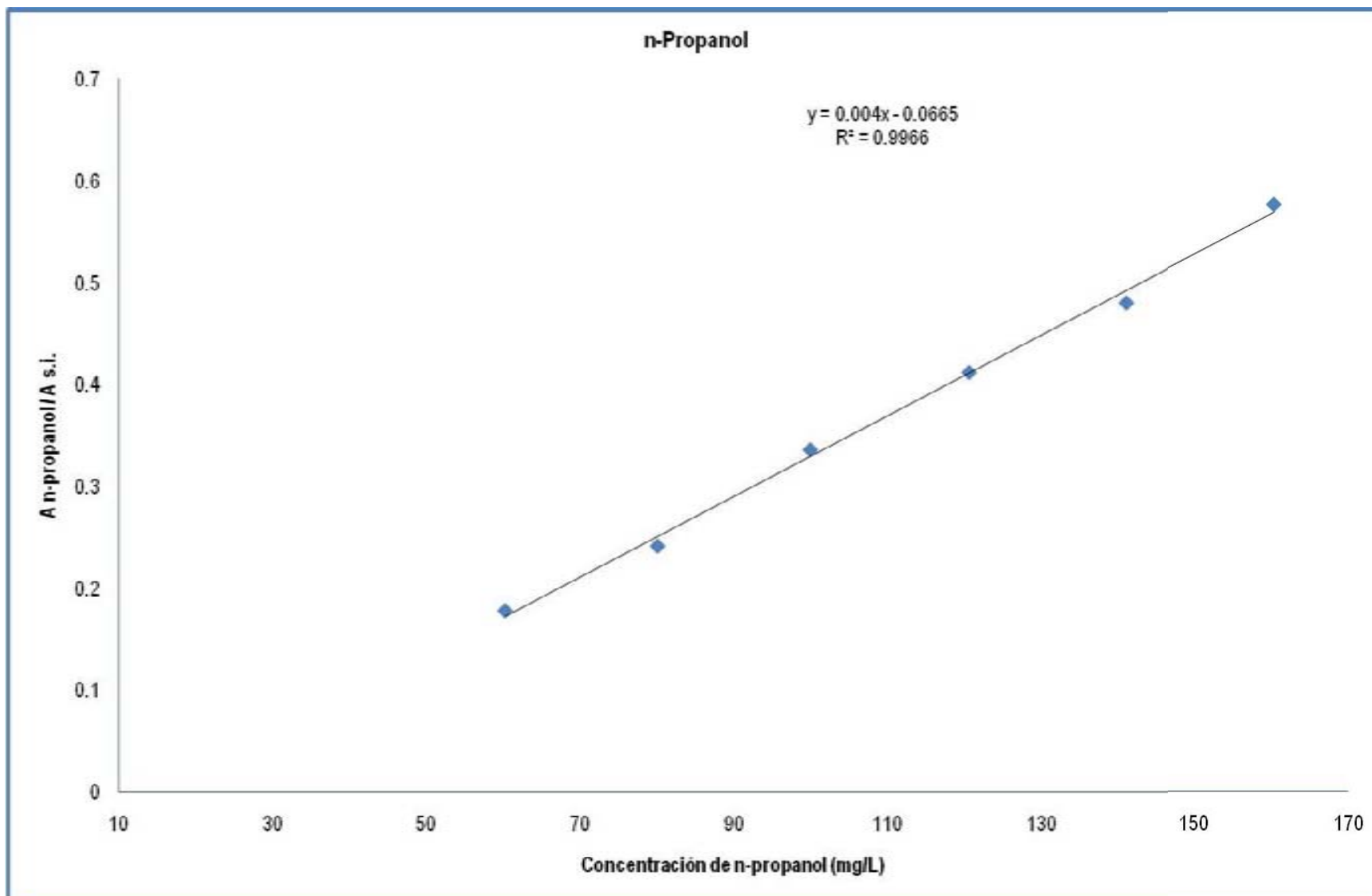
SISTEMA	Aa/As.i. promedio	Conc. alcohol/Cs.i promedio
1	0.0698	16.2768
2	0.1352	120.6850
3	0.1634	159.9840
4	0.1914	201.1680
5	0.2228	240.7680
6	0.2555	280.3680

Con estos datos se obtuvieron las curvas de calibración para cada uno de estos alcoholes. A continuación se muestran dichos gráficos, con su respectiva ecuación lineal y la correlación que cada una de ellas presenta, pudiéndose observar que se trata de una muy buena correlación ( $r^2 \geq 0.99$ ) para cada una.

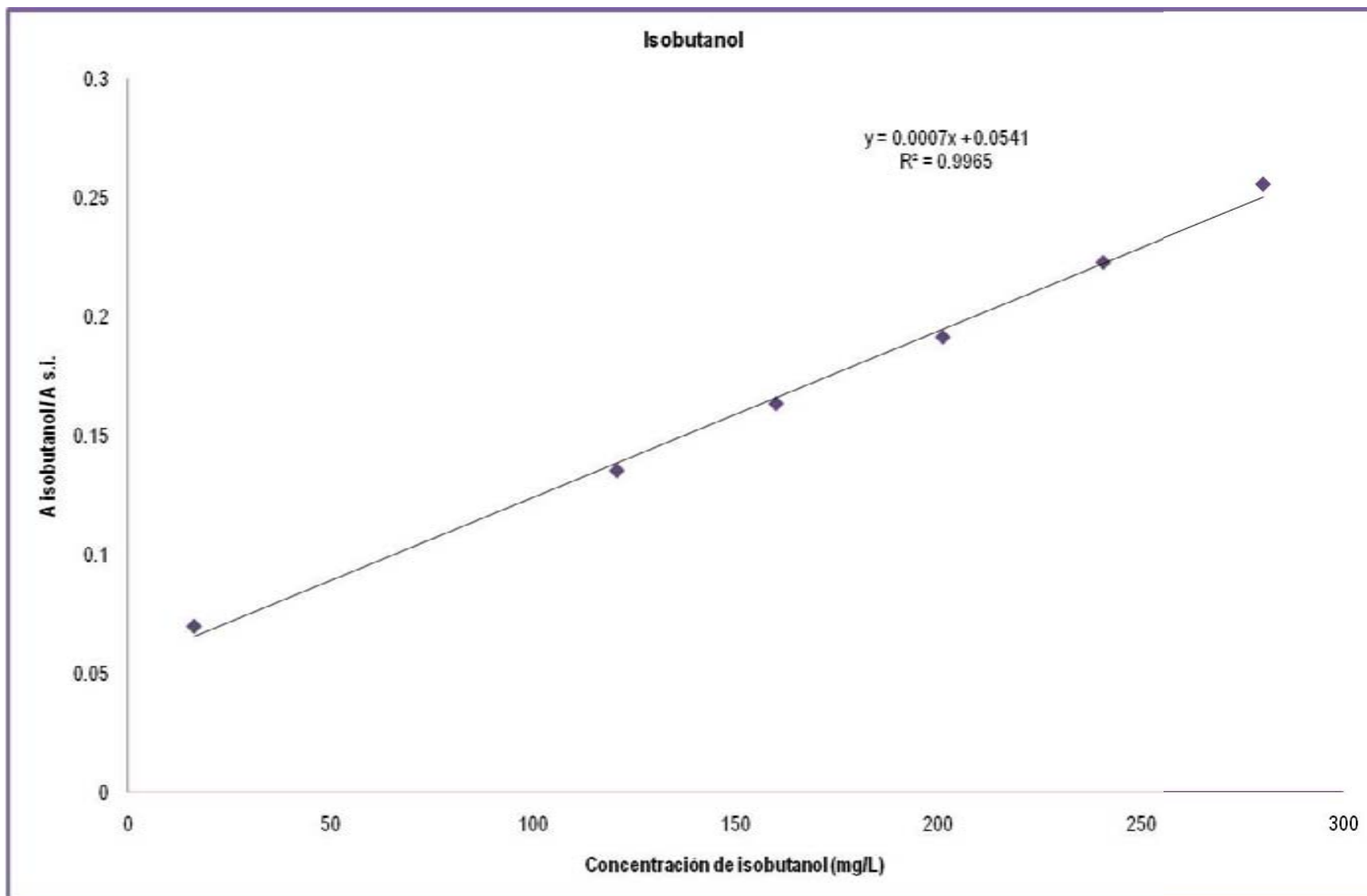
En la figura 19 se muestra un cromatograma de una inyección del sistema 3 para trazar la curva de calibración.



**FIGURA 19.-** Cromatograma de la inyección del sistema 3, para la curva de calibración de alcoholes superiores.



**FIGURA 20.-** Curva de calibración de n-propanol realizada con la relación de áreas promedio.



**FIGURA 21.-** Curva de calibración de Isobutanol realizada con la relación de áreas promedio.



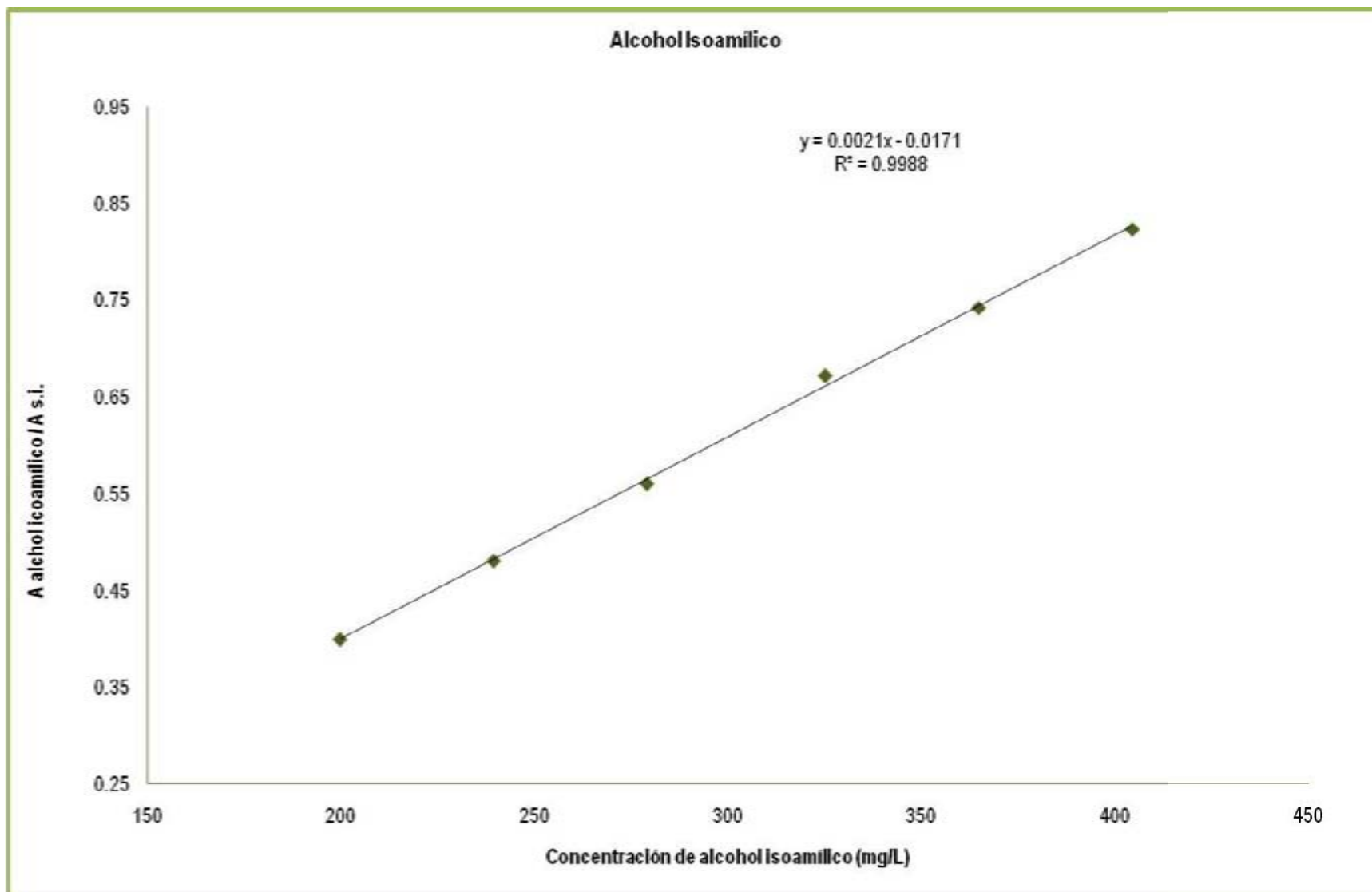


FIGURA 22.- Curva de calibración del alcohol isoamílico realizada con la relación de áreas promedio.

## 6.6 CUANTIFICACIÓN DE LOS ALCOHOLES SUPERIORES SIN DILUCIÓN

La cuantificación de alcoholes superiores se realizó con el procedimiento descrito en la sección 5.8.1, de esta manera en la tabla 21 se muestran las concentraciones de alcoholes superiores que se calcularon de esta manera.

**TABLA 21.-** Concentraciones promedio de alcoholes superiores en las muestras problemas sin dilución.

Whisky	Alcohol	Conc. (mg/L)	Whisky	Alcohol	Conc. (mg/L)
James Martin's	n-propanol	154.39	Jhonnie Walker Black Label	n-propanol	130.68
Passport	n-propanol	149.89		isoamilico	413.83
	isoamilico	335.43	Jack Daniels	n-propanol	79.88
Grand Old Parr	n-propanol	142.45	Label 5 Finest Blended	n-propanol	114.70
	isoamilico	402.55		isoamilico	262.22
Grand Old Parr (Añejo)	n-propanol	98.27	Inver House Green Plaid	n-propanol	147.61
	isoamilico	377.26		isoamilico	288.59
Mc Harrison	n-propanol	89.73	Ballantines "12"	n-propanol	118.95
	isobutanbol	260.10	Buchanan's "12"	n-propanol	147.71
Buchanan's de Luxe	n-propanol	124.88		isoamilico	414.39
	isoamilico	389.75	Glen Morangie	n-propanol	102.75
Chivas Reagal	n-propanol	137.50	Glenfiddich	n-propanol	113.18
	isoamilico	388.82	The famouse Grouse	n-propanol	144.45
Crown Royal	n-propanol	132.29		isoamilico	302.28
	isobutanbol	234.70	Crown Royal (Profr. Rene)	isobutanbol	263.44
	isoamilico	265.03		isoamilico	348.87
J&B escocés	n-propanol	111.58	Jack Daniels (Bar)	n-propanol	65.29
	isoamilico	346.07	Jhonnie Walker (Red Label)	n-propanol	123.12
Buchanan's 18	n-propanol	133.08		isoamilico	304.15
Jhonnie Walker Green Label	n-propanol	107.91	Jhonnie Walker Blue Label	n-propanol	160.36

## 6.7 CUANTIFICACIÓN CON DILUCIÓN DE ALCOHOLES SUPERIORES.

Una vez que se realizaron los cálculos del número de dilución que necesitaba cada whisky, se prepararon las soluciones respecto al número de dilución calculado. En la tabla 22 se muestran las cantidades que se requirieron de whisky y de etanol-agua para llevar a cabo la dilución necesaria.

**TABLA 22.-** Procedimiento para diluciones de las muestras problema.

Whisky	µL whisky	µL etanol-agua al 40%v/v	TOTAL	DILUCIÓN
James Martin's	250	250	500	2.00
Passport	150	350	500	3.33
Grand Old Parr	120	380	500	4.17
Grand Old Parr (Añejo)	150	350	500	3.33
Buchanan's de Luxe	120	380	500	4.17
Chivas Reagal	150	350	500	3.33
J&B escoces	150	350	500	3.33
Buchanan's 18	200	300	500	2.50
Jhonnie Walker Green Label	120	380	500	4.17
Jhonnie Walker Black Label	150	350	500	3.33
Jack Daniels	80	420	500	6.25
Label 5 Finest Blended	150	350	500	3.33
Inver House Green Plaid	150	350	500	3.33
Ballantines "12"	150	350	500	3.33
Buchanan's "12"	150	350	500	3.33
Glen Morangie	150	350	500	3.33
Glenfiddich	150	350	500	3.33
The famouse Grouse	150	350	500	3.33
Jack Daniels (Bar)	70	430	500	7.14
Jhonnie Walker (Red Label)	150	350	500	3.33
Jhonnie Walker (Blue Label)	150	350	500	3.33

Se inyectaron las soluciones diluidas por triplicado y se realizó la cuantificación para los alcoholes superiores restantes de cada muestra, como se indicó en el apartado 5.8.3. De esta manera en la tabla 23 se muestran las concentraciones promedio de los alcoholes superiores que necesitaban la dilución para ser cuantificados en las muestras problema.

**TABLA 23.-** Concentraciones promedio de los alcoholes superiores obtenidas para las muestras de whisky, diluidas.

Whisky	Alcohol	Concentración (mg/L)	
		Diluida	Muestra
<b>James Martin's</b>	isobutanol	211.40	422.79
<b>Passport</b>	isobutanol	145.47	484.91
<b>Grand Old Parr</b>	isobutanol	148.32	617.99
<b>Grand Old Parr (Añejo)</b>	isobutanol	258.42	861.39
<b>Buchanan's de Luxe</b>	isobutanol	190.12	792.17
<b>Chivas Reagal</b>	isobutanol	198.86	662.87
<b>J&amp;B escoces</b>	isobutanol	147.38	491.28
<b>Buchanan's 18</b>	isobutanol	191.23	478.07
	isoamilico	208.99	522.49
<b>Jhonnie Walker Green Label</b>	isobutanol	288.22	1200.90
	isoamilico	240.54	1002.26
<b>Jhonnie Walker Black Label</b>	isobutanol	225.85	752.85
<b>Jack Daniels</b>	isobutanol	250.03	1562.74
	isoamilico	275.96	1724.74
<b>Label 5 Finest Blended</b>	isobutanol	144.01	480.05
<b>Inver House Green Plaid</b>	isobutanol	153.65	512.18
<b>Ballantines "12"</b>	isobutanol	225.89	752.96
<b>Buchanan's "12"</b>	isobutanol	169.92	566.39
<b>Glen Morangie</b>	isobutanol	192.52	641.74
	isoamilico	263.55	878.52
<b>Glenfiddich</b>	isobutanol	190.04	633.46
	isoamilico	248.69	828.97
<b>The famouse Grouse</b>	isobutanol	164.79	549.33
<b>Jack Daniels (Bar)</b>	isobutanol	279.46	1996.20
	isoamilico	271.00	1935.71
<b>Jhonnie Walker (Red Label)</b>	isobutanol	101.79	339.31
<b>Jhonnie Walker Blue Label</b>	n-propanol	62.71	209.03
	isobutanol	240.12	800.40
	isoamilico	244.51	815.02

## 6.8 CURVA DE CALIBRACIÓN DE ETANOL.

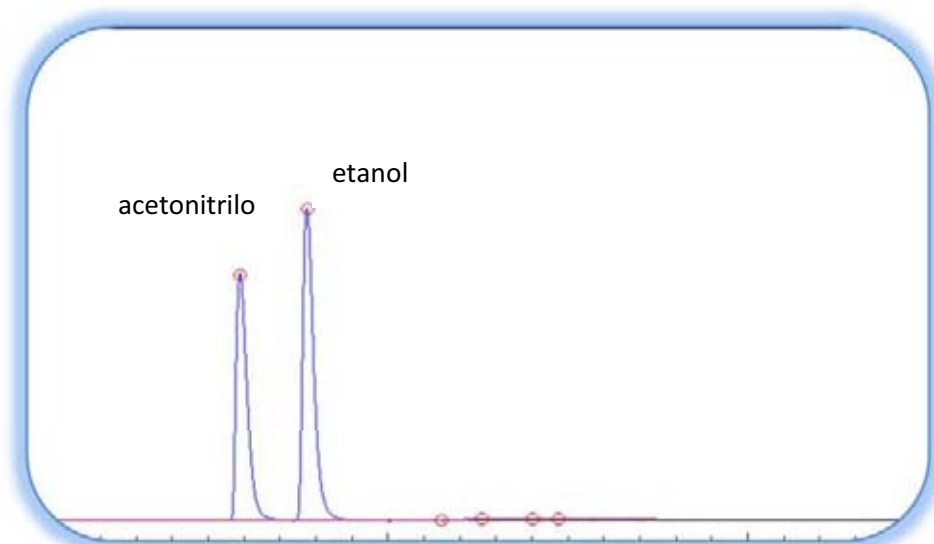
La curva de calibración se realizó de acuerdo al procedimiento indicado en el apartado 5.9.

En la tabla 24 se muestran las relaciones de áreas obtenidas, así como su promedio con la respectiva concentración (%v/v), ocupada para cada sistema en la curva de calibración.

**TABLA 24.**-Relación de áreas y concentración (% v/v) para obtener la curva de calibración.

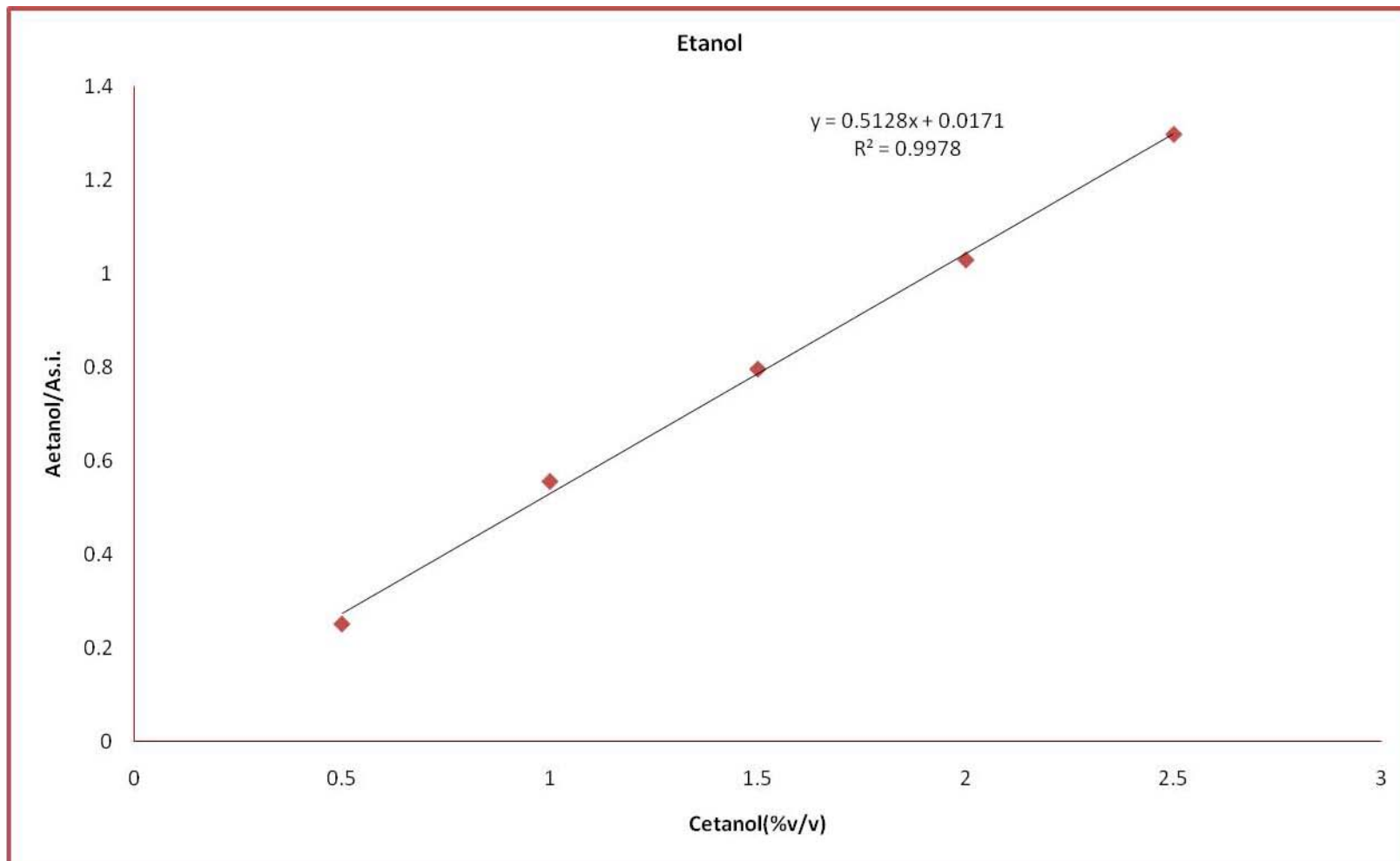
Sistema	Aa/As.i. <sub>1</sub>	Aa/As.i. <sub>2</sub>	Aa/As.i. <sub>3</sub>	A/As.i prom	Conc. Etanol (%v/v)
1	0.2562	0.2518	0.2480	0.2520	0.5
2	0.5594	0.5538	0.5557	0.5563	1
3	0.7989	0.7956	0.7940	0.7962	1.5
4	1.0280	1.0283	1.0316	1.0293	2
5	1.2986	1.2966	1.2971	1.2974	2.5

En la figura 23 se muestra un cromatograma de la inyección del sistema 3 para obtener la curva de calibración.



**FIGURA 23.**-Cromatograma del sistema 3 para obtener la curva de calibración de etanol.

En la figura 24 se presenta la curva de calibración de etanol con la relación de áreas promedio y la concentración manejada para cada sistema.



**FIGURA 24.-** Curva de calibración de etanol realizada con la relación de áreas promedio.

## 6.9 CUANTIFICACIÓN DE ETANOL EN LAS MUESTRAS PROBLEMA.

La cuantificación de etanol se realizó según el procedimiento descrito en el apartado 5.9.3.

En la tabla 25 se muestran las concentraciones promedio de etanol en las muestras estudiadas, así como la desviación estándar en las mismas.

**TABLA 25.-**Cuantificación de etanol en las muestras problema

<b>Whisky</b>	<b>Porcentaje promedio</b>	<b>Desviación</b>
James Martin's	35.7474	0.3598
Passport	37.7366	0.0749
Grand Old Parr	34.1996	0.1517
Grand Old Parr (Añejo)	38.5691	0.0877
Mc Harrison	36.4989	0.0096
Buchanan's de Luxe	38.3410	0.5628
Chivas Reagal	35.0116	0.2240
Crown Royal	37.5626	0.2764
J&B escoces	37.9565	0.0564
Buchanan's 18	34.9437	0.1297
Jhonnie Walker Green Label	39.9328	0.2852
Jhonnie Walker Black Label	35.9492	0.2044
Jack Daniels	33.8033	0.1531
Label 5 Finest Blended	38.9828	0.3703
Inver House Green Plaid	39.2579	0.4391
Ballantines "12"	38.9343	0.6327
Buchanan's "12"	30.6246	0.7026
Glen Morangie	39.1185	0.3256
Glenfiddich	37.1144	0.2962
The famouse Grouse	37.1430	0.2432
Crown Royal (Profr. Rene)	37.4955	0.1908
Jack Daniels (Bar)	38.4529	0.7229
Jhonnie Walker (Red Label)	33.1762	0.1911
Jhonnie Walker Blue Label	40.7241	0.1238



## 6.10 COMPARACIÓN DE ALCOHOLES SUPERIORES CON LAS NORMAS ESPAÑOLA Y MEXICANA.

Una vez que se obtuvieron las concentraciones de etanol y de alcoholes superiores se calculó la concentración promedio de etanol para cada una de las muestras.

Las normas reportan los datos en mg/100mL de etanol, por lo que hay que pasar los datos que tenemos de alcoholes superiores a mg/100mL de etanol, de acuerdo a la concentración de etanol que haya tenido cada una de las muestras problema. La operación que se llevó a cabo es la siguiente:

$$\left(x \frac{\text{mg de alcohol}}{\text{lt de whisky}}\right) \left(\frac{1\text{lt de whisky}}{1000\text{ml de whisky}}\right) \left(\frac{100\text{ml de whisky}}{y \text{ ml de etanol}}\right) * 100 = x \frac{\text{mg de alcohol}}{100\text{ml de etanol}}$$

Donde: x= concentración obtenida de cada alcohol superior.

y= concentración promedio de etanol (%v/v) obtenida para cada whisky.

La tabla 26 contiene las muestras problemas con la suma de las concentraciones de los alcoholes superiores, debido a que las normas están dadas como concentración total de alcoholes superiores en mg/100mL de etanol, también dicha tabla muestra la comparación tanto con la norma española y mexicana, diciendo si cumplen o no con dichas normas.

Sabiendo que para alcoholes superiores la norma española Real Decreto 665/85 (BOE.Nº 89. 13-04-1985) acepta una concentración máxima de 750 mg/100mL de etanol anhidro. Y la norma mexicana NOM-142-SSA1-1995 acepta como máximo una concentración de 1000 mg/100 mL de etanol anhidro, para alcoholes superiores [29,31].

**TABLA 26.-** Comparación de las muestras problema con las normas mexicana y española.

<b>Whisky</b>	<b>Concentración total promedio de alcoholes superiores</b>	<b>Norma mexicana</b>	<b>Norma española</b>
<b>James Martin's</b>	161.4622	si cumple	si cumple
<b>Passport</b>	257.1049	si cumple	si cumple
<b>Grand Old Parr</b>	340.0604	si cumple	si cumple
<b>Grand Old Parr (Añejo)</b>	346.6306	si cumple	si cumple
<b>Mc Harrison</b>	334.2223	si cumple	si cumple
<b>Buchanan's de Luxe</b>	340.8332	si cumple	si cumple
<b>Chivas Reagal</b>	339.6579	si cumple	si cumple
<b>Crown Royal</b>	168.2573	si cumple	si cumple
<b>J&amp;B escoces</b>	250.0058	si cumple	si cumple
<b>Buchanan's 18</b>	324.4234	si cumple	si cumple
<b>Jhonnie Walker Green Label</b>	578.7434	si cumple	si cumple
<b>Jhonnie Walker Black Label</b>	360.8859	si cumple	si cumple
<b>Jack Daniels</b>	996.1625	si cumple	<b>no cumple</b>
<b>Label 5 Finest Blended</b>	219.8338	si cumple	si cumple
<b>Inver House Green Plaid</b>	241.5760	si cumple	si cumple
<b>Ballantines "12"</b>	223.9463	si cumple	si cumple
<b>Buchanan's "12"</b>	368.4891	si cumple	si cumple
<b>Glen Morangie</b>	414.8955	si cumple	si cumple
<b>Glenfiddich</b>	424.5310	si cumple	si cumple
<b>The famouse Grouse</b>	268.1671	si cumple	si cumple
<b>Crown Royal (Profr. Rene)</b>	163.3030	si cumple	si cumple
<b>Jack Daniels (Bar)</b>	1039.5079	<b>no cumple</b>	<b>no cumple</b>
<b>Jhonnie Walker (Red Label)</b>	231.0619	si cumple	si cumple
<b>Jhonnie Walker Blue Label</b>	436.0496	si cumple	si cumple

## 6.11 CURVAS DE CALIBRACIÓN DE METANOL, ACETALDEHÍDO Y ACETATO DE ETILO.

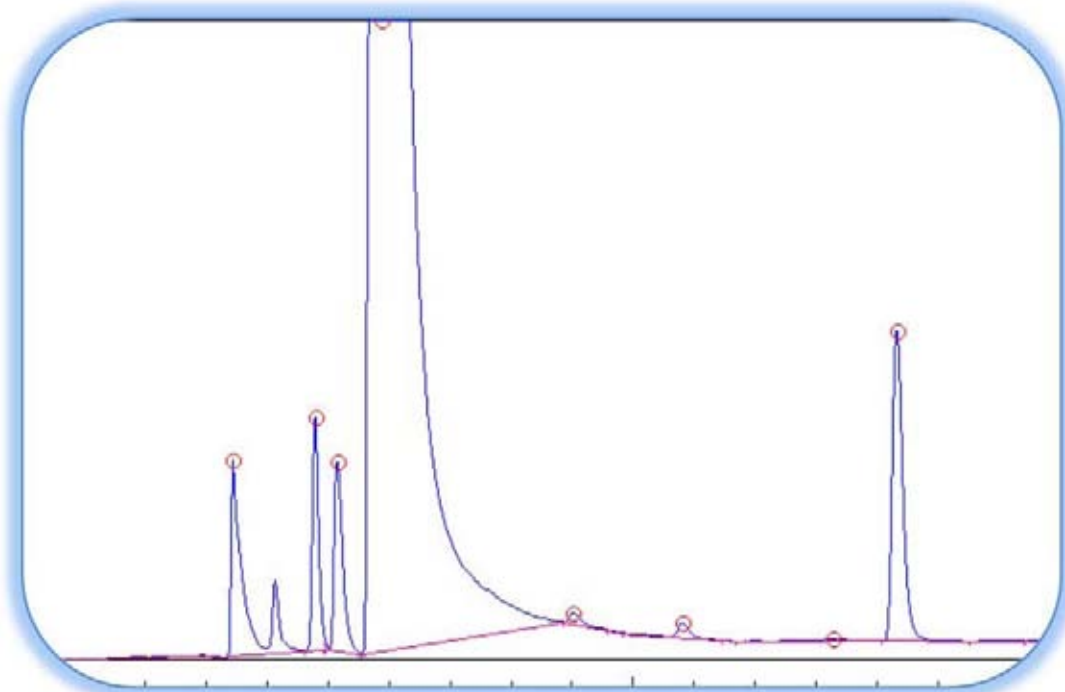
Según lo expuesto en el apartado 5.10.1 se realizó la curva de calibración de metanol, acetato de etilo y acetaldehído.

En la tabla 27 se muestran las relaciones de área promedio de estos compuestos así como la concentración respectiva a cada sistema, con lo cual se estableció la curva de calibración para cada uno.

**TABLA 27.-** Relación de áreas promedio y concentración de los compuestos más volátiles, para trazar la curva de calibración.

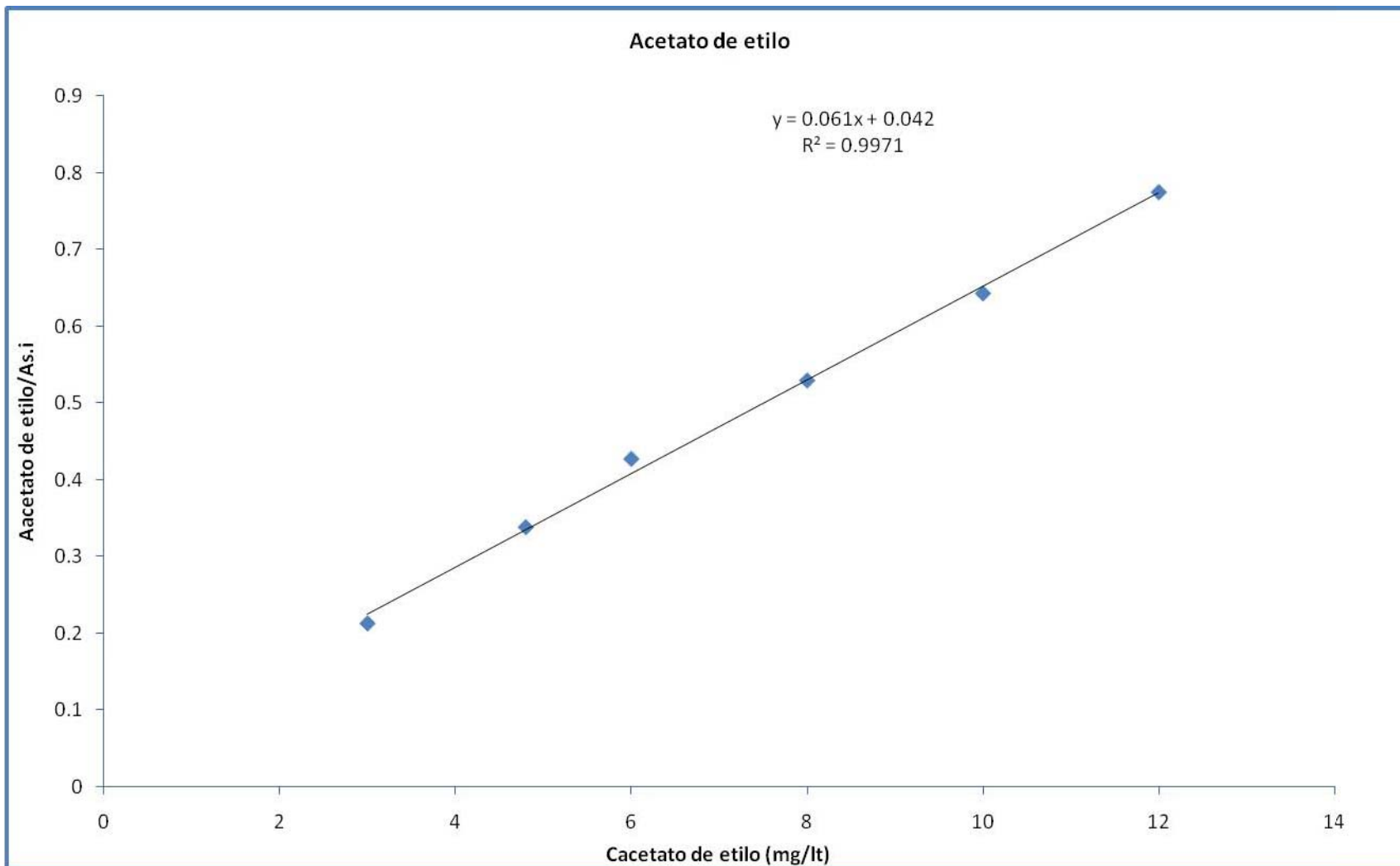
sistema	ACETALDEHÍDO		ACETATO DE ETILO		METANOL	
	A/As.i	Conc. (mg/L)	A/As.i	Conc. (mg/L)	A/A.s.i	Conc. (mg/L)
1	0.2812	6	0.2124	3	0.2726	6
2	0.3700	8.8	0.3378	4.8	0.3803	8.8
3	0.4884	12	0.4268	6	0.4887	12
4	0.7256	18	0.5291	8	0.6778	18
5	0.7739	20	0.6427	10	0.7425	20
6	0.9122	24	0.7746	12	0.8778	24

En la figura 25 se muestra un cromatograma de la inyección del sistema 3 para la obtención de la curva de calibración de metanol, acetaldehído y acetato de etilo.

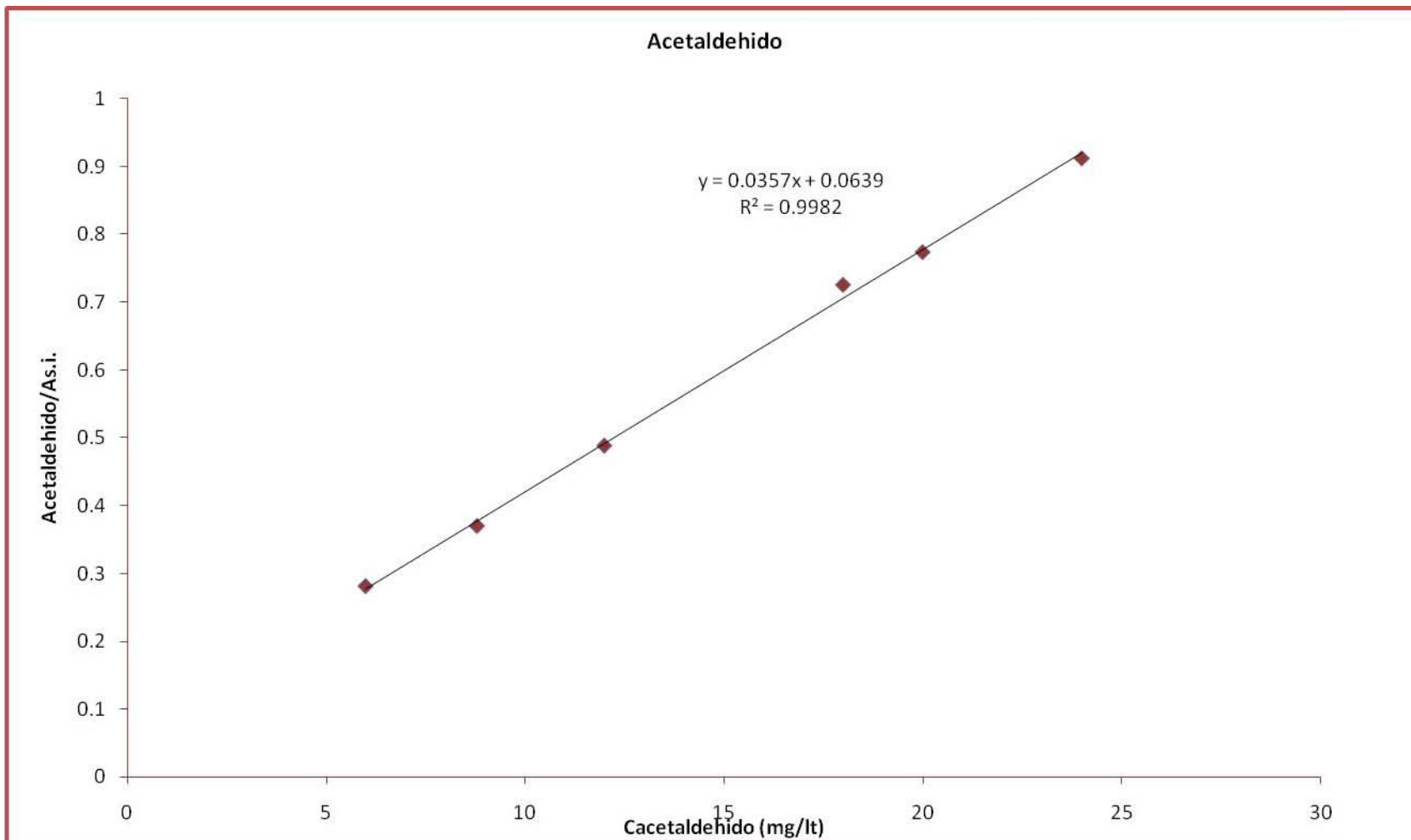


**FIGURA 25.**-Cromatograma del sistema 3 para la obtención de la curva de calibración de acetaldehído, acetato de etilo y metanol.

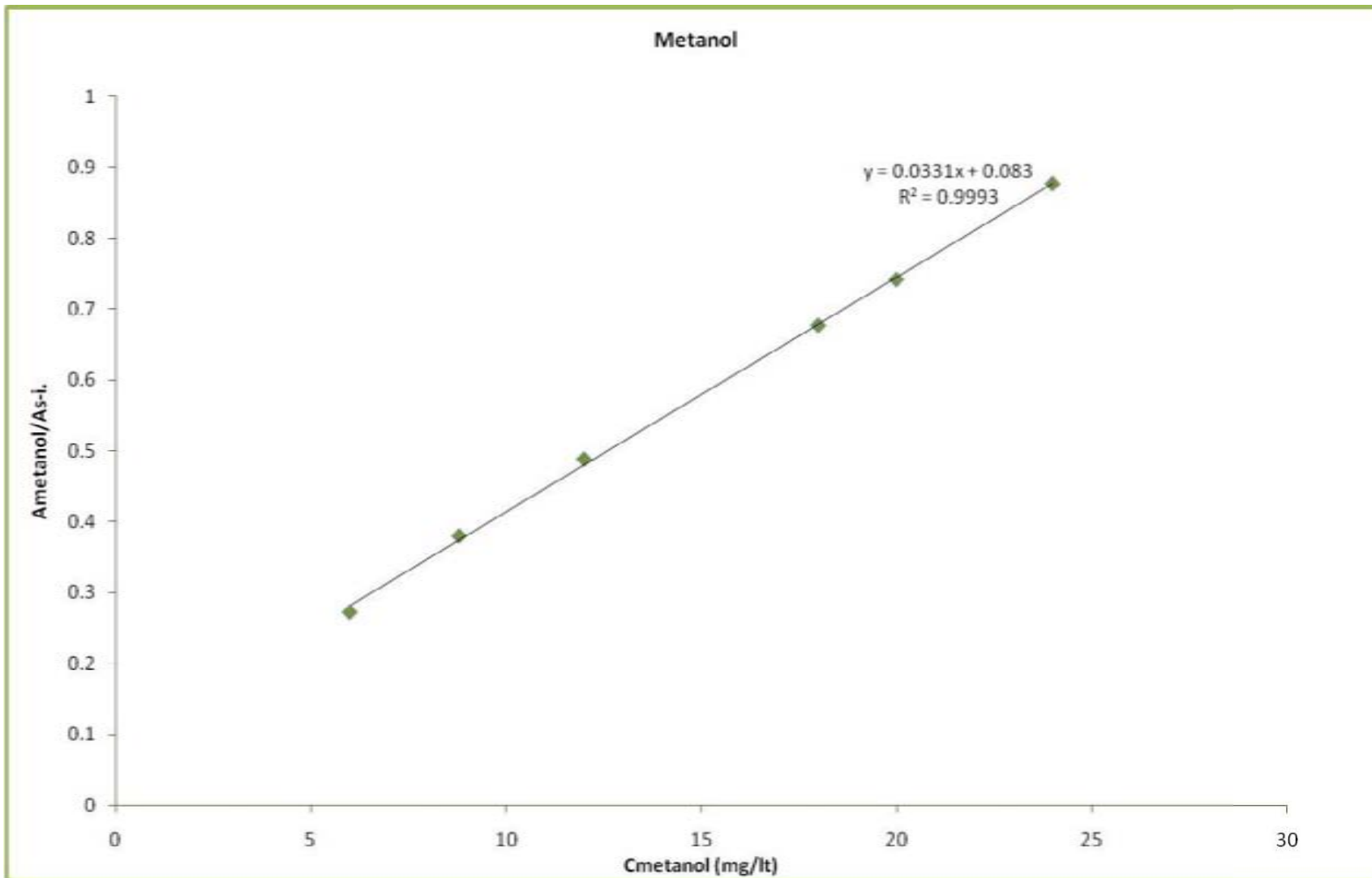
En las figuras 26, 27, 28 se muestran la curva de calibración con su ecuación y su correlación para acetato de etilo, acetaldehído y metanol respectivamente.



**FIGURA 26.-**Curva de calibración de acetato de etilo, realizada con la relación de áreas promedio.



**FIGURA 27.-** Curva de calibración de acetaldehído de etilo, realizada con la relación de áreas promedio.



**FIGURA 28.-** Curva de calibración de metanol, realizada con la relación de áreas promedio.

## 6.12 ESTIMACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE METANOL, ACETALDEHÍDO Y ACETATO DE ETILO EN LAS MUESTRAS PROBLEMA.

Según lo expuesto en el apartado 5.10.2 se estimaron las concentraciones para metanol, acetaldehído y acetato de etilo.

En la tabla 28 se muestra la concentración promedio y la desviación estándar para estos compuestos en las muestras problema en las cuales pudieron ser estimadas.

**TABLA 28.-** Desviación estándar y estimación promedio para las concentraciones de: acetaldehído y acetato de etilo (mg/L de whisky) para las muestras problema.

Whisky	Alcohol	Desviación	Concentración (mg/L de whisky)
Passport	acetato de etilo	3.64E-03	4.64
Mc Harrison	acetato de etilo	1.17E-02	4.28
Buchanan's de Luxe	acetato de etilo	8.93E-03	3.02
Jhonnie Walker Green Label	acetato de etilo	2.05E-03	3.68
Jhonnie Walker Black Label	acetato de etilo	1.71E-03	3.65
Jack Daniels	acetato de etilo	8.90E-04	5.80
Label 5 Finest Blended	acetaldehído	4.02E-03	7.92
	acetato de etilo	2.69E-03	4.14
Ballantines "12"	acetato de etilo	4.28E-03	3.10
Buchanan's "12"	acetato de etilo	9.49E-04	2.83
Glenfiddich	acetato de etilo	5.01E-03	6.55
Crown Royal (Profr. Rene)	acetato de etilo	5.77E-03	5.94
Jack Daniels (Bar)	acetato de etilo	8.31E-03	5.24
Jhonnie Walker Blue Label	acetato de etilo	3.87E-03	3.73



### 6.13 COMPARACIÓN CON LAS NORMAS MEXICANA Y ESPAÑOLA PARA ACETALDEHÍDO Y ACETATO DE ETILO.

Para realizar la comparación con las normas mexicana y española para los compuestos estimados, se realizó el mismo procedimiento que para alcoholes superiores (apartado 6.9), tomando las concentraciones promedio para la comparación.

En la tabla 29 se muestran las concentraciones estimadas promedio (mg/100 mL de etanol) y la comparación con las normas mexicana y española.

**TABLA 29.-** Concentraciones estimadas de acetaldehído y acetato de etilo para las muestras problema, y comparación con las normas.

Whisky	Compuesto	Conc (mg/100mL etanol)	norma mexicana	norma española
Passport	acetato de etilo	1.29	si cumple	si cumple
Mc Harrison	acetato de etilo	1.19	si cumple	si cumple
Buchanan's de Luxe	acetato de etilo	0.84	si cumple	si cumple
Jhonnie Walker Green Label	acetato de etilo	1.02	si cumple	si cumple
Jhonnie Walker Black Label	acetato de etilo	1.02	si cumple	si cumple
Jack Daniels	acetato de etilo	1.61	si cumple	si cumple
Label 5 Finest Blended	acetaldehído	2.21	si cumple	si cumple
	acetato de etilo	1.15	si cumple	si cumple
Ballantines "12"	acetato de etilo	0.86	si cumple	si cumple
Buchanan's "12"	acetato de etilo	0.79	si cumple	si cumple
Glenfiddich	acetato de etilo	1.83	si cumple	si cumple
Crown Royal (Profr. Rene)	acetato de etilo	1.66	si cumple	si cumple
Jack Daniels (Bar)	acetato de etilo	1.46	si cumple	si cumple
Jhonnie Walker Blue Label	acetato de etilo	1.04	si cumple	si cumple

Norma mexicana: Acetato de etilo 40 mg/100mL de etanol, acetaldehído 300 mg/100 mL de etanol

Norma española: Acetato de etilo 95 mg/100 mL de etanol, acetaldehído 40 mg/100 mL de etanol

## 6.14 LÍMITES DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN.

### 6.14.1. CÁLCULO DE LOS LÍMITES DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN.

El límite de detección es la cantidad mínima detectable aunque no necesariamente cuantificable de un analito en una muestra y se calcula con la siguiente ecuación:

$$y - y_B = 3s_B$$

en donde

$y$  = límite de detección

$y_B$  = ordenada al origen de cada una de las curvas

$s_B = s_{y/x}$  = desviación estándar

La desviación estándar ( $s_{y/x}$ ) se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$s_{y/x} = \left\{ \frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n - 2} \right\}^{1/2}$$

en donde

$y_i$  = son los puntos sobre la recta

$\hat{y}_i$  = son los valores ajustados a partir de la ecuación de regresión.

$n$  = es el número de mediciones o puntos realizados. [25]

El límite de cuantificación (L.C.) es la mínima concentración de un analito en una muestra que puede ser determinada con una precisión y exactitud aceptable. El límite de cuantificación se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$L.C. = y_B + 10s_B$$

## ACETALDEHÍDO.

Para acetaldehído los resultados son los siguientes:

Para el cálculo de  $s_{y/x}$

De la curva de calibración  $y = 0.0357 x + 0.0639$

Mediante estos datos la tabla 30 muestra los datos para calcular  $s_{y/x}$

**TABLA 30.-** Datos para el cálculo de  $s_{y/x}$  para acetaldehído

x	y	$\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$
6	0.28	0.28	9.63E-06
8.8	0.37	0.38	6.56E-05
12	0.49	0.49	1.50E-05
18	0.73	0.71	3.65E-04
20	0.77	0.78	1.61E-05
24	0.91	0.92	7.27E-05
		$\Sigma=$	5.44E-04

Aplicando la formula  $S_{y/x} = 0.01$

Por lo que el límite de detección será:

$$y_B = a = 0.06$$

$$s_B = s_{y/x} = 0.01$$

$$y = y_B + 3s_B = \mathbf{0.10 \text{ mg/L}}$$

Y el límite de cuantificación será:

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN

$$L.C. = y_B + 10s_B = \mathbf{0.18 \text{ mg/L}}$$

## ACETATO DE ETILO.

Para acetato de etilo los resultados son los siguientes:

Para el cálculo de  $s_{y/x}$

De la curva de calibración  $y = 0.061 x + 0.042$

Mediante estos datos la tabla 31 muestra los datos para calcular  $s_{y/x}$

**TABLA 31.-** Datos para el cálculo de  $s_{y/x}$  para acetato de etilo

x	y	$\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$
3	0.21	0.23	1.60E-04
4.8	0.34	0.33	9.04E-06
6	0.43	0.41	3.55E-04
8	0.53	0.53	8.38E-07
10	0.64	0.65	8.63E-05
12	0.77	0.77	3.96E-07
		$\Sigma=$	6.11E-04

Aplicando la formula  $S_{y/x} = 0.01$

Por lo que el límite de detección será:

$$\begin{aligned} y_B &= a = 0.04 \\ s_B &= s_{x/y} = 0.01 \\ y &= y_B + 3s_B = \mathbf{0.08 \text{ mg/L}} \end{aligned}$$

Y el límite de cuantificación será:

$$\begin{aligned} \text{LIMITE DE CUANTIFICACIÓN} \\ \text{L.C.} &= y_B + 10s_B = \mathbf{0.17 \text{ mg/L}} \end{aligned}$$

**METANOL.**

Para metanol los resultados son los siguientes:

Para el cálculo de  $s_{y/x}$

De la curva de calibración  $y = 0.0331 x + 0.083$

Mediante estos datos la tabla 32 muestra los datos para calcular  $s_{y/x}$

**TABLA 32.-** Datos para el cálculo de  $s_{y/x}$  para metanol

x	y	$\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$
6	0.27	0.28	8.12E-05
8.8	0.38	0.37	3.65E-05
12	0.49	0.48	7.26E-05
18	0.68	0.68	1.06E-06
20	0.74	0.75	6.45E-06
24	0.88	0.88	1.27E-07
		$\Sigma=$	1.98E-04

Aplicando la formula  $S_{y/x} = 0.01$

Por lo que el límite de detección será:

$$y_B = a = 0.08$$

$$s_B = s_{x/y} = 0.01$$

$$y = y_B + 3s_B = \mathbf{0.10 \text{ mg/L}}$$

Y el límite de cuantificación será:

LIMITE DE CUANTIFICACIÓN

$$L.C. = y_B + 10s_B = \mathbf{0.15 \text{ mg/L}}$$

## ETANOL.

Para etanol los resultados son los siguientes:

Para el cálculo de  $s_{y/x}$

De la curva de calibración  $y = 0.5128x + 0.0171$

Mediante estos datos la tabla 33 muestra los datos para calcular  $s_{y/x}$

**TABLA 33.-** Datos para el cálculo de  $s_{y/x}$  para etanol

x	y	$\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$
0.50	0.25	0.27	4.62E-04
1.00	0.56	0.53	6.98E-04
1.50	0.80	0.79	9.76E-05
2.00	1.03	1.04	1.79E-04
2.50	1.30	1.30	2.78E-06
		$\Sigma=$	1.44E-03

Aplicando la formula  $S_{y/x} = 0.02$

Por lo que el límite de detección será:

$$\begin{aligned} y_B &= a = 0.02 \\ s_B &= s_{x/y} = 0.02 \\ y &= y_B + 3s_B = \mathbf{0.07 \text{ mg/L}} \end{aligned}$$

Y el límite de cuantificación será:

$$\begin{aligned} \text{LIMITE DE CUANTIFICACIÓN} \\ \text{L.C.} &= y_B + 10s_B = \mathbf{0.21 \text{ mg/L}} \end{aligned}$$

**n-PROPANOL.**

Para n-propanol los resultados son los siguientes:

Para el cálculo de  $s_{y/x}$

De la curva de calibración  $y = 0.004 x - 0.0665$

Mediante estos datos la tabla 34 muestra los datos para calcular  $s_{y/x}$

**TABLA 34.-** Datos para el cálculo de  $s_{y/x}$  para n-propanol

x	y	$\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$
60.34	0.18	0.17	1.02E-05
80.18	0.24	0.25	1.60E-04
100.04	0.34	0.33	6.28E-06
120.68	0.41	0.42	1.60E-05
141.14	0.48	0.50	3.06E-04
160.38	0.58	0.58	3.78E-06
		$\Sigma=$	5.02E-04

Aplicando la formula  $S_{y/x} = 0.01$

Por lo que el límite de detección será:

$$\begin{aligned} y_B &= a = 0.07 \\ s_B &= s_{x/y} = 0.01 \\ y &= y_B + 3s_B = \mathbf{0.10 \text{ mg/L}} \end{aligned}$$

Y el límite de cuantificación será:

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN

$$L.C. = y_B + 10s_B = \mathbf{0.18 \text{ mg/L}}$$

**ISOBUTANOL.**

Para isobutanol los resultados son los siguientes:

Para el cálculo de  $s_{y/x}$

De la curva de calibración  $y = 7E^{-4} x + 5.41E^{-2}$

Mediante estos datos la tabla 35 muestra los datos para calcular  $s_{y/x}$

**TABLA 35.-** Datos para el cálculo de  $s_{y/x}$  para isobutanol

x	y	$\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$
16.28	0.07	0.07	1.82E-05
120.68	0.14	0.14	1.15E-05
159.98	0.16	0.17	7.26E-06
201.17	0.19	0.19	1.26E-05
240.77	0.22	0.22	2.72E-08
280.37	0.26	0.25	2.65E-05
		$\Sigma=$	7.62E-05

Aplicando la formula  $S_{y/x} = 0.00$

Por lo que el límite de detección será:

$$\begin{aligned} y_B &= a = 0.05 \\ s_B &= s_{x/y} = 0.00 \\ y &= y_B + 3s_B = \mathbf{0.07 \text{ mg/L}} \end{aligned}$$

Y el límite de cuantificación será:

LIMITE DE CUANTIFICACIÓN

$$L.C. = y_B + 10s_B = \mathbf{0.10 \text{ mg/L}}$$



### ALCOHOL ISOAMÍLICO.

Para el alcohol isoamílico los resultados son los siguientes:

Para el cálculo de  $s_{y/x}$

De la curva de calibración  $y = 0.0021 x - 0.0171$

Mediante estos datos la tabla 36 muestra los datos para calcular  $s_{y/x}$

**TABLA 36.-** Datos para el cálculo de  $s_{y/x}$  para el alcohol isoamílico

x	y	$\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$
199.79	0.40	0.40	8.20E-06
239.43	0.48	0.49	2.49E-05
279.07	0.56	0.57	7.34E-05
325.06	0.67	0.67	4.13E-05
364.70	0.74	0.75	4.92E-05
404.38	0.82	0.83	8.51E-05
		$\Sigma=$	2.82E-04

Aplicando la formula  $S_{y/x} = 0.01$

Por lo que el límite de detección será:

$$y_B = a = 0.02$$

$$s_B = s_{x/y} = 0.01$$

$$y = y_B + 3s_B = \mathbf{0.04 \text{ mg/L}}$$

Y el límite de cuantificación será:

LIMITE DE CUANTIFICACIÓN

$$L.C. = y_B + 10s_B = \mathbf{0.10 \text{ mg/L}}$$

## 6.15 TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS.

El tratamiento estadístico de los datos obtenidos se llevó a cabo mediante el programa *Statgraphics plus*, versión 5. En primer lugar, se realizó un análisis comparativo de la varianza en un sentido de las medias (LSD al 95 %) de los contenidos de los principales alcoholes superiores presentes en los whiskys para 24 diferentes niveles (24 diferentes muestras) El segundo lugar, se hizo un tratamiento de caja bigote para determinar la dispersión de cada nivel, lo que permitió detectar algunas tendencias de composición de acuerdo con la marca.

Para llevar a cabo dicho tratamiento se codificaron los whiskys, según se muestra en la tabla 37.

**TABLA 37.-**Codificación de whiskys para tratamiento estadístico.

<b>MARCAS</b>	<b>MARCA (CODIFICADA)</b>	<b>MARCAS</b>	<b>MARCA (CODIFICADA)</b>
<b>James Martin's</b>	1	<b>Jack Daniels</b>	13
<b>Passport</b>	2	<b>Label 5 Finest Blended</b>	14
<b>Grand Old Parr</b>	3	<b>Inver House Green Plaid</b>	15
<b>Grand Old Parr (Añejo)</b>	4	<b>Ballantines "12"</b>	16
<b>Mc Harrison</b>	5	<b>Buchanan's "12"</b>	17
<b>Buchanan's de Luxe</b>	6	<b>Glen Morangie</b>	18
<b>Chivas Reagal</b>	7	<b>Glenfiddich</b>	19
<b>Crown Royal</b>	8	<b>The famouse Grouse</b>	20
<b>J&amp;B escoces</b>	9	<b>Crown Royal (Profr. Rene)</b>	21
<b>Buchanan's 18</b>	10	<b>Jack Daniels (Bar)</b>	22
<b>Jhonnie Walker Green Label</b>	11	<b>Jhonnie Walker (Red Label)</b>	23
<b>Jhonnie Walker Black Label</b>	12	<b>Jhonnie Walker Blue Label</b>	24

Las figuras 29 30 y 31 muestran los intervalos de las diferencias mínimas significativas (LSD) de las medias al 95% para los alcoholes isoamílico, isobutanol y n-propanol, respectivamente.

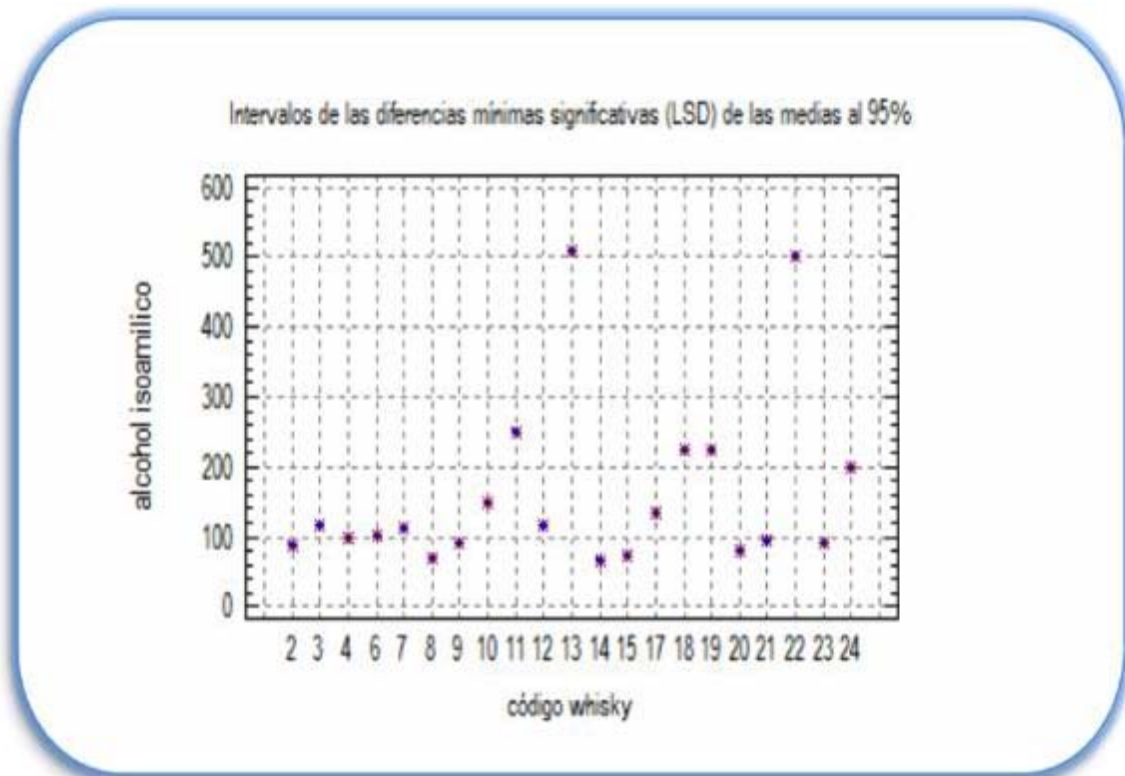


FIGURA 29.-Intervalos de diferencias mínimas significativas (LSD) de las medias al 95% para el alcohol isoamílico.

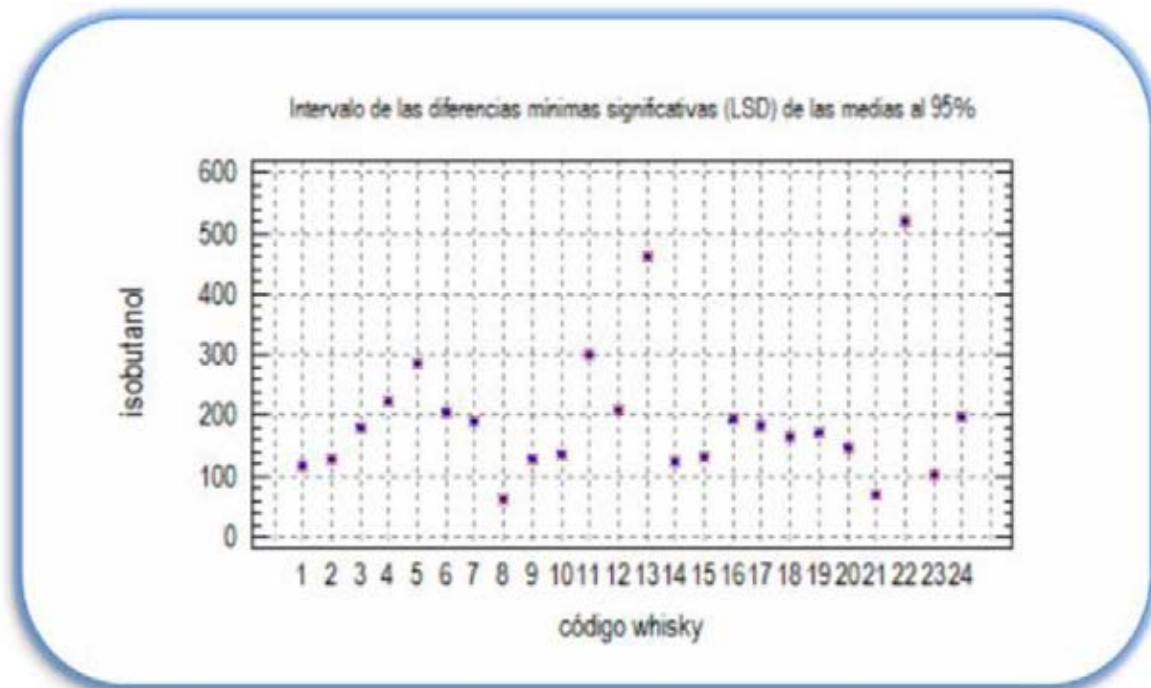
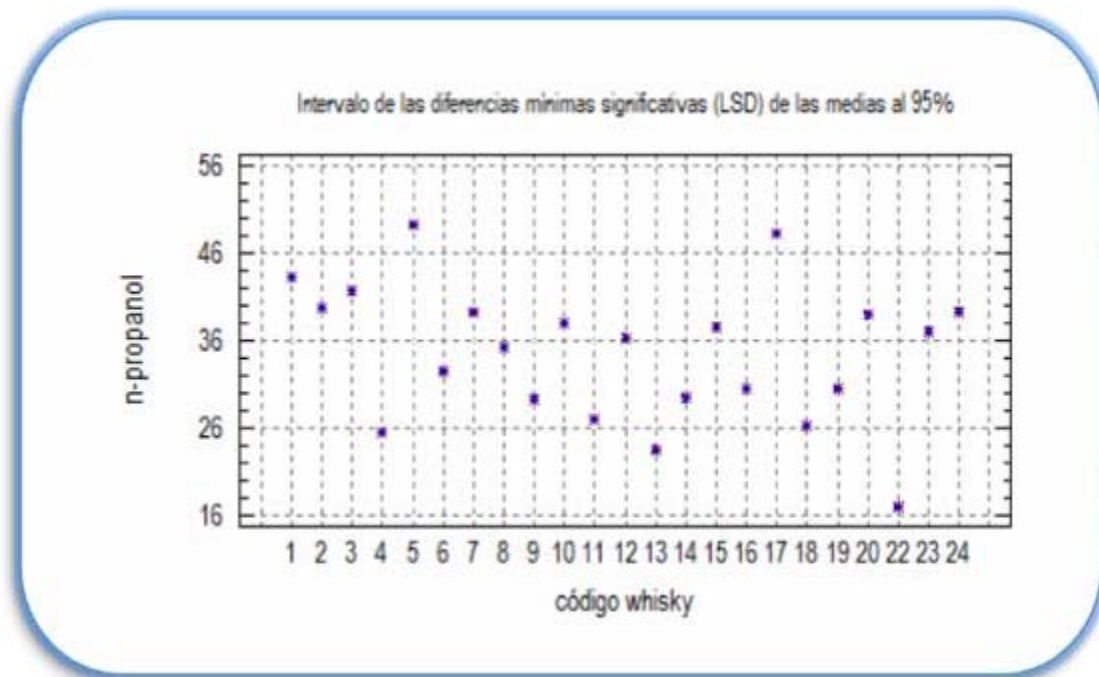


FIGURA 30.-Intervalos de diferencias mínimas significativas (LSD) de las medias al 95% para isobutanol.

Se puede observar en las figuras 29 y 30 que el alcohol isoamílico y el isobutanol muestran una concentración similar en todos los whiskys, a excepción del 13 y del 22, ambos de la marca Jack Daniels los cuales presentan una diferencia significativa en estos alcoholes con respecto a los demás. Cabe mencionar que esta marca es la única de origen americano, por lo que es posible que esta diferencia se deba al tipo de semilla utilizada para su fabricación. En este sentido, se sabe que en la fabricación del whisky escocés se utiliza malta pura, mientras que el whisky americano se elabora con un mayor porcentaje de maíz combinado con cebada y trigo.



**FIGURA 31.-**Intervalos de diferencias mínimas significativas (LSD) de las medias al 95% para n-propanol.

La figura 31 muestra que las medias para los contenidos de n-propanol no presentan diferencias significativas entre las diferentes marcas.

Asimismo, se puede concluir que el procedimiento realizado del análisis de las varianzas en un sentido, muestra que la dispersión de los contenidos de n-propanol, isobutanol y alcohol isoamílico son estadísticamente aceptables.

Con respecto al segundo análisis estadístico, las figuras 32, 33 y 34, muestran los gráficos de caja y bigote para cada alcohol. Esta herramienta permite comparar la dispersión de cada nivel a fin analizar las similitudes en contenido de cada alcohol entre las diferentes marcas.

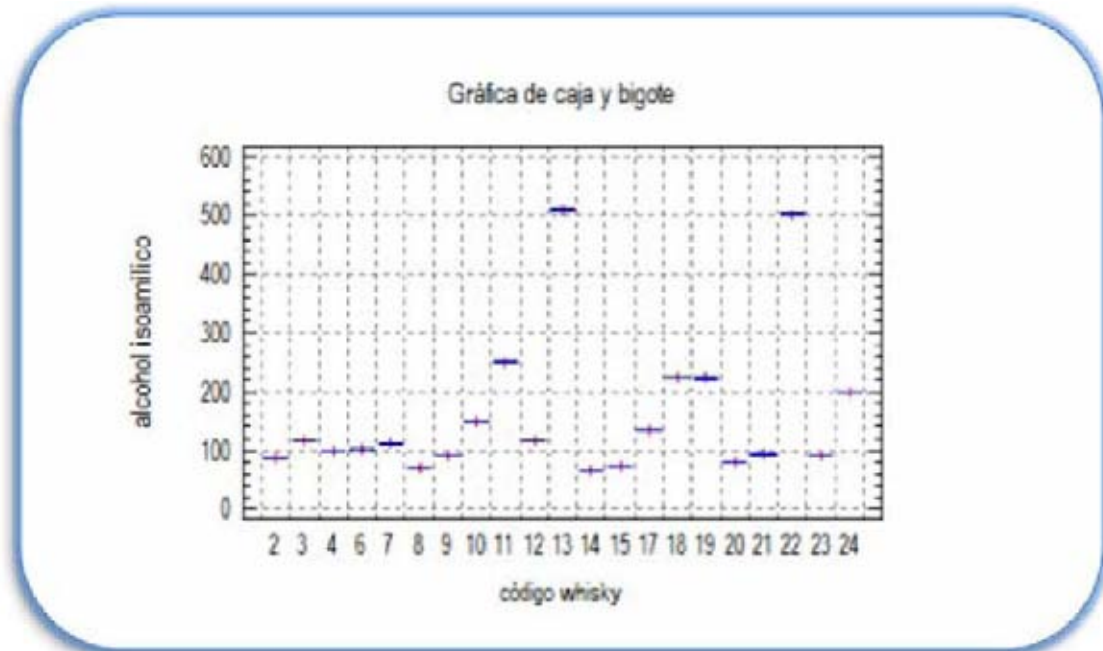


FIGURA 32.-Gráfica de caja y bigote para el alcohol isoamílico.

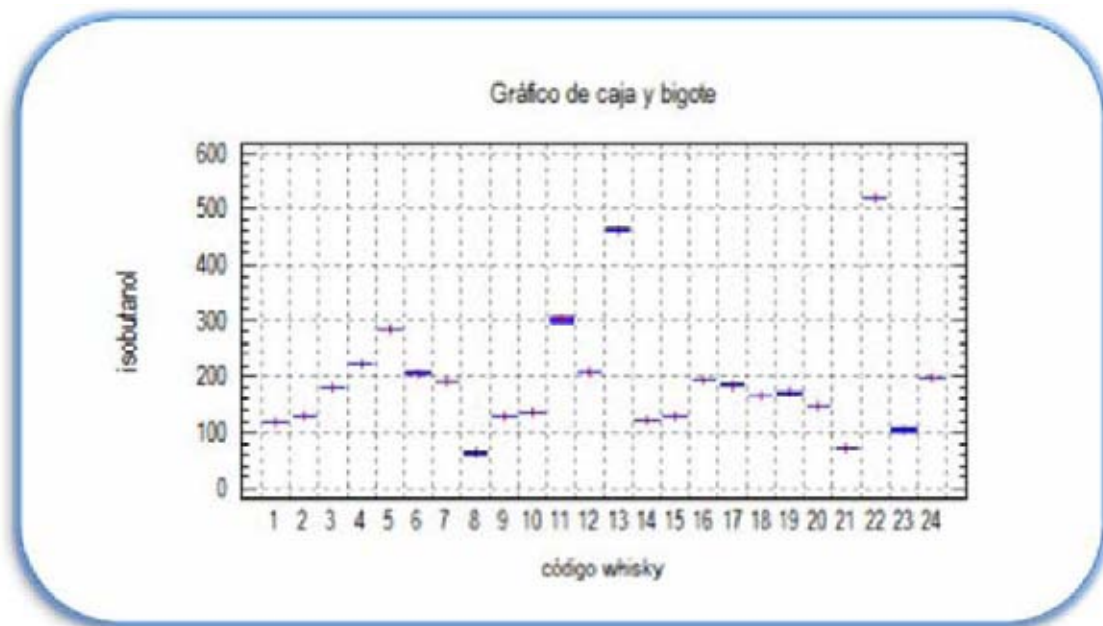
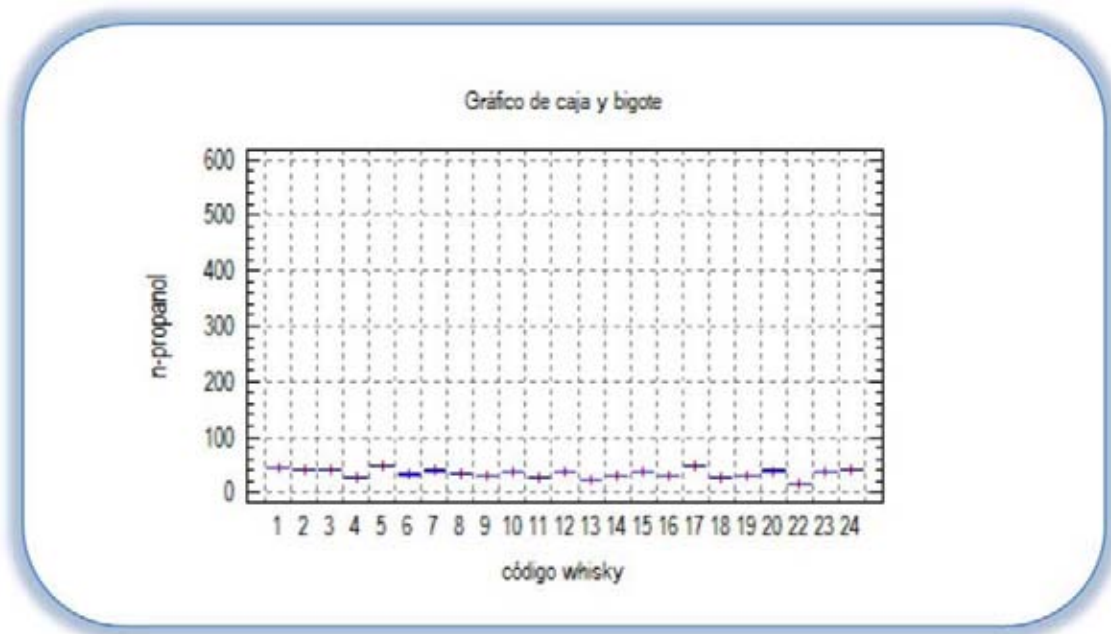


FIGURA 33.-Gráfica de caja y bigote para isobutanol.



**FIGURA 34.-**Gráfica de caja y bigote para n-propanol.

La tabla 38 muestra para cada alcohol, los whiskys que presentan una concentración estadísticamente igual.

**TABLA 38.-** Whiskys que tienen la concentración estadísticamente igual.

<b>n-propanol</b>	<b>isobutanol</b>	<b>alcohol isoamílico</b>
5, 17	5, 12	8, 19
2, 7, 20, 24	4, 6, 12	10, 17
7, 10, 20	6, 7, 12, 16, 24	17, 2
10, 15, 20	3, 7, 16, 17, 24	3, 7, 12
10, 15, 23	3, 18, 19	3, 4, 6, 7, 12
12, 23	2, 9, 10, 15, 20	2, 4, 6, 9, 21, 23
8, 12	1, 2, 9, 10, 14, 15	2, 9, 20, 23
9, 14, 16, 19	1, 23	8, 14, 15, 20
11, 18	8, 21	
4, 18		

El whisky americano de la marca Jack Daniels (13 y 22) no aparece comparado en la tabla anterior, ya que no presentó ninguna similitud con las demás marcas.

Por otra parte, en cuanto al contenido de isobutanol, la mayoría de las marcas presentan entre 100 y 300 mg/100mL de etanol, excepto el 8 y 21 que se encuentran por debajo de este intervalo y el 13 y 22 cuyo contenido en este alcohol es superior a 300 mg/100mL. Con respecto al alcohol isoamílico, el intervalo de concentración va de 80 a 250 mg /100mL de etanol, a excepción del whisky americano Jack Daniels (13 y 22), cuyo contenido es superior en este alcohol.

Del análisis anterior, se infiere que sería posible utilizar los contenidos de los alcoholes isoamílico e isobutanol como parámetros indicadores de la naturaleza de la semilla empleada para la elaboración del whisky. En el presente trabajo, se constató que si el whisky en cuestión era producido en su mayoría de malta pura, entonces los contenidos de estos alcoholes se encontraban en el intervalo ya mencionado. En tanto que si en esta elaboración, intervinieron otras semillas como maíz, trigo y/o centeno, entonces el contenido de dichos alcoholes se elevaba significativamente

## 7. CONCLUSIONES.

- Mediante la optimización de las condiciones experimentales se identificaron y cuantificaron los principales compuestos volátiles presentes en diferentes marcas de whiskys, etanol, n-propanol, isobutanol y alcohol isoamílico, por el método de curva de calibración con patrón interno, para 24 muestras de whisky de diferentes marcas por Cromatografía de Gases Capilar.
- Al comparar los resultados de alcoholes superiores, obtenidos para cada whisky, con las normas española y mexicana, se constató que a excepción del whisky Jack Daniel's (único analizado de origen americano) todos los demás cumplen con los parámetros de concentración estipulados por estas normas. En este caso, se analizaron 2 diferentes muestras de whisky Jack Daniel's. La muestra obtenida de un bar, no cumplió con ambas normas; sin embargo, la tomada directamente de la botella, aunque tuvo una concentración elevada, si cumplió con lo estipulado por la norma mexicana. Cabe la posibilidad de que este incumplimiento podría estar relacionado con el origen. Sin embargo, para poder afirmar esto, se tendría que realizar un estudio más detallado para dicha marca.
- También se estimaron compuestos de una marcada volatilidad como metanol, acetaldehído y acetato de etilo, para cada uno de los whiskys. En este sentido, se decidió estimar tales *componentes*, sólo cuando su contenido estuviese dentro del intervalo de las correspondientes curvas de calibración, debido a que para poder dar un dato preciso de concentración de estos compuestos, se debe cuidar la manipulación de las muestras para evitar la evaporación de este tipo de compuestos.
- Finalmente, se realizó un tratamiento estadístico de los datos obtenidos experimentalmente con el fin de encontrar posibles tendencias. En primer lugar, se realizó un análisis comparativo de la varianza en un sentido de las medias (LSD al 95 %) de los contenidos de los principales alcoholes superiores presentes en los 24 whiskys, en donde se encontró que para los alcoholes isoamílico e isobutanol todos los whiskys presentan una concentración similar a excepción de los whiskys 13 y 22 que son los whiskys Jack Daniels. Esto puede ser debido al origen de esta muestra y por consiguiente al tipo de semilla que se utilizó para su fabricación. En segundo lugar, se hizo un tratamiento de caja bigote para determinar la dispersión de cada nivel, lo que permitió detectar algunas tendencias de composición. En cuanto al contenido de isobutanol, la mayoría de las marcas presentan una concentración entre 100 y 300 mg/100mL de etanol. En tanto que para el alcohol isoamílico, el intervalo de concentración va de 80 a 250 mg /100mL de etanol, mientras que para n-propanol el intervalo de concentración está entre 20 y 60 mg/100 ml de etanol.



Del análisis anterior, se infirió la posibilidad de utilizar los contenidos de los alcoholes isoamílico e isobutanol como parámetros indicadores de la naturaleza de la semilla empleada para la elaboración del whisky. En el presente trabajo, se constató que si el whisky en cuestión era producido en su mayoría de malta pura, entonces los contenidos de estos alcoholes se encontraban en el intervalo ya mencionado. En tanto que si en esta elaboración, intervinieron mayoritariamente otras semillas como maíz, trigo y/o centeno, entonces el contenido de dichos alcoholes se elevaba significativamente.

## 8.- BIBLIOGRAFÍA


- 1 Aleixandre Benavent José Luis. Enología. Universidad Politecnica de Valencia. Departamento de Tecnología en Alimentos. Valencia. 1996, p.p.
- 2 Fitzgerald G. , James K. J., MacNamara K., Stack M. A. Journal of Chromatography A, 896, 2000, p.p.351–359
- 3 Fowles. A. Ian. Gas Chromatography. Jhon Willey and sons. 2a edición. USA, 1995, p.p.74-85
- 4 González-Arjona D., González-Gallero V., Pablos, F., González A. G. Analytica Chimica Acta 381 (1999) p.p. 257-264
- 5 Harris. C. Daniel. Análisis Químico Cuantitativo. Editorial Reverté. 5a Edición, México, 2001, p.p.654-672
- 6 Hidalgo Togores J.Tratado de Enología.Editoria Mundi-Prensa.2003, Vol.2, p.p.840-930
- 7 [http://72.14.253.104/search?q=cache:1Ni\\_xPU\\_SyMJ:www.scielo.br/pdf/cta/v21n1/5361.pdf+cromatograma+de+whisky&hl=es&ct=clnk&cd=4&gl=mx](http://72.14.253.104/search?q=cache:1Ni_xPU_SyMJ:www.scielo.br/pdf/cta/v21n1/5361.pdf+cromatograma+de+whisky&hl=es&ct=clnk&cd=4&gl=mx)
- 8 [http://72.14.253.104/search?q=cache:HstQcHEMdzWJ:www.bibvirt.futuro.usp.br/content/download/6787/54880/file/cta18n3\\_12.pdf+cromatograma+de+whisky&hl=es&ct=clnk&cd=8&gl=mx](http://72.14.253.104/search?q=cache:HstQcHEMdzWJ:www.bibvirt.futuro.usp.br/content/download/6787/54880/file/cta18n3_12.pdf+cromatograma+de+whisky&hl=es&ct=clnk&cd=8&gl=mx)
- 9 [http://dialnet.unirioja.es/servlet/fichero\\_tesis?articulo=1333969&orden=0](http://dialnet.unirioja.es/servlet/fichero_tesis?articulo=1333969&orden=0)
- 10 [http://es.wikipedia.org/wiki/Bebida\\_alcohol%C3%B3lica](http://es.wikipedia.org/wiki/Bebida_alcohol%C3%B3lica)
- 11 <http://es.wikipedia.org/wiki/Whisky>
- 12 [http://html.rincondelvago.com/cultivos\\_el-centeno.html](http://html.rincondelvago.com/cultivos_el-centeno.html)
- 13 <http://minerva.uca.es/publicaciones/asp/docs/tesis/martinez-montero.pdf>
- 14 <http://recursos.cnice.mec.es/biosfera/alumno/2bachillerato/biotec/contenidos6.htm>
- 15 [http://training.itcilo.it/actrav\\_cdrom2/es/osh/kemi/alfagem.htm](http://training.itcilo.it/actrav_cdrom2/es/osh/kemi/alfagem.htm)
- 16 <http://web.educastur.princast.es/proyectos/grupotecne/asp1/investigacion/vermensajebbb.asp?idmensaje=2578>
- 17 <http://www.alambiques.com/whisky.htm>
- 18 <http://www.bishoparias.com/villaviciosa/lugares.htm>
- 19 <http://www.cervezadeargentina.com.ar/articulos/maltas.htm>
- 20 <http://www.chilepotenciaalimentaria.cl/?p=1635>
- 21 [http://www.consumo-inc.es/Noticias/Revista/N\\_35/secciones/esnoticia/alcoholes.htm](http://www.consumo-inc.es/Noticias/Revista/N_35/secciones/esnoticia/alcoholes.htm)
- 22 <http://www.elbarman.com/informacion.php>
- 23 [http://www.hostingaloha.com/bebidas/bebidas\\_alcoholicas/whisky.php](http://www.hostingaloha.com/bebidas/bebidas_alcoholicas/whisky.php)
- 24 [http://www.scotland.ch/index.php?option=com\\_content&task=view&id=9&Itemid=3&limit=1&limitstart=3&lang=en](http://www.scotland.ch/index.php?option=com_content&task=view&id=9&Itemid=3&limit=1&limitstart=3&lang=en)
- 25 Miller J.C., et.al. Estadística Para Química Analítica. Addison-Wesley Iberoamerica. 2a Edición, E.U.A, 1993, p.p.96-106
- 26 Rubinson Kenneth A. et.al, Análisis instrumental. Pearson Prentice Hall. 1a Edición, España, p.p.680-701
- 27 Skoog A. Douglas, et.al. Fundamentos de Química Analítica. Thomson.8a Edición, México, 2001, p.p. 959-981
- 28 Swartz Michael, Skrull Ira. Analytical Method Developmen and Validation, Merceel Dekker Inc, USA,1997, p.p. 61-64
- 29 [www.cnaa.acad.md/files/theses/2004/2376/andrei\\_prida\\_abstract.pdf](http://www.cnaa.acad.md/files/theses/2004/2376/andrei_prida_abstract.pdf)


- 30 [www.economia.gob.mx/work/normas/noms/krecoan/rc142ssa1.pdf](http://www.economia.gob.mx/work/normas/noms/krecoan/rc142ssa1.pdf)
- 31 [www.icex.es/servicios/documentacion/documentoselaborados/icex/pdfs/EL%20VINO%20EN%20MEXICO.pdf](http://www.icex.es/servicios/documentacion/documentoselaborados/icex/pdfs/EL%20VINO%20EN%20MEXICO.pdf)
- 32 [www.invima.gov.co:8080/Invima/normatividad/docs\\_alcoholicas/decreto\\_365\\_1994.doc](http://www.invima.gov.co:8080/Invima/normatividad/docs_alcoholicas/decreto_365_1994.doc)
- 33 [www.observatorio-alimentario.org/metodos\\_oficiales/anis/anis.pdf](http://www.observatorio-alimentario.org/metodos_oficiales/anis/anis.pdf)
- 34 [www.reglatec.go.cr/descargas/RTCA\\_NomenclaturaBebidas\\_Alcoholicas.pdf](http://www.reglatec.go.cr/descargas/RTCA_NomenclaturaBebidas_Alcoholicas.pdf)
- 35 [www.salud.gob.mx/unidades/dgaj/archivos/archivos/dof/dof/2004/jun/dof\\_16-06-2004.pdf](http://www.salud.gob.mx/unidades/dgaj/archivos/archivos/dof/dof/2004/jun/dof_16-06-2004.pdf)
- 36 [www.scnom.com/Normas%20PDF/NOM-142-SSA1-1995.pdf](http://www.scnom.com/Normas%20PDF/NOM-142-SSA1-1995.pdf)

# FICHAS TÉCNICAS Y DATOS EXPERIMENTALES

# FICHAS TÉCNICAS

n-PROPANOL. [13,35]


<p style="text-align: center;"><b>PROPAN-1-OL</b>                      n-propanol                      Alcohol n-propílico  <math>C_3H_8O/CH_3CH_2CH_2OH</math>                      Masa molecular: 60.1</p>			
<p>N°                      N°                      N°                      N°                      N° CE 603-003-00-0</p>		<p>CAS                      RTECS                      ICSC                      NU</p>	
		<p>71-23-8                      UH8225000                      0553                      1274</p>	
			
TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
<b>INCENDIO</b>	Altamente inflamable. El calentamiento intenso puede producir aumento de la presión con riesgo de estallido.	Evitar llama abierta, NO producir chispas y NO fumar.	Polvos, espuma resistente al alcohol, agua en grandes cantidades, dióxido de carbono.
<b>EXPLOSION</b>	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosiones.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones por pulverización con agua.
<b>EXPOSICION</b>			
☐ <b>INHALACION</b>	Dolor de garganta, tos, dolor de cabeza, náusea, vómitos, vértigo.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, y someter a atención médica.
☐ <b>PIEL</b>	Enrojecimiento.	Guantes protectores.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar la piel con agua abundante o ducharse.
☐ <b>OJOS</b>	Dolor, enrojecimiento, visión borrosa.	Gafas ajustadas de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después consultar a un médico.
☐ <b>INGESTION</b>	Dolor de garganta, náusea, vómitos, vértigo, somnolencia.	No comer, beber ni fumar durante el trabajo.	NO provocar el vómito, y someter a atención médica.
<b>DERRAMAS Y FUGAS</b>		<b>ALMACENAMIENTO</b>	<b>ENVASADO Y ETIQUETADO</b>

<p>Evacuar la zona de peligro , recoger el líquido procedente de una fuga en recipientes herméticos, absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladar a un lugar seguro.</p>	<p>A prueba de incendio, separado de oxidantes fuertes, frío. Mantener en una habitación bien ventilada.</p>	<p>símbolo F símbolo Xi R: 11-41-67 S: (2-)7-16-24-26-39 Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: II CE:</p> 
---	--	---


<p>D A T O S I M P O R T A N T E S</p>	<p><b>ESTADO FISICO; ASPECTO</b> Líquido incoloro claro.</p> <p><b>PELIGROS FISICOS</b> El vapor se mezcla bien con el aire, se forman fácilmente mezclas explosivas.</p> <p><b>PELIGROS QUIMICOS</b> Reacciona con oxidantes fuertes (percloratos, nitratos).</p> <p><b>LIMITES DE EXPOSICION</b> TLV (como TWA): 200 ppm; 492 mg/m<sup>3</sup> (piel) (ACGIH 1990-1991). TLV (como STEL): 250 ppm; 614 mg/m<sup>3</sup> (piel) (ACGIH 1990-1991).</p>	<p><b>VIAS DE EXPOSICION</b> La sustancia se puede absorber por inhalación de su vapor, por inhalación del aerosol, a través de la piel y por ingestión.</p> <p><b>RIESGO DE INHALACION</b> En la evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante lentamente una concentración nociva en el aire.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</b> La sustancia irrita los ojos, la piel y el tracto respiratorio. La sustancia puede tener efectos sobre el sistema nervioso central, dando lugar a depresión de su actividad. La exposición muy por encima the OEL puede producir pérdida del conocimiento. Los efectos pueden aparecer de forma no inmediata. Se recomienda vigilancia médica.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA</b> El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis.</p>
--	---	---

<p><b>PROPIEDADES FISICAS</b></p>	<p>Punto de ebullición: 97°C Punto de fusión: -127°C Densidad relativa (agua = 1): 0.79 Solubilidad en agua: miscible Presión de vapor, kPa a 20°C: 4.4 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 2.1</p>	<p>Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.04 Punto de inflamación: (c.c.) 15°C Temperatura de autoignición: 350°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 2-12 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: &lt;0.28</p>
-----------------------------------	--	---

## ISOBUTANOL

<b>2-METILPROPAN-1-OL</b> <b>Alcohol isobutílico</b> <b>Isopropilcarbinol</b> <b>C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O/(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>OH</b> <b>Masa molecular: 74.1</b>			
N° N° N° N° N° CE 603-004-00-6	CAS RTECS ICSC NU	78-83-1 NP9625000 0113 1212	
TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
<b>INCENDIO</b>	Inflamable.	Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar.	Espuma resistente al alcohol, polvo, dióxido de carbono.
<b>EXPLOSION</b>	Por encima de 28°C: pueden formarse mezclas explosivas vapor/aire.	Por encima de 28°C: sistema cerrado, ventilación y equipo eléctrico a prueba de explosión.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
<b>EXPOSICION</b>		¡EVITAR LA FORMACION DE NIEBLA DEL PRODUCTO!	
☐ <b>INHALACION</b>	Tos, vértigo, somnolencia, dolor de cabeza.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo y proporcionar asistencia médica.
☐ <b>PIEL</b>	Piel seca.	Guantes protectores.	Quitar las ropas contaminadas. Aclarar la piel con agua abundante o ducharse.
☐ <b>OJOS</b>	Enrojecimiento, dolor, visión borrosa.	Pantalla facial o protección ocular combinada con la protección respiratoria.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
☐ <b>INGESTION</b>	Diarrea, náuseas, vómitos (para mayor información, véase Inhalación).	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca. Dar a beber agua abundante y proporcionar asistencia médica.
<b>DERRAMAS Y FUGAS</b>		<b>ALMACENAMIENTO</b>	<b>ENVASADO Y ETIQUETADO</b>



<p><b>Recoger el líquido procedente de la fuga en recipientes precintables. Absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a un lugar seguro. Eliminar el residuo con agua abundante. (Protección personal adicional: respirador de filtro A para vapores orgánicos).</b></p>	<p>A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes.</p>	<p>símbolo Xn  R: 10-22-37/38-41-67  S: (2-)7/9-13-26-37/39-46  Clasificación de Peligros NU: 3  Grupo de Envasado NU: III  CE:</p> 
--	---	---

<p><b>D A T O S I M P O R T A N T E S</b></p>	<p><b>ESTADO FISICO; ASPECTO</b>  Líquido incoloro, de olor característico.</p> <p><b>PELIGROS FISICOS</b></p> <p><b>PELIGROS QUIMICOS</b>  Reacciona con oxidantes fuertes, tales como el trióxido de cromo, originando peligro de incendio. Ataca al plástico y al caucho.</p> <p><b>LIMITES DE EXPOSICION</b>  TLV (como TWA): 50 ppm (ACGIH 1998).</p>	<p><b>VIAS DE EXPOSICION</b>  La sustancia se puede absorber por inhalación del vapor, a través de la piel y por ingestión.</p> <p><b>RIESGO DE INHALACION</b>  Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante lentamente una concentración nociva en el aire.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</b>  El vapor de esta sustancia irrita los ojos y el tracto respiratorio. La sustancia puede causar efectos en el sistema nervioso central. La exposición a elevadas concentraciones podría causar disminución de la consciencia.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA</b>  El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis.</p>
<p><b>PROPIEDADES FISICAS</b></p>	<p>Punto de ebullición: 108°C  Punto de fusión: -108°C  Densidad relativa (agua = 1): 0.8  Solubilidad en agua, g/100 ml a 20°C: 8.7  Presión de vapor, kPa a 20°C: 1.2  Densidad relativa de vapor (aire = 1): 2.6</p>	<p>Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.02  Punto de inflamación: 28°C (c.c.)  Temperatura de autoignición: 415°C  Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 1.7-10.9  Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: 0.8</p>

## ISOAMILICO

**3-METILBUTAN-1-OL**  
**Alcohol isopentílico**  
**iso-Butilcarbinol**  
 $C_5H_{12}O/CH_3CH(CH_3)CH_2CH_2OH$   
**Masa molecular: 88.2**

N°  
 N°  
 N°  
 N°  
 N° CE 603-006-00-7

CAS  
 RTECS  
 ICSC  
 NU

123-51-3  
 EL5425000  
 0798  
 1105



TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
<b>INCENDIO</b>	Inflamable.	Evitar llama abierta, NO producir chispas y NO fumar.	Polvos, espuma resistente al alcohol, pulverización de agua, dióxido de carbono.
<b>EXPLOSION</b>	Por encima de 45°C pueden formarse mezclas explosivas vapor/aire.	Por encima de 45°C, sistema cerrado, ventilación y equipo eléctrico a prueba de explosiones.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones por pulverización con agua.
<b>EXPOSICION</b>			
☐ <b>INHALACION</b>	Tos, vértigo, somnolencia, dolor de cabeza, náusea, dolor de garganta.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo y someter a atención médica.
☐ <b>PIEL</b>	Piel seca.	Guantes protectores.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar la piel con agua abundante o ducharse.
☐ <b>OJOS</b>	Enrojecimiento, dolor.	Gafas ajustadas de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después consultar a un médico.
☐ <b>INGESTION</b>	Dolor abdominal, pérdida de conocimiento, (para mayor información véase Inhalación).	No comer, beber ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca, provocar el vómito (¡UNICAMENTE EN PERSONAS CONSCIENTES!) y someter a atención médica.
DERRAMAS Y FUGAS		ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO
Recoger el líquido procedente de una fuga en recipientes tapados, absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a un lugar seguro.		A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes. Mantener en una habitación bien ventilada.	símbolo Xn R: 10-20 S: (2-)24/25 Nota: C Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: III CE: 

<p style="text-align: center;"><b>D A T O S  I M P O R T A N T E S</b></p>	<p><b>ESTADO FISICO; ASPECTO</b> Líquido incoloro, oleoso, con olor característico. Sabor repelente, picante.</p> <p><b>PELIGROS FISICOS</b> Los vapores se mezclan fácilmente con el aire.</p> <p><b>PELIGROS QUIMICOS</b> Reacciona con oxidantes fuertes.</p> <p><b>LIMITES DE EXPOSICION</b> TLV (como TWA): 100 ppm; 360 mg/m<sup>3</sup> (ACGIH 1990-1991).</p>	<p><b>VIAS DE EXPOSICION</b> La sustancia se puede absorber por inhalación, a través de la piel y por ingestión.</p> <p><b>RIESGO DE INHALACION</b> Por la evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante lentamente una concentración nociva en el aire. Límite olfatorio de detección 10 ppm.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</b> La sustancia irrita los ojos y el tracto respiratorio. La exposición muy por encima del OEL puede producir depresión del sistema nervioso central.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA</b> El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis.</p>
<p><b>PROPIEDADES FISICAS</b></p>	<p>Punto de ebullición: 131°C Punto de fusión: -117.2°C Densidad relativa (agua = 1): 0.81 Solubilidad en agua, g/100 ml: 2.4 Solubilidad en agua: Moderada (2 g/100 ml a 14°C) Presión de vapor, kPa a 20°C: 0.32</p>	<p>Densidad relativa de vapor (aire = 1): 3.04 Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.03 Punto de inflamación: 45°C Temperatura de autoignición: 350°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 1.2-9 a 100°C Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: 1.3</p>
<b>NOTAS</b>		
<p><b>El 3-metilbutan-1-ol es un componente mayoritario del alcohol amílico comercial, alcohol amílico y aceite de alcohol de patata. Es metabolizado en el hígado a ácido isovalérico. Está indicado examen médico periódico dependiendo del grado de exposición.</b></p>		

## ETANOL

ETANOL (anhidro)  
Alcohol etílico  
 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}/\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$   
Masa molecular: 46.1

N°  
N°  
N°  
N°  
N° CE 603-002-00-5


CAS  
RTECS  
ICSC  
NU

64-17-5  
KQ6300000  
0044  
1170



TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
<b>INCENDIO</b>	Altamente inflamable.	Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar. NO poner en contacto con oxidantes fuertes.	Polvo, espuma resistente al alcohol, agua en grandes cantidades, dióxido de carbono.
<b>EXPLOSION</b>	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosión. NO utilizar aire comprimido para llenar, vaciar o manipular.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
<b>EXPOSICION</b>			
☐ <b>INHALACION</b>	Tos, somnolencia, dolor de cabeza, fatiga.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo.
☐ <b>PIEL</b>	Piel seca.	Guantes protectores.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar y lavar la piel con agua y jabón.
☐ <b>OJOS</b>	Enrojecimiento, dolor, sensación de quemazón.	Gafas ajustadas de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
☐ <b>INGESTION</b>	Sensación de quemazón, confusión, vértigo, dolor de cabeza, pérdida del conocimiento.	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca y proporcionar asistencia médica.

<b>DERRAMAS Y FUGAS</b>	<b>ALMACENAMIENTO</b>	<b>ENVASADO Y ETIQUETADO</b>
-------------------------	-----------------------	------------------------------

<p>Recoger, en la medida de lo posible, el líquido que se derrama y el ya derramado en recipientes precintables, eliminar el residuo con agua abundante.</p>	<p>A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes.</p>	<p>símbolo F R: 11 S: (2-)7-16 Clasificación de Peligros NU: 3 CE:</p> 
--	---	--

<p><b>D A T O S F I S I M P O R T A N T E S</b></p>	<p><b>ESTADO FISICO; ASPECTO</b> Líquido incoloro, de olor característico.</p> <p><b>PELIGROS FISICOS</b> El vapor se mezcla bien con el aire, formándose fácilmente mezclas explosivas.</p> <p><b>PELIGROS QUIMICOS</b> Reacciona lentamente con hipoclorito cálcico, óxido de plata y amoníaco, originando peligro de incendio y explosión. Reacciona violentamente con oxidantes fuertes tales como, ácido nítrico o perclorato magnésico, originando peligro de incendio y explosión.</p> <p><b>LIMITES DE EXPOSICION</b> TLV (como TWA): 1000 ppm; 1880 mg/m<sup>3</sup> (ACGIH 1995-1996). MAK: 1000 ppm; 1900 mg/m<sup>3</sup> (1996).</p>	<p><b>VIAS DE EXPOSICION</b> La sustancia se puede absorber por inhalación del vapor y por ingestión.</p> <p><b>RIESGO DE INHALACION</b> Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante lentamente una concentración nociva en el aire.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</b> La sustancia irrita los ojos. La inhalación de altas concentraciones del vapor puede originar irritación de los ojos y del tracto respiratorio. La sustancia puede causar efectos en el sistema nervioso central.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA</b> El líquido desengrasa la piel. La sustancia puede afecta al tracto respiratorio superior y al sistema nervioso central, dando lugar a irritación, dolor de cabeza, fatiga y falta de concentración. La ingesta crónica de etanol puede causar cirrosis hepática.</p>
---	---	---

<p><b>PROPIEDADES FISICAS</b></p>	<p>Punto de ebullición: 79°C Punto de fusión: -117°C Densidad relativa (agua = 1): 0.8 Solubilidad en agua: Miscible Presión de vapor, kPa a 20°C: 5.8 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 1.6</p>	<p>Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.03 Punto de inflamación: 13°C (c.c.) Temperatura de autoignición: 363°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 3.3-19 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: -0.32</p>
-----------------------------------	---	--

**NOTAS**

**El consumo de etanol durante el embarazo puede afectar al feto.**

ACETALDEHIDO		ICSC: 0009	
<p><b>ACETALDEHIDO</b>  Etanal  Aldehído acético  Etil aldehído  C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O/CH<sub>3</sub>CHO</p> <p>Masa molecular: 44.1  CAS: 75-07-0  RTECS: AB1925000  ICSC: 0009  NU: 1089  CE: 605-003-00-6</p>			
TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	LUCHA CONTRA INCENDIOS/ PRIMEROS AUXILIOS
<b>INCENDIO</b>	Extremadamente inflamable.	Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar. NO poner en contacto con superficies calientes.	Polvo, espuma resistente al alcohol, agua en grandes cantidades, dióxido de carbono (véanse Notas).
<b>EXPLOSION</b>	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosión. Utilícese herramientas manuales no generadoras de chispas.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua. Combatir el incendio desde un lugar protegido.
<b>EXPOSICION</b>		¡EVITAR LA FORMACION DE NIEBLA DEL PRODUCTO! ¡HIGIENE ESTRICTA	¡CONSULTAR AL MEDICO EN TODOS LOS CASOS!
<b>Inhalación</b>	Tos, somnolencia, jadeo, pérdida del conocimiento (síntomas no inmediatos: véanse Notas).	Ventilación. Extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, posición de semiincorporado y proporcionar asistencia médica.
<b>Piel</b>	Enrojecimiento, sensación de quemazón, dolor.	Guantes protectores y traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar y lavar la piel con agua y jabón y proporcionar asistencia médica.
<b>Ojos</b>	Enrojecimiento, dolor, visión borrosa.	Gafas ajustadas de seguridad o protección ocular combinada con la protección respiratoria.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto, si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
<b>Ingestión</b>	Sensación de quemazón, diarrea, vértigo, náuseas, vómitos (para mayor información, véase Inhalación).	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca, dar a beber agua abundante y proporcionar asistencia médica.
DERRAMES Y FUGAS		ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO
Evacuar la zona de peligro. Eliminar las fuentes de ignición. Recoger, en la medida de lo posible, el líquido que se derrama y el ya		A prueba de incendio. Enfriado. Mantener en la oscuridad, almacenar solamente si está estabilizado	(Véanse Notas). Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: I IMO: contaminante marino.

derramado en recipientes precintables, absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a un lugar seguro. NO absorber en serrín u otros absorbentes combustibles. Eliminar el vapor con agua pulverizada.	CE: F+, Xn, R: 12-36/37-40 S: (2-)16-33-36/37
---	---

<b>D A T O S  I M P O R T A N T E</b>	<b>ESTADO FISICO; ASPECTO</b> Gas o líquido incoloro, de olor acre.  <b>PELIGROS FISICOS</b> El vapor es más denso que el aire y puede extenderse a ras del suelo; posible ignición en punto distante.  <b>PELIGROS QUIMICOS</b> La sustancia puede formar peróxidos explosivos en contacto con el aire. La sustancia puede polimerizar bajo la influencia de ácidos, materiales alcalinos y bajo la presencia de trazas metálicas, con peligro de incendio o explosión. La sustancia es un agente reductor fuerte y reacciona violentamente con oxidantes, originando peligro de incendio y explosión.  <b>LIMITES DE EXPOSICION</b> TLV (como valor techo): 25 ppm A3; 45 mg/m3 A3 (ACGIH 1993-1994).  <b>VIAS DE EXPOSICION</b> La sustancia se puede absorber por inhalación y por ingestión.	<b>RIESGO DE INHALACION</b> Por evaporación de esta sustancia a 20°C, se puede alcanzar muy rápidamente una concentración nociva en el aire.  <b>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</b> La sustancia irrita los ojos, la piel y el tracto respiratorio. La inhalación del vapor puede originar edema pulmonar (véanse Notas). La sustancia puede causar efectos en el sistema nervioso central, dando lugar a disminución de la consciencia. Los efectos pueden aparecer de forma no inmediata.  <b>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA</b> El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis. La sustancia puede afectar al sistema nervioso central, al tracto respiratorio y a los riñones, dando lugar a una intoxicación similar al alcoholismo crónico. Esta sustancia es posiblemente carcinógena para los seres humanos.
	<b>PROPIEDADES FISICAS</b> Punto de ebullición: 21°C Punto de fusión: -123°C Densidad relativa (agua = 1): 0.78 Solubilidad en agua: Miscible Presión de vapor, kPa a 20°C: 99 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 1.5	Punto de inflamación: -39°C Temperatura de autoignición: 185°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 4-57 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: 0.43

#### NOTAS

Está indicado examen médico periódico dependiendo del grado de exposición.  
Los síntomas del edema pulmonar no se ponen de manifiesto, a menudo, hasta pasadas algunas horas y se ven agravados por el esfuerzo físico. Reposo y vigilancia médica son, por ello, imprescindibles.  
La adición de estabilizadores o inhibidores podría influir sobre las propiedades toxicológicas de esta sustancia; consultar a un experto.  
**INCENDIO/LUCHA CONTRA INCENDIOS:** Los bomberos deberían emplear indumentaria de protección completa, incluyendo equipo autónomo de respiración.  
**ENVASADO Y ETIQUETADO:** Envase irrompible; colocar el envase frágil dentro de un recipiente irrompible cerrado.  
**DERRAMES Y FUGAS:** (Protección personal adicional: traje de protección completa, incluyendo equipo autónomo de respiración).

## METANOL

<p>METANOL Alcohol metílico Carbinol Monohidroximetano CH<sub>3</sub>OH</p> <p>Masa molecular: 32.0 CAS: 67-56-1 RTECS: PC1400000 ICSC: 0057 NU: 1230 CE: 603-001-00-X</p>
--

TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	LUCHA CONTRA INCENDIOS/ PRIMEROS AUXILIOS
<b>INCENDIO</b>	Altamente inflamable. Arde con una llama invisible. Explosivo.	Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar. NO poner en contacto con oxidantes.	Polvo, espuma resistente al alcohol, agua en grandes cantidades, dióxido de carbono.
<b>EXPLOSION</b>	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosión (véanse Notas).	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
<b>EXPOSICION</b>		¡EVITAR LA EXPOSICION DE ADOLESCENTES Y NIÑOS!	
<b>Inhalación</b>	Tos, vértigo, dolor de cabeza, náuseas.	Ventilación. Extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo y proporcionar asistencia médica.
<b>Piel</b>	¡PUEDE ABSORBERSE! Piel seca, enrojecimiento.	Guantes protectores y traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar la piel con agua abundante o ducharse y proporcionar asistencia médica.
<b>Ojos</b>	Enrojecimiento, dolor.	Gafas ajustadas de seguridad o protección ocular combinada con la protección respiratoria.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto, si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
<b>Ingestión</b>	Dolor abdominal, jadeo, vómitos, pérdida del conocimiento (para mayor información, véase Inhalación).	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Provocar el vómito (¡UNICAMENTE EN PERSONAS CONSCIENTES!) y proporcionar asistencia médica.

DERRAMES Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO
Evacuar la zona de peligro. Recoger el líquido procedente de la	A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes.	No transportar con alimentos y piensos.



fuga en recipientes precintables, eliminar el líquido derramado con agua abundante y el vapor con agua pulverizada. (Protección personal adicional: traje de protección completa, incluyendo equipo autónomo de respiración).	Mantener en lugar fresco.	Clasificación de Peligros NU: 3 Riesgos Subsidiarios NU: 6.1 Grupo de Envasado NU: II CE: F, T R: 11-23/25 S: (1/2-)-7-16-24-45
--	---------------------------	--

<b>D A T O S  I M P O R T A N T E</b>	<p><b>ESTADO FISICO; ASPECTO</b> Líquido incoloro, de olor característico.</p> <p><b>PELIGROS FISICOS</b> El vapor se mezcla bien con el aire, formándose fácilmente mezclas explosivas.</p> <p><b>PELIGROS QUIMICOS</b> La sustancia se descompone al calentarla intensamente, produciendo monóxido de carbono y formaldehído. Reacciona violentamente con oxidantes, originando peligro de incendio y explosión. Ataca al plomo y al aluminio.</p> <p><b>LIMITES DE EXPOSICION</b> TLV (como TWA): 200 ppm; 262 mg/m<sup>3</sup> (piel) (ACGIH 1993-1994). TLV (como STEL): 250 ppm; 328 mg/m<sup>3</sup> (piel) (ACGIH 1993-1994).</p> <p><b>VIAS DE EXPOSICION</b> La sustancia se puede absorber por inhalación, a través de la piel y por ingestión.</p>	<p><b>RIESGO DE INHALACION</b> Por evaporación de esta sustancia a 20°C, se puede alcanzar bastante rápidamente una concentración nociva en el aire.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</b> La sustancia irrita los ojos, la piel y el tracto respiratorio. La sustancia puede causar efectos en el sistema nervioso central, dando lugar a pérdida del conocimiento. La exposición por ingestión puede producir ceguera y sordera. Los efectos pueden aparecer de forma no inmediata. Se recomienda vigilancia médica.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA</b> El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis. La sustancia puede afectar al sistema nervioso central, dando lugar a dolores de cabeza persistentes y alteraciones de la visión.</p>
	<b>PROPIEDADES FISICAS</b>	<p>Punto de ebullición: 65°C Punto de fusión: -94°C Densidad relativa (agua = 1): 0.79 Solubilidad en agua: Miscible Presión de vapor, kPa a 20°C: 12.3 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 1.1</p>

# DATOS EXPERIMENTALES

**TABLA 1A.** Calculo de las concentraciones de las muestras problemas sin dilución.

Whisky	Alcohol	A1	A2	A3	A1/As.i.1	A2/As.i.2	A3/As.i.3	Desviación	Conc.1	Conc.2	Conc.3
<b>James Martin's</b>	n-propanol	329.9980	328.2670	342.5580	0.5537	0.5528	0.5482	0.0030	154.93	154.69	153.55
	S.I.	595.9840	593.8780	624.8960							
<b>Passport</b>	n-propanol	421.3540	280.4755	387.2130	0.5325	0.5367	0.5314	0.0028	149.63	150.68	149.36
	isoamilico	516.8680	340.8060	478.0810	0.6532	0.6522	0.6561	0.0020	335.12	334.59	336.57
	S.I.	791.2420	522.5590	728.6225							
<b>Grand Old Parr</b>	n-propanol	400.5540	312.3830	290.5580	0.4972	0.5074	0.5068	0.0057	140.80	143.36	143.20
	isoamilico	635.5490	484.1400	452.3635	0.7889	0.7864	0.7890	0.0015	402.94	401.71	403.00
	S.I.	805.6270	615.6185	573.3320							
<b>Grand Old Parr (Añejo)</b>	n-propanol	232.6475	240.3415	245.7046	0.3330	0.3199	0.3283	0.0067	99.75	96.47	98.59
	isoamilico	515.0305	553.2780	553.0160	0.7372	0.7364	0.7390	0.0014	377.11	376.68	378.01
	S.I.	698.6175	751.3708	748.3164							
<b>Mc Harrison</b>	n-propanol	153.5798	210.4422	204.2920	0.2908	0.2935	0.2944	0.0019	89.20	89.88	90.11
	isobutanbol	124.5146	169.3688	164.1041	0.2358	0.2362	0.2365	0.0004	259.51	260.19	260.61
	S.I.	528.1437	716.9593	693.8100							
<b>Buchanan's de Luxe</b>	n-propanol	249.8680	270.7275	206.4388	0.4213	0.4398	0.4395	0.0259	121.82	126.45	126.37
	isoamilico	455.2110	467.1640	357.5260	0.7675	0.7589	0.7611	0.0347	392.25	387.94	389.05
	S.I.	593.1145	615.5970	469.7485							
<b>Chivas Reagal</b>	n-propanol	355.8068	395.6935	307.0485	0.4830	0.4787	0.4903	0.0048	137.26	136.19	139.06
	isoamilico	565.2835	621.6790	477.4405	0.7674	0.7522	0.7623	0.0072	392.21	384.58	389.66
	S.I.	736.6065	826.5270	626.3010							
<b>Crown Royal</b>	n-propanol	150.0472	289.9990	293.5175	0.4619	0.4629	0.4647	0.0013	131.99	132.23	132.66
	isobutanbol	71.1590	136.3293	138.0002	0.2191	0.2176	0.2185	0.0007	235.68	233.61	234.80
	isoamilico	167.2573	320.4963	323.8155	0.5149	0.5116	0.5126	0.0017	265.97	264.31	264.81
	S.I.	324.8127	626.4425	631.6928							
<b>J&amp;B escoces</b>	n-propanol	162.4545	239.4620	236.1360	0.3768	0.3859	0.3782	0.0049	110.69	112.98	111.06
	isoamilico	290.7010	419.9715	421.0490	0.6742	0.6768	0.6744	0.0015	345.60	346.91	345.71
	S.I.	431.1785	620.5090	624.3154							
<b>Buchanan's 18</b>	n-propanol	251.4850	123.6755	183.2555	0.4649	0.4691	0.4650	0.0024	132.73	133.78	132.74

Continuación de tabla 1A

	S.I.	540.9275	263.6355	394.1193							
<b>Jhonnie Walker Green Label</b>	n-propanol	227.2160	263.6522	231.0290	0.3650	0.3637	0.3682	0.0023	107.75	107.44	108.56
	S.I.	622.5137	724.8300	627.4210							
<b>Jhonnie Walker Black Label</b>	n-propanol	311.1605	235.4905	306.8619	0.4576	0.4601	0.4525	0.0039	130.89	131.52	129.62
	isoamilico	552.8170	414.4135	548.8746	0.8129	0.8097	0.8094	0.0020	414.97	413.33	413.18
	S.I.	680.0175	511.8347	678.1643							
<b>Jack Daniels</b>	n-propanol	121.8880	128.6618	140.8915	0.2528	0.2481	0.2596	0.0058	79.71	78.52	81.41
	S.I.	482.0803	518.6405	542.6460							
<b>Label 5 Finest Blended</b>	n-propanol	262.2430	275.8925	264.4045	0.3977	0.3883	0.3924	0.0047	115.93	113.58	114.60
	isoamilico	333.8230	358.9840	344.1405	0.5063	0.5053	0.5108	0.0029	261.63	261.14	263.88
	S.I.	659.3825	710.4515	673.7920							
<b>Inver House Green Plaid</b>	n-propanol	244.2910	358.2217	322.2175	0.5213	0.5218	0.5302	0.0050	146.83	146.94	149.06
	isoamilico	261.0210	381.9370	344.6960	0.5570	0.5563	0.5672	0.0061	287.00	286.66	292.11
	S.I.	468.6150	686.5525	607.6960							
<b>Ballantines "12"</b>	n-propanol	213.4335	294.4248	215.0416	0.4072	0.4127	0.4095	0.0028	118.31	119.68	118.87
	S.I.	524.0925	713.3622	525.1643							
<b>Buchanan's "12"</b>	n-propanol	280.5915	348.1040	347.3135	0.5156	0.5279	0.5310	0.0081	145.40	148.48	149.24
	isoamilico	440.6270	535.0405	532.6140	0.8097	0.8114	0.8142	0.0023	413.34	414.21	415.62
	S.I.	544.2040	659.3935	654.1235							
<b>Glen Morangie</b>	n-propanol	217.5960	160.4230	151.2135	0.3406	0.3500	0.3444	0.0047	101.65	104.01	102.59
	S.I.	638.8333	458.3115	439.0895							
<b>Glenfiddich</b>	n-propanol	138.3160	231.3103	194.5673	0.3841	0.3920	0.3841	0.0045	112.52	114.50	112.54
	S.I.	360.1145	590.1000	506.4960							
<b>The famouse Grouse</b>	n-propanol	325.2385	228.6400	230.1340	0.5156	0.5094	0.5103	0.0034	145.41	143.85	144.07
	isoamilico	374.3605	262.0138	264.0020	0.5935	0.5838	0.5854	0.0052	305.26	300.38	301.20
	S.I.	630.7392	448.8423	450.9780							
<b>Crown Royal (Profr. Rene)</b>	isobutanbol	138.4790	170.0793	122.2090	0.2375	0.2383	0.2397	0.0011	262.03	263.15	265.13
	isoamilico	398.5490	483.7002	347.1700	0.6836	0.6777	0.6809	0.0029	350.30	347.37	348.96
	S.I.	583.0220	713.7002	509.8535							
<b>Jack Daniels</b>	n-propanol	149.6245	161.2575	86.0040	0.1997	0.1911	0.1948	0.0043	66.43	64.26	65.19

Continuación de tabla 1A

(Bar)	S.I.	749.2043	844.0410	441.5885							
<b>Jhonnie Walker (Red Label)</b>	n-propanol	243.1470	228.0650	291.0575	0.4362	0.4183	0.4250	0.0090	125.54	121.08	122.74
	isoamilico	327.4320	320.4840	410.0460	0.5873	0.5878	0.5987	0.0064	302.17	302.41	307.86
	S.I.	557.4760	545.2005	684.8820							
<b>Jhonnie Walker Blue Label</b>	n-propanol	130.8010	135.7130	84.0420	0.5761	0.5746	0.5755	0.0007	160.52	160.16	160.39
	S.I.	227.0528	236.1705	146.0218							

**TABLA 2A.-** Procedimiento para diluciones de las muestras problema.

Whisky	Alcohol	Dilución 1	Dilución 2	Dilución 3	Dilución requerida	µl de whisky	µl de etanol	TOTAL	DILUCIÓN	conc	Conc. <sub>1</sub> aprox	Conc. <sub>2</sub> aprox	Conc. <sub>3</sub> aprox
<b>James Martin's</b>	n-propanol	1.5820	1.5793	1.5662	0.2741	250	250	500	2.0000	0.5515			
	isobutanol	2.5586	2.4732	2.5545	0.2102					0.4299	0.2175	0.2102	0.2171
	isoamílico	0.3310	0.3269	0.3286	no necesita								
	S.I.				<b>2.0000</b>								
<b>Passport</b>	n-propanol	1.5215	1.5335	1.5184		150	350	500	3.3333	0.5336			
	isobutanol	3.3642	3.1907	2.8752	0.2375					0.7044	0.2736	0.2137	0.1466
	isoamílico	1.0050	1.0034	1.0095	no necesita								
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Grand Old Parr</b>	n-propanol	1.4206	1.4498	1.4480	0.1243	120	380	500	4.1667	0.5038			
	isobutanol	3.8578	4.0849	3.9727	0.1640					0.6752	0.1574	0.1667	0.1621
	isoamílico	1.2137	1.2099	1.2139	0.1973					0.7881			
	S.I.				<b>4.0000</b>								
<b>Grand Old Parr (Añejo)</b>	n-propanol	0.9515	0.9139	1.2244	0.1110	150	350	500	3.3333	0.3605			
	isobutanol	4.1734	3.6969	4.9054	0.2365					0.7240	0.2128	0.1885	0.2502
	isoamílico	1.1342	1.1329	1.4839	no necesita								
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Buchanan's de Luxe</b>	n-propanol	1.2037	1.2565	1.3773	no necesita	120	380	500	4.1667				
	isobutanol	4.6232	4.7785	4.4172	0.2031					0.9287	0.1886	0.1950	0.3026

Continuación de tabla 2A

	isoamílico	1.1808	1.1675	1.1709	no necesita								
	S.I.				<b>4.0000</b>								
<b>Chivas Reagal</b>	n-propanol	1.8679	1.3678	1.4007	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	3.1498	3.5834	3.2427	0.1785					0.5639	0.1606	0.1828	0.1654
	isoamílico	1.3023	1.1572	1.1728	no necesita								
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>J&amp;B escoces</b>	n-propanol	1.0765	1.1026	1.0807	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	3.0286	2.9753	3.0037	0.1686					0.5104	0.1545	0.1517	0.1532
	isoamílico	1.0372	1.0413	1.0376	no necesita								
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Buchanan's 18</b>	n-propanol	1.3283	1.3512	1.3285	no necesita	200	300	500	2.5000				
	isobutanol	3.8580	3.9152	3.6205	0.2462					0.6456	0.2623	0.2662	0.2462
	isoamílico	1.5737	1.5789	1.4505	0.4092					0.9973	0.4092	0.4105	0.3771
	S.I.				<b>2.5000</b>								
<b>Jhonnie Walker Green Label</b>	n-propanol	1.0429	1.0393	1.0521	no necesita	120	380	500	4.1667				
	isobutanol	4.4715	4.4977	4.5443	0.1931					0.7658	0.1824	0.1835	0.1854
	isoamílico	2.8758	2.8565	2.9032	0.4642					1.8710	0.4486	0.4456	0.4529
	S.I.				<b>4.0000</b>								
<b>Jhonnie Walker Black Label</b>	n-propanol	1.3074	1.3145	1.2928	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	3.5435	3.5760	3.5317	0.2008					0.6036	0.1807	0.1824	0.1801
	isoamílico	1.2507	1.2456	1.2452	<b>0.2710</b>					0.8107			
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Jack Daniels</b>	n-propanol	0.7224	0.7088	0.7418	no necesita	80	420	500	6.2500				
	isobutanol	7.6921	8.6921	7.6830	0.2463					1.5798	0.2908	0.2364	0.2090
	isoamílico	5.8545	5.3907	5.0572	0.5479					3.5623	0.6089	0.5606	0.5259
	S.I.				<b>6.0000</b>								
<b>Label 5</b>	n-propanol	1.1363	1.1095	1.1212	no necesita	150	350	500	3.3333				

Continuación de tabla 2A

<b>Finest Blended</b>	isobutanol	2.8922	2.8771	2.8928	0.1630					0.4909	0.1475	0.1467	0.1475
	isoamílico	0.7789	0.7774	0.7858	no necesita								
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Inver House Green Plaid</b>	n-propanol	1.4894	1.4908	1.5149	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	3.2558	3.2103	3.2279	0.1845					0.5493	0.1660	0.1637	0.1646
	isoamílico	0.8569	0.8559	0.8726	no necesita								
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Ballantines "12"</b>	n-propanol	1.1636	1.1792	1.1699	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	4.1817	4.1616	4.1919	0.2370					0.7103	0.2133	0.2122	0.2138
	isoamílico	1.2780	1.2807	1.2806	0.2769					0.8318	0.2492	0.2497	0.2497
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Buchanan's "12"</b>	n-propanol	1.4731	1.5083	1.5170	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	3.5969	3.5787	3.4796	0.2038					0.6038	0.1834	0.1825	0.1775
	isoamílico	1.2456	1.2483	1.2527	<b>0.2714</b>					0.8118			
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Glen Morangie</b>	n-propanol	0.9732	1.0001	0.9839	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	3.4960	3.4235	3.3959	0.1981					0.5845	0.1783	0.1746	0.1732
	isoamílico	2.6571	2.6733	2.6302	0.5699					1.7248	0.5181	0.5213	0.5129
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>Glenfiddich</b>	n-propanol	1.0974	1.1200	1.0976	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	4.1962	3.7590	3.7745	0.2139					0.6647	0.2140	0.1917	0.1925
	isoamílico	2.5243	2.6099	2.6289	0.5655					1.6820	0.4922	0.5089	0.5126
	S.I.				<b>3.0000</b>								
<b>The famous Grouse</b>	n-propanol	1.4733	1.4554	1.4580	no necesita	150	350	500	3.3333				
	isobutanol	3.5585	3.4943	3.5041	0.2016					0.5982	0.1815	0.1782	0.1787
	isoamílico	0.9131	0.8981	0.9006	no necesita								
	S.I.				<b>3.0000</b>								

Continuación de tabla 2A

<b>Jack Daniels (Bar)</b>	n-propanol	0.5706	0.5459	0.5565	necesita concentrarse	70	430	500	7.1429				
	isobutanol	8.6099	8.6090	8.6552	0.2091					1.4662	0.2049	0.2049	0.2060
	isoamílico	4.8583	4.8578	4.8688	0.4511					3.1601	0.4421	0.4421	0.4431
	S.I.				<b>7.0000</b>								
<b>Jhonnie Walker (Red Label)</b>	n-propanol	1.2462	1.1952	1.2142	no necesita	150	350	500	3.3333	0.4265			
	isobutanol	4.2660	4.6361	3.5793	0.2417					0.7073	0.2176	0.2364	0.1825
	isoamílico	0.9036	0.9044	0.9211	no necesita					0.5913			
	S.I.				<b>3.0000</b>					1.0000			
<b>Jhonnie Walker (Blue Label)</b>	n-propanol	1.6585	1.6781	1.6640	0.1935	150	350	500	3.3333	0.5834	0.1741	0.1762	0.1747
	isobutanol	3.6120	3.6275	3.5930	0.2047					0.6138	0.1842	0.1850	0.1832
	isoamílico	1.6469	1.6552	1.6672	0.3612					1.0767	0.3211	0.3228	0.3251
	S.I.				<b>3.0000</b>					1.0000			



**TABLA 3A.-** Concentraciones obtenidas para las muestras problemas de los alcoholes superiores (mg/lit), que se obtuvieron una vez que se diluyeron.

Whisky	Alcohol	Conc.1 dil	Conc.2 dil	Conc.3 dil	Conc.1 real	Conc.2 real	Conc.3 real
James Martin's	isobutanol	210.67	211.28	212.24	421.35	422.56	424.49
Passport	isobutanol	144.94	145.42	146.06	483.14	484.72	486.87
Grand Old Parr	isobutanol	148.48	147.83	148.64	618.68	615.96	619.32
Grand Old Parr (Añejo)	isobutanol	259.10	258.23	257.93	863.65	860.76	859.75
Buchanan's de Luxe	isobutanol	189.73	190.15	190.48	790.53	792.29	793.67
Chivas Reagal	isobutanol	198.59	198.50	199.50	661.98	661.67	664.99
J&B escoces	isobutanol	147.51	147.62	147.03	491.69	492.08	490.09
Buchanan's 18	isobutanol	191.09	191.39	191.21	477.73	478.48	478.02
	isoamilico	208.96	208.92	209.11	522.41	522.30	522.79
Jhonnie Walker Green Label	isobutanol	287.77	283.70	293.17	1199.06	1182.10	1221.55
	isoamilico	240.09	241.06	240.48	1000.37	1004.42	1002.00
Jhonnie Walker Black Label	isobutanol	225.81	225.41	226.35	752.71	751.36	754.49
Jack Daniels	isobutanol	249.79	250.66	249.66	1561.17	1566.64	1560.40
	isoamilico	275.83	275.37	276.68	1723.91	1721.07	1729.25
Label 5 Finest Blended	isobutanol	144.06	143.60	144.38	480.21	478.68	481.26
Inver House Green Plaid	isobutanol	154.13	153.06	153.76	513.78	510.21	512.55
Ballantines "12"	isobutanol	225.47	226.52	225.68	751.58	755.06	752.25
Buchanan's "12"	isobutanol	168.68	170.85	170.22	562.28	569.51	567.39
Glen Morangie	isobutanol	192.48	192.57	192.51	641.61	641.91	641.70
	isoamilico	262.92	263.16	264.58	876.41	877.21	881.93
Glenfiddich	isobutanol	190.89	189.81	189.42	636.30	632.71	631.38
	isoamilico	249.96	246.12	250.00	833.20	820.40	833.32
The famouse Grouse	isobutanol	164.20	165.41	164.79	547.32	551.36	549.31
Jack Daniels (Bar)	isobutanol	279.68	279.95	278.77	1997.74	1999.63	1991.23
	isoamilico	270.79	270.82	271.39	1934.20	1934.45	1938.49
Jhonnie Walker (Red Label)	isobutanol	98.54	105.15	101.69	328.46	350.49	338.97
Jhonnie Walker Blue Label	n-propanol	63.09	63.85	61.19	210.29	212.83	203.97
	isobutanol	239.88	239.97	240.51	799.60	799.89	801.71
	isoamilico	244.38	244.41	244.72	814.59	814.72	815.74

**TABLA 4A.-**Cuantificación de etanol en las muestras problema

Whisky	compuesto	Area1	Area2	Área 3	desv. Área	Conc. 1 (%)	Conc. 2 (%)	Conc. 3 (%)	Conc .prom. (%)
James Martin's	Etanol	6892.7115	10815.1903	11994.8378	0.0081	35.2687	36.0816	35.8918	35.7474
	s.i.	9913.0535	15212.3265	16958.6245					
	Aet/As.i.	<b>0.6953</b>	<b>0.7109</b>	<b>0.7073</b>					
Passport	Etanol	11590.0390	10412.7553	10329.9592	0.0014	37.7281	37.8154	37.6664	37.7366
	s.i.	15607.1500	13990.1940	13932.5935					
	Aet/As.i.	<b>0.7426</b>	<b>0.7443</b>	<b>0.7414</b>					
Grand Old Parr	Etanol	10420.4895	10097.8633	6200.0385	0.0029	34.3070	34.2657	34.0260	34.1996
	s.i.	15396.1560	14937.0320	9234.2115					
	Aet/As.i.	<b>0.6768</b>	<b>0.6760</b>	<b>0.6714</b>					
Grand Old Parr (Añejo)	Etanol	12356.5135	12806.5093	13304.2573	0.0017	38.4678	38.6182	38.6213	38.5691
	s.i.	16326.5468	16856.7005	17510.5060					
	Aet/As.i.	<b>0.7568</b>	<b>0.7597</b>	<b>0.7598</b>					
Mc Harrison	Etanol	8990.0390	10269.7553	9129.8654	0.0002	36.4894	36.5086	36.4985	36.4989
	s.i.	12507.1500	14280.1940	12698.5935					
	Aet/As.i.	<b>0.7188</b>	<b>0.7192</b>	<b>0.7190</b>					
Buchanan's de Luxe	Etanol	8981.0360	11883.8100	7660.5430	0.0108	37.8106	38.9314	38.2812	38.3410
	s.i.	12068.0748	15519.1765	10170.0295					
	Aet/As.i.	<b>0.7442</b>	<b>0.7658</b>	<b>0.7532</b>					
Chivas Reagal	Etanol	10114.9093	10765.6255	12844.5565	0.0043	34.7635	35.1988	35.0725	35.0116
	s.i.	14753.3340	15513.0200	18573.7175					
	Aet/As.i.	<b>0.6856</b>	<b>0.6940</b>	<b>0.6915</b>					
Crown Royal	Etanol	8405.1525	12002.0065	11519.4595	0.0053	37.5624	37.8391	37.2863	37.5626
	s.i.	11367.1505	16115.5893	15691.6035					

Continuación de tabla 4A

	Aet/As.i.	<b>0.7394</b>	<b>0.7447</b>	<b>0.7341</b>					
<b>J&amp;B escocés</b>	Etanol	11490.0390	10382.7553	9929.9592	0.0011	37.8918	37.9817	37.9959	37.9565
	s.i.	15407.1500	13890.1940	13279.5935					
	Aet/As.i.	<b>0.7458</b>	<b>0.7475</b>	<b>0.7478</b>					
<b>Buchanan's 18</b>	Etanol	12839.9035	7357.2020	11837.4885	0.0025	34.9212	35.0832	34.8267	34.9437
	s.i.	18645.4530	10635.6395	17235.2785					
	Aet/As.i.	<b>0.6886</b>	<b>0.6917</b>	<b>0.6868</b>					
<b>Jhonnie Walker Green Label</b>	Etanol	12539.8230	8819.4700	8711.4164	0.0055	40.2426	39.6813	39.8744	39.9328
	s.i.	15853.8250	11304.5340	11113.1330					
	Aet/As.i.	<b>0.7910</b>	<b>0.7802</b>	<b>0.7839</b>					
<b>Jhonnie Walker Black Label</b>	Etanol	7446.1557	8828.5215	9374.2380	0.0039	36.0614	36.0731	35.7133	35.9492
	s.i.	10479.2780	12420.8070	13318.1965					
	Aet/As.i.	<b>0.7106</b>	<b>0.7108</b>	<b>0.7039</b>					
<b>Jack Daniels</b>	Etanol	6782.0900	7009.3708	11454.5803	0.0029	33.8251	33.6405	33.9443	33.8033
	s.i.	10159.5678	10556.1810	17100.2370					
	Aet/As.i.	<b>0.6676</b>	<b>0.6640</b>	<b>0.6698</b>					
<b>Label 5 Finest Blended</b>	Etanol	11829.6230	8494.5016	7237.3750	0.0071	39.0232	38.5939	39.3312	38.9828
	s.i.	15412.8490	11187.8490	9357.4065					
	Aet/As.i.	<b>0.7675</b>	<b>0.7593</b>	<b>0.7734</b>					
<b>Inver House Green Plaid</b>	Etanol	10295.1025	10346.4716	8678.3950	0.0084	39.7383	38.8774	39.1581	39.2579
	s.i.	13177.4245	13529.8925	11269.0325					
	Aet/As.i.	<b>0.7813</b>	<b>0.7647</b>	<b>0.7701</b>					
<b>Ballantines "12"</b>	Etanol	7570.9045	6225.2400	3607.0980	0.0122	39.5882	38.3253	38.8892	38.9343
	s.i.	9726.4723	8255.2385	4715.5295					
	Aet/As.i.	<b>0.7784</b>	<b>0.7541</b>	<b>0.7649</b>					
<b>Buchanan's</b>	Etanol	2951.6845	2802.1485	2311.1342	0.0135	31.3880	30.0050	30.4810	30.6246

Continuación de tabla 4A

<b>"12"</b>	s.i.	4755.4850	4716.6575	3831.1464					
	Aet/As.i.	<b>0.6207</b>	<b>0.5941</b>	<b>0.6032</b>					
<b>Glen Morangie</b>	Etanol	11049.3550	9991.8690	8849.4305	0.0063	39.4718	38.8304	39.0533	39.1185
	s.i.	14236.2420	13081.6240	11521.2843					
	Aet/As.i.	<b>0.7761</b>	<b>0.7638</b>	<b>0.7681</b>					
<b>Glenfiddich</b>	Etanol	12955.3093	13199.5345	14562.1646	0.0057	36.8261	37.4180	37.0990	37.1144
	s.i.	17862.8192	17918.3747	19934.1340					
	Aet/As.i.	<b>0.7253</b>	<b>0.7366</b>	<b>0.7305</b>					
<b>The famouse Grouse</b>	Etanol	6212.2965	6413.1643	829.1640	0.0047	37.1436	37.3859	36.8996	37.1430
	s.i.	8494.0413	8713.1643	1141.0313					
	Aet/As.i.	<b>0.7314</b>	<b>0.7360</b>	<b>0.7267</b>					
<b>Crown Royal (Profr. Rene)</b>	Etanol	8108.0630	9816.1613	8763.1646	0.0037	37.5322	37.6653	37.2891	37.4955
	s.i.	10973.9935	13239.9740	11936.1640					
	Aet/As.i.	<b>0.7388</b>	<b>0.7414</b>	<b>0.7342</b>					
<b>Jack Daniels (Bar)</b>	Etanol	7532.0900	8018.3708	13144.5803	0.0139	37.6640	38.6110	39.0836	38.4529
	s.i.	10159.5678	10556.1810	17100.2370					
	Aet/As.i.	<b>0.7414</b>	<b>0.7596</b>	<b>0.7687</b>					
<b>Jhonnie Walker (Red Label)</b>	Etanol	9192.4460	12986.1423	10162.2750	0.0037	33.2182	33.3428	32.9676	33.1762
	s.i.	14015.2908	19727.3095	15608.6273					
	Aet/As.i.	<b>0.6559</b>	<b>0.6583</b>	<b>0.6511</b>					
<b>Jhonnie Walker Blue Label</b>	Etanol	12539.8230	7819.4700	8111.4164	0.0024	40.7681	40.5843	40.8199	40.7241
	s.i.	15653.8250	9804.5340	10113.1330					
	Aet/As.i.	<b>0.8011</b>	<b>0.7975</b>	<b>0.8021</b>					

**TABLA 5A.-Comparación de las muestras problema con las normas mexicana y española.**

Whisky	Alcohol	Conc.1 (mg/lit)	Conc.2 (mg/lit)	Conc.3 (mg/lit)	Conc.1 mg/100ml	Conc. 2 mg/100ml	Conc. 3 mg/100ml
<b>James Martin's</b>	n-propanol	154.9257	154.6879	153.5460	43.3390	43.2725	42.9531
	isobutanol	421.3457	422.5619	424.4873	117.8676	118.2078	118.7464
	isoamílico	FLC	FLC	FLC	FLC	FLC	FLC
	suma				161.2066	161.4803	161.6995
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Passport</b>	n-propanol	149.6306	150.6837	149.3579	39.6513	39.9304	39.5791
	isobutanol	483.1352	484.7236	486.8652	128.0283	128.4492	129.0167
	isoamílico	335.1182	334.5933	336.5718	88.8045	88.6655	89.1898
	suma				256.4842	257.0450	257.7855
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Grand Old Parr</b>	n-propanol	140.7988	143.3574	143.1971	41.1698	41.9179	41.8710
	isobutanol	618.6757	615.9628	619.3226	180.9016	180.1083	181.0908
	isoamílico	402.9437	401.7143	403.0040	117.8213	117.4618	117.8389
	suma				339.8926	339.4880	340.8007
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Grand Old Parr (Añejo)</b>	n-propanol	99.7528	96.4677	98.5858	25.8634	25.0117	25.5608
	isobutanol	863.6531	860.7624	859.7544	223.9236	223.1741	222.9128
	isoamílico	377.1069	376.6791	378.0068	97.7744	97.6635	98.0077
	suma				347.5614	345.8492	346.4813
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Mc Harrison</b>	n-propanol	178.3958	179.7602	180.2247	48.8771	49.2509	49.3782
	isobutanol	1038.0506	1040.7551	1042.4343	284.4063	285.1473	285.6073
	isoamílico	FLC	FLC	FLC	FLC	FLC	FLC
	suma				333.2834	334.3982	334.9855

Continuación de tabla 5A

	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Buchanan's de Luxe</b>	n-propanol	121.8203	126.4451	126.3667	31.7728	32.9790	32.9586
	isobutanol	790.5332	792.2933	793.6747	206.1846	206.6436	207.0039
	isoamílico	392.2463	387.9398	389.0504	102.3045	101.1813	101.4710
	suma				340.2619	340.8040	341.4335
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Chivas Reagal</b>	n-propanol	136.1856	139.0643	137.2588	38.8973	39.7195	39.2038
	isobutanol	661.9808	661.6667	664.9892	189.0746	188.9849	189.9339
	isoamílico	384.5791	389.6590	392.2079	109.8433	111.2942	112.0222
	suma				337.8152	339.9986	341.1599
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Crown Royal</b>	n-propanol	131.9875	132.2325	132.6631	35.1380	35.2032	35.3179
	isobutanol	235.6815	233.6066	234.8013	62.7437	62.1913	62.5094
	isoamílico	265.9673	264.3066	264.8077	70.8064	70.3643	70.4977
	suma				168.6881	167.7588	168.3249
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>J&amp;B escocés</b>	n-propanol	110.6921	112.9781	111.0580	29.1629	29.7652	29.2593
	isobutanol	491.6864	492.0770	490.0927	129.5395	129.6424	129.1197
	isoamílico	345.6005	346.9089	345.7086	91.0518	91.3965	91.0803
	suma				249.7542	250.8041	249.4592
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Buchanan's 18</b>	n-propanol	132.7286	133.7789	132.7437	37.9836	38.2841	37.9879
	isobutanol	477.7286	478.4772	478.0200	136.7138	136.9281	136.7972
	isoamílico	522.4075	522.2958	522.7852	149.4998	149.4678	149.6079
	suma				324.1971	324.6800	324.3930
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple

Continuación de tabla 5A

	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Jhonnie Walker Green Label</b>	n-propanol	107.7494	107.4359	108.5550	26.9827	26.9042	27.1844
	isobutanol	1199.0565	1182.1038	1221.5514	300.2689	296.0236	305.9021
	isoamílico	1000.3690	1004.4242	1002.0012	250.5134	251.5288	250.9221
	suma				577.7649	574.4566	584.0086
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Jhonnie Walker Black Label</b>	n-propanol	130.8943	131.5227	129.6223	36.4109	36.5857	36.0570
	isobutanol	752.7055	751.3600	754.4872	209.3801	209.0058	209.8757
	isoamílico	414.9726	413.3314	413.1767	115.4329	114.9764	114.9334
	suma				361.2239	360.5678	360.8661
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Jack Daniels</b>	n-propanol	79.7094	78.5188	81.4095	23.5804	23.2281	24.0833
	isobutanol	1561.1715	1566.6392	1560.3967	461.8400	463.4575	461.6107
	isoamílico	1723.9114	1721.0714	1729.2469	509.9832	509.1430	511.5615
	suma				995.4035	995.8286	997.2556
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				no cumple	no cumple	no cumple
<b>Label 5 Finest Blended</b>	n-propanol	115.9275	113.5835	114.6032	29.7381	29.1368	29.3984
	isobutanol	480.2143	478.6788	481.2580	123.1863	122.7924	123.4540
	isoamílico	261.6330	261.1450	263.8759	67.1150	66.9898	67.6904
	suma				220.0394	218.9191	220.5428
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Inver House Green Plaid</b>	n-propanol	146.8261	146.9422	149.0570	37.4004	37.4299	37.9686
	isobutanol	513.7821	510.2108	512.5469	130.8734	129.9637	130.5588
	isoamílico	287.0026	286.6557	292.1089	73.1069	73.0185	74.4076
	suma				241.3807	240.4122	242.9350
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple

Continuación de tabla 5A

<b>Ballantines "12"</b>	n-propanol	118.3110	119.6821	118.8687	30.3874	30.7395	30.5306
	isobutanol	751.5762	755.0623	752.2544	193.0372	193.9326	193.2114
	isoamílico	FLC	FLC	FLC	FLC	FLC	FLC
	suma				223.4246	224.6722	223.7421
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Buchanan's "12"</b>	n-propanol	145.4000	148.4789	149.2400	47.4781	48.4835	48.7320
	isobutanol	562.2775	569.5088	567.3858	183.6030	185.9642	185.2710
	isoamílico	413.3362	414.2065	415.6204	134.9685	135.2527	135.7144
	suma				366.0496	369.7004	369.7174
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Glen Morangie</b>	n-propanol	101.6537	104.0076	102.5949	25.9861	26.5878	26.2267
	isobutanol	641.6068	641.9075	641.7010	164.0162	164.0931	164.0403
	isoamílico	876.4078	877.2145	881.9331	224.0392	224.2454	225.4517
	suma				414.0415	414.9263	415.7186
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Glenfiddich</b>	n-propanol	112.5222	114.4962	112.5360	30.3177	30.8496	30.3214
	isobutanol	636.3003	632.7073	631.3848	171.4430	170.4750	170.1186
	isoamílico	833.1953	820.4019	833.3179	224.4939	221.0469	224.5269
	suma				426.2546	422.3714	424.9670
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>The famouse Grouse</b>	n-propanol	145.4116	143.8499	144.0750	39.1491	38.7286	38.7892
	isobutanol	547.3167	551.3571	549.3119	147.3538	148.4416	147.8909
	isoamílico	305.2633	300.3773	301.1994	82.1859	80.8704	81.0917
	suma				268.6887	268.0406	267.7719
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Crown</b>	n-propanol	FLC	FLC	FLC	FLC	FLC	FLC



Continuación de tabla 5A

<b>Royal (Profr. Rene)</b>	isobutanol	262.0276	263.1519	265.1348	69.8824	70.1823	70.7111
	isoamílico	350.2958	347.3679	348.9605	93.4234	92.6425	93.0673
	suma				163.3058	162.8248	163.7784
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Jack Daniels (Bar)</b>	n-propanol	66.4278	64.2635	65.1901	17.2751	16.7123	16.9532
	isobutanol	1997.7418	1999.6321	1991.2255	519.5296	520.0212	517.8351
	isoamílico	1934.2011	1934.4523	1938.4917	503.0054	503.0707	504.1212
	suma				1039.8101	1039.8042	1038.9095
	norma mex				no cumple	no cumple	no cumple
	norma esp				no cumple	no cumple	no cumple
<b>Jhonnie Walker (Red Label)</b>	n-propanol	125.5392	121.0785	122.7437	37.8401	36.4955	36.9975
	isobutanol	328.4573	350.4946	338.9738	99.0038	105.6463	102.1737
	isoamílico	302.1736	302.4139	307.8552	91.0813	91.1538	92.7939
	suma				227.9252	233.2956	231.9650
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple
<b>Jhonnie Walker Blue Label</b>	n-propanol	160.5205	160.1600	160.3860	39.4166	39.3280	39.3836
	isobutanol	799.6019	799.8895	801.7132	196.3460	196.4166	196.8644
	isoamílico	814.5903	814.7159	815.7443	200.0265	200.0573	200.3099
	suma				435.7891	435.8020	436.5579
	norma mex				si cumple	si cumple	si cumple
	norma esp				si cumple	si cumple	si cumple

FLC= Fuera de los límites de cuantificación

**TABLA 6A.-** Relación de áreas y estimación de concentraciones de metanol, acetaldehído y acetato de etilo (mg/lt de whisky) para las muestras problema.

Whisky	Alcohol	A1	A2	A3	A1/As.i.1	A2/As.i.2	A3/As.i.3	A/As.i. promedio	Desv.	Conc.1 (mg/lt)	Conc.2 (mg/lt)	Conc.3 (mg/lt)
Passport	acetato	255.7505	239.7350	310.9450	0.3232	0.3290	0.3223	0.3249	0.0036	4.6103	4.7053	4.5954
	S.I.	791.2420	728.6225	964.7080	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Mc Harrison	acetato	159.5948	226.2560	202.7975	0.3022	0.3156	0.2923	0.3034	0.0117	4.2653	4.4849	4.1032
	S.I.	528.1437	716.9593	693.8100	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Buchanan's de Luxe	acetato	129.7915	136.3752	125.8485	0.2207	0.2215	0.2365	0.2262	0.0089	2.9287	2.9432	3.1893
	S.I.	588.2205	615.5970	532.0260	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Jhonnie Walker Green Label	acetato	166.0000	194.2198	165.5960	0.2667	0.2680	0.2639	0.2662	0.0021	3.6830	3.7041	3.6382
	S.I.	622.5137	724.8300	627.4210	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Jhonnie Walker Black Label	acetato	181.1620	135.3303	178.3560	0.2664	0.2644	0.2630	0.2646	0.0017	3.6788	3.6459	3.6229
	S.I.	680.0175	511.8347	678.1643	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Jack Daniels	acetato	190.4970	204.8240	215.1962	0.3952	0.3949	0.3966	0.3955	0.0009	5.7894	5.7857	5.8126
	S.I.	482.0803	518.6405	542.6460	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Label 5 Finest Blended	acetaldehído	230.1640	243.0325	235.1640	0.3491	0.3421	0.3490	0.3467	0.0040	7.9877	7.7922	7.9864
	acetato	195.1060	210.8475	196.5680	0.2959	0.2968	0.2917	0.2948	0.0027	4.1622	4.1767	4.0940
	S.I.	659.3825	710.4515	673.7920	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Ballantines "12"	acetato	119.7423	168.3945	120.1643	0.2285	0.2361	0.2288	0.2311	0.0043	3.0570	3.1813	3.0625
	S.I.	524.0925	713.3622	525.1643	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Buchanan's "12"	acetato	117.3060	140.9835	140.8490	0.2156	0.2138	0.2153	0.2149	0.0009	2.8452	2.8165	2.8414
	S.I.	544.2040	659.3935	654.1235	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Glenfiddich	acetato	160.1640	257.2838	225.1888	0.4448	0.4360	0.4446	0.4418	0.0050	6.6026	6.4590	6.6000
	S.I.	360.1145	590.1000	506.4960	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Crown Royal (Profr. Rene)	acetato	228.1965	292.2045	207.1397	0.3982	0.4094	0.4063	0.4046	0.0058	5.8399	6.0233	5.9717
	S.I.	573.0220	713.7002	509.8535	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000			
Jack Daniels	acetato	275.9985	307.0635	155.5583	0.3684	0.3638	0.3523	0.3615	0.0083	5.3506	5.2754	5.0864

Continuación de tabla 6A										
Whisky	Metanol									
	S.I.									
Jhonnie Walker Blue Label	acetato	749.2047	844.0410	441.5885	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000	
	S.I.	38.8500	68.5060	62.1640	0.2661	0.2696	0.2738	0.2698	0.0039	3.6731
	S.I.	146.0218	254.0858	227.0528	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000	3.7314
										3.7998

**TABLA 7A.-** Concentraciones estimadas de metanol, acetaldehído y acetato de etilo para las muestras problema, y comparación con las normas.

Whisky	compuesto	Conc.1 (mg/100mldeetanol)	Conc..2 (mg/100mldeetanol)	Conc..3 (mg/100mldeetanol)	Promedio de conc.	Norma mex.	Norma espa
Passport	acetato de etilo	1.2845	1.3110	1.2804	1.2919	si cumple	si cumple
Mc Harrison	acetato de etilo	1.1884	1.2496	1.1432	1.1937	si cumple	si cumple
Buchanan's de Luxe	acetato de etilo	0.8160	0.8200	0.8886	0.8415	si cumple	si cumple
Jhonnie Walker Green Label	acetato de etilo	1.0261	1.0320	1.0137	1.0239	si cumple	si cumple
Jhonnie Walker Black Label	acetato de etilo	1.0250	1.0158	1.0094	1.0167	si cumple	si cumple
Jack Daniels	acetato de etilo	1.6130	1.6120	1.6195	1.6148	si cumple	si cumple
Label 5 Finest Blended	acetaldehído	2.2255	2.1710	2.2251	2.2072	si cumple	si cumple
	acetato de etilo	1.1596	1.1637	1.1406	1.1547	si cumple	si cumple
Ballantines "12"	acetato de etilo	0.8517	0.8863	0.8533	0.8638	si cumple	si cumple
Buchanan's "12"	acetato de etilo	0.7927	0.7847	0.7917	0.7897	si cumple	si cumple
Glenfiddich	acetato de etilo	1.8396	1.7996	1.8389	1.8260	si cumple	si cumple
Crown Royal (Profr. Rene)	acetato de etilo	1.6271	1.6782	1.6638	1.6564	si cumple	si cumple
Jack Daniels (Bar)	acetato de etilo	1.4908	1.4698	1.4171	1.4592	si cumple	si cumple
Jhonnie Walker Blue Label	acetato de etilo	1.0234	1.0396	1.0587	1.0406	si cumple	si cumple

**TABLA 8A.** Relación de áreas de los alcoholes superiores para cada sistema.

	<b>Sistema</b>	<b>Aa/As.i.1</b>	<b>Aa/As.i.2</b>	<b>Aa/As.i.3</b>
<b>n-propanol</b>	1	0.1748	0.1738	0.1824
<b>isobutanol</b>	1	0.0725	0.0754	0.0614
<b>isoamilico</b>	1	0.3705	0.3944	0.4048
<b>n-propanol</b>	2	0.2175	0.2161	0.2415
<b>isobutanol</b>	2	0.1352	0.1389	0.1314
<b>isoamilico</b>	2	0.4638	0.4807	0.4717
<b>n-propanol</b>	3	0.3597	0.3362	0.3465
<b>isobutanol</b>	3	0.1610	0.1669	0.1634
<b>isoamilico</b>	3	0.5563	0.5604	0.5755
<b>n-propanol</b>	4	0.3983	0.4122	0.4149
<b>isobutanol</b>	4	0.1971	0.1914	0.1869
<b>isoamilico</b>	4	0.6895	0.6719	0.6906
<b>n-propanol</b>	5	0.4419	0.4701	0.4806
<b>isobutanol</b>	5	0.2217	0.2212	0.2244
<b>isoamilico</b>	5	0.7815	0.7410	0.7425
<b>n-propanol</b>	6	0.6019	0.5913	0.5770
<b>isobutanol</b>	6	0.2538	0.2555	0.2547
<b>isoamilico</b>	6	0.8366	0.7926	0.8229

**TABLA 9A.** Datos de áreas obtenidas de los cromatogramas para realizar la curva de calibración de los alcoholes superiores

Alcohol	Sistema	Área <sub>1</sub>	Tiempo <sub>1</sub> (min)	Area <sub>2</sub>	Tiempo <sub>2</sub> (min)	Area <sub>3</sub>	Tiempo <sub>3</sub> (min)
n-propanol	1	110.5415	12.966	111.959	12.833	158.466	12.933
isobutanol	1	45.8279	10.64	48.5753	10.43	53.3793	10.86
isoamílico	1	234.272	17.3	254.09	17.1	351.7965	17.216
S.I.	1	632.34	15.85	644.3095	15.65	868.9875	15.783
n-propanol	2	192.1845	12.8	141.0495	13.183	166.969	13.066
isobutanol	2	119.447	10.65	90.6524	11.083	90.8516	10.99
isoamílico	2	409.763	17.116	313.735	17.45	326.078	17.316
S.I.	2	883.518	15.683	652.643	16.033	691.258	15.883
n-propanol	3	257.1715	13.116	179.4815	13.033	273.1575	13.083
isobutanol	3	115.133	10.912	89.133	10.946	128.82	10.966
isoamílico	3	397.692	17.4	299.189	17.283	453.731	17.333
S.I.	3	714.917	15.95	533.899	15.8	788.398	15.9
n-propanol	4	269.053	13.116	286.219	13.183	250.099	13.05
isobutanol	4	133.131		132.865	11.066	112.669	10.9
isoamílico	4	465.802	17.5	466.5365	17.433	416.284	17.283
S.I.	4	675.556	16.033	694.308	16	602.789	15.833
n-propanol	5	303.0515	12.733	403.484	12.983	383.3255	13.016
isobutanol	5	152.036	10.843	189.816	10.833	179.0175	10.883
isoamílico	5	535.937	17.183	635.9555	17.266	592.245	17.3
S.I.	5	685.739	15.7	858.225	15.833	797.645	15.866
n-propanol	6	403.572	12.933	281.517	12.966	402.051	12.983
isobutanol	6	170.143	10.84	121.643	10.85	177.4905	10.85
isoamílico	6	560.948	17.282	377.354	17.216	573.393	17.216
S.I.	6	670.494	15.85	476.0805	15.716	696.821	15.783

**TABLA 10A.** Áreas obtenidas de las muestras problemas diluidas.

Whisky	Alcohol	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	A <sub>1</sub> /As.i. <sub>1</sub>	A <sub>2</sub> /As.i. <sub>2</sub>	A <sub>3</sub> /As.i. <sub>3</sub>	Desviación
<b>James Martin's</b>	n-propanol	312.8740	188.5705	219.3975	0.5387	0.2671	0.3513	0.1195
	isobutanol	117.0820	142.6250	126.5705	0.2016	0.2020	0.2027	0.0006
	isoamílico	107.9110		62.4967	0.1858		0.1001	0.0548
	S.I.	580.8475	706.0760	624.5135	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Passport</b>	n-propanol	62.9318	372.7530	63.3000	0.1176	0.5032	0.1164	0.2230
	isobutanol	83.2155	115.4800	85.0330	0.1556	0.1559	0.1563	0.0004
	isoamílico	111.7640	154.9555	114.2915	0.2089	0.2092	0.2101	0.0006
	S.I.	534.9470	740.7695	543.8920	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Grand Old Parr</b>	n-propanol		60.1823	76.2135		0.0995	0.1144	0.0105
	isobutanol	88.4447	95.2950	105.3740	0.1580	0.1576	0.1581	0.0003
	isoamílico	161.2275	116.5310	121.9268	0.2881	0.1927	0.1830	0.0581
	S.I.	559.6437	604.7337	666.3075	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Grand Old Parr (Añejo)</b>	n-propanol	55.3315	61.0235	55.5363	0.1369	0.1346	0.0833	0.0303
	isobutanol	95.1790	106.5060	156.3480	0.2355	0.2349	0.2346	0.0004
	isoamílico	176.2020	108.8963	92.3640	0.4359	0.2401	0.1386	0.1511
	S.I.	404.2135	453.4870	384.8363	1.0000	1.0000	0.5776	0.2439
<b>Buchanan's de Luxe</b>	n-propanol	48.6870	79.9748	54.9293	0.1215	0.1340	0.1338	0.0071
	isobutanol	74.8685	111.6993	76.9375	0.1869	0.1872	0.1874	0.0003
	isoamílico	63.0315	105.6880	75.9355	0.1574	0.1771	0.1850	0.0142
	S.I.	400.5600	596.6675	410.4705	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Chivas Reagal</b>	n-propanol	91.0678	100.9665	66.6000	0.1811	0.1840	0.1929	0.0062
	isobutanol	97.1158	105.9375	66.8915	0.1931	0.1930	0.1937	0.0004
	isoamílico	127.0465	140.9810	94.2335	0.2526	0.2569	0.2729	0.0107
	S.I.	502.8885	548.7568	345.2505	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>J&amp;B escoces</b>	n-propanol	98.0840	74.8830	99.1646	0.1427	0.1456	0.1439	0.0014
	isobutanol	108.1575	80.9970	108.2094	0.1574	0.1574	0.1570	0.0002
	isoamílico	146.7345	112.1823	147.1640	0.2135	0.2181	0.2135	0.0026

Continuación de tabla 10A

	S.I.	687.3508	514.4752	689.1464	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Buchanan's 18</b>	n-propanol	148.1610	128.9130	98.1640	0.2698	0.2305	0.1975	0.0362
	isobutanol	103.1620	105.1640	93.4342	0.1879	0.1881	0.1879	0.0001
	isoamílico	220.1610	224.1334	199.4643	0.4009	0.4008	0.4012	0.0002
	S.I.	549.1313	559.1640	497.1343	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Jhonnie Walker Green Label</b>	n-propanol	174.4210	209.0110	179.3865	0.3542	0.3922	0.3645	0.0196
	isobutanol	125.8225	134.6760	127.6170	0.2555	0.2527	0.2593	0.0033
	isoamílico	228.0573	247.8932	228.3245	0.4632	0.4651	0.4640	0.0010
	S.I.	492.3760	532.9620	492.1205	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Jhonnie Walker Black Label</b>	n-propanol	130.0960	131.6460	246.7385	0.3288	0.3315	0.4212	0.0526
	isobutanol	83.9490	84.1471	124.4973	0.2122	0.2119	0.2125	0.0003
	isoamílico	95.5495	96.1342	149.4725	0.2415	0.2421	0.2552	0.0077
	S.I.	395.6720	397.1346	585.7530	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Jack Daniels</b>	n-propanol		28.5610	20.9558		0.0367	0.0364	0.0002
	isobutanol	113.7235	178.8605	131.9075	0.2290	0.2296	0.2289	0.0004
	isoamílico	265.5695	415.8565	309.1340	0.5347	0.5337	0.5364	0.0013
	S.I.	496.7150	779.1327	576.3565	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Label 5 Finest Blended</b>	n-propanol	41.2620	59.1440	73.5395	0.0888	0.1219	0.1172	0.0179
	isobutanol	71.9930	75.0425	97.3265	0.1549	0.1546	0.1552	0.0003
	isoamílico	65.6295	69.1425	91.4348	0.1412	0.1425	0.1458	0.0023
	S.I.	464.6358	485.3270	627.2485	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Inver House Green Plaid</b>	n-propanol	71.6538	86.7070	87.2180	0.1585	0.1588	0.1601	0.0009
	isobutanol	73.2555	88.0688	88.1015	0.1620	0.1612	0.1617	0.0004
	isoamílico	72.3450	87.8390	90.8142	0.1600	0.1608	0.1667	0.0037
	S.I.	452.2105	546.1825	544.7280	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Ballantines "12"</b>	n-propanol	72.9562	84.1977	100.9275	0.1644	0.1602	0.1658	0.0029
	isobutanol	94.0430	111.7368	129.0805	0.2119	0.2127	0.2121	0.0004
	isoamílico	103.5250	123.2480	142.6913	0.2333	0.2346	0.2344	0.0007
	S.I.	443.7435	525.4170	608.6595	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Buchanan's "12"</b>	n-propanol	120.6145	77.0150	115.7975	0.1865	0.1914	0.2344	0.0264
	isobutanol	111.3485	69.8990	85.5750	0.1722	0.1737	0.1733	0.0008

Continuación de tabla 10A

	isoamílico	149.0715	94.8585	129.3742	0.2305	0.2357	0.2619	0.0168
	S.I.	646.7047	402.4195	493.9365	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Glen Morangie</b>	n-propanol	34.8885	70.7495	62.0690	0.1211	0.1494	0.1499	0.0165
	isobutanol	54.4220	89.4772	78.2120	0.1888	0.1889	0.1889	0.0000
	isoamílico	146.6465	241.2555	212.1023	0.5088	0.5093	0.5122	0.0018
	S.I.	288.1950	473.6735	414.1330	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Glenfiddich</b>	n-propanol	107.4313	64.6620	100.5933	0.1426	0.1386	0.1469	0.0041
	isobutanol	141.4115	87.2340	127.8790	0.1877	0.1870	0.1867	0.0005
	isoamílico	363.7808	221.7335	330.8378	0.4829	0.4752	0.4830	0.0045
	S.I.	753.2985	466.5705	684.9775	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>The famous Grouse</b>	n-propanol	145.0888	100.7125	76.4548	0.2060	0.1899	0.1832	0.0117
	isobutanol	119.0645	90.1070	70.7120	0.1690	0.1699	0.1695	0.0004
	isoamílico	115.3280	90.5727	69.9848	0.1637	0.1708	0.1677	0.0035
	S.I.	704.3715	530.4000	417.2895	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Jack Daniels (Bar)</b>	n-propanol	97.9735	90.9387	112.7505	0.1356	0.1360	0.1288	0.0041
	isobutanol	180.4973	167.1750	218.2048	0.2499	0.2501	0.2492	0.0004
	isoamílico	378.9223	350.7415	460.3080	0.5246	0.5246	0.5258	0.0007
	S.I.	722.3397	668.5290	875.4803	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Jhonnie Walker (Red Label)</b>	n-propanol	46.2045	80.0920	345.8315	0.0933	0.1031	0.5216	0.2445
	isobutanol	60.9275	99.2275	83.0650	0.1231	0.1277	0.1253	0.0023
	isoamílico	75.8960	125.5190	201.9500	0.1533	0.1615	0.3046	0.0851
	S.I.	495.0395	777.0125	663.0110	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000
<b>Jhonnie Walker Blue Label</b>	n-propanol	105.1230	107.2310	98.1641	0.1863	0.1894	0.1788	0.0055
	isobutanol	125.2464	125.7310	122.1600	0.2220	0.2221	0.2225	0.0002
	isoamílico	266.1313	267.1310	259.4360	0.4718	0.4718	0.4724	0.0004
	S.I.	564.1313	566.1600	549.1330	1.0000	1.0000	1.0000	0.0000



**TABLA 11A.-** Áreas para obtener la curva de calibración de etanol.

<b>Alcohol</b>	<b>Sistema</b>	<b>Area<sub>1</sub></b>	<b>Tiempo<sub>1</sub> (min)</b>	<b>Area<sub>2</sub></b>	<b>Tiempo<sub>2</sub> (min)</b>	<b>Area<sub>3</sub></b>	<b>Tiempo<sub>3</sub> (min)</b>
etanol	1	3088.6875	5.791	16289.282	5.808	2546.4958	5.75
acetonitrilo	1	12054.2285	7.625	64692.0005	7.641	10267.5675	7.55
etanol	2	6149.158	5.808	4378.5338	5.85	8360.5727	5.758
acetonitrilo	2	10992.3688	7.65	7905.668	7.733	15045.1375	7.616
etanol	3	7637.604	5.85	395.052	5.85	7639.1361	5.85
acetonitrilo	3	9559.8108	7.708	496.538	7.708	9621.131	7.708
etanol	4	12446.2273	5.8	15956.9605	5.808	12350.9853	5.816
acetonitrilo	4	12106.9208	7.658	15517.2155	7.666	11973.1058	7.675
etanol	5	19099.887	5.741	14469.3165	5.791	22391.7808	5.883
acetonitrilo	5	14708.1645	7.583	11159.549	7.633	17262.7005	7.691

**TABLA 12A.-** Áreas obtenidas para la curva de calibración de los compuestos más volátiles.

<b>Alcohol</b>	<b>Sistema</b>	<b>Area<sub>1</sub></b>	<b>Tiempo<sub>1</sub> (min)</b>	<b>Area<sub>2</sub></b>	<b>Tiempo<sub>2</sub> (min)</b>	<b>Area<sub>3</sub></b>	<b>Tiempo<sub>3</sub> (min)</b>
<b>Acetaldehído</b>	1	38.836	3.416	46.1305	3.458	51.8595	3.458
<b>acetato de etilo</b>	1	29.1183	4.733	34.7695	4.741	39.5212	4.75
<b>metanol</b>	1	38.146	5.133	44.5532	5.108	49.7915	5.116
<b>s.i.</b>	1	137.9955	16.166	165.8285	14.225	182.604	14.233
<b>Acetaldehído</b>	2	44.946	3.45	48.9215	3.45	55.5465	3.433
<b>acetato de etilo</b>	2	42.3685	4.766	46.1695	4.75	47.4755	4.725
<b>metanol</b>	2	48.513	5.15	50.4485	5.116	54.1797	5.058
<b>s.i.</b>	2	123.5795	14.383	132.7395	14.283	147.0943	14.2
<b>Acetaldehído</b>	3	72.3985	3.45	71.9018	3.408	62.428	3.433
<b>acetato de etilo</b>	3	65.239	4.733	56.9945	4.758	58.5165	4.766
<b>metanol</b>	3	77.135	5.091	64.7725	5.125	65.523	5.141
<b>s.i.</b>	3	161.3965	14.2636	135.595	14.3	128.3375	14.341
<b>Acetaldehído</b>	4	124.6845	3.458	107.436	3.441	105.5275	3.45
<b>acetato de etilo</b>	4	85.6268	4.783	85.224	4.725	75.4575	4.741
<b>metanol</b>	4	117.058	5.158	99.5438	5.058	98.7705	5.066
<b>s.i.</b>	4	161.888	14.341	159.989	14.133	143.5532	14.158
<b>Acetaldehído</b>	5	149.872	3.454	156.762	3.432	145.762	3.413
<b>acetato de etilo</b>	5	125.813	4.763	129.561	4.766	120.345	4.788
<b>metanol</b>	5	144.763	5.122	150.351	5.098	138.945	5.133
<b>s.i.</b>	5	195.321	14.235	202.321	14.191	186.982	14.174
<b>Acetaldehído</b>	6	124.4435	3.425	112.8863	3.441	303.3525	3.433
<b>acetato de etilo</b>	6	97.1077	4.75	89.9827	4.791	292.3685	4.725
<b>metanol</b>	6	120.4713	5.091	107.799	5.166	292.59	5.058
<b>s.i.</b>	6	147.9175	14.366	118.1873	14.575	322.691	14.175