

# Análisis de algunos alcoholes, aldehídos y ésteres en bebidas alcohólicas destiladas con el cromatógrafo de gases Agilent 8860

## Autor

Youjuan Zhang  
Agilent Technologies  
(Shanghái) Co. Ltd. Shanghái  
200131 R. P. China

## Resumen

El sistema GC Agilent 8860 configurado con un detector de ionización de llama (FID) proporciona una elevada sensibilidad, buena linealidad y estabilidad para el análisis de alcoholes, aldehídos, ácidos orgánicos y ésteres en bebidas alcohólicas destiladas. El comportamiento altamente inerte de la columna garantiza excelentes formas de pico para la mayoría de los compuestos.

## Introducción

Las bebidas alcohólicas destiladas constituyen una mezcla compleja de cientos de compuestos aromáticos en una matriz de etanol-agua, que incluye alcoholes, aldehídos, ácidos orgánicos y ésteres. La proporción de estos ingredientes traza determina el aroma y la calidad del licor. Es muy importante que los fabricantes monitoricen y analicen los compuestos aromáticos que se originan a partir de las materias primas originales y los posteriores procesos de maceración, fermentación y destilación.

El licor chino es una bebida alcohólica famosa en todo el mundo por su fuerte aroma y su prolongado regusto. Según el tipo de aroma, el licor chino se puede dividir en Maotai, Luzhou, Fen y aromas de arroz, entre otros. Durante mucho tiempo, la investigación sobre el licor se centró principalmente en la evolución de los microorganismos y en la formación de sustancias aromáticas durante la fermentación. También se analizó la influencia de los principales componentes aromáticos como los ésteres, ácidos, alcoholes y aldehídos del estilo típico del licor. La concentración y proporción del acetato de etilo, lactato de etilo y hexanoato de etilo juegan un papel decisivo en el aroma del licor. Por el bien de la salud de los bebedores, la concentración de metanol, alcohol isobutílico y alcohol isoamílico debe ser estrictamente controlada en el proceso de producción del licor. En esta nota de aplicación, se han inyectado algunas muestras reales en el sistema GC Agilent 8860 y se han analizado algunos tipos de aromas de licor. También se analizaron cuantitativamente los 10 compuestos más comunes del licor.

## Experimento

Los análisis se realizaron utilizando un GC 8860 equipado con un FID. La introducción de muestras se realizó utilizando un inyector automático de líquidos Agilent Serie 7693A con una jeringa de 5 µl. En la Tabla 1 se muestran los instrumentos y las condiciones utilizadas.

### Preparación de muestras

Se prepararon soluciones madre de patrón mezclado mediante la adición de cantidades definidas de cada compuesto patrón con una jeringa de un microlitro. Se preparó una solución madre de 10 compuestos, cada uno con una concentración de 1.000 µg/ml, en una solución 60:40 etanol:agua (v/v).

Para alcanzar los niveles requeridos, se prepararon seis viales en cada nivel de calibración mediante la adición de cantidades variables de solución madre en disolución acuosa de etanol. Los patrones de calibración se prepararon a concentraciones estándar de 10, 30, 50, 100, 500 y 1.000 µg/ml. En cada nivel de calibración se marcó un patrón interno (IS), correspondiente a una concentración de IS de 440 µg/ml.

Las muestras de bebidas alcohólicas se obtuvieron localmente de proveedores minoristas en China y se introdujeron en el CG como muestras limpias.

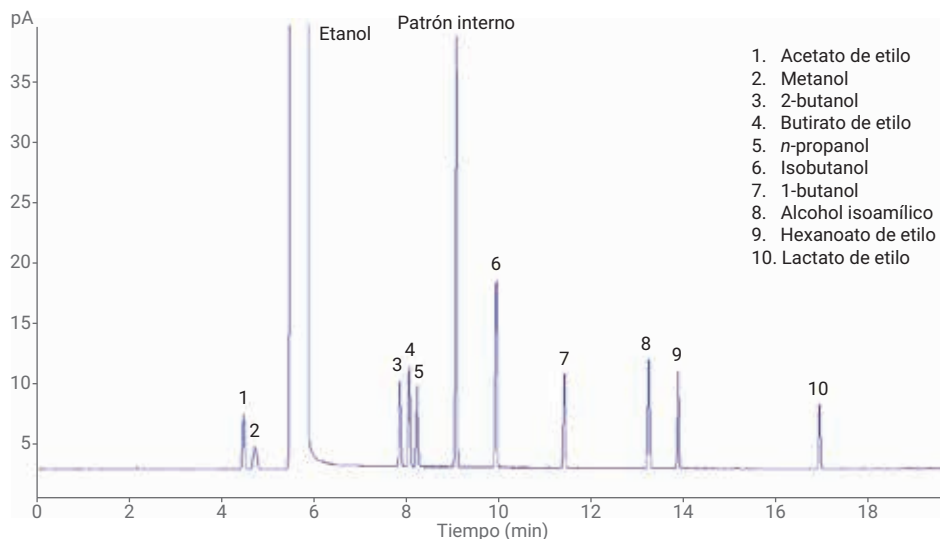
**Tabla 1.** Columna Agilent J&W DB-FATWAX UI para condiciones de método de bebidas alcohólicas.

Parámetro	Valor
Sistema GC	GC/FID 8860
Inyector	Split/splitless, 250 °C, relación de split 30:1 Liner: Ultrainerite (ref. 5190-2295)
Columna	J&W DB-FATWAX ultrainerite, 30 m × 0,25 mm, 0,25 µm (ref. G3903-63008)
Gas portador	Helio, a un flujo constante de 1 ml/min
Horno	40 °C (4 minutos), después 5 °C/min hasta 100 °C, después 10 °C/min hasta 200 °C (10 minutos)
FID	250 °C, hidrógeno: 30 ml/min, aire: 300 ml/min gas auxiliar (N <sub>2</sub> ): 25 ml/min
Inyección	0,5 µl

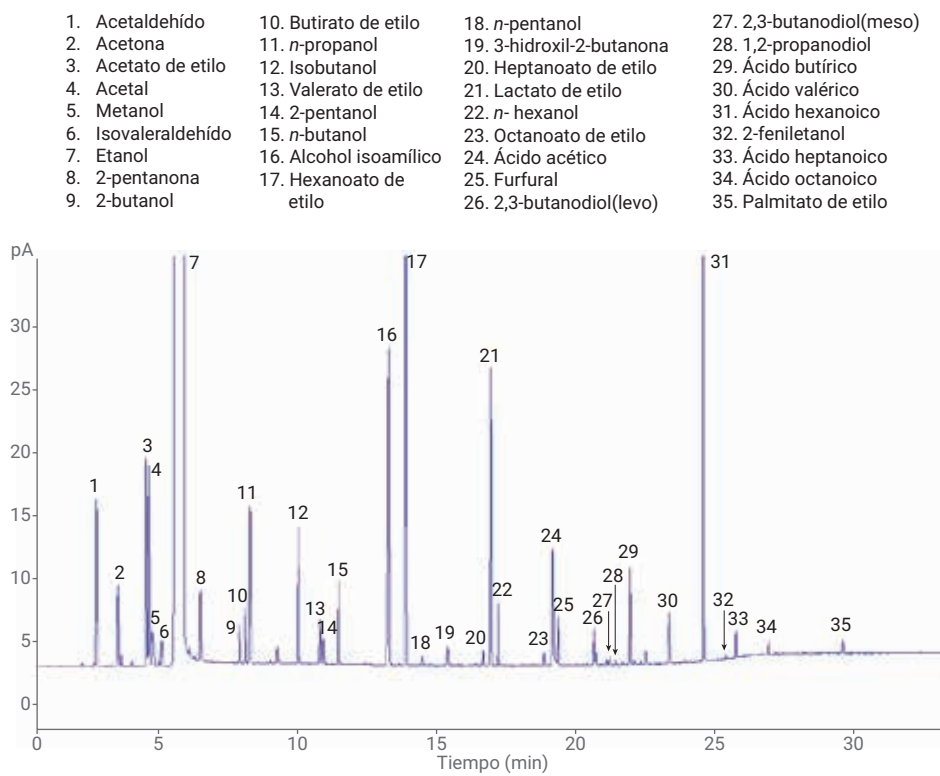
## Resultados y comentarios

Para desarrollar un método fiable de monitorización de sustancias aromáticas en bebidas alcohólicas destiladas, se utilizó un GC 8860 configurado con inyección automática y un FID. La Figura 1 muestra un cromatograma típico adquirido por el sistema con los 10 compuestos patrón y un patrón interno a una concentración de 100 µg/ml.

Las Figuras 2, 3 y 4 son ejemplos de cromatogramas que presentan los mapas de distribución de algunos de los componentes mayoritarios que se encontraron en los diferentes sabores de las muestras de licor chino. El sistema muestra una gran resolución y forma de pico para todos los alcoholes, aldehídos, ácidos orgánicos y ésteres. Como se muestra en la Figura 2, el acetato de etilo, el acetaldehído y el metanol se separaron por línea base. El metanol es fuertemente polar y propenso a la formación de colas de pico, pero en este método se obtuvo una forma de pico aguda y simétrica.



**Figura 1.** Cromatograma GC/FID de 10 compuestos diana (100 µg/ml) con una columna J&W DB-FATWAX Ultrainterte.



**Figura 2.** Cromatograma GC/FID de una muestra de licor chino con aroma de Luzhou.

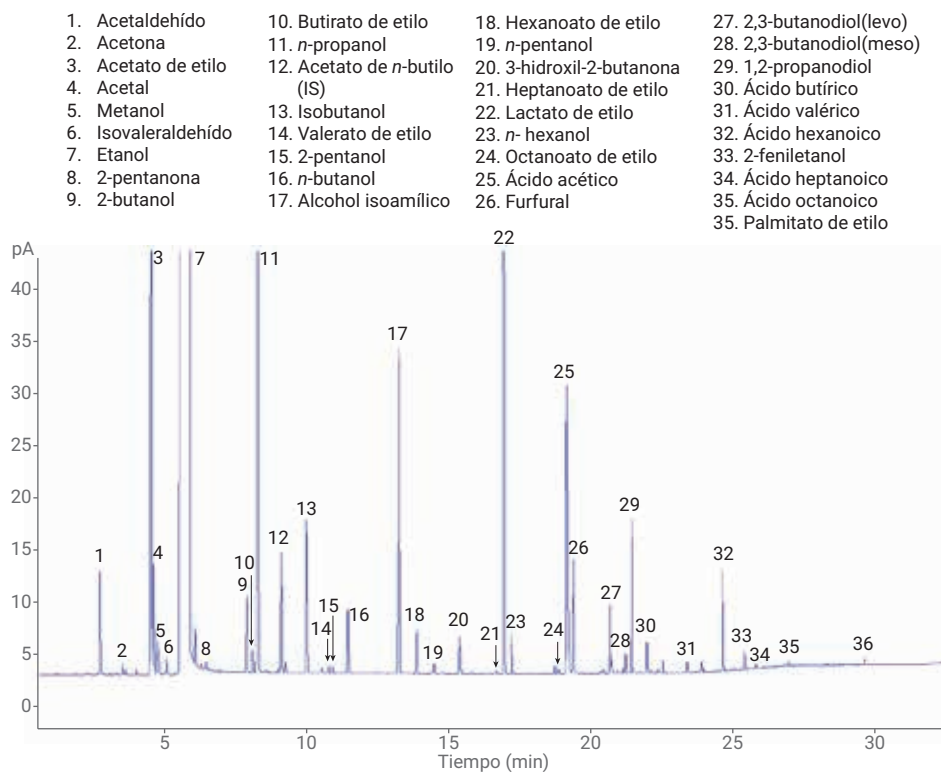


Figura 3. Cromatograma GC/FID de una muestra de licor chino con aroma de Maotai.

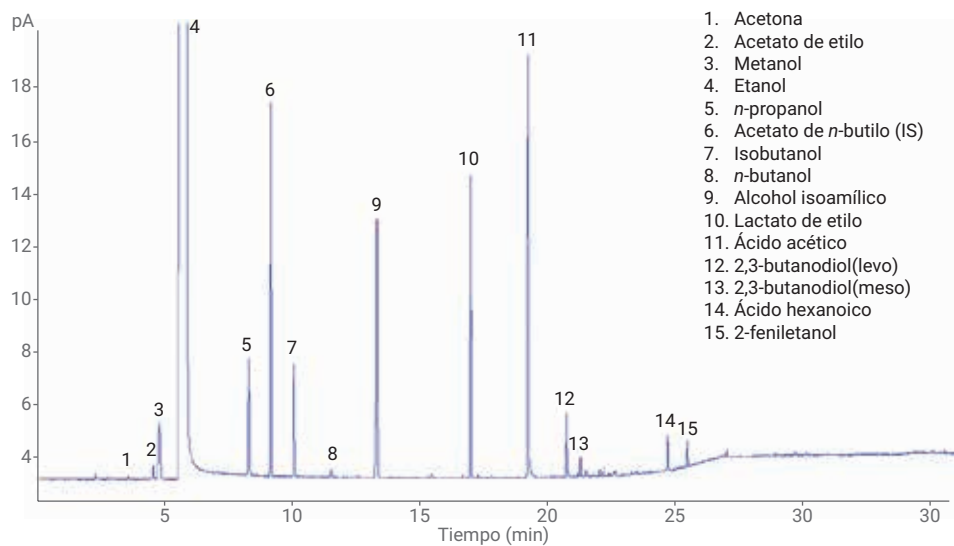
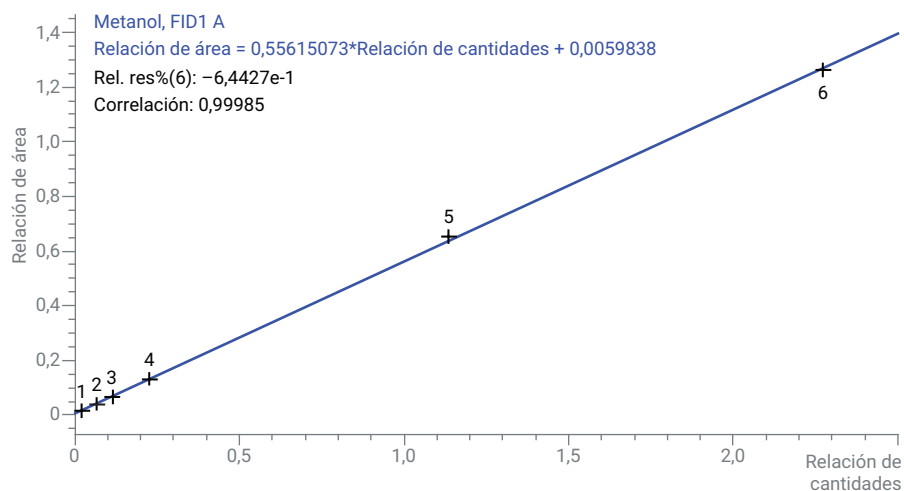


Figura 4. Cromatograma GC/FID de una muestra de licor chino con aroma de Fen.

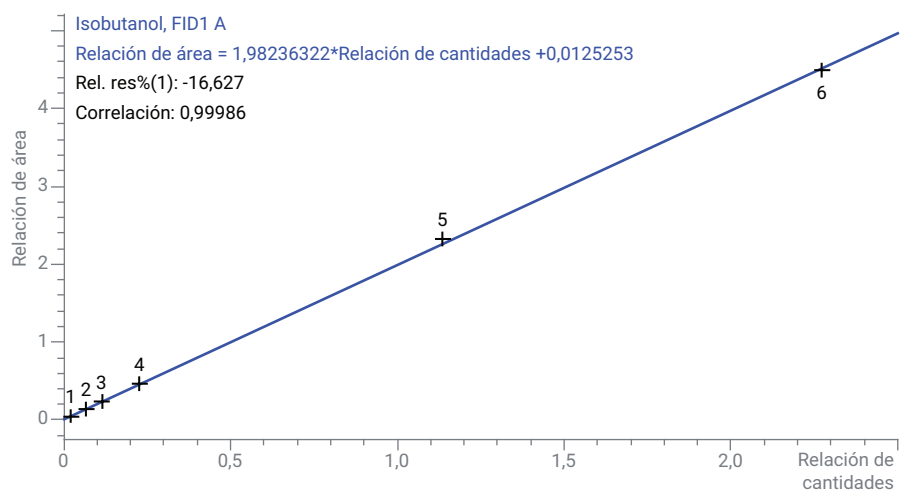
Los coeficientes de correlación ( $R^2$ ) para los 10 compuestos fueron  $\geq 0,9992$  para el rango de 10 a 1.000  $\mu\text{g/ml}$ . En la Tabla 2 se muestra información detallada sobre la calibración y en las Figuras 5, 6 y 7 se muestran las curvas de calibración del metanol, el isobutanol y el lactato de etilo.

**Tabla 2.**  $R^2$ , DER y LOD para 10 compuestos diana.

Nombre	TR	$R^2$	DER (n = 6)		
			100 $\mu\text{g/ml}$	Licor chino	MDL ( $\mu\text{g/ml}$ )
Acetato de etilo	4,51	0,9992	3	2,8	3
Metanol	4,75	0,9998	1,3	1,2	5
2-butanol	7,88	0,9998	1,3	1,4	2
Butirato de etilo	8,09	0,9995	2,5	2,2	2
n-propanol	8,26	0,9998	1,1	1,1	2
Isobutanol	9,96	0,9998	1,1	1,2	2
1-butanol	11,43	0,9998	1,4	1,2	2
Alcohol isoamílico	13,25	0,9998	1,2	1,3	2
Hexanoato de etilo	13,88	0,9998	1,6	1,1	2
Lactato de etilo	16,93	0,9999	1,1	1,2	3



**Figura 5.** Curva de calibración de metanol ( $R^2 = 0,99985$ ).



**Figura 6.** Curva de calibración de isobutanol ( $R^2 = 0,99986$ ).

Para verificar la integridad del sistema, se determinó la reproducibilidad. Se realizaron pruebas de reproducibilidad tanto en la muestra patrón como en la real. En la Tabla 2 se muestra que para la mayoría de los compuestos, el porcentaje de DER del área está muy por debajo del 3 %. La Figura 8 es una superposición de seis réplicas de las inyecciones de licor chino. Como ilustra la figura, el tiempo de retención y la estabilidad del área fueron excelentes.

Se utilizó la relación señal-ruido (S/N) para el cálculo del límite de detección del método (MDL). Se utilizó una concentración de 5 µg/ml de solución de patrones para someter a prueba el MDL; en la Tabla 2 se muestran los valores de todos los compuestos. Para todos los compuestos, los MDL fueron ≤5 µg/ml.

## Conclusión

En esta nota de aplicación, el GC 8860 configurado con inyección automática y un FID proporciona una solución fiable y económica para el análisis de alcoholes, aldehídos, ácidos orgánicos y ésteres en licores. El control EPC y la columna J&W DB-FATWAX UI proporcionan una excelente forma de pico, resolución y gran reproducibilidad.

## Referencias

1. Kenneth L.; Zhou, Y. Análisis de bebidas alcohólicas destiladas con una columna capilar GC Agilent J&W DB-WAX Ultrainterte, *Nota de aplicación de Agilent Technologies*, número de publicación 5991-6638ES, **2016**.
2. Cai, X. Y.; Yin, J. J.; Hu, G. D. Determination of Minor Flavor Components in Chinese Spirits by Direct Injection Technique with Capillary Columns. *Chin. J. Chromatogr.* **1997**, 15(5).

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Impreso en EE. UU., 2 de enero de 2019  
5994-0490ES

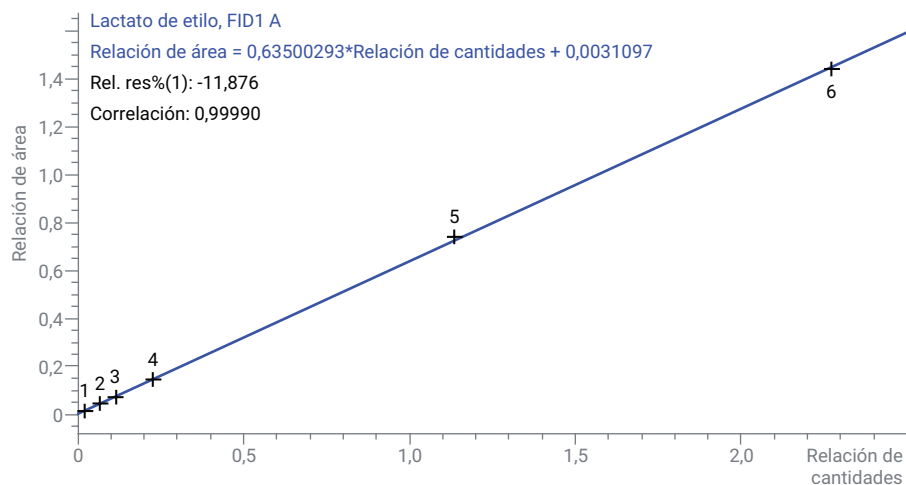


Figura 7. Curva de calibración de lactato de etilo (R<sup>2</sup> = 0,99985).

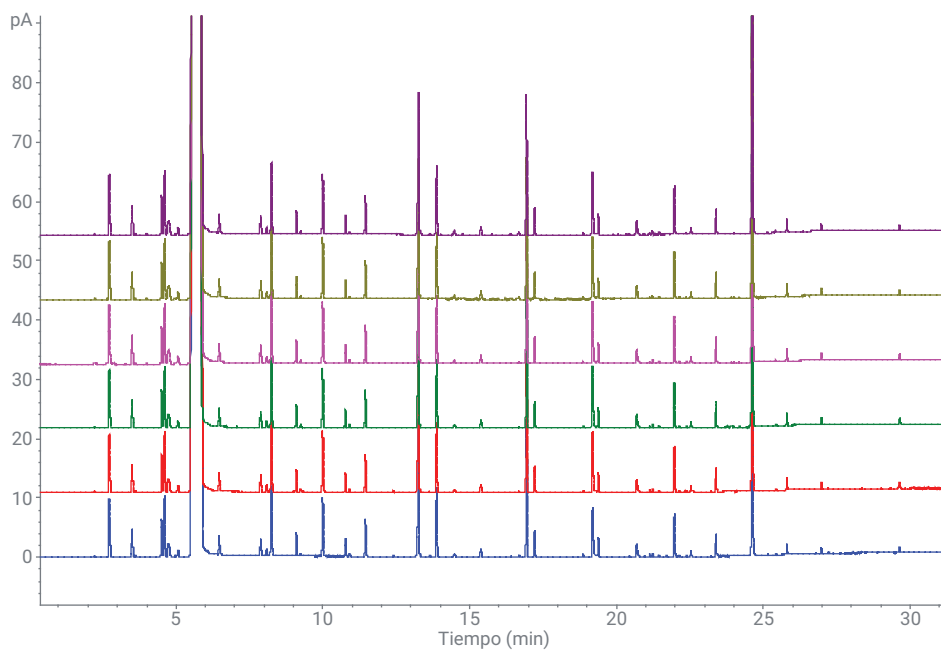


Figura 8. Cromatogramas GC/FID superpuestos de seis inyecciones repetidas del mismo licor chino.