

Estudio comparativo de la determinación de alcohol etílico en bebidas alcohólicas destiladas por los métodos oficiales y el método de espectroscopia en la región espectral del infrarrojo cercano

por ARMANDO ANTONIO SALINAS SANCHEZ

Fecha de entrega: 26-may-2025 08:37a.m. (UTC-0500)

Identificador de la entrega: 2685321955

Nombre del archivo: ARSALINAS_TESIS-ok.pdf (5.55M)

Total de palabras: 34229

Total de caracteres: 189240

5

Universidad Católica de Santa María

Escuela de Postgrado

Programa Especial de Postgrado Doctoral



**Estudio comparativo de la determinación de alcohol etílico en bebidas
alcohólicas destiladas por los métodos oficiales y el método de
espectroscopia en la región espectral del infrarrojo cercano**

Tesis presentada por el Magíster:

Salinas Sanchez, Armando Antonio

ORCID: 0000-0002-9840-0920

para optar el Grado Académico de Doctor en Ciencias Naturales: Ingeniería Química

Asesor:

Dr. Cárdenas García, Jaime Dante

ORCID: 0000-0003-2405-4954

Arequipa – Perú

2025

UCSM-ERP

UNIVERSIDAD CATÓLICA DE SANTA MARÍA
ESCUELA DE POSTGRADO
DICTAMEN APROBACIÓN DE BORRADOR DE TESIS

Arequipa, 02 de Febrero del 2025

Dictamen: 011860-C-EPG-2025

Visto el borrador de Tesis del expediente 011860, presentado por:

1991602011 - SALINAS SANCHEZ ARMANDO ANTONIO

Titulado:

**ESTUDIO COMPARATIVO DE LA DETERMINACIÓN DE ALCOHOL ETÍLICO EN BEBIDAS
ALCOHÓLICAS DESTILADAS POR LOS MÉTODOS OFICIALES Y EL MÉTODO DE
ESPECTROSCOPIA EN LA REGIÓN ESPECTRAL DEL INFRARROJO CERCANO**

Nuestro dictamen es:

APROBADO

29228284 - DAVILA DEL CARPIO GONZALO HERMILIO
DICTAMINADOR



29440909 - MOLINA RODRIGUEZ FREDY NICOLAS
DICTAMINADOR



29705901 - GOMEZ VALDEZ BADHIN
DICTAMINADOR



29247630 - CORZO SALAS DE VALDIVIA ANGELICA MAGDALENA
DICTAMINADOR



29366739 - JIMENEZ PACHECO HUGO GUILLERMO
DICTAMINADOR



EPÍGRAFE

La química es necesariamente una Ciencia experimental: las conclusiones se extraen de datos y sus principios son apoyados por la Evidencia de los hechos.

Michael Faraday

Ninguna investigación humana puede ser denominada ciencia si no pasa a través de pruebas matemáticas.

Leonardo de Vinci

ÍNDICE

EPÍGRAFE

RESUMEN

ABSTRACT

INTRODUCCIÓN 1

CAPÍTULO I..... 3

1. MARCO TEÓRICO..... 3

1.1 Obtención del Pisco 3

1.1.1 Algoritmo de la investigación 3

1.1.2 Definición de Pisco 5

1.1.3 Historia del Pisco 5

1.1.4 Zonas pisqueras 6

1.1.5 Materia prima 9

1.1.5.1 Uva..... 9

1.1.6 Elaboración de Piscos..... 10

1.1.6.1 Vendimia 12

1.1.6.2 Recepción 12

1.1.6.3 Despabilado o estrujado 12

1.1.6.4 Encubado 13

1.1.6.5 Escurrido y Prensado 14

1.1.6.6 Fermentación Alcohólica 14

1.1.6.7 Desborde 15

1.1.6.8 Vino Base 15

1.1.6.9 Destilación 16

1.1.6.10 Envasado..... 18

1.1.7	Tipos de Pisos	20
1.1.7.1	Pisco Puro	21
1.1.8	Calidad del Pisco	22
1.1.8.1	Propiedades organolépticas	23
1.1.8.2	Propiedades fisicoquímicas	24
1.2	Etolol	25
1.2.1	Unidad de medida del etanol	25
1.2.2	Propiedades físicas	26
1.2.3	Propiedades Químicas	27
1.2.3.1	Deshidratación	27
1.2.3.2	Oxidación	27
1.2.3.3	Combustión	27
1.2.3.4	Cloración	27
1.2.4	Obtención de etanol	27
1.2.5	Usos del etanol	28
1.2.6	Tipos de alcohol	28
CAPÍTULO II		29
2.	RESULTADOS Y DISCUSIONES	29
2.1	Técnicas de análisis	29
2.1.1	Método determinación del porcentaje de alcohol en volumen en la escala Gay-Lussac (Método del alcoholímetro)	29
2.1.2	Método oficial de determinación del grado Alcohólico Volumétrico Método por Picnometría (Norma Técnica Peruana NTP 210.003)	31
2.1.3	Método por Espectroscopia del Infrarrojo Cercano IRC	36
2.2	Muestras de Bebidas Alcohólicas Destiladas	38

2.3	Mediciones Experimentales por el Método del Alcoholímetro	38
2.4	Mediciones experimental de etanol por el Método del Picnómetro	40
2.5	Medición Experimental de Etanol por el Método Espectrofotométrico del IRC	41
2.5.1	Selección de modo básico de trabajo en el Espectrofotometro Computarizado	
	Shimadzu	41
2.5.1.1	Inicio	41
2.5.1.2	Menú Modo Básico.....	41
2.5.1.3	Ajuste de Parámetros Analíticos	42
2.5.1.4	Ajustes de Parámetros para la determinación de la Longitud de	
	Onda Analítica	44
2.5.1.5	Ajustes de Parámetros para la medición de las muestras	45
2.5.1.6	Preparación de las Soluciones Patrones de Etanol Absoluto.	45
2.6	Medición de las soluciones patrones de etanol.....	46
2.6.1	Obtención del Espectro de Absorción del Etanol.....	47
2.6.2	Obtención de la Curva de Calibración	49
2.7	Medición de la muestra de bebidas Alcohólicas destiladas por el Método	
	Espectrofotométrico en el IRC	52
2.8	Cuadro comparativo de medición de etanol en los piscos con los diferentes métodos	
	analíticos en estudio.....	53
2.9	Cálculos del contenido de Etanol por el Método Espectrofotométrico	54
2.9.1	Porcentaje de Etanol en la Muestra tipo A, Pisco Queirolo.	54
2.9.2	Cálculos de las Concentraciones	55
2.9.3	Concentración del Analito (% Etanol)	58
2.9.4	Cálculo del Porcentaje de Etanol por Regresión Lineal.....	60
2.9.5	Porcentaje de Etanol en la Muestra Tipo B (Pisco Botija).....	63

2.9.6	Porcentaje de Etanol en la muestra tipo C (Pisco Demonio De Los Andes) ..	65
2.9.7	Porcentaje de etanol en la muestra tipo E (Tradición Majes)	69
2.9.8	Tabla resumen general de resultados medidos por los diferentes métodos de análisis	72
2.10	² Determinación de grado alcohólico Volumétrico por el Método por Picnometría	75
2.11	Validación del método analítico	77
2.11.1	Linealidad	77
2.11.2	Exactitud	79
2.11.2.1	Cálculo del error por el Método del Espectrofotometro	79
2.11.2.2	Cálculo del Error por el Método del Picnómetro	82
2.11.2.3	Cálculo del error por el Método del Alcoholímetro	83
2.11.3	Precisión	86
2.11.4	Desviación Absoluta Muestra A	87
2.11.5	Robustez	88
2.11.5.1	Rechazo de Datos	88
CAPÍTULO III		92
3.	COSTOS Y FINANCIAMIENTO	92
3.1	Generalidades	92
3.2	Costos en el Método Espectrofotométrico	92
3.3	Costos en el Método del Picnómetro	93
3.4	Costos en el Método del Alcoholímetro	94
3.5	Costos Comparativos de los métodos de análisis	94
3.6	Financiamiento	96
3.7	Tiempo de análisis	96
CONCLUSIONES		98

RECOMENDACIONES	101
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	103
ANEXOS.....	106
Anexo 1 Proyecto de Tesis	107
2.5 Etanol.....	119
2.5.1 Etimología	120
2.5.2 Tipos de Alcohol	120
2.5.3 Control de Calidad	121
2.5.4 Departamento de control de calidad.....	121
2.6 Validación del método Analítico.....	122
2.6.1 Tipos de validación	123
2.6.2 Validación de Métodos Analíticos.....	124
2.6.3 Importancia de la Validación	125
2.6.4 Plan Maestro de Validación.....	125
2.6.5 Desarrollo de un método analítico	126

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición Nutricional de la Uva	9
Tabla 2. Tipos de Pisos	21
Tabla 3. Propiedades Organolépticas del Pisco	23
Tabla 4. Propiedades Fisicoquímicas del Pisco	24
Tabla 5. Variedad de Pisos tipo Quebranta	38
Tabla 6. Porcentaje de etanol en la muestra tipo A, Pisco Santiago Quierolo Método del Alcohólimetro	39
Tabla 7. Porcentaje de Etanol en la muestra tipo B, Pisco botija Método del alcohólimetro	39
Tabla 8. Porcentaje de etanol en la muestra tipo C, pisco demonio de los andes método del alcohólimetro	39
Tabla 9. Porcentaje de etanol en la muestra tipo D, pisco cuatro gallos método del alcohólimetro	39
Tabla 10. Porcentaje de etanol en la muestra tipo E, pisco Tradición Majes método del alcohólimetro	39
Tabla 11. Grado Alcohólico Volumétrico muestra tipo A, Pisco Santiago Queirolo por el Método de la Picnometría	40
Tabla 12. Grado Alcohólico Volumétrico muestra tipo B, Pisco Botija por el Método de la Picnometría	40
Tabla 13. Grado Alcohólico volumétrico muestra tipo C, Pisco Demonio De Los Andes por el Método de la Picnometría.....	40
Tabla 14. Grado Alcohólico Volumétrico muestra tipo D, pisco Cuatro gallos por el Método de la Picnometría	40
Tabla 15. Grado Alcohólico Volumétrico muestra tipo E, Pisco majes tradición por el Método de la Picnometría	40

Tabla 16. Menú de Modo Básico.....	41
Tabla 17. Ajuste de Parámetros Analíticos	42
Tabla 18. Preparación de las soluciones patrones de etanol	45
Tabla 19. Tabulación de datos en la medición de los patrones de Etanol para obtener el espectro de absorción.....	46
Tabla 20. Resultados de la medición de las soluciones patrones etanol absoluto	49
Tabla 21. Muestra Tipo A grado alcohólico por el Método del IRC (Pisco Santiago Queirolo).....	52
Tabla 22. Muestra tipo B Grado Alcohólico por el Método del IRC (Pisco Botija)	52
Tabla 23. Muestra tipo C Grado Alcohólico por el Método del IRC (Demonio De Los Andes).....	53
Tabla 24. Muestra tipo D grado Alcohólico por el Método del IRC (Pisco Cuatro Gallos)....	53
Tabla 25. Muestra tipo E Grado Alcohólico por el Método del IRC (Tradición Majes)	53
Tabla 26. Análisis Físico-Químico De Pisco A, Santiago Queirolo	53
Tabla 27. Análisis Físico-químico de Pisco B, Pisco Botija	53
Tabla 28. Análisis Físico-químico de Pisco C, Pisco Demonio de los Andes	54
Tabla 29. Análisis Físico-químico de Pisco D, Pisco Cuatro Gallos.....	54
Tabla 30. Análisis Físico-químico de Pisco E, Pisco Tradición Majes.	54
Tabla 31. Muestra tipo A grado alcohólico (Pisco Santiago Queirolo)	54
Tabla 32. Absortividades específicas de las soluciones patrones de etanol	58
Tabla 33. Porcentaje de etanol en la muestra a (Queirolo) Método Analítico	59
Tabla 34. Resultados del porcentaje de etanol (Método de Regresión Lineal)	62
Tabla 35. Resumen de resultados medidos por Espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol pisco A (Santiago Queirolo).....	62
Tabla 36. Muestra tipo B Grado Alcohólico (Pisco Botija).....	63

Tabla 37. Resumen de resultados medidos por Espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol de Pisco B Botija	65
Tabla 38. Muestra Tipo C, Pisco Demonio De Los Andes	65
Tabla 39. Resumen de resultados medidos por espectroscopia IRC porcentaje de etanol pisco C demonio De Los Andes.....	67
Tabla 40. Muestra tipo D, Pisco Cuatro Gallos	67
Tabla 41. Resumen de resultados medidos por Espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol pisco D Cuatro Gallos	69
Tabla 42. Muestra tipo E, Pisco Majes Tradición	69
Tabla 43. Resumen de resultados medidos por espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol en Pisco E, Majes Tradición	71
Tabla 44. Resumen de resultados medidos por el método oficial del Picnómetro	72
Tabla 45. Resumen de resultados medidos por el método oficial del alcoholímetro	72
Tabla 46. Resumen de resultados medidos por el método espectrofotométrico del IRC	72
Tabla 47. Resumen de resultados medidos y calculados por espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol en Pisco E, Majes Tradición	73
Tabla 48. Resumen comparativo de resultados medidos por los diferentes métodos	73
Tabla 49. Resultados promedios de etanol en muestra A (Pisco Queirolo)	74
Tabla 50. Resumen de resultados de etanol en muestra B Pisco Botija	74
Tabla 51. Resultados promedios de etanol en muestra C Pisco Demonio De Los Andes	74
Tabla 52. Resultados promedios de etanol en muestra D de Pisco Cuatro Gallos	74
Tabla 53. Resultados promedios de etanol en muestra E Pisco Majes Tradición	74
Tabla 54. Muestra tipo a grado alcohólico por el método del alcoholímetro de Gay Lussac (Queirolo)	74

Tabla 55. Muestra tipo B Grado Alcohólico por el método del Alcoholímetro de Gay Lussac (Pisco Botija)	75
Tabla 56. Muestra tipo c grado alcohólico por el método del alcoholímetro de Gay Lussac (Pisco Demonio De Los Andes)	75
Tabla 57. Muestra tipo D grado alcohólico por el método del alcoholímetro de Gay Lussac (Pisco Cuatro Gallos).....	75
Tabla 58.. Muestra tipo E grado alcohólico por el método del alcoholímetro de Gay Lussac (Pisco Majes Tradición)	75
Tabla 59. Muestra tipo a grado alcohólico volumétrico por el método por Picnometría (Pisco Santiago Queirolo)	75
Tabla 60. Muestra tipo B grado alcohólico volumétrico por el método por picnometría (Pisco Botija)	76
Tabla 61. Muestra tipo C grado alcohólico volumétrico por el método por Picnometría (Pisco Demonio De Los Andes)	76
Tabla 62. Muestra tipo D grado alcohólico volumétrico por el método por picnometría (Pisco Cuatro Gallos).....	76
Tabla 63. Muestra tipo E grado Alcohólico Volumétrico por el método por Picnometría (Pisco Majes Tradición)	76
Tabla 64. Resultados en muestra b porcentaje etanol por el Método Analítico Pisco Botija	76
Tabla 65. Resumen de resultados del porcentaje de etanol con los diferentes tipos de muestra y por los Tres Métodos de análisis	77
Tabla 66. Determinación de la exactitud de las muestras	85
Tabla 67. Determinación de la desviación en muestras medidas por espectrofotometría	86

Tabla 68. Determinación de la desviación en muestra medidas por el método del picnómetro	87
Tabla 69. Desviación Absoluta (Da) Muestra A Queirolo	87
Tabla 70. Rechazo de datos, muestra A	87
Tabla 71. Desviación absoluta (DA) Muestra C	88
Tabla 72. Rechazo de datos	89
Tabla 73. Desviación absoluta (DA) muestra D	90
Tabla 74. Rechazo de Datos	90
Tabla 75. Desviación Absoluta (DA) muestra E	90
Tabla 76. Rechazo de Datos	91
Tabla 77. Costos insumos químicos en el Método espectrofotométrico	92
Tabla 78. Costos Material de vidrio en el Método Espectrofotométrico	92
Tabla 79. Costos equipos en el Método espectrofotométrico	92
Tabla 80. Gastos de la Investigación en el Método Espectrofotométrico	93
Tabla 81. Total presupuesto del análisis espectrofotométrico	93
Tabla 82. Costos insumos químicos en el Método del picnómetro	93
Tabla 83. Costos material de vidrio en el Método picnómetro	93
Tabla 84. Costos Equipos Método Picnometro	93
Tabla 85. Gastos de la investigación en el Método del picnómetro	94
Tabla 86. Total presupuesto del análisis del picnómetro	94
Tabla 87. Total Presupuesto por el Método del Alcoholímetro	94
Tabla 88. Costos comparativos de los diferentes métodos de análisis de Etanol	94
Tabla 89. Comparación de los métodos en función del tiempo	96

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Algoritmo de la investigación	4
Figura 2. Zonas Pisqueras en Perú	8
Figura 3. Componentes de una Uva	10
Figura 4. Diagrama de Flujo de la elaboración del Pisco.....	11
Figura 5. Esquema de una falca	19
Figura 6. Esquema de un alambique	20
Figura 7. Diseño de espectrofotómetro de haz sencillo (A) y de doble haz (B)	36

LISTA DE GRÁFICAS

Gráfica 1.	Espectro de absorción de la solución patrón de etanol absoluto	48
Gráfica 2.	Curva de calibración	50
Gráfica 3.	Curva de Calibración o de Trabajo de la muestra tipo A (Santiago Queirolo)	55
Gráfica 4.	Gráfica de representación de los resultados en porcentaje de etanol en la muestra tipo A medida por espectroscopia IRC	62
Gráfica 5.	Curva de Calibración o de Trabajo en la muestra tipo B (Pisco Botija).....	64
Gráfica 6.	Gráfica de representación de los resultados en porcentaje de Etanol en la muestra tipo B, Pisco Botija, medida por espectroscopia IRC	65
Gráfica 7.	Curva de Calibración o de trabajo método gráfico para la determinación del % Etanol en la muestra tipo C	66
Gráfica 8.	Representación grafica de determinación de % Etanol en muestra de tipo C	67
Gráfica 9.	Curva de Calibración o de trabajo método gráfico para la determinación del % Etanol en la muestra tipo D	68
Gráfica 10.	Representación gráfica de determinación de % Etanol en muestra de tipo D, Cuatro Gallos	69
Gráfica 11.	Curva de calibración o de trabajo método gráfico para la determinación del % Etanol en la muestra tipo E	70
Gráfica 12.	Representación gráfica de determinación de % etanol en muestra de tipo E Majes Tradición	71
Gráfica 13.	Representación gráfica de la linealidad	77

RESUMEN

En el presente trabajo se abordó el estudio de la Determinación Cuantitativa de etanol en bebidas alcohólicas destiladas, la unidad de estudio seleccionada fue el Pisco de la variedad Quebranta, producto de calidad y de alta demanda en el mercado.

En la actividad industrial de nuestro País las empresas cada vez se tornan más competitivas porque el consumidor es cada vez más exigente para lograr satisfacer sus múltiples necesidades de una forma plena.

La competencia empresarial es elevada y se da en obtener, y ofertar un producto competitivo en términos de calidad, precios, un buen servicio y buscando estar lo más cerca de la población consumidora.

En la industria pisquera en nuestro País la mayor área de cultivo va desde Lima hasta Tacna, el porcentaje de área dedicaba al sembrío de la vid es alto, y con una producción de vinos y piscos también elevada, siendo su zona de influencia el mercado nacional y de la exportación.

En el proceso de producción de piscos a partir de la uva, como materia prima principal, disponen de un conjunto de técnicas productivas y también de ensayos de tipo organolépticos, fisicoquímicos, biológicos, que tienen como finalidad controlar la calidad de la materia prima, la marcha de la producción y la calidad de los productos en circulación y de salida.

⁵ El análisis químico es necesario para comprobar que las materias primas cumplan con las especificaciones de acuerdo a las normas técnicas para verificar la pureza del producto final terminado, así como también para controlar la calidad de los productos que están en procesos, los productos finales acabados y aun cuando los están en los almacenes de una planta industrial y cuando se encuentra distribuidos en el mercado., las técnicas analíticas cumplen un papel muy importante respecto a sus caracteres de calidad de los alimentos en general y de los Piscos en particular.

El estudio va orientado a proponer un método de análisis alternativo al método oficial, del Picnómetro, para la determinación de etanol en muestras de bebidas alcohólicas destiladas, la muestra seleccionada es Pisco. El método propuesto es el espectrofotométrico del Infrarrojo Cercano IRc.

Este método espectroscópico consiste en preparar soluciones patrones, que son soluciones diluidas, con la finalidad de obtener en primer orden una curva o espectro de absorción para determinar la longitud de onda de trabajo.

Midiendo las absorbancias a ³ la longitud de onda de trabajo cada una de las soluciones estándares o patrones se levanta una curva de calibración, la finalidad es demostrar, si el método espectroscópico diseñado o utilizado cumple las leyes fotométricas.

La muestra en estudio, Pisco Quebranta, es cuantificada es su contenido de grado alcohólico, etanol, por los métodos analíticos del alcoholímetro o Gay Lussag, por el método oficial de acuerdo con norma técnica del Picnómetro, y comparar con el método a proponer en el estudio, el espectrofotométrico en el Infrarrojo cercano.

Los resultados obtenidos de los análisis de las muestras en estudio se validan para demostrar la fiabilidad, validez y llegar a la conclusión si el método propuesto en el trabajo puede constituirse en una técnica alternativa oficial en la determinación cuantitativa de alcohol etílico en las bebidas alcohólicas destiladas.

Palabras clave:

Análisis Químico, Pisco, Métodos cuantitativos, espectrofotometría

ABSTRACT

In this work, the study of the Quantitative Determination of Ethanol in distilled alcoholic beverages was addressed. The study unit selected was the Pisco of the Quebranta variety, a quality product with high demand in the market.

In the industrial activity of our country, companies are becoming more and more competitive because the consumer is increasingly demanding in order to satisfy their multiple needs in a complete way.

Business competition is high and occurs in obtaining and offering a competitive product in terms of quality, prices, good service and seeking to be as close to the consumer population as possible.

In the pisco industry in our country, the largest cultivation area goes from Lima to Tacna, the percentage of area dedicated to the sowing of vines is high, and with a high production of wines and piscos as well, its area of influence being the national and export markets.

In the process of producing piscos from grapes, as the main raw material, there are a set of production techniques and also organoleptic, physicochemical and biological tests, which are intended to control the quality of the raw material, the progress of production and the quality of the products in circulation and output.

Chemical analysis is necessary to verify that the raw materials comply with the specifications according to the technical standards to verify the purity of the final finished product, as well as to control the quality of the products that are in process, the final finished products and even when they are in the warehouses of an industrial plant and when they are distributed in the market. Analytical techniques play a very important role with respect to the quality characteristics of food in general and of Piscos in particular.

The study is aimed at proposing an alternative analysis method to the official method, the Picnometer, for the determination of ethanol in samples of distilled alcoholic beverages, the selected sample is Pisco. The proposed method is the Near Infrared spectrophotometric method (IRc).

This spectroscopic method consists of preparing standard solutions, which are diluted solutions, in order to obtain a first-order absorption curve or spectrum to determine the working wavelength.

By measuring the absorbances at the working wavelength of each of the standard solutions or patterns, a calibration curve is created. The purpose is to demonstrate whether the spectroscopic method designed or used complies with the photometric laws.

The sample under study, Pisco Quebranta, is quantified in its alcohol content, ethanol, by the analytical methods of the alcohol meter or Gay Lussag, by the official method in accordance with the technical standard of the Pycnometer, and to compare it with the method to be proposed in the study, the Near Infrared spectrophotometric method.

The results obtained from the analysis of the samples under study are validated to demonstrate the reliability, validity and to reach the conclusion whether the method proposed in the work can be established as an official alternative technique in the quantitative determination of ethyl alcohol in distilled alcoholic beverages.

Keywords:

Chemical Analysis, Pisco, Quantitative Methods, Spectrophotometry.

INTRODUCCIÓN

Según el Diccionario Lexus se define a los alimentos como: “La comida y bebida que el hombre y los animales toman para subsistir, cualquiera de las sustancias que los seres vivos toman o reciben para su nutrición”. Según Axtmayer define a los “alimentos o sustancias alimenticias a los materiales de las cuales se sirve el organismo para fabricar sus tejidos y obtener la energía necesaria para llevar a cabo las actividades que determinan la vida”.

De acuerdo con el Reglamento sobre Vigilancia y Control sanitario de Alimentos y bebidas (Decreto Supremo No 007-98-SA), se define a “los alimentos o bebidas a cualquier sustancia o mezcla de sustancias destinadas al consumo humano, incluyendo las bebidas alcohólicas”

El presente trabajo es organizado y presentado en su capítulo I por proposiciones fundamentales del contenido del planteamiento del problema de investigación, se estudia las materias primas principales, la definición del producto del proyecto de tesis, las zonas denominadas pisqueras donde se cultiva y se obtiene la vid, y una descripción de las principales operaciones y procesos en la elaboración de Piscos en general y de la variedad del tipo Quebranta, que incluye desde las operaciones de la cosecha de la uva, fermentación alcohólica, destilación y envasado del producto final.

En el capítulo II, se efectúa una descripción de los principales métodos de análisis en la determinación cuantitativa de etanol, teniendo como protocolos oficiales a los métodos del alcoholímetro y del Picnómetro. Se considera también como control químico de Etanol el método de análisis espectrofotométrico por espectroscopía del Infrarrojo cercano, como un método alternativo a las técnicas de análisis oficiales.

En el capítulo II se considera el planteamiento operacional del trabajo, se desarrolla el trabajo procedimental o experimental, cuantificando en cada muestra de Pisco su contenido de alcohol etílico empleando cada método de análisis señalado anteriormente. Es la aplicación de los métodos de análisis cuantitativos esbozados en el proyecto de investigación, y presentar los resultados en forma sistematizada.

En el capítulo se procede a la presentación y discusión de los resultados experimentales obtenidos, analizando y procesando los datos analíticos con cada unidad de estudio y por cada método de dosaje que considera el proyecto, se realizarán las relaciones correspondientes analizados de acuerdo con el análisis de variables y también incluye los parámetros de la validación del método para demostrar el nivel de fiabilidad de los resultados obtenidos.

En el capítulo 3 se considera un estudio de los costos realizados por cada método de análisis, así como la fuente de financiamiento del estudio del proyecto de tesis. En base a la información obtenida del estudio se establecerá finalmente si el método analítico propuesto puede ser utilizado como un método técnicamente viable, rápido, con resultados de exactitud y precisión aceptable y ser un método alternativo con los métodos oficiales del picnómetro y del alcoholímetro.

CAPÍTULO I

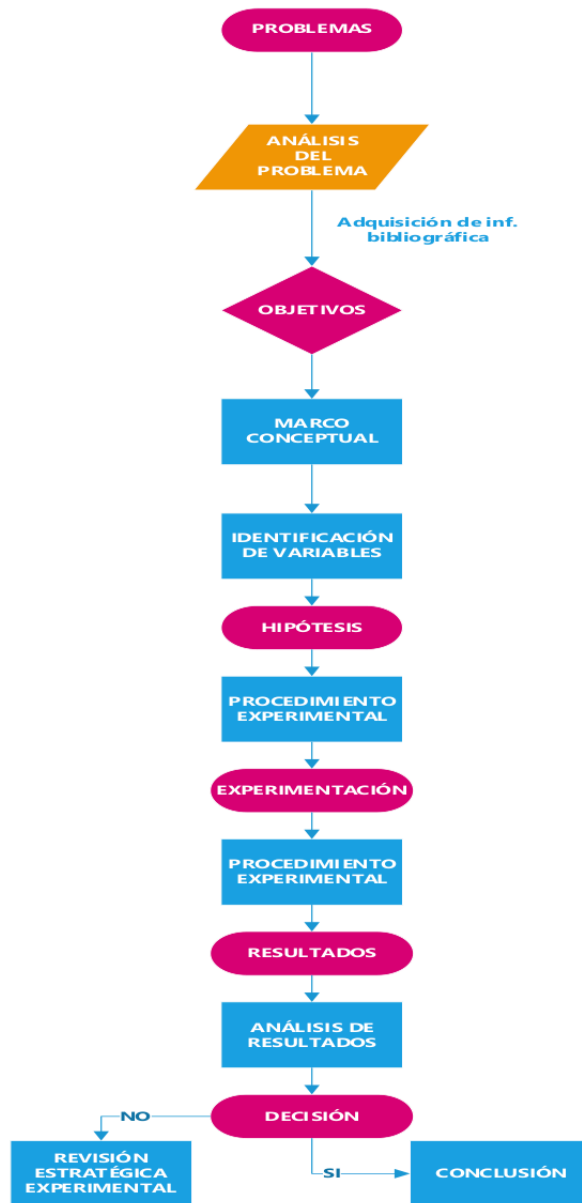
1. MARCO TEÓRICO

1.1 Obtención del Pisco

1.1.1 Algoritmo de la investigación

El flujograma mostrado en la figura # 1, representa un proceso del Proyecto de tesis, que es una investigación científica, siguiendo un enfoque estructurado desde la concepción del problema hasta el análisis de los resultados.

Figura 1. Algoritmo de la investigación



Fuente: Elaboración Propia

1.1.2 Definición de Pisco

Las bebidas alcohólicas son aquellas bebidas que contienen Etanol (alcohol etílico) en su composición, se puede distinguir dos tipos de bebidas, unas obtenidas por fermentación alcohólica (vino, cerveza, sidra, hidromiel, sake), estos presentan un contenido en alcohol que no suele superar los 15 °, y otras producidas por destilación, que presentan un contenido alcohólico superior a los 15 °, estas bebidas son los licores y aguardientes (Brandy, Whisky, tequila, ron, vodka, ginebra,, y el Pisco.

De acuerdo con la Norma Técnica Peruana del 6 de noviembre de 2022, el Pisco es definido como: “el aguardiente obtenido exclusivamente por destilación de mostos frescos de uvas pisqueras del tipo quebranta, negra corriente, mollar, Italia, moscatel, Torontel, albilla y Uvina, recientemente fermentados.”

El Pisco también es definido en el Perú como “El producto obtenido de uvas pisqueras, siguiendo las prácticas tradicionales establecidas en las zonas productoras previamente reconocidas y clasificadas de acuerdo con el DS 001-91-ICTI/IND, el cual se manifiesta en la NTP-211.001.2003”.

De acuerdo con la Norma NTP 211.001;2006, “Pisco es una bebida alcohólica resultantes de las destilaciones de mostos fermentados de uvas pisqueras”.

1.1.3 Historia del Pisco

Con la fundación de Lima en el año 1535, establecido el Virreinato del Perú, se inició la construcción de Iglesias y con ello nació la necesidad de suministrar vino para la celebración de los actos litúrgicos. Para el logro de este objetivo se empezó a importar plantaciones de vid en el Perú, en zonas que favorezcan su plantación y crecimiento,

Las plantaciones de vid llegaron al Perú provenientes de las Islas Canarias (España), a fines de la primera mitad del siglo XVI. Durante los siglos XVI y XVII, el Perú se convirtió en

el principal productor vitivinícola en América del sur, siendo Ica el principal productor de estos productos.

En el lenguaje quechua, se empleaba en la costa peruana el vocablo PISKU y PISQUE, para designar a aves pequeñas que se desplazaban en las playas y valles costeros. Los alfareros de la época fabricaban depósitos donde almacenaban las bebidas de toda naturaleza incluyendo a las alcohólicas, y a estos recipientes se les denominó piskos.

El primer aguardiente de uva que se produjo en el Perú se almacenó en estos depósitos llamados piskos y, con el pasar del tiempo, este líquido alcohólico o aguardiente adquiere el nombre del envase. En un inicio, la producción de uva se destinó únicamente a la elaboración de vino, pero poco a poco empezó también la producción de aguardiente, esta se inició a mediados del siglo XVI. Desde 1670 (siglo XVII), los valles de Ica y Pisco exportaban principalmente aguardiente de uva en “botijas de Pisco” y se llamaba así porque eran embarcado en el puerto de Pisco; en el siglo XVIII, toma la denominación “PISCO”

El aguardiente de pisco, bebida tradicional del Perú, es uno de los productos bandera, y solo se produce en la costa sur del Perú. Se elabora en los Departamentos pisqueros de Lima, Ica, Arequipa, Moquegua y Tacna. Este producto PISCO alcanza mayores niveles de exportación en los siglos XX y XXI. Los principales mercados del Pisco peruano en el mundo son Estados Unidos, Panamá, Chile, Japón, Suiza, Dinamarca, Costa Rica, Bélgica y Alemania.

1.1.4 Zonas pisqueras

El cultivo de Uva en el Perú es una actividad muy importante, la superficie cultivable es de 61315 ha, de ella el 24% corresponde a la uva (14794 ha) y el 76% (46521 ha) a otros cultivos (11). Los cultivos de la vid están distribuidos en mayor porcentaje en la zona de costa (97.5%, en la sierra (1.5 %), y en la selva (1 %).

En Lima las zonas vitivinícolas están ubicada en Surco, Pachacamac, en Cañete (San Vicente, Imperial, Lunahuaná, y Zúñiga). La zona de Lima presenta dos zonas diferenciadas

con relación al factor clima, entre los 0 a 100 metros sobre el nivel del mar (San Vicente e Imperial) presenta un clima semicálido, con temperaturas invernales templadas y atmosférica, temperaturas con alto contenido de humedad atmosférica, y con temperaturas promedio de 24 ° C. Mientras que entre los 200 a 900 metros sobre el nivel del mar (Lunahuaná, Pacharán, y Zúñiga), presenta un clima más seco y una temperatura media de 16 ° C. Las variedades de uva que se cultiva son Quebranta, Italia, Negra criolla y Uvina.

En la región Ica, se tiene un clima cálido y desértico, con escasas de lluvia, temperaturas medias de 12 y 29 ° C, y humedad relativa promedio de 70 ° C. Las variedades de mayor cultivo son Quebranta, Italia, Albilla y Torontel (en el valle de Ocucaje) (12). La región Ica presenta el mayor porcentaje de producción de uva, Lima e Ica juntos tienen el 82% de la superficie cultivada con uva.

La región Arequipa, es otra zona donde se elabora Pisco en valles como Acarí, Yauca, Caraveli, Ocoña, Camaná, Proyecto Majes, Vitor y la Joya. Estas zonas presentan un clima templado, seco y desértico con temperaturas entre 12 y 27 ° C, una humedad relativa que oscila entre 18 y 25%. Las variedades de uva que se cultivan son negra criolla, Moscatel, Quebranta e Italia. (13). Existen bodegas como Paz Soldán, La Caravedo, Vitor, y Torres de la Gala.

En las regiones sureñas de Moquegua y Tacna, presentan clima templado y desértico, con temperaturas entre 11 y los 26 ° C. Moquegua presenta una humedad promedio de 31 % en invierno y 56 % en verano. Las variedades de uva que se cultivan son la Negra Criolla, Italia, Quebranta y Moscatel. En la región Tacna, las zonas de producción de pisco son los valles de Locumba, Sama y Caplina, estos valles forman parte de la Denominación, de Origen Pisco, por sus condiciones climáticas y geográficas adecuadas para el cultivo de uvas pisqueras.

Figura 2. Zonas Pisqueras en Perú



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

1.1.5 Materia prima

1.1.5.1 Uva

La uva es el fruto de la vid o parra, cuyo nombre científico es *Vitis Vinífera*, es una planta semileñosa y/o trepadora que cuando se deja crecer libremente puede alcanzar más o menos 30 metros, pero que, al podarla anualmente, queda reducida a un pequeño arbusto de 1 metro. La uva es originaria del suroeste de Asia y el centro de Europa, actualmente se extiende por todo el mundo donde se tenga un clima templado

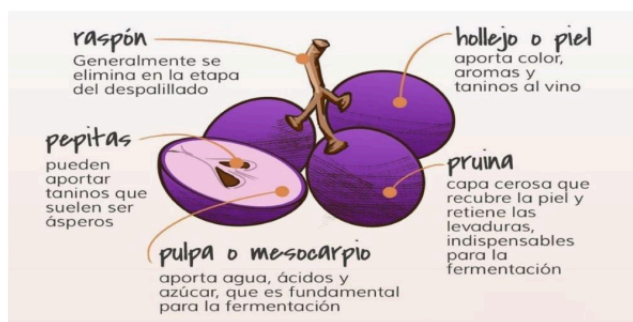
Las uvas tienen forma esférica, son carnosas, jugosas, y se agrupan en racimos. La cáscara es delgada pero resistente, su color varía del verde limón al rojo. La pulpa es aromática y dulce. Los aportes de las uvas es que refuerza las defensas de nuestro organismo debido a su contenido en sustancias antioxidantes como el resveratrol, antocianos y taninos. Es muy depurativa debido a su alto contenido en agua y fibras.

Tabla 1. Composición Nutricional de la Uva

Compuesto	Cantidad por 100 g
Proteínas	0.2
Calcio	6.0 mg
Fósforo	20.0 mg
Zinc	0.07 mg
Hierro	2.20 mg
Agua	81.2 mg
Cenizas	0.4 mg
Tiamina (B1)	0.05 mg
Riboflavina (B2)	0.04 mg
Niacina (B3)	0.15 mg
Vitamina C	2.20 mg

Fuente: Tablas peruanas de composición de alimentos-Ministerio de Salud Perú

Figura 3. Componentes de una Uva



Fuente: <https://www.aprenderdevino.es/>

Las partes de la uva, comprende el raspón o escobajo, es la estructura vegetal del racimo que sirve de soporte de las bayas o granos, son las ramitas que mantienen unidos los racimos de uvas y que permiten el paso de nutrientes desde la vid. Desde el punto de vista industrial se considera por el destino de sus productos, lo siguiente:

- a) Uvas para mesa, es la empleada para el consumo humano directo.
- b) Uvas para pasas, son las usadas para formar pasas
- c) Uvas utilizadas para vino y piscos.

Según la Norma NTP.211.001.2002, la materia prima principal para la elaboración de vinos y de piscos, es la uva pisquera. Estas uvas son la Uva Quebranta, Mollar, Negra corriente, Urvina, Moscatel, y Albilla; las cinco primeras son de piel oscura, y las tres restantes de piel dorada. En base a ello los Piscos a obtener pueden ser aromáticos y no aromáticos.

1.1.6 Elaboración de Piscos

La fabricación del Pisco comprende un conjunto de operaciones y procesos cuya finalidad principal es la obtención del Pisco, a partir de la Uva pisquera.

Figura 4. Diagrama de Flujo de la elaboración del Pisco



Fuente: Elaboración Propia

1.1.6.1 Vendimia

Llamada cosecha de la uva está se da entre los meses desde febrero hasta abril inclusive, las uvas pisqueras procedentes de las zonas productoras son debidamente seleccionadas en función de algunas exigencias como: el azúcar que posee, el grado de madurez, al peso y el aroma que presenta. Uvas muy verdes o demasiadas maduras son descartadas.

El proceso se inicia con la saca de la uva y ³ la recepción de la materia prima, la uva ³ es cosechada y transportada desde el campo agrícola, previo control especialmente de los azúcares, estos se determinan mediante los grados Brix, la acidez total, tamaño del grano, y el pH, los grados Brix deben fluctuar ³ entre 13 y 13.5, un grado Brix inferior produce una deficiente cantidad de alcohol, por tanto, un menor volumen de Pisco. Un Brix mayor no permitiría un buen proceso enzimático, de modo que las levaduras sólo transformarían sólo parcialmente el contenido de glucosa, dando lugar a un mosto dulcete y no seco, que significaría una transformación total del azúcar en alcohol etílico

1.1.6.2 Recepción

La uva recolectada es transportada a la planta de producción, es recepcionada, y sometida a una inspección que no existan ningún tipo de contaminante que pueda alterar la materia prima principal, el rendimiento y calidad del producto. La uva una vez pesada, es descargada en pozos de recepción de cemento recubierto, o de material de acero inoxidable.

Los contaminantes pueden ser de los siguientes tipos: Físicos, (Pueden proceder de los restos vegetales, insectos, polvo, elementos metálicos, etc.), Químicos, (Se debe a restos de productos fitosanitarios, contaminación por metales pesados, aceites, grasas, herbicidas, productos de limpieza, etc.), y Biológicos, (Procede de microorganismo, frutas podridas, micro toxinas provenientes de podredumbre, y no debe presentar magulladuras).

1.1.6.3 Despalillado o estrujado

Esta etapa consiste en separar los granos de la uva del llamado raspón y de otras partículas vegetales que suelen acompañar al racimo de uva, lo constituyen las hojas,

pedúnculos. Para esta operación en las empresas artesanales se hace la separación de las bayas en forma manual y se elimina el raspón que contiene taninos que le aportaría amargor al vino base, aproximadamente se tiene una merma del 5% y se separa del proceso.

En las empresas industriales se utiliza un equipo que se denomina Estrujadora, que permite manipular lotes grandes de producción y cumple dos funciones, una de machacar la baya mediante la despalladora de paletas, que se compone de un tambor horizontal perforado y de un árbol con paletas dispuestas en forma helicoidal que giran a baja velocidad para no dañar la uva, y la segunda función permiten separar los granos de uva de los raspones. Se suelen construir de acero inoxidable y en las pequeñas industrias se realiza en forma tradicional, por pisado con los pies.

1.1.6.4 Encubado

La uva es pisada de acuerdo con la forma tradicional, o mediante prensas. Esta operación demora varias horas extrayendo gran parte del jugo de la baya o grano de uva, posteriormente, con el orujo se presiona fuertemente para la extracción completa del jugo o mosto. El encubado, es una etapa de macerado que significa realizar algunas correcciones al material en proceso como el contenido de azúcar (21 ° BRIX que genera 12 ° de alcohol), 24° BRIX (14 ° de alcohol), la densidad de azúcar (1090 g/ml se genera 12 ° de alcohol) o (1100 g/ml 14° de alcohol), se hace también una corrección de la acidez 5.5 g/ml como acidez tartárica y el grado de alcohol (12 a 14°). Esto se logra mediante la inoculación de levaduras de pan, que se agrega 2 gramos por litro de mosto que genera 12 °, u levaduras seleccionadas que se añade 20 gramos por cada 100 litros de mosto y genera 14 ° de alcohol; se controla con un Brixómetro y con un Mostímetro)

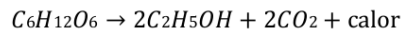
Antes de activar las levaduras calentar agua hasta 30-35 ° C, agregar la cantidad de levaduras medida y esperar 15 minutos y agregar al mosto. Esta etapa de macerado dura unos dos días a 5 ° C.

1.1.6.5 Ecurrido y Prensado

El escurrido y prensado, significa colar todo el jugo, que es el mosto que va a fermentar, se prensa a presión, su misión es separar la cáscara u hollejo del jugo que es el mosto ya convertido en vino. En prensa industrial separando el mosto y el hollejo representa el 20% de la producción y es acuoso, y se puede aprovechar un 80% de vino residual, esta operación es más rápida. El prensado manual aprovecha un 50% de vino residual el medio de separación se puede hacer en coladores o tocuyos, pero el trabajo demanda más tiempo. El prensado debe hacerse con mucho cuidado para evitar triturar las pepas que le da un sabor especial al vino.

1.1.6.6 Fermentación Alcohólica

La fermentación alcohólica se da en base al mosto inoculado, la azúcar se convierte en alcohol y dióxido de carbono, por acción de las levaduras. Las levaduras se alimentan de azúcar presente en el mosto y desarrolla esta reacción de transformación en alcohol, siendo un proceso exotérmico. La reacción de fermentación es:



Levadura + azúcar ---> Alcohol etílico + dióxido de carbono + calor

En mosto se vierte dentro del fermentador y requiere un control todos los días. La fermentación es una etapa crítica y se debe controlar los siguientes parámetros:

- El dulzor, se refiere al contenido de azúcar entre 21 a 24 ° BRIX
- Control de temperatura entre 15 -35° C
- Nutrientes, con fuente de nitrógeno, y vitaminas.
- Es un proceso anaerobio, sin aire, y para ello emplea una trampa de aire.

El mosto en las cubas de fermentación permanecerá de 7, 8, 10 y hasta 14 días, de acuerdo, a la temperatura ambiental, a mayor temperatura, mayor es la velocidad de fermentación. La temperatura no debe sobrepasar los 40 ° C, porque se produciría la muerte de

las levaduras. Cuando el mosto esta "SECO" es conveniente que sea destilado inmediatamente ya que, si queda retenido más de 15 días, se tornaría picante, este sabor es consecuencia de la descomposición de las levaduras muertas con el paso de los días.

El equipo fermentador es construido de diferentes materiales como Eternit blanco de línea agroindustrial para lotes grandes, o de acero inoxidable, que está implementado con termómetro y dispone de una trampa de aire (Airlock) que permite eliminar el bióxido de carbono, pero no permite el ingreso de aire, etc.

La fermentación termina cuando se da lo siguiente:

- a) En el fermentador cesa el burbujeo de dióxido de carbono
- b) El vino base seco debe estar entre 6-7 ° BRIX
- c) La densidad baja de 1090 a 990 g/ml
- d) La acidez sube de 5.5 a 7 g/L en ácido tartárico
- e) El pH baja de 3.5 a 3.3
- f) El alcohol sube mínimo a 12°

1.1.6.7 Desborde

El desborde llamado trasiego se realiza a los 7 días de concluida la fermentación alcohólica, es una operación de separación del vino de sus sedimentos, y se obtiene dos productos que son el vino base y lo llamado "borras". El vino base es la materia prima para obtener el Pisco.

1.1.6.8 Vino Base

Es la materia prima y que va a ser destilada para obtener el Pisco. Se llama vino base o joven, al mosto seco y que se constituye en la materia prima que contiene alcohol etílico que luego será destilado y se obtiene el pisco. El vino base contiene en promedio agua (85-90%), etanol (10-15%), ácido tartárico (2-5 g/L), málico (1-4 g/L), cítrico (0.2-0.5 g/L), azúcares residuales (<1 g/L), taninos y polifenoles (1-4 g/L).

1.1.6.9 Destilación

3

La destilación debe hacerse inmediatamente al finalizar la fermentación, consiste en separar el alcohol etílico. La operación de destilación comprende etapas que se inicia en: (1) Cargar el vino base en la caldera o paila del alambique y esta debe ocupar los 2/3 (80% de su capacidad) (2) el horno se enciende y se regula la temperatura de trabajo hasta aproximadamente 70-80 °C, inyecta el calor en la destilación llevándolo de 12 ° hasta 50 ° de alcohol, la operación demora en función de la capacidad del alambique, por ejemplo, para un lote de 500 litros de vino base dura aproximadamente 12 horas, por la temperatura de operación el alcohol evaporado se acumula en el capitel, (4) El alcohol evaporado pasa por el cuello de cisne, que es una tubería que tiene un doblez para que no regrese el vapor al capitel y siga pasando en su operación de destilación, (5). La condensación se inicia cuando el serpentín recibe el vapor del cuello de cisne, y se le aplica agua de refrigeración para lograr una condensación eficiente, el alcohol evaporado, en estado gaseoso, se transforma en líquido.

La temperatura de ebullición no es del agua de la disolución, sino del etanol, los vapores que se condensan corresponden al alcohol, y el producto obtenido es el pisco. Un parámetro de control lo constituye la temperatura de Trabajo, porque los componentes que presenta el vino base o joven por destilar, va a generar, destilados en función de la temperatura de Trabajo por ello es importante controlar la temperatura de operación.

Algunos componentes presentan temperaturas de ebullición bajas como el acetaldehído (20.2°C), la acetona (56.5°C), y el metanol (64.7°C); otros destilan a temperaturas intermedias como por ejemplo el alcohol etílico (78.4°C), propanol (82.5°C), isobutilico (99.5°C) y agua (100°C). Finalmente, algunos componentes presentan puntos de ebullición altos (Iso-amílico 128°C), glycerol (230°C), ácido acético (118°C), y furfural (161.7°C).

a. Fraccionamiento de la destilación

Es la separación del destilado de cabeza, cuerpo, y cola de acuerdo con el control de temperatura, grado alcohólico y rendimiento. La destilación del alcohol presenta tres partes:

- **Cabeza**

Presenta un punto de ebullición inferior a 78.4 ° C, y se destila en forma de chorro, y contiene alcohol metílico y acetato de etilo, aproximadamente es el 1 a 2% del volumen de carga (si procesa 100 Litros, y se retira 1Litro, entonces empieza a destilar el etanol), la temperatura de operación es la cabeza tiene alcoholes entre 60-75 grados de alcohol, y este contiene también alcohol metílico producto dañino para la salud del consumidor, por lo que esta porción no es apta para el consumo humano y se eliminan.

- **Cuerpo**

Se obtiene entre 75 a 90 ° C, representa la parte noble del destilado, es rico en alcohol etílico y sustancias volátiles positivas, el contenido en alcohol es de 40 -50 °. Durante este proceso, de unas ocho o nueve horas de duración, se separa la primera fracción con 55 ° C y en este caso el corte se hará cuando su salida haya llegado entre 30 ° C, o cuando la mezcla haya llegado a 48 grados alcohólicos, este control se realiza con un alcoholímetro y se contrasta con la tabla de Gay Lussac, de acuerdo con la temperatura del producto.

- **Cola o pucho**

Se obtiene cuando se superan los 90 ° C y se denomina también como PUCHO, la cola constituye la última parte del destilado, es un pisco pobre en alcohol, contiene 16 o menos grados de alcohol, esta parte es eliminada, se suele utilizar como enjuague de botellas.

El rendimiento en la obtención del Pisco, de acuerdo con los estudios se tiene que de 1000 kilos de uva pisquera en el proceso de fermentación (mosto formado) se tiene una fermentación de 700 litros, y se tiene una merma del 30% de pérdidas. En la destilación se tiene

una merma del 75%, lo que da como rendimiento una producción de 170 litros. El rendimiento es bajo, por ello el Pisco, es un producto selecto y de alto costo.

El pisco debe presentar entre 38 y 46.7 grados de alcohol en promedio, esto es mezclando aquella parte que tenga mayor grado alcohólico con aquella de menor grado hasta obtener el grado requerido.

La Maduración consiste en que el Pisco debe de madurar durante un tiempo de tres meses antes de ser corregido y embotellado. Los depósitos de almacenamiento deben ser inertes y los materiales pueden ser de acero inoxidable, de vidrio o de tanques plásticos de uso enológico, evitando no alterar sus características físicas, químicas y organolépticas, con el fin de promover la evolución de sus componentes.

El Pisco obtenido debe ser estandarizado, el producto sale de la destilación con un valor aproximado de 50 grados alcohólicos, para efecto de comercialización debe tener un promedio de 40 grados, por lo que previamente debe ser sometido a estandarización mediante dilución con agua, hasta obtener el grado alcohólico correspondiente. Este balance de masa es muy indispensable en esta etapa.

La Filtración tiene por finalidad eliminar microorganismos, polvillo e impurezas mínimas que quedaron en el producto. La filtración puede efectuarse mediante una filtradora de placas usado generalmente a nivel industrial, en empresas familiares o pequeñas se realiza una filtración manual.

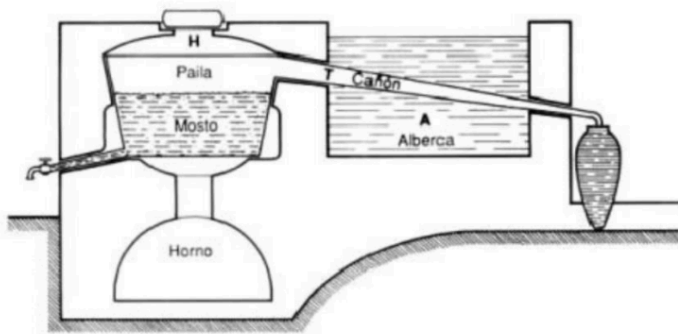
1.1.6.10 Envasado

Finalmente, el pisco es envasado en recipientes de vidrio como botellas de vidrio, porrones, o en envases especiales como el Tetra pack o PET o plásticos blanco. Los tapones o cierre especial tipo pisquero, es utilizado para pequeños lotes, puede ser simples como corchos o decorativos. Algunos productos utilizan cápsulas termo encogibles que son decorativos, y de protección para el corcho; el cierre debe ser cerrados herméticamente.

La etiqueta, es el rótulo del producto obedece a normas de acuerdo con la NTP 210.027, y NTP 209.038, normalmente de papel autoadhesivo colocada sobre la botella donde proporciona información al consumidor (marca del producto, capacidad de la botella, grado alcohólico, registro sanitario, datos de la bodega, tipo de uva). El producto finalmente es almacenado en lugares frescos con cierta humedad, bien tapado y posteriormente comercializado.

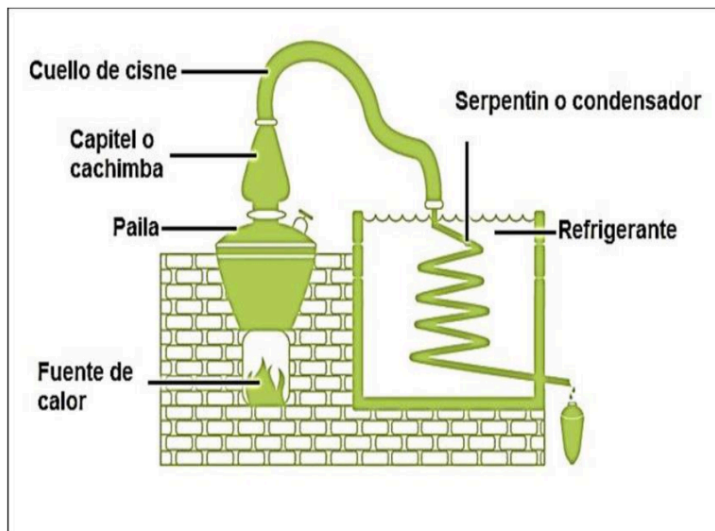
3 La destilación se realiza en falcas y/o alambiques, estos se diferencian entre sí, por la presencia del cemento del primero en la parte superior. En este caso, el vapor de alcohol no llega al serpentín por medio del cuello de cisne, como sucede con el alambique, sino por la tuba de forma cónica ubicada dentro de la olla en la parte superior. Para evitar pérdidas de vapor, las falcas son tapadas herméticamente con barro, durante las 5 a 7 horas aproximadamente que dura el proceso de ebullición. Luego de este tiempo, se estaría destilando vapor de agua y no vapor de alcohol, puesto que, el alcohol al ser más volátil que el agua, se evaporará más rápidamente.

Figura 5. Esquema de una falca



fuelle: <https://piscologia.com/>

Figura 6. Esquema de un alambique



fuelle: <https://piscologia.com/>

1.1.7 Tipos de Piscos

El Pisco es un Producto Bandera del Perú. El mismo que se obtiene exclusivamente por la destilación de mostos frescos de “Uvas Pisqueras” recientemente fermentados, usando métodos tradicionales que mantienen estándares de calidad.

¹⁰
Tabla 2. Tipos de Pisos

Tipos de Uva	Tipos de Pisco Puro	Tipos de Pisco Mosto Verde	Tipos de Pisco Acholado
Negra Criolla	Pisco Puro Negra Criolla	Pisco Mosto Verde Negra Criolla	Negra Criolla mezclado uno o más tipos de uva y/o mostos verdes y/o tipos de Pisco
Mollar	Pisco Puro Mollar	Pisco Mosto Verde Mollar	Mollar mezclado uno o más tipos de uva y/o mostos verdes y/o tipos de Pisco
¹⁰ Quebranta	Pisco Puro Quebranta	Pisco Mosto Verde Quebranta	Quebranta mezclado uno o más tipos de uva y/o mostos verdes y/o tipos de Pisco
Uvina	Pisco Puro Uvina	Pisco Mosto Verde Uvina	Uvina mezclado uno o más tipos de uva y/o mostos verdes y/o tipos de Pisco
¹⁰ Italia	Pisco Puro Italia	Pisco Mosto Verde Italia	Italia mezclado uno o más tipos de uva y/o mostos verdes y/o tipos de Pisco
¹⁰ Torontel	Pisco Puro Torontel	Pisco Mosto Verde Torontel	Torontel mezclado uno o más tipos de uva y/o mostos verdes y/o tipos de Pisco
Moscatel	Pisco Puro Moscatel	Pisco Mosto Verde Moscatel	Moscatel mezclado uno o más tipos de uva y/o mostos verdes y/o tipos de Pisco
¹⁰ Albilla	Pisco Puro Albilla	Pisco Mosto Verde Albilla	Albilla mezclado uno o más tipos de uva y/o mostos verdes y/o tipos de Pisco

1.1.7.1 Pisco Puro

Es un pisco elaborado a partir de variedades de uva no aromáticas. Estas uvas son la Quebranta, la negra corriente o la mollar. En el Perú, el pisco se procesa con uva Quebranta, que es una variedad que resulta de la mutación genética de la uva negra traída por los españoles en la época del Virreinato, inducida a las condiciones ambientales de suelo y clima en la localidad de Pisco y que luego se extendió a los Departamentos de Lima, Ica, Arequipa,

Moquegua y Tacna. La Quebranta es una variedad no aromática, de un gusto muy peculiar, que da el sabor inconfundible al aguardiente de uva pisco. Es de baya casi redonda, hollejo duro y grueso, es grande, de pulpa carnosa y dulce, un poco áspera al paladar. Los Piscos se clasifican de la siguiente manera:

- a. Piscos aromáticos, provenientes de uvas Moscatel de Alejandría, Italia, Torontel o Albilla
- b. Pisco mosto verde, es el pisco elaborado con mostos de uva que no terminaron su proceso de fermentación, se destila el mosto antes de que todo el azúcar se haya transformado en alcohol, posee una variada estructura de aroma y sabores, es un producto de calidad y con precio más elevado.
- c. Pisco acholado, es un producto de la mezcla de al menos dos de las ocho variedades de uvas pisqueras, es preparado con la mezcla de distintos tipos de cepas, combinando los olores de las uvas aromáticas con los sabores de las no aromáticas. Esta mezcla puede realizarse entre uvas pisqueras, mostos frescos fermentados provenientes de uvas pisqueras. El término “acholado” proviene del término “cholo” que se refiere mezcla de sangres de la región andina peruana.

1.1.8 Calidad del Pisco

La calidad del pisco se determina tanto por sus propiedades organolépticas como por sus propiedades fisicoquímicas.

1.1.8.1 Propiedades organolépticas

Tabla 3. Propiedades Organolépticas del Pisco

Descripción	Pisco puro de uvas no aromáticas	Pisco puro de uvas aromáticas	Pisco acholado	Pisco mosto verde
Aspecto	Claro, límpido y brillante	Claro, límpido y brillante	Claro, límpido y brillante	Claro, límpido y brillante
Color	Incoloro	Incoloro	Incoloro	Incoloro
Olor	Ligeramente alcoholizado, no predomina el aroma a la materia prima de la cual procede, limpio, con estructura y equilibrio, exento de cualquier elemento extraño.	Ligeramente alcoholizado, recuerda a la materia prima de la cual procede, frutas maduras o sobre maduras, intenso, amplio, perfume fino, estructura y equilibrio, exento de cualquier elemento extraño.	Ligeramente alcoholizado, recuerda a la materia prima de la cual procede, frutas maduras o sobre maduras, intenso, amplio, perfume fino, estructura y equilibrio, exento de cualquier elemento extraño.	Ligeramente alcoholizado, recuerda a la materia prima de la cual procede, frutas maduras o sobre maduras, intenso, amplio, perfume fino, estructura y equilibrio, exento de cualquier elemento extraño.
Sabor	Ligeramente alcoholizado, no predomina el aroma a la materia prima de la cual procede, limpio, con estructura y equilibrio, exento de cualquier elemento extraño	Ligeramente alcoholizado, recuerda a la materia prima de la cual procede, frutas maduras o sobre maduras, intenso, amplio, perfume fino, estructura y equilibrio, exento de cualquier elemento extraño.	Ligeramente alcoholizado, recuerda a la materia prima de la cual procede, frutas maduras o sobre maduras, intenso, amplio, perfume fino, estructura y equilibrio, exento de cualquier elemento extraño.	Ligeramente alcoholizado, recuerda a la materia prima de la cual procede, frutas maduras o sobre maduras, intenso, amplio, perfume fino, estructura y equilibrio, exento de cualquier elemento extraño.

La tabla mostrada describe las características organolépticas de diferentes tipos de pisco, que son captadas por los órganos sensoriales del especialista.

1.1.8.2 Propiedades fisicoquímicas

Tabla 4. Propiedades Fisicoquímicas del Pisco

Propiedades físicas y químicas	Mínimo	Máximo	Tolerancia al valor señalado	Método de ensayo
Grado alcohólico volumétrico a 20/20 °C	38.0	48.0	+/-1.0	NTP 210.003
Extracto seco a 100 °C (g/l)	-	0.6	-	NTP 211.041.2003
Componentes volátiles y congéneres (mg/100 ml A.A)			-	
• Esteres como acetato de etilo	10.0	330.0		NTP 211.035.2003
• Formiato de etilo				
• Acetato de etilo	10.0	280.0		
• Acetato de Iso-Amilo				
Furfural	-	5.0		NTP 210.025.2003
				NTP 211.035.2003
Aldehídos, como acetaldehído	6.0	60.0		NTP 211.025.2003
				NTP 211.035.2003
Alcoholes superiores, como alcoholes superiores totales	60.0	350.0		NTP 211.035.2003
Iso propanol				
Propanol				
Butanol				
Iso-butanol				
Acidez volátil (como ácido acético)		200.0		NTP 211.040.2003
				NTP 211.035.2003
Alcohol metílico	4.0	100.0		NTP 210.022.2003
Pisco puro y mosto verde de uvas no aromáticas				
Pisco puro y mosto verde de uvas aromáticas y pisco acholado	4.0	150.0		NTP 211.035.2003
Total, componentes volátiles y congéneres	150.0	750.0		

1.2 Etanol

El etanol o también llamado alcohol etílico, es un compuesto químico orgánico alifático que presenta en su estructura el grupo funcional orgánico OH llamado hidroxilo, que corresponde a la familia de los alcoholes. Etimológicamente el etanol es el nombre definido por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC en inglés), una molécula de etanol consta de dos átomos de carbono el prefijo “et”, que tiene un solo vínculo entre ellos, el sufijo “ano” y un grupo hidroxilo unido OH⁻, que corresponde al sufijo “ol”.

Históricamente el etanol es usado desde la época de la prehistoria como el alcaloide de bebidas alcohólicas, por los años 700 a 870, se describe la obtención de etanol a partir de la destilación del vino, en 1796 Johann Tobías Lowitz obtuvo etanol puro por destilación del etanol. Posteriormente se describe el etanol como un compuesto constituido por carbono, hidrógeno, y oxígeno (Antoine Lavoisier), Nicolás Theodore Saussure (1808) determinó la fórmula química del etanol y en el etanol.1860 Scott Coupé publicó la fórmula estructural del etanol. En los años 1826 el etanol pudo ser sintetizado en los laboratorios en base a los estudios de Henry Henkel (Gran Bretaña) y de S.G Serullas (Francia).

El nombre de etanol fue acuñado como resultado de una resolución que fue adoptada en la Conferencia Internacional sobre Nomenclatura Química que se celebró en abril de 1892 en Ginebra, Suiza.

1.2.1 Unidad de medida del etanol

La unidad de medida en el etanol se expresa como graduación alcohólica, o grado alcohólico volumétrico, antiguamente se llamaba grado alcohólico, y actualmente se expresa como porcentaje en volumen.

1.2.2 Propiedades físicas

Dentro de las características se señala que, es un líquido incoloro, olor intenso muy característico, etéreo muy fuerte y penetrante, y es un líquido inflamable, tiene una temperatura de ebullición por debajo de 100°C . miscible en agua en cualquier proporción, su concentración es de 96% en relación porcentual en peso formando una mezcla azeotrópica

El etanol es un compuesto químico conocido desde la antigüedad, se obtiene por medio de procesos fermentativos de azúcares simples, y son convertidos en alcohol etílico, el que puede ser consumido por los seres humanos y que luego tiene un comportamiento fisiológicamente como una sustancia psicoactiva. El alcohol es el componente característico de las bebidas alcohólicas.

Dentro de otras propiedades del etanol se pueden mencionar las siguientes:

- Nombre IUPAC Etanol
- Fórmula molecular $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$
- Fórmula Estructural $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
- Fórmula semidesarrollada $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$
- Densidad 789 kg/m^3 (0.7895 g/cm^3)
- Masa molar 46.08 g/mol
- Punto de ebullición 78.37°C
- Punto de fusión -141.1°C
- Índice de refracción 1.3611 n_D
- Solubilidad en agua Miscible
- En solventes orgánicos Soluble en acetona, benceno, cloroformo, hexano, etc.

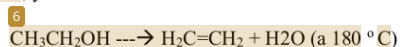
El etanol presenta una naturaleza polar por la presencia del grupo hidroxilo que hace posible que el etanol pueda disolver muchos compuestos iónicos, por ejemplo, hidróxido de sodio y de potasio. El etanol también tiene una molécula no polar, que puede disolver sustancias

no polares, incluye también la mayoría de los aceites esenciales, saborizantes, colorantes, y medicamentos.

1.2.3 Propiedades Químicas

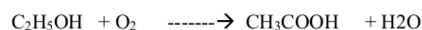
1.2.3.1 Deshidratación

Los ácidos fuertes ⁶ que son desecantes, por ejemplo, el ácido sulfúrico, causa la deshidratación del etanol, y forma etileno o éter dietílico.



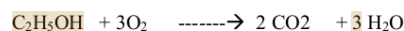
1.2.3.2 Oxidación

El etanol puede ser oxidado a acetaldehído y además se oxida a ácido acético.



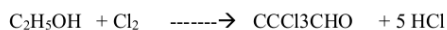
1.2.3.3 Combustión

La combustión de etanol forma dióxido de carbono y agua



1.2.3.4 Cloración

Reacciona con el cloro formando como producto cloral



1.2.4 Obtención de etanol

⁶ Es un compuesto que se ha obtenido desde la antigüedad por medio de procesos fermentativos anaeróbica de sustancias azucaradas, feculentas, o azúcares simples, como la uva, la melaza, la remolacha, o la papa, y luego su posterior destilación. El etanol forma parte de numerosas bebidas como el vino, aguardiente, cerveza, etc. En las bebidas alcohólicas ⁶ el etanol aparece acompañado de distintas sustancias químicas que la dotan de color, sabor, olor y otras características.

1.2.5 Usos del etanol

Se emplea en la actividad farmacéutica como excipiente de algunos medicamentos, como antiséptico y desinfectante, por su poder bactericida que presenta por su concentración del 70 o/o. En la industria de los cosméticos es usado en la elaboración de ambientadores y productos de perfumería.

El etanol es un líquido que sirve como ingrediente principal de las bebidas alcohólicas, como el vino (con alrededor de un 13 % V/V), la cerveza (entre un 5 % V/V y un 8 % V/V), los licores (hasta un 50 % V/V) o los aguardientes (hasta un 70 % V/V).

En la industria química tiene muchas aplicaciones ⁶ en la síntesis de diversos productos, como el acetato de etilo que es empleado en la fabricación de pinturas, y pegamentos. Se emplea también como combustible doméstico e industrial.

1.2.6 Tipos de alcohol

El etanol se emplea como antiséptico, se encuentra en las bebidas alcohólicas, como cerveza o vino, pisco, se usa en el campo farmacéutico y en perfumería.

El alcohol metílico, se conoce como metanol y se utiliza como disolvente.

El alcohol isopropílico, también se llama isopropanol, o propanol y se utiliza, sobre todo, para limpiar aparatos electrónicos, lentes ópticos, y también como desinfectante.

CAPÍTULO II

2. RESULTADOS Y DISCUSIONES

2.1 Técnicas de análisis

En el desarrollo del trabajo analítico se consideran tres métodos de análisis cuantitativo orientado al análisis de alcohol etílico o etanol. Uno de los métodos es el que se utiliza en las unidades de producción de Pisco, es el método del alcoholímetro, el segundo método es el del Picnómetro, método oficial de acuerdo con la Norma Técnica Peruana NTP 210.003, y el tercer método es el propuesto en la investigación como una técnica alternativa a las técnicas anteriores, y es el método espectrofotométrico en la región espectral del infrarrojo cercano.

2.1.1 Método determinación del porcentaje de alcohol en volumen en la escala Gay-Lussac (Método del alcoholímetro)

• **Objetivo y campo de aplicación**

Esta Norma establece el método para la determinación del por ciento de alcohol en volumen en la escala Gay-Lussac a 288 K (15°) en bebidas alcohólicas destiladas.

• **Reactivos y materiales**

- Gránulos o trozos de carburo de silicio (Carborundum) o perlas de vidrio.
- Agua destilada.

• **Aparatos y equipo**

- Juego de alcoholímetros certificados con escala Gay-Lussac, graduados en 0.1° G.L. y referidos a 288 K (15°C).
- Termómetro certificado con escala de 273 a 323 K (0 a 50°C) graduado en 0.5 de grado.

- Probeta con cavidad para termómetro con diámetro 2 cm más grande que el diámetro del alcoholímetro que se use para la determinación.
- Matraz volumétrico de 200 cm³.
- Matraz de destilación de 500 cm³.
- Refrigerante tipo Liebig de 600 cm de longitud con el extremo inferior terminando en tubo y con la punta cortada a bisel.
- Adaptador para refrigerante.
- Equipo común de laboratorio.

7
• **Procedimiento**

En un matraz volumétrico medir 200 cm³ de la muestra a la temperatura de 293 K (20°C) transferirlos cuantitativamente con 40 cm³ de agua al matraz de destilación que contiene gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio, conectarlo al refrigerante mediante el adaptador.

El destilado se recibe en el matraz volumétrico utilizado para medir la muestra y en el que previamente se pone un poco de agua para que el destilado borbotee evitando pérdidas, por falta de condensación.

Es recomendable que el matraz volumétrico se encuentre sumergido en un baño de hielo durante el curso de la destilación.

Cuando la cantidad del destilado contenida en el matraz volumétrico se acerque al aforo, suspender la destilación, completar el volumen con agua a la temperatura que le midió la muestra, homogeneizar y transferirla a la probeta.

Tomar la temperatura del líquido y cuando ésta se encuentre a 288 K (15°C) introducir el alcoholímetro y efectuar la determinación.

- **Expresión de resultados**

La lectura se toma directamente en el alcoholímetro, si en el momento de la determinación la muestra está a una temperatura diferente de 288 K (15°C) ésta debe corregirse usando las tablas de correcciones alcoholimétricas. El resultado final es el valor promedio de las lecturas corregidas.

- **Repetibilidad y/o reproductibilidad**

La diferencia entre dos resultados sucesivos, obtenidos en las mismas condiciones, no debe exceder del 0.3%. En caso contrario, repetir las determinaciones.

2.1.2 Método oficial de ² determinación del grado Alcohólico Volumétrico Método por Picnometría (Norma Técnica Peruana NTP 210.003)

- ² **Objeto**

Esta Norma Técnica Peruana establece el método por picnometría para la determinación del grado alcohólico en muestras de bebidas alcohólicas o alcohol etílico.

- **Referencias normativas**

Las siguientes normas contienen disposiciones que, al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Técnica Peruana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda Norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos en base a ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones recientes de las normas citadas seguidamente. El Organismo Peruano de Normalización posee, en todo momento, la información de las Normas Técnicas Peruanas en vigencia.

Normas Técnicas Peruanas en referencia son:

- 2.1 NTP 210.001:2003 Bebidas Alcohólicas. Definiciones
- 2.2 NTP 210.019:2003 Bebidas Alcohólicas. Extracción de muestras
- 2.3 NTP 211.020:2003 Bebidas Alcohólicas. Alcohol etílico. Definiciones
- 2.4 NTP 211.039:2003 Bebidas Alcohólicas. Método de ensayo. Destilación de muestras

- **Campo de aplicación**

Esta Norma Técnica Peruana se aplica a las bebidas alcohólicas y a los diferentes tipos de alcohol etílico definidos en el NTP 210.019 y NTP 211.020, respectivamente.

- **Definiciones**

Para los propósitos de esta Norma Técnica Peruana se aplican las siguientes definiciones:

- **Temperatura de referencia:** La temperatura de referencia para la determinación del grado alcohólico queda fijada en 20°C.
- **Picnómetro:** Frasco que se emplea para determinar la densidad de los líquidos.

- **Muestreo**

El muestreo se efectúa de acuerdo con el NTP 210.001.

- **Principio del Método**

El método del picnómetro se basa en la determinación del grado alcohólico volumétrico por gravimetría.

- **Equipos y materiales**

- Balanza analítica, con sensibilidad de 0,0001 g.
- Picnómetro calibrado de 100 mL ó 50 mL. Véase Figura 1.
- Baño de agua a 20 °C ± 0,2 °C.

- Sistema de destilación: Véase Anexo A, de ser necesario.

- **Reactivos**

- Agua destilada o desionizada.

- **Procedimiento**

(Algunas bebidas destiladas no requieren destilación previa a la determinación, por ejemplo, whisky bourbon, mezclas de alcohol-agua conteniendo trazas de ingredientes volátiles.)

- **Muestras de ensayo conteniendo 60 % Alc. Vol. o menos por volumen**

➤ Calibración a 20 °C del picnómetro de 100 ml

- Llenar completamente el picnómetro limpio con agua recientemente destilada, tapar y sumergirlo en un baño de agua a la temperatura de referencia, nivelar el baño por encima de la marca de graduación del picnómetro.
- Luego de 30 minutos, remover la tapa y con un tubo capilar ajustar hasta poner el menisco tangente a la marca de graduación.
- Con pequeños rollos de papel de filtro, secar el interior del cuello del picnómetro, tapar y sumergir en un baño de agua a temperatura de referencia por 15 minutos.
- Retirar el picnómetro, secar, dejar reposar 15 minutos y pesar.
- Vaciar el picnómetro, enjuagar con acetona y secar completamente con una corriente de aire.
- Dejar que el picnómetro vacío llegue a la temperatura de referencia, tapar y pesar.
- El peso de agua contenido en el aire = Peso del picnómetro lleno - Peso del picnómetro vacío

- Llenar el picnómetro limpio y seco con la porción de ensayo y ajustar el volumen a la temperatura de calibración.

NOTA: Si el extracto seco de la muestra es menor o igual a 6 g/L, la muestra no requiere destilación. En este caso los pasos 9.1.3 al 9.1.8 no son de aplicación.

- Transferir el contenido del picnómetro a un matraz de destilación previamente enjuagado con agua fría y conteniendo algunos reguladores de ebullición o equivalente.
- Enjuagar el picnómetro 3 veces usando un total de 25 mL de agua fría (40 mL para vinos y aperitivos) y añadir el agua de enjuague al matraz de destilación.
- Colocar el picnómetro húmedo de tal manera que el adaptador conectado a la parte inferior del refrigerante llegue casi al fondo del picnómetro.
- Rodear el picnómetro con hielo o agua helada. Completar las conexiones haciendo pasar a través del condensador una corriente de agua manteniendo la temperatura a $\leq 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ a la salida.
- Destilar aproximadamente 96 mL entre 30 min – 60 min, usando mayor tiempo para alto porcentaje de alcohol.
- Remover y tapar el picnómetro. Mezclar el destilado por rotación y arrastrar con agua algunas gotas que puedan estar sobre la marca de graduación del picnómetro.
- Sumergir el picnómetro en baño de agua a la temperatura de referencia y después de 30 min diluir a volumen cuidadosamente, con ayuda del tubo capilar, por adición de agua previamente hervida y enfriada a la misma temperatura.

- Determinar la gravedad específica del destilado y del Anexo B obtener el % de alcohol por volumen.

Muestras conteniendo más de 60 % Alcohólico. Vol

- Calibrar a 20 °C los picnómetros de 100 mL y 50 mL (véase Figura 1).
- Llenar el picnómetro de 50 mL con la porción de ensayo y ajustar el volumen a 20 °C. Transferir el contenido del picnómetro a un matraz de destilación previamente enjuagado con agua fría y conteniendo algunos reguladores de ebullición o equivalente.
- Adicionar 50 mL de agua fría al matraz de destilación y colectar el destilado en un picnómetro de 100 mL.
- Enrasar el picnómetro a 20°C.
- Determinar la gravedad específica del destilado y del Anexo B obtener el % de alcohol por volumen.

Expresión de resultados

- Determinar la gravedad específica del destilado

Gravedad específica en el aire = S/W

Donde:

S = peso de la porción de ensayo

W = peso del agua

- Obtener el correspondiente grado alcohólico a 20 °C de acuerdo con las tablas del Anexo B.

- Para muestras conteniendo más 60 % Alc.Vol., se hace la siguiente corrección:

$$\% \text{ Alcohol a } 20^\circ\text{C} = D \times W/W'$$

Donde:

$D = \% \text{ Alcohol por volumen a } 20^\circ\text{C}$

$W = \text{Peso del picnómetro de } 100 \text{ mL con agua a } 20^\circ\text{C}$

$W' = \text{Peso del picnómetro de } 50 \text{ mL con agua a } 20^\circ\text{C}$

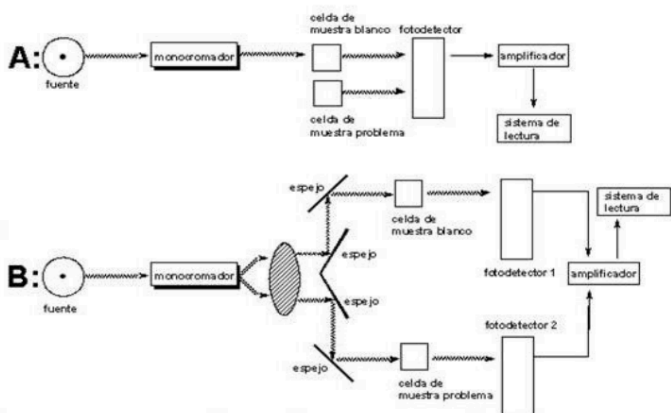
2.1.3 Método por Espectroscopia del Infrarrojo Cercano IRC

• Fundamento

El método consiste en someter a medición una muestra problema que contiene alcohol etílico destilado cuyo grupo funcional ROH el enlace OH del agua une a un átomo H con un grupo OH, y la energía de radiación infrarroja que el agua absorba será mayor que en el caso de la mayoría de las moléculas que tienen un enlace RO-H. Por tanto, la molécula de agua absorberá energía infrarroja de longitudes de onda menores que otras moléculas de este tipo. La medición se realiza a una longitud de onda de 970 nm y usando como blanco agua destilada.

➤ Arreglo experimental

Figura 7. Diseño de espectrofotómetro de haz sencillo (A) y de doble haz (B)



Fuente: Esta es la fuente de luz que emite la luz que pasará a través de la muestra.

Monocromador: Un dispositivo que separa la luz en sus longitudes de onda componentes y dirige solo una longitud de onda a la vez hacia la muestra.

Celda de muestra blanco: Este es el contenedor que sostiene una muestra en blanco, generalmente un solvente u otro estándar de referencia utilizado para propósitos de calibración.

Celda de muestra problema: Aquí es donde se coloca la muestra real que está siendo analizada.

Fotodetector: Un sensor que detecta la intensidad de la luz después de que ha pasado a través de la muestra o del blanco.

Amplificador: Este dispositivo amplifica la señal recibida del fotodetector para facilitar la medición.

Sistema de lectura: El sistema que muestra o registra la medición de la señal amplificada.

En el espectrofotómetro de haz simple (A), la luz pasa a través de la muestra y directamente al fotodetector. En el espectrofotómetro de doble haz (B), la luz se divide en dos caminos antes de llegar a la muestra: uno pasa a través de la muestra mientras que el otro pasa a través del blanco o referencia; este sistema permite mediciones más precisas compensando las variaciones en la intensidad de la fuente de luz.

Equipo Instrumental

- Espectrofotómetro: Shimadzu computarizado con barrido automático
- rango de longitudes de onda: Entre 200 a 1100 nm
- Modelo: **SHIMADZU 160 A** Doble canal
- Cubeta: 1 cm de trayecto óptico de material de cuarzo
- Región Espectral: Infrarrojo cercano
- Longitud de onda: *970 nm*

Materiales

- Matraces aforados de 25 ml.
- Bureta por 25 ml.
- Pipeta graduada por 2, 5, y 10 ml.

Reactivos

- Reactivo Patrón Primario
- Etanol absoluto con 99.7 % de pureza.

2.2 Muestras de Bebidas Alcohólicas Destiladas

Las unidades de estudio son cinco muestras de bebidas alcohólicas destiladas, del tipo Pisco Quebranta con Denominación de origen Pisco, que se expenden en el mercado de Arequipa. Las bebidas alcohólicas de Pisco empleadas como muestras proceden de la zona pisquera de Ica y Arequipa.

Tabla 5. Variedad de Piscos tipo Quebranta

Muestra	Marca y procedencia del producto	Código del tipo de pisco	% etanol declarado
1	Santiago Queirolo (Ica)	A	42% vol.
2	Botija (Ica)	B	40% vol.
3	Demonio de los Andes (Ica)	C	40% vol.
4	Cuatro Gallos (Ica)	D	40% vol.
5	Majes Tradición (Arequipa)	E	40% vol.

Las muestras se analizarán por tres métodos diferentes, en primer término, se mide el grado alcohólico por el método en la escala Gay Lussac o del alcoholímetro, en segundo término, con el método del picnómetro y en tercer lugar por el método espectrofotométrico.

2.3 Mediciones Experimentales por el Método del Alcoholímetro

Se sigue el protocolo del análisis cuantitativo empleando la técnica de medición del alcoholímetro. Los resultados se señalan a continuación.

Tabla 6. Porcentaje de etanol en la muestra tipo A, Pisco Santiago Quierolo Método del Alcohólimetro

Nº muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	42.00	40.00
2	42.00	40.00
3	42.00	40.00
Promedio	42.00	40.00

Tabla 7. Porcentaje de Etanol en la muestra tipo B, Pisco botija Método del alcohólimetro

Nº muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	40.00	40.00
2	40.00	40.00
3	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00

Tabla 8. Porcentaje de etanol en la muestra tipo C, pisco demonio de los andes método del alcohólimetro

Nº muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	40.00	40.00
2	40.00	40.00
3	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00

Tabla 9. Porcentaje de etanol en la muestra tipo D, pisco cuatro gallos método del alcohólimetro

Nº muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	40.00	40.00
2	40.00	40.00
3	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00

Tabla 10. Porcentaje de etanol en la muestra tipo E, pisco Tradición Majes método del alcohólimetro

Nº muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	40.00	40.00
2	40.00	40.00
3	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00

2.4 Mediciones experimental de etanol por el Método del Picnómetro

Tabla 11. Grado Alcohólico Volumétrico muestra tipo A, Pisco Santiago Queirolo por el Método de la Picnometría

N° muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	42.00	41.70
2	42.00	42.90
3	42.00	42.10
Promedio	42.00	42.23

Tabla 12. Grado Alcohólico Volumétrico muestra tipo B, Pisco Botija por el Método de la Picnometría

N° muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	40.00	43.30
2	40.00	43.30
3	40.00	43.30
Promedio	40.00	43.30

Tabla 13. Grado Alcohólico volumétrico muestra tipo C, Pisco Demonio De Los Andes por el Método de la Picnometría

No muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	40.00	40.85
2	40.00	40.90
3	40.00	40.10
Promedio	40.00	40.61

Tabla 14. Grado Alcohólico Volumétrico muestra tipo D, pisco Cuatro gallos por el Método de la Picnometría

N° muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	40.00	41.12
2	40.00	41.20
3	40.00	41.23
Promedio	40.00	41.18

Tabla 15. Grado Alcohólico Volumétrico muestra tipo E, Pisco majes tradición por el Método de la Picnometría

N° muestra	% Etanol teórico declarado por el productor	% Etanol medido experimentalmente
1	40.00	38.90
2	40.00	38.98
3	40.00	38.90
Promedio	40.00	38.93

2.5 Medición Experimental de Etanol por el Método Espectrofotométrico del IRC

Preparar 8 ⁹ Fiolas de 25 ml. y preparar las soluciones patrones de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 y 80 % de alcohol a partir del Etanol absoluto (99.7% de pureza), por dilución ⁹ con agua destilada. Enrase, agite para homogenizar y rotule adecuadamente cada fiola.

2.5.1 Selección de modo básico de trabajo en el Espectrofotometro Computarizado Shimadzu

2.5.1.1 Inicio

Cuando el interruptor de potencia es llevado a “on”, el instrumento es inicializado en 3 minutos, y es el período en que el equipo realiza una verificación de funcionamiento de sus componentes. Terminado este período de inicio, aparece en pantalla el menú de modo básico.

2.5.1.2 Menú Modo Básico

En el menú de modo básico seleccionar la función de trabajo. Para ello presionar el modo # 2.

Tabla 16. Menú de Modo Básico

MODOS N° “1” “2”	
1.	Fotómetro
2.	Espectro
3.	Barrido de tiempo
4.	Cinética
5.	Cuantitativo
6.	Multicomponente
7.	Memoria
8.	Señalamiento de condición
9.	Enlace

Para la obtención del espectro de absorción, presione el modo Nro “2” y luego la tecla ENTER para seleccionar el modo “ESPECTRO”. El blanco para emplear es agua destilada.

2.5.1.3 Ajuste de Parámetros Analíticos

Luego que el modo básico ESPECTRO es seleccionado, es necesario primero establecer los parámetros analíticos de medición siguientes:

Tabla 17. Ajuste de Parámetros Analíticos

Mostrario de cambio de parámetro	
Espectro	Cambio de parámetros s/n
1.- $\lambda_s = 1050,0$ nm	$\lambda E = 900,0$
2.- Medición (ABS / T %) =	ABS
3.- Superior = + 0,50 A	Inferior = - 0,20 A
4.- Velocidad de barrido=	rápida
5.- Ciclo T = 60 seg.	N = 1
6.- Cubrir	Si
7.- Copiar	No
8.- Barrido OBS	No
9.- Fila	

Si desea cambiar un parámetro presione la tecla “Yes “e ingrese el número del parámetro correspondiente.

- Se ajusta el parámetro de intervalo de longitudes de onda
- Se selecciona la unidad de la medición en absorbancia o porcentaje de transmitancia
- Se selecciona el intervalo de valores de absorbancia que este dentro del intervalo de las mediciones de las concentraciones de las soluciones
- Es la velocidad de la medición
- Se selecciona el intervalo de tiempo para la medición
- Se activa para realizar las superposiciones de las curvas. ³ Ahora si el ingreso es erróneo presione la tecla “CE “y reingrese el nuevo valor. Cuando el parámetro indicado por el cursor no será cambiado, presione directamente la tecla “ENTER “.

Cuando el proceso de cambio de parámetro está completo, presione la tecla “NO “para terminar el procedimiento.

- **Medición de Estándares**

Una vez ajustados los parámetros de medición y al presionar la tecla “No “para el cambio de parámetro aparece el mensaje de insertar una muestra y presionar la tecla “Star / Stop “. El espectro medido es indicado en la pantalla.

- **Procesamiento de Datos**

Cuando la medición termina, se indica el mensaje “PROCESAMIENTO DE DATOS S/N”.

a) Si no es necesario el procedimiento de datos, presionar “NO” y es posible indicar la longitud de onda y valor medido a cualquier posición deseada en el espectro medido, la cual es recogida por el cursor usando la tecla ---- o -----. Al espectro medido puede ser grabado en copia con la tecla “COPY “.

b) Si es necesario un procesamiento de datos, presionar “SI” y es posible hacer los siguientes procesamientos de datos:

- **Para almacenar el espectro medido en la memoria...** presionar **1 ENTER** (número de canal) **ENTER**.

- **Para expandir o comprimir el espectro...**presionar **2 ENTER**, y entonces ajustar los parámetros de escala en la abscisa y ordenada de acuerdo con la indicación del cursor presionando (valores) **ENTER**, sino hay cambio necesario, sólo presionar **ENTER**.

Después de que el espectro es indicado con nuevos parámetros de escala, el sistema pregunta “VOLVER A LA CURVA ORIGINAL S/ N”. Si presiona “SI” se obtiene de nuevo el espectro original; si presiona la tecla “NO “ el espectro expandido es almacenado en la memoria.

- Para hacer una detección de pico...presionar **3 ENTER**, y entonces cada pico y valle son marcados y también sus longitudes de onda y valores son impresos.

- Para obtener un espectro derivado o espectro suavizado... presionar **4 ENTER** y luego ingresar la orden derivada presionando **(N) ENTER** de acuerdo con la indicación de la pantalla. Cuando el procedimiento es terminado, con la escala automáticamente ajustada al valor derivado. El suavizado corresponde a la orden derivada.
- Para imprimir datos a intervalos de longitud de onda regulares... Presionar **5 ENTER** (intervalo de longitud de onda) y presionar **ENTER**
- Para plotear los datos en el ploteador X-Y, presionar **6 ENTER**.

Cuando termine sus procedimientos de datos aparece en pantalla la curva debidamente suavizada con los parámetros de absorbancia frente a las longitudes de onda en NM. Con el cursor ubicar el pico más alto de la curva, apareciendo en pantalla los valores de absorbancia y longitudes de onda que corresponde a ese pico.

2.5.1.4 Ajustes de Parámetros para la determinación de la Longitud de Onda ⁹

Analítica

Seleccionar la función “**ESPECTRO**” en el modo básico del menú y ajustar los parámetros analíticos siguientes:

- Intervalo de longitud de onda

λ S = 1050 NM

λ E = 900 NM

- Rangos de Absorbancia

UPPER = + 0.00

LOWER = - 0.20 A

- Superponer Curvas (Overlay)

Graficar la curva de absorción y efectuar un barrido con el cursor y determinar su longitud de onda de trabajo. Usar como blanco agua destilada.

2.5.1.5 Ajustes de Parámetros para la medición de las muestras

Seleccionar en el menú básico de funciones el modo “CUANTITATIVO” y ajustar los parámetros analíticos de medición a la longitud de onda de trabajo y del número de patrones por medir empleando como blanco agua destilada. Medir los valores de absorbancias que presentan cada solución problema.

• Cálculos

Con los datos tabulados proceder luego a calcular la concentración del grado alcohólico de cada muestra

El método comprende un conjunto de etapas en forma sistemática hasta llegar a un resultado final. Las operaciones en el trabajo analítico son los siguientes:

2.5.1.6 Preparación de las Soluciones Patrones de Etanol Absoluto.

En el diseño de un análisis espectrofotométrico y en las operaciones espectrofotométricas del análisis del grado alcohólico en Piscos, se desarrolla en etapas, en la primera fase del análisis se procede a preparar las soluciones patrones o estándares a partir de la solución stock de etanol absoluto que presenta una pureza del 99.7%. La preparación de estas disoluciones patrones se hace por el método de dilución.

Tabla 18. Preparación de las soluciones patrones de etanol

Nº solución patrón	Concentración % Etanol	Volumen a medir ml de la solución stock	Volumen Final de la solución patrón ml
1	10	2.50	25.0
2	20	5.01	25.0
3	30	7.52	25.0
4	40	10.03	25.0
5	50	12.54	25.0
6	60	15.05	25.0
7	70	17.55	25.0

SOLUCION STOCK = ETANOL ABSOLUTO AL 99.7%

2.6 Medición de las soluciones patrones de etanol

La segunda fase del método espectroscópico consiste en irradiar o hacer llegar radiación electromagnética a las soluciones patrones preparadas, se puede utilizar cualquiera de las soluciones patrones, los espectros de absorción son iguales para cada solución estándar o patrón. La radiación incidente corresponde a la región espectral del infrarrojo cercano, en el intervalo de longitudes de onda de 900-1050 nm, a incremento de 10 nm, en la medición se emplea como blanco agua destilada. La tabla siguiente ilustra los resultados tabulados.

Tabla 19. Tabulación de datos en la medición de los patrones de Etanol para obtener el espectro de absorción

LONGITUD DE ONDA nm	ABS
900	-0.022
910	-0.005
920	-0.032
930	-0.044
940	-0.066
950	-0.099
960	-0.143
970	-0.145
980	-0.137
990	-0.121
1000	-0.099
1010	-0.077
1020	-0.063
1030	-0.053
1040	-0.042
1050	-0.035

- **Datos Experimentales**

- | | |
|-------------------------------------|-----------------------------|
| - Región espectral de trabajo | Infrarrojo cercano |
| - Solución problema | Patrones de alcohol etílico |
| - Rango de longitudes de onda: | 900-1050 |
| - Incremento de longitudes de onda: | 10 nm |
| - Blanco: | Agua destilada |

Discusión de resultados

De la tabla anterior # 10 se puede apreciar que una de las soluciones patrones se utiliza para poder determinar la imagen de absorción de la radiación por parte de la solución absorbente, esta imagen, se denomina espectro o curva de absorción.

El rango de las longitudes de onda de la radiación corresponde a la espectrofotometría del Infrarrojo cercano comprendida entre 950 a 1050 nm, cuya medición se realiza a intervalo de 10 nanómetro, es importante señalar que el instrumento de absorción del laboratorio presenta un intervalo entre 200 a 1100 nanómetros (nm).

De los datos experimentales obtenidos se puede notar que para cada longitud de onda le corresponde un valor de absorbancia cuya característica que presenta es que los valores son negativos. Estos datos nos indica que la especie que absorbe la luz infrarroja lo hace de diferentes intensidades, a una longitud de onda absorbe con determinada potencia y a otra longitud de onda los hace de otra manera.

Esto nos lleva a la conclusión que cada especie molecular absorbe radiación electromagnética de una manera selectiva, con cierta preferencia, esto nos permite obtener un espectro de absorción muy característico para esta sustancia que absorbe la radiación.

2.6.1 Obtención del Espectro de Absorción del Etanol

El siguiente paso es obtener la curva o espectro de absorción. Con los datos obtenidos en la tabla # 10, se construye en un sistema cartesiano el espectro de absorción de la solución absorbente de etanol, con los parámetros de longitud de onda en nanómetro y sus valores correspondientes de absorbancia. En el espectro obtenido se determina la longitud de onda de trabajo o analítica teniendo en consideración el punto o valle más profundo de la curva de absorción.

Gráfica 1. Espectro de absorción de la solución patrón de etanol absoluto



Discusión de Resultados

La imagen de absorción puede representarse mediante una gráfica de transmitancia o absorbancia frente a las longitudes de onda de la radiación. Algunas sustancias exhiben una mayor o menor absorción en una región espectral amplia, otras pueden mostrar una absorción específica a una longitud de onda determinada o característica.

En la gráfica 1, se muestra el espectro de una solución de alcohol etílico representado en absorbancia frente a la longitud de onda expresada en nanómetros. El espectro presenta como característica de ser una curva de absorción invertida donde se puede apreciar que los valores de absorbancia son negativos, con lo que su imagen presenta valles; se ubica en la curva el valle más profundo y eso corresponde a un máximo de absorción o longitud de onda de trabajo, analítica, o máxima que corresponde a 970 nm.

Cada sustancia absorbente posee su espectro característico y su longitud de onda de trabajo alcanzando información de naturaleza cualitativa. En el desarrollo de nuevos métodos espectrofotométricos, se debe obtener siempre la curva espectral o espectro de absorción de las especies absorbentes en orden a seleccionar la longitud de onda apropiada mediante un barrido espectral, llamada longitud de onda de trabajo, longitud onda máxima, o analítica. Esta longitud

de onda significa que la sustancia absorbente es la responsable total de la absorción, los otros componentes absorben poco o nada de radiación, y el método operando a esta longitud de onda presenta mayor exactitud y precisión.

La medición cuantitativa de las soluciones patrones y las muestras en estudio se realizan a la longitud de onda de trabajo.

2.6.2 Obtención de la Curva de Calibración

Después de determinar la longitud de onda de trabajo a la cual deben de realizarse las medidas, se calibra el método midiendo una serie de soluciones patrones, que presentan concentraciones exactamente conocida de etanol.

Cada una de las soluciones patrón o estándar se mide en el espectrofotómetro UV-V, a la longitud de onda de trabajo determinada en el espectro de absorción, es decir, a 970 nm y utilizando agua destilada como blanco, el instrumento se calibra normalmente a un 100 % de transmitancia o cero de absorbancia. En los instrumentos modernos de doble haz y altamente electrónico y computarizado, las lecturas de los patrones y de las muestras están corregidas automáticamente.

Tabla 20. Resultados de la medición de las soluciones patrones etanol absoluto

N° patrón	% Etanol	ABS
1	10.0	-0.02
2	20.0	-0.04
3	30.0	-0.06
4	40.0	-0.08
5	50.0	-0.100
6	60.0	-0.120
7	70.0	-0.140

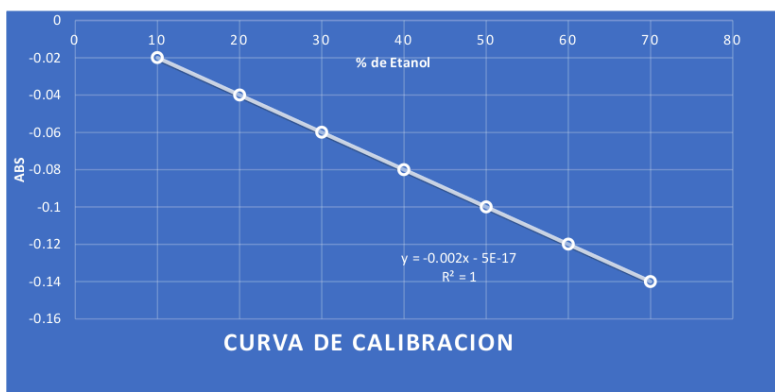
➤ Datos Experimentales

- Soluciones: Soluciones patrones de etanol absoluto
- Longitud de onda de trabajo: 970 nm
- Blanco: agua destilada

Curva de Calibración

Se construye la curva de calibración en función de los parámetros de absorbancia y concentración de las soluciones patrones, para verificar que el método analítico cumple la Ley fotométrica de Beer. La finalidad de medir las absorbancias de los patrones es obtener la curva de calibración, y que nos permite comprobar si el método propuesto cumple la Ley fotométrica de Beer.

Gráfica 2. Curva de calibración



Discusión de Resultados

Las soluciones patrones en espectroscopía de absorción son soluciones diluidas, de acuerdo con el estudio del error relativo de la concentración, los errores son bajos en soluciones diluidas, que presentan baja concentración, y valores altos en soluciones muy diluidas y concentradas. El rango de mediciones de las soluciones patrones o estándares oscila entre 20 y 60 % de transmitancia.

Los datos obtenidos experimentalmente guardan una correlación lineal entre las absorbancias y las concentraciones.

Con los datos obtenidos y procesando estos parámetros se construyen la curva de absorción teniendo como parámetros las absorbancias y las concentraciones de las soluciones patrones. La curva obtenida es una línea recta con pendiente negativa, lo cual indica que existe una relación lineal entre las absorbancias de cada solución y la concentración de una solución dada, teniendo constantes la longitud de onda de trabajo y el trayecto óptico. Estos parámetros se pueden apreciar en la fórmula matemática de la ley fotométrica Lambert-Beer. Esta Ley señala que las absorbancias son función lineal de las concentraciones a una longitud de onda determinada lo que queda demostrada en la gráfica # 2.

- $A = a b c = -\log T$
- Donde se tiene:
- A = absorbancia
- a = absorptividad específica
- b = trayecto óptico l cm
- c = concentración
- T = transmitancia.

De acuerdo con los resultados experimentales la curva de calibración que se obtiene se puede apreciar lo siguiente:

- Que es una curva de calibración que presenta linealidad entre los parámetros, es decir, la curva es una línea recta. El coeficiente de determinación r^2 es igual a la unidad por lo que el método propuesto cumple la Ley Beer
- Que los valores medidos de absorbancia presentan signo negativo
- Que el parámetro de absorbancia en el sistema cartesiano y ubicado en el eje de la ordenada se programa y se representa con valores negativos.
- La curva de calibración es una línea recta con pendiente negativa que nos demuestra que existe una relación lineal de las absorbancias con las concentraciones de cada

solución patrón medidas a la misma longitud de onda y en las mismas condiciones operacionales espectroscópicas.

- Esta curva de calibración obtenida guarda linealidad, por lo que se puede afirmar que se cumple la ley de Beer.

Por lo tanto, el método en estudio basado en los resultados del trabajo analítico cumple la ley fotométrica Lambert-Beer, operando experimentalmente a una longitud de onda de 970 nm, utilizando como blanco agua destilada, el instrumento de medición es un espectrofotómetro de absorción molecular de doble haz o canal.

2.7 Medición de la muestra de bebidas Alcohólicas destiladas por el Método Espectrofotométrico en el IRC

Desde el punto de vista práctico ⁹ la muestra de Pisco se coloca en la celda de muestra y en la otra celda se coloca el blanco, agua destilada. Se procede a programar el instrumento en la función CUANTITATIVA, y se procede a la medición de las muestras de Pisco.

Tabla 21. Muestra Tipo A grado alcohólico por el Método del IRC (Pisco Santiago Queirolo)

Nº muestra	% etanol teórico	% etanol experimental	Valor medido de absorbancia
1	42.00	44.35	-0.078
2	42.00	44.35	-0.078
3	42.00	44.35	-0.078
Promedio	42.00	44.35	-0.078

Tabla 22. Muestra tipo B Grado Alcohólico por el Método del IRC (Pisco Botija)

Nº muestra	% etanol teórico	% etanol experimental	Valor medido de absorbancia
1	40.00	43.00	-0.072
2	40.00	43.00	-0.072
3	40.00	43.00	-0.072
Promedio	40.00	43.00	-0.072

Tabla 23. Muestra tipo C Grado Alcohólico por el Método del IRC (Demonio De Los Andes)

N° muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental	Valor medido de absorbancia
1	40.00	42.93	-0.077
2	40.00	42.85	-0.077
3	40.00	42.82	-0.077
Promedio	40.00	42.87	-0.077

Tabla 24. Muestra tipo D grado Alcohólico por el Método del IRC (Pisco Cuatro Gallos)

N° muestra	% Etanol teórico	% etanol experimental	Valor medido de absorbancia
1	40.00	43.30	-0.076
2	40.00	43.30	-0.076
3	40.00	43.30	-0.076
Promedio	40.00	43.30	-0.076

Tabla 25. Muestra tipo E Grado Alcohólico por el Método del IRC (Tradición Majes)

N° muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental	Valor medido de absorbancia
1	40.00	40.80	-0.076
2	40.00	40.80	-0.076
3	40.00	40.80	-0.076
Promedio	40.00	40.80	-0.076

2.8 Cuadro comparativo de medición de etanol en los piscos con los diferentes métodos analíticos en estudio

Tabla 26. Análisis Físico-Químico De Pisco A, Santiago Queirolo

Método de análisis	%etanol teórico	% etanol experimental
Método alcoholímetro	42.00	40.00
Método picnómetro	42.00	42.23
Método espectrofotométrico	42.00	44.35

Tabla 27. Análisis Físico-químico de Pisco B, Pisco Botija

Método de análisis	% Etanol teórico	% etanol experimental
Método alcoholímetro	40.00	40.00
Método picnómetro	40.00	43.30
Método espectrofotométrico	40.00	43.00

Tabla 28. Análisis Físico-químico de Pisco C, Pisco Demonio de los Andes

Método de análisis	% Etanol teórico	% Etanol experimental
Método alcoholímetro	40.00	40.00
Método picnómetro	40.00	44.61
Método espectrofotométrico	40.00	42.87

Tabla 29. Análisis Físico-químico de Pisco D, Pisco Cuatro Gallos

Método de análisis	% Etanol teórico	% Etanol experimental
Método alcoholímetro	40.00	40.00
Método picnómetro	40.00	41.18
Método espectrofotométrico	40.00	43.30

Tabla 30. Análisis Físico-químico de Pisco E, Pisco Tradición Majes.

Método de análisis	% Etanol teórico	% Etanol experimental
Método alcoholímetro	40.00	40.00
Método picnómetro	40.00	38.93
Método espectrofotométrico	40.00	40.80

2.9 Cálculos del contenido de Etanol por el Método Espectrofotométrico

2.9.1 Porcentaje de Etanol en la Muestra tipo A, Pisco Queirolo.

Con los valores experimentales obtenidos se procede a procesar la información recolectada para calcular la concentración de etanol en cada una de las muestras en estudio, por los métodos analíticos, gráficos y de regresión lineal.

Tabla 31. Muestra tipo A grado alcohólico (Pisco Santiago Queirolo)

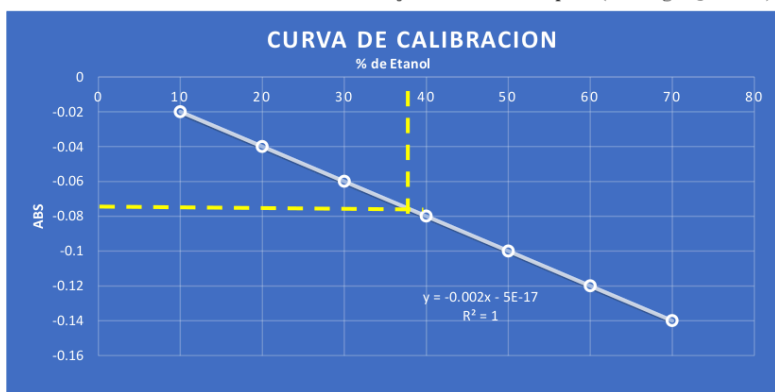
Nº muestra	% Etanol teórico declarado	% Etanol en el instrumento	Valor medido de absorbancia en el instrumento
1	42.00	44.35	-0.078
2	42.00	44.35	-0.078
3	42.00	44.35	-0.078
Promedio	42.00	44.35	-0.078

2.9.2 Cálculos de las Concentraciones

a. Método Gráfico

La curva de calibración también permite determinar la concentración del analito a través del método gráfico. El instrumento mide la relación de potencia de radiación incidente y la transmitida, que permite determinar la absorbancia de la muestra, se plotea el valor medido en absorbancia en el eje de las Y (valores de absorbancia), trazando una perpendicular a la curva de calibración, en línea recta, y luego se traza una perpendicular al eje de las X (valores de concentraciones), cuyo punto corresponde al porcentaje de etanol en la muestra.

Gráfica 3. Curva de Calibración o de Trabajo de la muestra tipo A (Santiago Queirolo)



Discusión de resultados

La curva de calibración es empleada para determinar si el método cumple la Ley Beer, pero también es usada como curva de trabajo para cuantificar el porcentaje del analito, en este caso, el Etanol. De la tabla de resultados de las muestras se obtiene un valor de absorbancia de -0.078, este dato se ubica en el eje de las absorbancias y luego se traza una línea recta de tal forma que intercepte a la curva de calibrado. Ploteado el punto en la curva de calibrado se traza una línea recta que sea perpendicular al eje de las concentraciones, en el caso de nuestro estudio

de la muestra de Pisco, este presenta mediante el método gráfico una concentración del 39.00 % de grado alcohólico.

Según el método gráfico, la concentración de etanol en el pisco es de 39%.

b. Método analítico

El método analítico consiste en determinar la concentración de las muestras mediante los cálculos numéricos, estos cálculos involucrados constan de diferentes pasos y son los siguientes:

- **Cálculo de las absorptividades específicas**

Se emplea la fórmula matemática de la ley combinada Lambert-Beer, y consiste en realizar los cálculos de absorptividad (a) de cada solución patrón o estándar, se reemplaza los datos de trayecto óptico (b), y la concentración de cada solución patrón.

La ecuación combinada de Lambert-Beer es:

$$A \rightarrow a \cdot b \cdot c$$

El siguiente paso es el cálculo de la absorptividad específica.

$$a = \frac{A_{\text{patrones}}}{B \cdot C_{\text{patrón}}}$$

3
Donde:

A= absorbancia

a = absorptividad específica

b= trayecto óptico en centímetro

c = concentración en porcentaje %

- **Cálculo de la absorptividad media**

$$a_1 = \frac{-0.02}{1\text{cm} \times 10\%} = -0.002 \text{ l/cm} \times \%$$

Absortividad del patrón # 2

$$a_2 = \frac{-0.04}{1\text{cm} \times 20\%} = -0.002$$

Absortividad del patrón # 3

$$a_3 = \frac{-0.06}{1\text{cm} \times 30\%} = -0.002$$

Absortividad del patrón # 4

$$a_4 = \frac{-0.08}{1\text{cm} \times 40\%} = -0.002$$

Absortividad del patrón # 5

$$a_5 = \frac{-0.1}{1\text{cm} \times 50\%} = -0.002$$

Absortividad del patrón # 6

$$a_6 = \frac{-0.120}{1\text{cm} \times 60\%} = -0.002$$

Absortividad del patrón # 7

$$a_7 = \frac{-0.140}{1\text{cm} \times 70\%} = -0.002$$

Absortividad media de los patrones

$$a_m = -0.002 \text{ l/cm} \times \%$$

Tabla 32. Absortividades específicas de las soluciones patrones de etanol

N° patrón	% Etanol	Absorbancia	Absortividades Específicas "A"
1	10.0	-0.02	-0.002
2	20.0	-0.04	-0.002
3	30.0	-0.06	-0.002
4	40.0	-0.08	-0.002
5	50.0	-0.100	-0.002
6	60.0	-0.120	-0.002
7	70.0	-0.140	-0.002
am			-0.002 l/cm x %

2.9.3 Concentración del Analito (% Etanol)

Para este cálculo se aplica también la ecuación de Lambert-Beer y se toma en consideración el valor de absorbancia del analito, la absortividad media de las soluciones patrones, el trayecto óptico de 1 cm, y la concentración del analito presente en la muestra.

Reemplazando datos en la ecuación matemática de Lambert Beer se calcula la concentración del porcentaje de etanol en el Pisco relacionando o comparando con la absortividad media de los patrones calculados y presentados anteriormente.

La ecuación de Beer se aplica para calcular la concentración de la muestra

$$Cm = \frac{A_{muestra}}{b \cdot a_{media}}$$

Datos Experimentales de la medición de la Muestra

- Absorbancia de la muestra= -0.078
- Trayecto óptico = 1 cm
- Absortividad media = -0.002 l/cm x %

Reemplazando estos valores se tiene lo siguiente:

$$Cm = \frac{-0.078}{1cm \times (0.002 \frac{1}{cm} x \%)} = 39.00\%$$

El porcentaje de alcohol etílico en la muestra A de acuerdo con el método analítico es de 39.00%

Discusión de resultados

Se puede observar en la tabla que los valores de las absorptividades específicas son iguales, esto nos indica que corresponde a la pendiente de la curva, siendo los valores iguales, podemos afirmar que el método propuesto cumple con la ley Beer. Es una segunda forma de establecer si el método espectroscópico de absorción que se está diseñando cumple con las leyes fotométricas de absorción.

Adicionalmente, este valor medio de las absorptividades de los patrones sirve para calcular la concentración del analito, en este caso, del etanol. El resultado calculado analíticamente corresponde a la concentración del grado alcohólico que presenta el Pisco. El valor teórico declarado por el productor y que aparece en la etiqueta es de 42 ° de etanol. Los resultados se exponen en la tabla siguiente:

Tabla 33. Porcentaje de etanol en la muestra a (Queirolo) Método Analítico

N° muestra	% Etanol
1	39,00
2	39,00
3	39,00
Promedio	39,00

En las tablas de resultados de las muestras se observa que los valores de absorbancia para cada muestra medida corresponde al mismo valor, es decir, su magnitud de absorbancia es de (-0.078), la absorptividad media calculada en base a los estándares es la misma magnitud (0.002 l /cm x %), por lo que sus valores por el método analítico son iguales (39.00% de grado alcohólico).

Esta reproducibilidad de los resultados se debe a que las muestras medidas corresponden a un mismo lote de producción del pisco, de la medición de patrones y de las muestras en ensayo

en las mismas condiciones de trabajo analítico, misma técnica de trabajo y el mismo espectrofotómetro como equipo de laboratorio.

2.9.4 Cálculo del Porcentaje de Etanol por Regresión Lineal

En este modelo se proyecta la forma de una línea de regresión, se relacionan dos variables y existe una causalidad directa o indirecta entre ambas variables. La variable dependiente se predice sobre la base de una variable independiente, gráficamente se representa la variable independiente “X”, con relación al eje horizontal (concentración) y el valor de la variable dependiente “Y”, con relación al eje vertical (absorbancia).

Este método implica la búsqueda de un modelo matemático que explique en mayor medida esa relación de dependencia entre las dos variables. El paso siguiente consiste en determinar la ecuación lineal que mejor se ajuste a la relación entre las variables observadas y se trata de ajustar las variables a una línea recta mediante el método de mínimos cuadrados.

El grado de relación entre dos variables se mide a través del **coeficiente de correlación llamada de Pearson (r)** o también mediante el **coeficiente de Determinación (r²)**, que nos indica en qué medida varía una de ellas al variar la otra variable, o que tan cerca se mueven las dos variables X y Y. El índice de correlación lineal “r” se determina mediante la fórmula:

$$Cm = \frac{N(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{N\sum X^2 - (\sum X)^2} \sqrt{N\sum Y^2 - (\sum Y)^2}}$$

Donde r puede oscilar entre 0 y (±1). Generalmente, se acepta un valor cercano a la unidad, sin embargo, este depende del grado de precisión y rigurosidad de los resultados que se desean. Si la correlación es perfecta y se ajusta a una línea recta entonces r = 1, que indica que a una variación de X corresponde una variación proporcional sobre Y.

Frecuentemente se utiliza como criterio de la linealidad un coeficiente de correlación (r) de 0.999, la pendiente (conocida también como coeficiente de regresión) y se expresa en

unidades de respuesta sobre unidades de concentración o cantidad del analito. El intercepto es el estimador que se relaciona con la presencia de interferencia o errores sistemáticos, el intervalo de confianza del intercepto debe incluir al cero para cumplir con el requisito de proporcionalidad.

8

Regresión lineal (Recta)

Sea la ecuación de la recta:

$$Y = a + bx$$

Donde:

a = valor de la ordenada cuando $X=0$

b = pendiente de la recta (corresponde a la absortividad de cada solución patrón o estándar)

8

y = Es el valor calculado o estimado de la variable dependiente y (absorbancia) para un valor específico de la variable independiente. Es el valor de la absorbancia

X = es el valor dado o específico de las variables independientes. Es el valor de la concentración.

La ecuación por regresión lineal con los datos anteriores es la siguiente:

La ecuación de ajuste es:

$$Y = a + b x$$

$$y = (-0.002) (x) - 5 \times 10^{-17}$$

Donde:

$$a = -5 \times 10^{-17}$$

$$b = -0.02$$

x = concentración de la solución absorbente muestra

Y = absorbancia de la muestra

reemplazando datos y considerando que la absorbancia de la muestra es (-0.078):

$$Y = -0.002(x) - 5 \times 10^{-17}$$

$$(-0.078) = -0.002(x) - 5 \times 10^{-17}$$

$$X (\text{concentración}) = 39.00$$

El resultado de concentración de etanol por regresión lineal es de 39.00 % vol

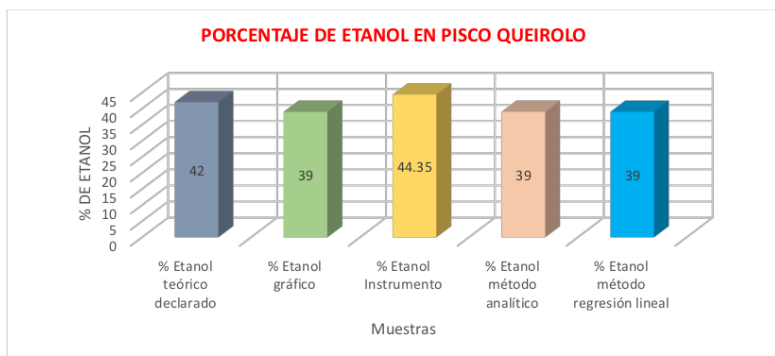
Tabla 34. Resultados del porcentaje de etanol (Método de Regresión Lineal)

N° muestra	% ETANOL
1	39.00
2	39.00
3	39.00
Promedio	39.00

Tabla 35. Resumen de resultados medidos por Espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol pisco A (Santiago Queirolo)

N° muestra	% etanol teórico declarado	% etanol experimental	% etanol método gráfico	% etanol método analítico	% etanol método regresión lineal
1	42.00	44.35	39.00	39.00	39.00
2	42.00	44.35	39.00	39.00	39.00
3	42.00	44.35	39.00	39.00	39.00
Promedio	42.00	44.35	39.00	39.00	39.00

Gráfica 4. Gráfica de representación de los resultados en porcentaje de etanol en la muestra tipo A medida por espectroscopia IRC



Discusión de resultados

Se puede apreciar en los resultados obtenidos por el método espectrofotométrico que los resultados obtenidos por los cálculos analíticos, gráfico, y por regresión lineal, presentan reproducibilidad de resultados con valores promedios de 39 ° alcohólico. Se observa una diferencia entre el valor teórico declarado por el productor, es decir, de 42 ° y del valor que arroja el instrumento en la medición experimental que es de 44.35 ° alcohólico, presentando un error por encima del teórico. Los porcentajes de etanol calculado están con valores por debajo del valor declarado por el productor.

2.9.5 Porcentaje de Etanol en la Muestra Tipo B (Pisco Botija)

Se procede de manera análoga a la muestra tipo A, con la muestra TIPO B, del Pisco puro Quebranta marca BOTIJA, realizando la medición en el equipo de absorción sus valores medidos se presentan en la siguiente tabla.

Tabla 36. Muestra tipo B Grado Alcohólico (Pisco Botija)

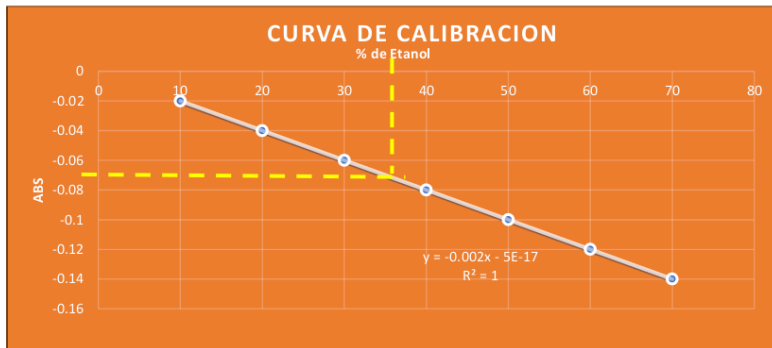
N° muestra	% etanol teórico	% etanol experimental	Valor medido de absorbancia
1	40.00	43.00	-0.072
2	40.00	43.00	-0.072
3	40.00	43.00	-0.072
Promedio	40.00	43.00	-0.072

Las soluciones muestras se miden a la longitud de onda de trabajo de 970 nm.

➤ Cálculos

1) Método Gráfico

Gráfica 5. Curva de Calibración o de Trabajo en la muestra tipo B (Pisco Botija)



a) Método analítico

➤ Datos experimentales

- Promedio de Absorbancia de la muestra= -0.072
- Trayecto óptico = 1 cm
- Absortividad media = -0.002 1/cm x %

Reemplazando estos valores se tiene lo siguiente:

$$Cm = \frac{-0.072}{1\text{cm} \times (0.002 \frac{1}{\text{cm}} x\%)} = 36.00\%$$

El porcentaje de alcohol etílico en la muestra B de acuerdo con el método analítico es de 36.00%.

b) Método de Regresión Lineal

Reemplazando datos en la ecuación de ajuste se tiene la siguiente expresión considerando que la absorbancia es (-0.072):

$$Y = -0.002(x) - 5 \times 10^{-17}$$

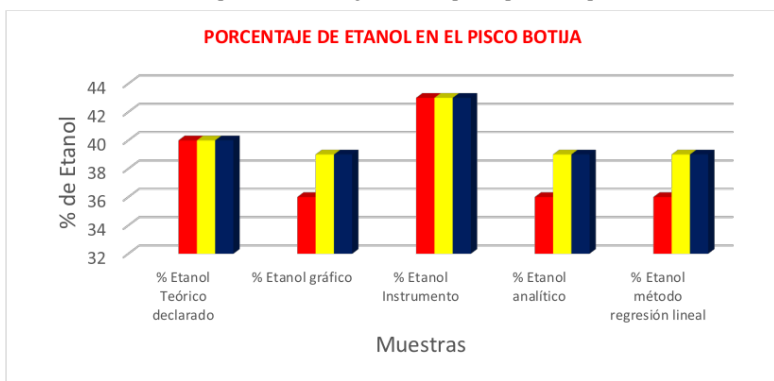
$$(-0.072) = -0.002(x) - 5 \times 10^{-17}$$

$$x(\text{concentración}) = 36.00\% \text{ vol}$$

Tabla 37. Resumen de resultados medidos por Espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol de Pisco B Botija

Nº muestra	% etanol teórico declarado	% etanol medida experimentalmente	% etanol método gráfico	% etanol método analítico	% etanol método regresión lineal
1	40.00	43.00	36.00	36.00	36.00
2	40.00	43.00	36.00	36.00	36.00
3	40.00	43.00	36.00	36.00	36.00
Promedio	40.00	43.00	36.00	36.00	36.00

Gráfica 6. Gráfica de representación de los resultados en porcentaje de Etanol en la muestra tipo B, Pisco Botija, medida por espectroscopia IRC



2.9.6 Porcentaje de Etanol en la muestra tipo C (Pisco Demonio De Los Andes)

Tabla 38. Muestra Tipo C, Pisco Demonio De Los Andes

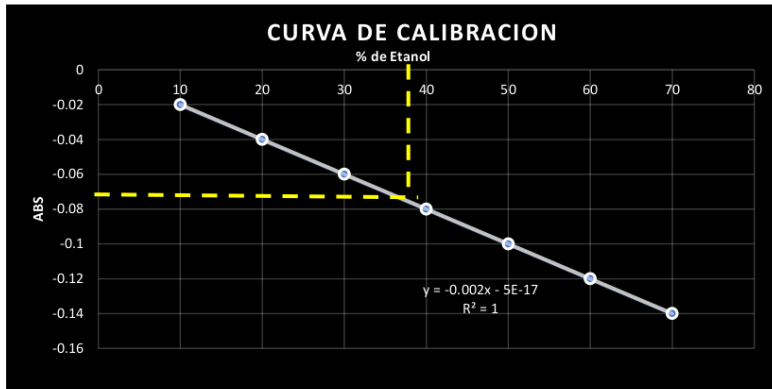
Nº muestra	% etanol Teórico	% etanol Experimental	Valor medido de absorbancia
1	40.00	42.93	-0.077
2	40.00	42.85	-0.077
3	40.00	42.82	-0.077
Promedio	40.00	42.87	-0.077

Cálculos

1) Método gráfico

La curva de calibración se emplea también como curva de trabajo.

Gráfica 7. Curva de Calibración o de trabajo método gráfico para la determinación del % Etanol en la muestra tipo C



Método analítico

Datos experimentales

Reemplazando valores se tiene la siguiente relación:

$$cm = \frac{-0.077}{1cm \times (0.002 \frac{1}{cm} x\%)} = 39.00\% vol$$

El porcentaje de alcohol etílico en la muestra C es de 39.00% vol

2) Método de Regresión Lineal

Reemplazando datos en la ecuación de ajuste se tiene la siguiente expresión

considerando que la absorbancia es (-0.072):

$$Y = -0.002(X) - 5 \times 10^{-17}$$

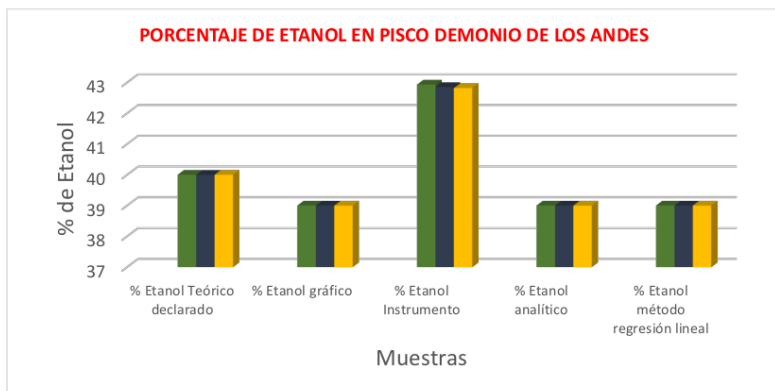
$$(-0.077) = -0.002(x) - 5 \times 10^{-17}$$

$$X (\text{concentración}) = 39.00\% vol$$

Tabla 39. Resumen de resultados medidos por espectroscopia IRC porcentaje de etanol pisco C demonio De Los Andes

N° muestra	% etanol teórico declarado	% etanol instrumental	% etanol método gráfico	% etanol Método analítico	% Etanol Método regresión lineal
1	40.00	42.93	39.00	39.00	39.00
2	40.00	42.93	39.00	39.00	39.00
3	40.00	42.93	39.00	39.00	39.00
Promedio	40.00	42.93	39.00	39.00	39.00

Gráfica 8. Representación gráfica de determinación de % Etanol en muestra de tipo C



2.7.5 Porcentaje de Etanol en la muestra tipo D (Cuatro Gallos)

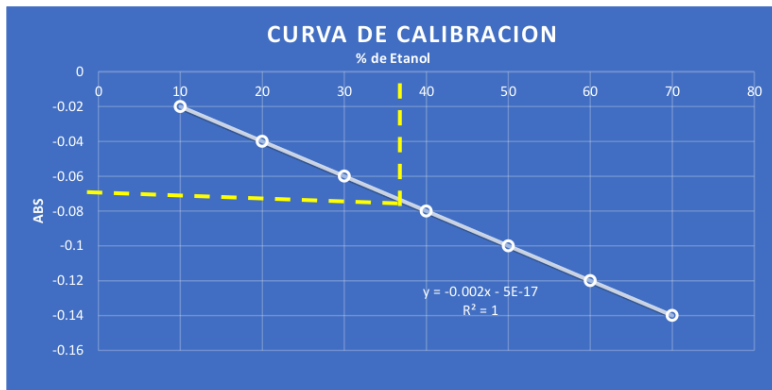
Tabla 40. Muestra tipo D, Pisco Cuatro Gallos

N° muestra	% etanol teórico	% etanol Experimental	Valor medido de Absorbancia
1	40.00	43.30	-0.076
2	40.00	43.30	-0.076
3	40.00	43.30	-0.076
Promedio	40.00	43.30	-0.076

➤ Cálculos

3) Método grafico

Gráfica 9. Curva de Calibración o de trabajo método grafico para la determinación del % Etanol en la muestra tipo D



4) Método Analítico

Reemplazando estos valores se tiene lo siguiente:

$$cm = \frac{-0.076}{1cm \times (0.002 \frac{1}{cm} x\%)} = 38.00\% vol$$

El porcentaje de alcohol etílico en la muestra C de acuerdo con el método analítico es de 38.00%

5) Método de Regresión Lineal

Reemplazando datos en la ecuación de ajuste se tiene la siguiente expresión:

considerando que la absorbancia es (-0.072):

$$Y = -0.002(X) - 5 \times 10^{-17}$$

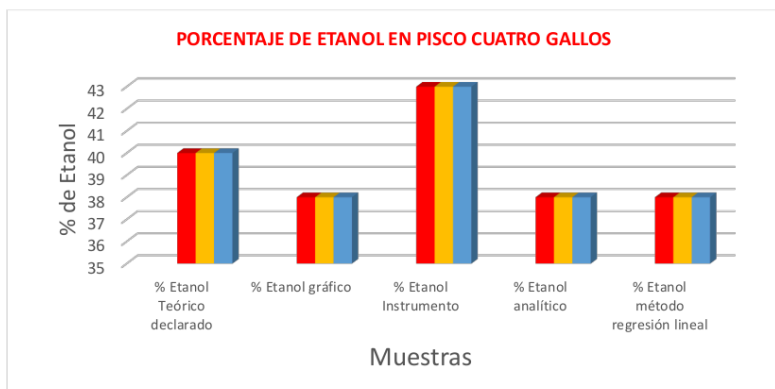
$$(-0.076) = -0.002(x) - 5 \times 10^{-17}$$

$$X \text{ (concentración)} = 38.00\% vol$$

Tabla 41. Resumen de resultados medidos por Espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol pisco D Cuatro Gallos

N° muestra	% Etanol Teórico Declarado	% Etanol Instrumental	% Etanol Método gráfico	% Etanol Método analítico	% Etanol Método regresión lineal
1	40.00	43.00	38.00	38.00	38.00
2	40.00	43.00	38.00	38.00	38.00
3	40.00	43.00	38.00	38.00	38.00
Promedio	40.00	43.00	38.00	38.00	38.00

Gráfica 10. Representación gráfica de determinación de % Etanol en muestra de tipo D, Cuatro Gallos.



2.9.7 Porcentaje de etanol en la muestra tipo E (Tradición Majes)

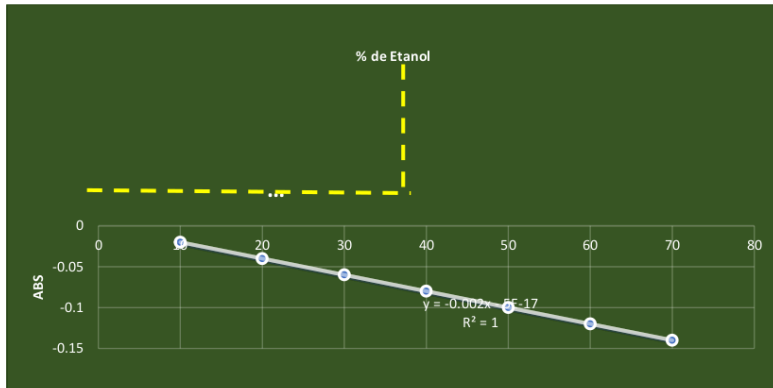
Tabla 42. Muestra tipo E, Pisco Majes Tradición

N° muestra	% etanol teórico	% etanol experimental	Valor medido absorbancia
1	40.00	40.80	-0.076
2	40.00	40.80	-0.076
3	40.00	40.80	-0.076
Promedio	40.00	40.80	-0.076

➤ Cálculos

6) Método grafico

Gráfica 11. Curva de calibración o de trabajo método gráfico para la determinación del % Etanol en la muestra tipo E



7) Método analítico

➤ Datos experimentales

Reemplazando valores se tiene lo siguiente:

$$cm = \frac{-0.076}{1cm \times (0.002 \frac{1}{cm} x\%)} = 38.00\% vol$$

El porcentaje de alcohol etílico en la muestra C de acuerdo con el método analítico es de 38.00%

8) Método de Regresión Lineal

Aplicando la ecuación de ajuste se tiene la siguiente expresión considerando que la absorbancia es (-0.076):

$$Y = -0.002(X) - 5 \times 10^{-17}$$

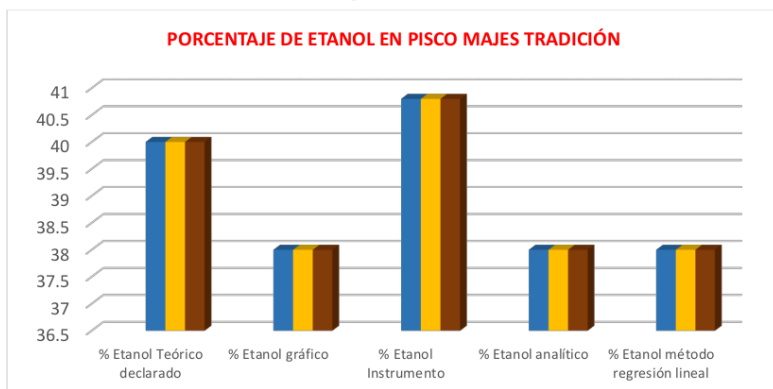
$$(-0.076) = -0.002(x) - 5 \times 10^{-17}$$

$$X \text{ (concentración)} = 38.00\% vol$$

Tabla 43. Resumen de resultados medidos por espectroscopia IRC Porcentaje de Etanol en Pisco E, Majes Tradición

N° muestra	% Etanol Teórico Declarado	% Etanol Instrumento	% Etanol Método gráfico	% Etanol Método analítico	% Etanol Método regresión lineal
1	40.00	40.80	38.00	38.00	38.00
2	40.00	40.80	38.00	38.00	38.00
3	40.00	40.80	38.00	38.00	38.00
Promedio	40.00	40.80	38.00	38.00	38.00

Gráfica 12. Representación gráfica de determinación de % etanol en muestra de tipo E Majes Tradición



La siguiente tabla presenta la medición del Pisco A, en la tabla se tiene los valores de absorbancia con sus réplicas correspondientes. Con estos datos recopilados se puede calcular los resultados por los métodos gráficos, analíticos y por regresión lineal.

A continuación, se expone los cálculos correspondientes de estos cálculos analíticos para luego realizar las comparaciones e interpretaciones de los resultados obtenidos por los diferentes métodos.

2.9.8 Tabla resumen general de resultados medidos por los diferentes métodos de análisis

En estas tablas se reportan los resultados de las mediciones de Etanol en cada una de las muestras problemas por los tres métodos de análisis propuestos en el estudio. Esto significa, que las mediciones se efectuaron con el picnómetro, el alcoholímetro y el espectrofotómetro respectivamente.

Tabla 44. Resumen de resultados medidos por el método oficial del Picnómetro

Nº Muestra	Muestra A Queirolo	Muestra B Botija	Muestra C Demonio Andes	Muestra D Cuatro Gallos	Muestra E Majes Tradición
%					
Teórico	42.00	40.00	40.00	40.00	40.00
1	41.70	43.30	40.85	41.12	38.90
2	42.90	43.30	40.90	41.20	38.98
3	42.10	43.30	40.10	41.20	38.90
Promedio	42.23	43.30	40.62	41.17	38.93

Tabla 45. Resumen de resultados medidos por el método oficial del alcoholímetro

Nº Muestra	Muestra A Queirolo	Muestra B Botija	Muestra C Demonio Andes	Muestra D Cuatro Gallos	Muestra E Majes Tradición
%					
Teórico	42.00	40.00	40.00	40.00	40.00
1	40.00	40.00	40.00	40.00	40.00
2	40.00	40.00	40.00	40.00	40.00
3	40.00	40.00	40.00	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00	40.00	40.00	40.00

Tabla 46. Resumen de resultados medidos por el método espectrofotométrico del IRC

Nº Muestra	Muestra A Queirolo	Muestra B Botija	Muestra C Demonio Andes	Muestra D Cuatro Gallos	Muestra E Majes Tradición
% Teórico	42.00	40.00	40.00	40.00	40.00
1 Gráfico	39.00	36.00	39.00	38.00	38.00
2 Analítico	39.00	36.00	39.00	38.00	38.00
3 Regresión lineal	39.00	36.00	39.00	38.00	38.00
Promedio	39.00	36.00	39.00	38.00	38.00

Tabla 47. Resumen de resultados medidos y calculados por espectroscopia IRC
Porcentaje de Etanol en Pisco E, Majes Tradición

N° muestra	% Etanol Teórico Declarado	% Etanol Instrumento	% Etanol Método gráfico	% Etanol Método analítico	% Etanol Método regresión lineal
1	40.00	40.80	38.00	38.00	38.00
2	40.00	40.80	38.00	38.00	38.00
3	40.00	40.80	38.00	38.00	38.00
Promedio	40.00	40.80	38.00	38.00	38.00

Estos resultados obtenidos y reportados son valores promedios determinados por los métodos gráfico, por los métodos analíticos y por regresión lineal. Se consideran los datos promedios con sus réplicas correspondientes.

Tabla 48. Resumen comparativo de resultados medidos por los diferentes métodos

N° muestra	Muestra A Queirolo 42.00%	Muestra B Botija 40.00%	Muestra C Demonio 42.00%	Muestra D Gallos 40.00%	Muestra E Majes 40.00%	Método De Análisis
1	42.23	43.30	40.62	41.17	38.93	Picnómetro
2	40.00	40.00	40.00	40.00	40.00	Alcoholímetro
3	39.00	36.00	39.00	38.00	38.00	Espectrofotométrico

En esta tabla comparativa de los cinco tipos de muestras medidos por los métodos de análisis oficiales y propuesto, se han considerado los valores promedios de las lecturas experimentales por cada método, es decir, con el picnómetro, con el alcoholímetro y especialmente las mediciones realizadas por el método espectroscópico en la región espectral del infrarrojo cercano. Es importante señalar que estos datos experimentales se obtienen por los cálculos a través del método gráfico, analítico y el de regresión lineal.

Los valores obtenidos en sus mediciones experimentales los datos que se presentan tienen cierto grado de dispersión que se pueden considerar como valores aceptables, por presentar valores reproducibles, se tienen que el valor declarado considerado como verdadero y los valores medidos en forma experimental presentan resultados cercanos uno de otros.

Tabla 49. Resultados promedios de etanol en muestra A (Pisco Queirolo)

Método de análisis	Porcentaje de etanol
Método espectrofotométrico IRC	44.35
Método del picnómetro (Oficial)	42.23
Método del alcoholímetro Escala Gay Lussac	40.00

Tabla 50. Resumen de resultados de etanol en muestra B Pisco Botija

Método de análisis	Porcentaje de etanol
Método espectrofotométrico IRC	44.35
Método del picnómetro (Oficial)	43.30
Método Escala Gay Lussac	40.00

Tabla 51. Resultados promedios de etanol en muestra C Pisco Demonio De Los Andes

Método de análisis	Porcentaje de etanol
Método espectrofotométrico IRC	44.35
Método del picnómetro (Oficial)	42.23
Método Escala Gay Lussac	40.00

Tabla 52. Resultados promedios de etanol en muestra D de Pisco Cuatro Gallos

Método de análisis	Porcentaje de etanol
Método espectrofotométrico IRC	44.35
Método del picnómetro (Oficial)	42.23
Método Escala Gay Lussac	40.00

Tabla 53. Resultados promedios de etanol en muestra E Pisco Majes Tradición

Método de análisis	Porcentaje de etanol
Método espectrofotométrico IRC	44.35
Método del picnómetro (Oficial)	42.23
Método Escala Gay Lussac	40.00

Tabla 54. Muestra tipo a grado alcohólico por el método del alcoholímetro de Gay Lussac (Queirolo)

Nº muestra	% Etanol Teórico	% Etanol Experimental
1	42.00	40.00
2	42.00	40.00
3	42.00	40.00
Promedio	42.00	40.00

Tabla 55. Muestra tipo B Grado Alcohólico por el método del Alcoholímetro de Gay Lussac (Pisco Botija)

Nº muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	40.00	40.00
2	40.00	40.00
3	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00

Tabla 56. Muestra tipo c grado alcohólico por el método del alcoholímetro de Gay Lussac (Pisco Demonio De Los Andes)

Nº muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	40.00	40.00
2	40.00	40.00
3	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00

Tabla 57. Muestra tipo D grado alcohólico por el método del alcoholímetro de Gay Lussac (Pisco Cuatro Gallos)

Nº muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	40.00	40.00
2	40.00	40.00
3	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00

Tabla 58. Muestra tipo E grado alcohólico por el método del alcoholímetro de Gay Lussac (Pisco Majes Tradición)

Nº muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	40.00	40.00
2	40.00	40.00
3	40.00	40.00
Promedio	40.00	40.00

2.10 ² Determinación de grado alcohólico Volumétrico por el Método por Picnometría

Tabla 59. Muestra tipo a grado alcohólico volumétrico por el método por Picnometría (Pisco Santiago Queirolo)

Nº muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	42.00	41.70
2	42.00	42.90
3	42.00	42.10
Promedio	42.00	42.23

Tabla 60. Muestra tipo B grado alcohólico volumétrico por el método por picnometría (Pisco Botija)

N° muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	40.00	43.30
2	40.00	43.30
3	40.00	43.30
Promedio	40.00	43.30

Tabla 61. Muestra tipo C grado alcohólico volumétrico por el método por Picnometría (Pisco Demonio De Los Andes)

N° muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	40.00	40.85
2	40.00	40.90
3	40.00	40.10
Promedio	40.00	40.61

Tabla 62. Muestra tipo D grado alcohólico volumétrico por el método por picnometría (Pisco Cuatro Gallos)

N° muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	40.00	41.12
2	40.00	41.20
3	40.00	41.23
Promedio	40.00	41.18

Tabla 63. Muestra tipo E grado Alcohólico Volumétrico por el método por Picnometría (Pisco Majes Tradición)

N° muestra	% Etanol teórico	% Etanol experimental
1	42.00	38.90
2	42.00	38.98
3	42.00	38.90
Promedio	42.00	38.93

Tabla 64. Resultados en muestra b porcentaje etanol por el Método Analítico Pisco Botija

N° muestra	% Etanol
1	38.00
2	38.00
3	38.00
Promedio	38.00

Tabla 65. Resumen de resultados del porcentaje de etanol con los diferentes tipos de muestra y por los Tres Métodos de análisis

Muestra	% etanol teórico	%etanol medido por espectro	%etanol espectro Calculo analítico	% etanol picnómetro	%etanol alcoholímetro
Queirolo	42	43.00	39.00	42.23	40.00
Botija	40	43.00	36.00	43.30	40.00
Demonio	40	42.87	39.00	41.17	40.00
Gallos	40	43.30	38.00	38.93	40.00
Majes	40	40.80	38.00	40.62	40.00

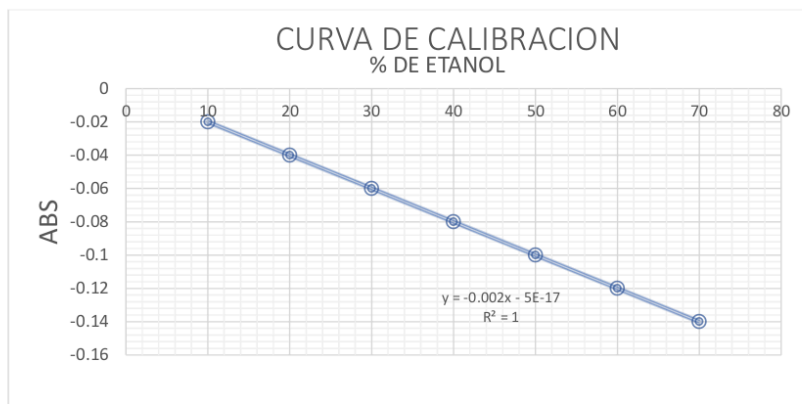
2.11 Validación del método analítico

Se presenta los resultados y parámetros analíticos con la finalidad de validar el método mediante los métodos estadísticos.

2.11.1 Linealidad

La concentración de los estándares en relación con sus respectivos valores respuestas de absorbancia se ilustra en la siguiente tabla.

Gráfica 13. Representación gráfica de la linealidad



Discusión de resultados

El análisis estadístico para el cálculo de la recta de regresión se realiza en función de la ecuación de la recta:

$$Y = bx + a$$

donde:

x= concentración del analito (variable independiente)

y= valor de la respuesta (variable dependiente)

b= valor de la pendiente de la curva

a= ordenada de origen (término independiente o intercepto).

Aplicando la fórmula anterior y los datos experimentales se obtiene la siguiente ecuación de ajuste:

$$Y = -0.002(x) - 5E^{-17}$$

En la interpretación estadística de la regresión lineal el coeficiente de correlación “r”, indica el grado de relación entre las variables “x” (concentración) y la variable “y” (respuesta).

El test de hipótesis para el coeficiente de correlación “r” donde Ho: r es diferente de 1, el criterio de aceptación, “r” no debe ser significativamente diferentes de 1.

Se debe tener en cuenta que:

r= 1 (indica una recta perfectamente lineal con pendiente positiva)

r= -1 (indica una recta perfectamente lineal negativa)

r= 0 (indica que no hay correlación entre “x” e “y”).

El coeficiente de determinación (r^2), está dado por el cuadrado del coeficiente de correlación “r”, indica la proporción de la varianza total de “y”. Este valor de acuerdo con la gráfica es igual a la unidad ($r^2 = 1$). De acuerdo con la curva de calibración obtenida la línea recta indica que el método de análisis propuesto cumple la Ley fotométrica de Beer, que señala

que las absorbancias son funcionales lineales de las concentraciones, verificación que es importante para el diseño de los análisis espectroscópicos de análisis.

2.11.2 Exactitud

La exactitud se expresa mediante el error:

2.11.2.1 Cálculo del error por el Método del Espectrofotometro

a. Muestra a Santiago Queirolo

Se toma como dato teórico el que se reporta en la etiqueta del producto (42.00%) y el valor promedio obtenido mediante los métodos analítico, gráfico, y regresión lineal. (39.00%)

ERROR ABSOLUTO POR CALCULO ESPECTROFOTOMETRICO

$$E = O - T$$

Donde:

E= error absoluto

/O/ = valor medido o calculado (39%)

/T/ = Valor verdadero (42.00%)

$$E = 39.00 - 42.00 = 3.00\% \text{ (error absoluto)}$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{-39.00 - 42.00 \times 100\%}{42.00} = 7.14\% \text{ (error relativo)}$$

ERROR ABSOLUTO MEDIDO CON EL INSTRUMENTO (% ETANOL 42.23%)

$$E = 42.23 - 42.00 = 0.23\% \text{ (error absoluto)}$$

ERROR RELATIVO CON EL VALOR MEDIDO CON EL INSTRUMENTO

$$Er = \frac{-42.23 - 42.00 \times 100\%}{42.00} = 0.55\% \text{ (error relativo)}$$

b. Muestra B Pisco Botija

ERROR ABSOLUTO POR CALCULO ESPECTROFOTOMETRICO

$$E = O - T$$

Reemplazando datos se tiene:

$$E = 36.00 - 40.00 = 4.00\% \text{ (error absoluto)}$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{36.00 - 40.00 \times 100\%}{42.00} = 10.00\% \text{ (error relativo)}$$

ERROR ABSOLUTO MEDIDO CON EL INSTRUMENTO

$$E = O - T$$

Reemplazando datos se tiene:

$$E = 43.30 - 40.00 = 3.30\% \text{ (error absoluto)}$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{36.00 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 10.00\% \text{ (error relativo)}$$

c. Muestra C Pisco Demonio de Los Andes

ERROR ABSOLUTO POR CALCULO ESPECTROFOTOMETRICO

$$E = O - T$$

$$E = 39.00 - 40.00 = 1.00\% \text{ (error absoluto)}$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{39.00 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 2.50\% \text{ (error relativo)}$$

ERROR ABSOLUTO MEDIDO CON EL INSTRUMENTO

$$E = O - T$$

$$E = 39.00 - 40.00 = 1.00\% \text{ (error absoluto)}$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{39.00 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 2.50\% \text{ (error relativo)}$$

d. Muestra D Pisco Cuatro Gallos

ERROR ABSOLUTO POR CALCULO ESPECTROFOTOMETRICO

$$E = O - T$$

$$E = 38.00 - 40.00 = 2.00\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{38.00 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 5.0\% \text{ (error relativo)}$$

ERROR ABSOLUTO MEDIDO CON EL INSTRUMENTO

$$E = O - T$$

$$E = 41.18 - 40.00 = 1.18\% \text{ (error absoluto)}$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{41.18 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 5.0\% \text{ (error relativo)}$$

e. Muestra E Pisco Tradición Majes

ERROR ABSOLUTO POR CALCULO ESPECTROFOTOMETRICO

$$E = O - T$$

$$E = 38.93 - 40.00 = 1.07\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{38.93 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 2.68\% \text{ (error relativo)}$$

ERROR ABSOLUTO MEDIDO CON EL INSTRUMENTO

$$E = O - T$$

$$E = 38.93 - 40.00 = 1.07\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{38.93 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 2.68\% \text{ (error relativo)}$$

2.11.2.2 Cálculo del Error por el Método del Picnómetro

a. Muestra A Santiago Queirolo

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO DEL PICNOMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 42.23 - 42.00 = 0.23\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{42.23 - 42.00 \times 100\%}{42.00} = 0.55\% \text{ (error relativo)}$$

b. Muestra B Botija

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO PICNOMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 43.30 - 40.00 = 3.30\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{42.30 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 8.25\% \text{ (error relativo)}$$

c. Muestra C Demonio de los Andes

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO PICNOMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 40.62 - 40.00 = 0.62\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{40.62 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 1.55\% \text{ (error relativo)}$$

d. Muestra D cuatro Gallos

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO PICNOMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 41.17 - 40.00 = 1.17\%$$

ERROR RELATIVO

$$e. Er = \frac{41.17 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 2.93\% \text{ (error relativo)}$$

f. Muestra E Majes tradición

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO PICNOMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 38.93 - 40.00 = 1.07\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{38.93 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 2.68\% \text{ (error relativo)}$$

2.11.2.3 Cálculo del error por el Método del Alcohómetro

a. Muestra A Santiago Queirolo

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO DEL ALCOHOLIMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 40.00 - 42.00 = 2.00\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{40.00 - 42.00 \times 100\%}{42.00} = 4.76\% \text{ (error relativo)}$$

b. Muestra B Botija

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO ALCOHOLIMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 40.00 - 40.00 = 00.00\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{40.00 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 00.00\% \text{ (error relativo)}$$

c. Muestra C Demonio De Los Andes

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO ALCOHOLIMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 40.00 - 40.00 = 00.00\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{40.00 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 00.00\% \text{ (error relativo)}$$

d. Muestra D Cuatro Gallos

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO DEL ALCOHOLIMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 40.00 - 40.00 = 00.00\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{40.00 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 00.00\% \text{ (error relativo)}$$

e. Muestra E Majes Tradición

ERROR ABSOLUTO POR EL METODO DEL ALCOHOLIMETRO

$$E = O - T$$

$$E = 40.00 - 40.00 = 00.00\%$$

ERROR RELATIVO

$$Er = \frac{40.00 - 40.00 \times 100\%}{40.00} = 00.00\% \text{ (error relativo)}$$

Tabla 66. Determinación de la exactitud de las muestras

Muestra	Método espectroscópico		Método alcoholímetro		Método picnómetro	
	Error Absoluto	Error relativo	Error absoluto	Error relativo	Error absoluto	Error relativo
A Queirolo	0.23	0.55	2.00	4.76	0.23	0.55
B Botija	3.30	10.0	0.00	0.00	3.30	8.25
C Demonio de los Andes	1.00	2.50	0.00	0.00	0.62	1.55
D Cuatro Gallos	1.18	5.00	0.00	0.00	1.17	2.93
E Majes tradición	1.07	5.00	0.00	0.00	1.07	2.68

➤ **Discusión de los resultados**

La tabla anterior nos permite observar los errores tanto absoluto como relativo de las cinco muestras en estudio y los tres métodos de ensayos empleados. El método que arroja el mayor grado de concordancia entre los valores medidos en forma experimental y el valor considerado verdadero o teórico es el método del alcoholímetro donde se puede apreciar que en las cinco mediciones sus valores de error están o cumplen a satisfacción la concordancia entre los valores de lo medido y lo real.

En segundo nivel se observa que el mayor valor de error calculado es con el método del picnómetro y del espectrofotómetro con la muestra del Pisco puro Botija cuyo valor del error relativo es de 8.25% y 10% respectivamente, el resto de los valores están dentro del rango permitido, hasta un 5% máximo.

En el método espectrofotométrico con la muestra A, que corresponde a la muestra Queirolo el error relativo escapa al criterio anterior, dando un valor de 7.14, el resto de los errores en las otras muestras están, en un rango aceptable.

Como conclusión, el parámetro de exactitud de los métodos analíticos estos cumplen con la norma correspondiente y se podría señalar que el método espectrofotométrico presenta exactitud aceptable.

2.11.3 Precisión

La precisión es una medida de los próximos que se encuentran entre si un conjunto de resultados. se da través de la desviación absoluta y relativa. La desviación absoluta es la diferencia entre el valor medido o observado (O) y la media aritmética (M) de las observaciones o medidas realizadas.

Tabla 67. Determinación de la desviación en muestras medidas por espectrofotometría

Muestra	Replica	Muestra	Replica	Muestra	Replica	Muestra	Replica	Muestra	Replica
A	39.00	B	39.00	C	39.00	D	38.00	E	38.00
	39.00		39.00		39.00		38.00		38.00
	39.00		39.00		39.00		38.00		38.00
Promedio	39.00		39.00		39.00		38.00		38.00
Desviación absoluta	0.00		0.00		0.00		0.00		0.00
Desviación relativa	0.00		0.00		0.00		0.00		0.00

Discusión de Datos

La tabla nos indica que los valores de las mediciones realizadas por el método espectrofotométrico en el IRc, representan los valores para cada tipo de muestras sometidas a medición analítica, estos datos como se pueden apreciar en la tabla se presentan la reproducibilidad de los resultados.

Por ello el cálculo de las desviaciones absolutas y relativas para cada caso es cero. Tal información acerca de la reproducibilidad del método se llama precisión de datos.

Tabla 68. Determinación de la desviación en muestra medidas por el método del picnómetro

Muestra	Replica	Muestra	Replica	Muestra	Replica	Muestra	Replica	Muestra	Replica
A	41.70	B	43.30	C	40.85	D	41.12	E	38.90
	42.90		43.30		40.90		41.20		38.98
	42.10		43.30		40.10		41.20		38.90
Promedio	42.23		43.30		40.62		41.17		38.93
Desviación absoluta									
Desviación relativa									

2.11.4 Desviación Absoluta Muestra A

$$\text{Medía aritmética (M)} = \frac{41.70 + 42.90 + 42.10}{3} = 42.23$$

Tabla 69. Desviación Absoluta (Da) Muestra A Queirolo

O (valor medido)	-	M (valor medio)	=	Desviación Absoluta
42.90	-	42.23		0.67
41.70	-	42.23		0.63
42.10	-	42.23		0.13

$$M = \frac{41.70 + 42.10}{2} = 41.90$$

El valor mayor de la desviación absoluta es 0.67. Este valor es el de mayor dispersión dentro de los valores medidos con el tipo de muestra, es considerado un valor que puede ser descartado o rechazado. Este valor llamado sospechoso o dudoso se separa del resto de valores para determinar si el valor es rechazado

Tabla 70. Rechazo de datos, muestra A

O (valor medido)	-	M (valor medio)	=	Desviación absoluta
42.90	-	41.90		1.00 DUDOSO
41.70	-	41.90		0.20
42.10	-	41.90		0.20

$$\text{Media} = \frac{41.70 + 42.10}{2} = 41.90$$

$$\text{Desviación media} = \frac{0.20 + 0.20}{2} = 0.20$$

2.11.5 Robustez

2.11.5.1 Rechazo de Datos

a. Principio del Método del 4D

El método empleado es del Método del 4d, si el valor absoluto del valor dudoso es mayor que 4 veces la desviación media el resultado considerado sospechoso de ser descartado.

$$\text{Desviación absoluta } 1 > 4 (0.20)$$

1 es mayor que cuatro veces la desviación media (0.8), por lo que el valor, de 42.90 no se acepta, es decir, este valor se rechaza.

Discusión de resultados

En la muestra A en las mediciones por el método del Picnómetro en las mediciones de las muestras réplicas y calculando la desviación absoluta se observa que existe un grado de dispersión de los valores medidos. El de mayor incidencia es el de valor de 42.90 con una desviación de 0.67.

Este valor se somete a tratamiento y aplicando el método de rechazo de resultados del 4d, se llega a la conclusión de que el valor de 42.90 es rechazado, es un dato medido que se desecha.

Desviación absoluta muestra c

$$\text{Medía aritmética (M)} = \frac{40.85 + 40.90 + 40.10}{3} = 40.62$$

Tabla 71. Desviación absoluta (DA) Muestra C

O (valor medido)	-	M (valor medio)	=	Desviación absoluta
40.85	-	40.62		0.23
40.90	-	40.62		0.28
40.10	-	40.62		0.52

$$M = \frac{40.85+40.90+ 40.10}{3} = 40.62$$

El valor dudoso se considera el valor de 40.10, que presenta mayor desviación absoluta.

Tabla 72. Rechazo de datos

O (valor medido)	-	M (valor medio)	=	Desviación Absoluta
40.10	-	41.90		1.80 Dudoso
40.85	-	41.90		1.05
40.90	-	41.90		1.00

$$\text{Media} = \frac{41.70 + 42.10}{2} = 41.90$$

$$\text{Desviación media} = \frac{1.05+1.00}{2} = 1.025$$

b. Principio del método del 4d

Si: valor absoluto del valor dudoso es mayor que 4 veces la desviación media el valor se rechaza

$$\text{DESVIACIÓN ABSOLUTA } 1.08 < 4 (1.025)$$

$$1.08 < 4.1$$

4.1 es mayor que la desviación absoluta, por lo que el valor de 40.10 no se rechaza, se acepta.

Discusión de resultados

El valor mayor de la desviación absoluta es 0.52. Este valor es el de mayor desviación dentro de los valores medidos y corresponde al valor medido de 40.10, este dato es considerado como un valor que puede ser descartado o rechazado.

Aplicando la relación de rechazo de resultados se llega a la conclusión de que el valor de 40.10, es aceptado, es decir, todos los valores medidos son aceptados.

Desviación absoluta muestra D

$$\text{Media aritmética (M)} = \frac{41.12 + 41.20 + 41.20}{3} = 41.17$$

Tabla 73. Desviación absoluta (DA) muestra D

O (valor medido)	-	M (valor medio)	=	Desviación absoluta
41.12	-	41.17		0.05
41.20	-	41.17		0.03
41.20	-	41.17		0.03

El valor mayor de la desviación absoluta es 0.05. Este valor es el de mayor desviación dentro de los valores medidos y corresponde al valor medido de 41.12, es considerado un valor que puede ser descartado o rechazado. En el cálculo se aísla temporalmente este valor.

Tabla 74. Rechazo de Datos

O (valor medido)	-	M (valor medio)	=	Desviación absoluta
41.12	-	41.20		0.08 Dudoso
41.20	-	41.20		0.00
41.20	-	41.20		0.00

$$\text{Media} = \frac{41.20 + 41.20}{2} = 41.20$$

$$\text{Desviación media} = 0.00$$

Principio del método del 4d

Todos los valores obtenidos son aceptados.

Desviación absoluta muestra e

$$\text{Medía aritmética (M)} = \frac{38.90 + 38.98 + 38.98}{3} = 38.93$$

Tabla 75. Desviación Absoluta (DA) muestra E

O (Valor medido)	-	M (valor medio)	=	Desviación Absoluta
38.90	-	38.93		0.03
38.98	-	38.93		0.05
38.90	-	38.93		0.03

FUENTE: Elaboración propia

El valor mayor de la desviación absoluta es 0.05. Este valor es el de mayor desviación dentro de los valores medidos y corresponde al valor medido de 38.98, es considerado un valor que puede ser descartado o rechazado. En el cálculo se aísla temporalmente este valor.

Tabla 76. Rechazo de Datos

O (Valor medido)	-	M (Valor medio)	=	Desviación absoluta
38.98	-	38.90		0.08 DUDOSO
38.90	-	38.90		0.00
38.90	-	38.90		0.00

$$\text{Media} = \frac{38.90 + 38.90}{2} = 38.90$$

$$\text{Desviación media} = 0.00$$

Principio del método del 4d

Todos los valores obtenidos son aceptados.

Discusión de resultados

Las desviaciones absolutas calculadas son valores muy pequeños, por lo que al someterla al tratamiento estadístico se llega a una conclusión de que todos los valores obtenidos experimentalmente son aceptados.

CAPÍTULO III

3. COSTOS Y FINANCIAMIENTO

3.1 Generalidades

El objetivo de este capítulo es poner en conocimiento los costos destinados para la cuantificación de etanol a través de los métodos señalados y con las muestras empleadas en los análisis correspondientes. Es importante realizar un estudio de los costos reales que corresponden a cada método empleado y con el número de muestras analizadas.

3.2 Costos en el Método Espectrofotométrico

Tabla 77. Costos insumos químicos en el Método espectrofotométrico

Descripción	Cantidad Unidades	Precio unitario S/.	Total, costo s/.
Etanol absoluto	1 litro	100.00	100.00
Agua destilada	3 litros	3.00	9.00
Pro-pipeta	2 unidad	35.00	70.00
Muestra	5 unidades	50.00	250.00
Total			429.00

Tabla 78. Costos Material de vidrio en el Método Espectrofotométrico

Descripción	Cantidad Unidades	Precio unitario S/.	Total, costo s/.
Fiolas x 25 ml	10	10.00	100.00
Bureta x 10 ml	1	35.00	35.00
Pro-pipeta	2	35.00	70.00
Total			205.00

Tabla 79. Costos equipos en el Método espectrofotométrico

Descripción	Cantidad	Precio S/.
Medidor espectrofotométrico		00.00
Desgaste de equipo		50.00
Total		50.00

Tabla 80. Gastos de la Investigación en el Método Espectrofotométrico

Descripción	Cantidad	Precio S/.
Gastos administrativos	Impresiones	100.00
Gastos de la investigación	Material bibliográfico	50.00
Total		150.00

Tabla 81. Total presupuesto del análisis espectrofotométrico

Descripción	Costo s/.
Costos insumos	429.00
Costos material de vidrio	205.00
Costos equipos	50.00
Gastos administrativos	150.00
Total	834 .00

3.3 Costos en el Método del Picnómetro

Los costos del análisis por este método de análisis es el siguiente:

Tabla 82. Costos insumos químicos en el Método del picnómetro

Descripción	Cantidad Unidades	Precio unitario s/.	Total, costo s/.
Etanol absoluto	1 litro	00.00	00.00
Agua destilada	3 litros	3.00	9.00
Pro-pipeta	1 unidad	00.00	00.00
Muestras	5 unidades	50.00	00.00
Total			9.00

Tabla 83. Costos material de vidrio en el Método picnómetro

Descripción	Cantidad Unidades	Precio unitario S/.	Total, costo S/.
Fiolas x 25 ml	1	10.00	10.00
Bureta x 10 ml	1	00.00	00.00
Pro pipeta	1	35.00	35.00
Total			45.00

Tabla 84. Costos Equipos Método Picnometro

Descripción	Cantidad	Precio s/.
Picnómetro	01	00.00
Uso de equipo para destilación	5	200.00
Total		200.00

Tabla 85. Gastos de la investigación en el Método del picnómetro

Descripción del gasto	Concepto	Precio s/.
Gastos administrativos	Impresiones	10.00
Gastos de la investigación	Material bibliográfico	40.00
Total		50.00

Tabla 86. Total presupuesto del análisis del picnómetro

Descripción	Costo s/.
Costos insumos	9.00
Costos material de vidrio	45.00
Costos equipos	200.00
Gastos administrativos	50.00
Total	304 .00

3.4 Costos en el Método del Alcohólímetro

El cuadro resumen de costos por este método se expone en la siguiente tabla.

Tabla 87. Total Presupuesto por el Método del Alcohólímetro

Descripción	Costo S/.
Costos insumos	0.00
Costos material de vidrio	20.00
Costos equipos	100.00
Gastos administrativos	40.00
Total	160.00

3.5 Costos Comparativos de los métodos de análisis

Se plantea un cuadro resumen de los costos totales por cada método de análisis, con el objeto de determinar desde el punto de vista de los costos cuál es el de menor.

Tabla 88. Costos comparativos de los diferentes métodos de análisis de Etanol

Descripción	Concepto	Precio s/.
Costos en método del espectrofotometro		834.00
Costos en método del picnometro		364..00
Costos en método del acoholímometro		160.00

Discusión de Resultados

Del estudio de los costos totales por cada método de análisis aplicado para el dosaje de alcohol etílico se puede apreciar lo siguiente:

El costo total del análisis de etanol por el método espectrofotométrico es el de mayor monto alcanzando la suma total de soles de ochocientos treinta y cuatro soles oro. Es importante señalar que en estos costos se están considerando las muestras problema que constituyen las unidades de estudio, y que son en número de cinco, además se considera la solución stock de etanol absoluto y la adquisición del material de vidrio como Fiolas, bureta y otros. Estos son materiales que van a constituir los activos de materiales y reactivos que pueden ser utilizados rutinariamente en análisis posteriores

El método espectrofotométrico, con un costo total de 834 soles, es el más caro de los tres analizados. Este alto costo se debe principalmente a los insumos químicos y materiales de vidrio requeridos. La necesidad de un medidor espectrofotométrico y el desgaste del equipo también contribuyen significativamente al costo. Además, los gastos administrativos, como impresiones y material bibliográfico, aunque menores en comparación con los costos de insumos y equipos, son una parte importante del presupuesto total. Este análisis sugiere que el método espectrofotométrico podría ser preferido en investigaciones que requieren alta precisión, a pesar de su mayor costo.

El método del picnómetro, con un costo total de 304 soles, representa una opción intermedia en términos de gasto. La mayor parte de su costo proviene del uso de equipo para destilación. Los costos de insumos químicos y materiales de vidrio son moderados. Este método puede ser una buena elección para aplicaciones que requieren una precisión razonable a un costo más bajo que el método espectrofotométrico, ofreciendo un equilibrio entre eficiencia en costos y precisión en la cuantificación del etanol.

El método del alcoholímetro es el más económico, con un costo total de 160 soles. Este bajo costo se debe principalmente a la reducción en los gastos de insumos, materiales de vidrio y equipo. Este método podría ser ideal para análisis rápidos y menos complejos, donde se busca una opción sin requerir la alta precisión de métodos más costosos como el espectrofotométrico.

Su viabilidad económica lo hace atractivo para uso frecuente o para instituciones con presupuestos limitados.

3.6 Financiamiento

El presupuesto de egresos y financiamiento del trabajo de tesis se pudo lograr con el aporte propio del interesado, considerando los costos totales señalados en las tablas anteriores.

3.7 Tiempo de análisis

Se compara los tres métodos analíticos en función del tiempo de desarrollo del análisis y el número de ensayos que permite ejecutar cada uno de ellos.

Tabla 89. Comparación de los métodos en función del tiempo

Método	Tiempo del análisis			Número de ensayos		
	Lenta	Media	Rápido	Poco	Medio	Alto
Espectrofotométrico			X (15 min)			X (en serie)
Picnómetro		X (30 min)		X (5 ensayos)		
Alcoholímetro			X (5 min)			X (n ensayos)

Discusión de resultados

Se puede apreciar que los métodos espectrofotométricos son análisis rápidos debido a que el trabajo analítico se opera con soluciones patrones de preparación muy rápida, y además que permite una medición directa de las soluciones muestras, ya que no necesitan de una preparación especial de las muestras de los piscos en estudio. En referencia al número de pruebas a ejecutar este método permite realizar ensayos en serie, es decir, permite analizar un elevado número de pruebas.

En cambio, en el método del Picnómetro se requiere realizar operaciones analíticas preliminares, estas consisten en efectuar pesadas del Picnómetro antes y después, luego hay una etapa de destilación del etanol, lo cual determina que el tiempo del análisis demore más tiempo y el número de determinaciones sea un número más limitado.

En los métodos alcoholimétricos, son bastantes rápidos ya que consiste en una medición directa del grado alcohólico, y permite también realizar un gran número de determinaciones analíticas de etanol.

CONCLUSIONES

PRIMERA: Desarrollo del Método Espectroscópico en Infrarrojo Cercano:

El método espectroscópico en el Infrarrojo Cercano diseñado ha demostrado ser efectivo para la cuantificación precisa del contenido de etanol en bebidas alcohólicas destiladas, específicamente en el Pisco Quebranta.

SEGUNDA: Determinación Cuantitativa según Norma Técnica Peruana:

La aplicación de las técnicas normalizadas establecidas por la Norma Técnica Peruana ha permitido la determinación cuantitativa precisa del contenido de etanol en las muestras de Pisco Quebranta, proporcionando resultados confiables y consistentes.

TERCERA: A Evaluación de Métodos Existentes:

La evaluación de la precisión y confiabilidad de los métodos existentes ha revelado resultados significativos en la comparación con estándares y muestras de Pisco conocidos de diferentes marcas (Pisco Santiago Queirolo, Pisco Botija, Pisco Demonio de los Andes, Pisco Cuatro Galles, y Pisco Majes Tradición).

CUARTA: A Medición Cuantitativa mediante Espectrofotometría en IRc:

La técnica espectrofotométrica en la región del Infrarrojo Cercano ha demostrado ser altamente efectiva en la medición cuantitativa del grado alcohólico en muestras de Pisco Quebranta. Los parámetros específicos y los protocolos de validación garantizan la fiabilidad de los resultados.

QUINTA: A Comparación entre Métodos:

La comparación entre el método espectrofotométrico en IRc y los métodos tradicionales como el picnómetro y el alcoholímetro ha resaltado la eficacia y precisión del método espectroscópico. Este último se posiciona como una alternativa más avanzada y confiable para la medición de etanol en Pisco Quebranta.

SEXTA: Validación del Método Espectrofotométrico:

La validación exhaustiva del método espectrofotométrico en la región del Infrarrojo Cercano ha confirmado su exactitud y precisión. Los protocolos de validación aseguran la fiabilidad de los datos obtenidos, respaldando su aplicación en la cuantificación de etanol en Pisco Quebranta.

SÉPTIMA: Propuesta de Técnica Alternativa:

Se propone el método de análisis espectroscópico en IRc como una técnica alternativa oficial para el análisis cuantitativo de etanol en Piscos y bebidas alcohólicas destiladas. La robustez y confiabilidad demostradas lo posicionan como una opción avanzada y efectiva en comparación con las metodologías tradicionales.

OCTAVA: La comparación de costos entre los tres métodos revela diferencias clave en la asignación de recursos. El método espectrofotométrico, siendo el más costoso, sugiere una mayor precisión y posiblemente mayor sensibilidad en la cuantificación del etanol, justificando su alto costo. Por otro lado, el método del picnómetro, con costos moderados, podría ofrecer un equilibrio entre precisión y economía. El método del alcoholímetro, siendo el más económico, podría ser preferido en situaciones donde se requiere menor precisión o para análisis rutinarios que necesitan ser más coste-efectivos. Estas diferencias en los costos reflejan las variadas demandas de precisión y recursos de cada técnica, proporcionando opciones adaptadas a diferentes necesidades y presupuestos en la cuantificación de etanol.

Estas diferencias se deben a las necesidades específicas de cada método en términos de equipos y materiales, lo que influye directamente en el costo total del análisis.

El trabajo de tesis se pudo lograr con el aporte propio del tesista.

NOVENA: El método espectrofotométrico por espectroscopia IRc cercano para determinación de etanol en bebidas alcohólicas destiladas se destaca por su precisión, viabilidad económica y

simplicidad de implementación. Uno de los puntos fuertes señalados es la capacidad de esta técnica para operar sin la necesidad de equipos costosos, electricidad o gas, lo que la hace especialmente atractiva desde el punto de vista económico. Además, se enfatiza que el dosaje por este método presenta nada o pocas interferencias con otros componentes del medio, lo que la convierte en una opción robusta.

RECOMENDACIONES

1. Implementación del Método Espectroscópico en Infrarrojo Cercano:
Recomendar la implementación y adopción generalizada del método espectroscópico en el Infrarrojo Cercano para la cuantificación de etanol en bebidas alcohólicas destiladas. Esto puede incluir la capacitación del personal y la adquisición del equipo necesario.
2. Actualización de Normativas:
Sugerir la revisión y actualización de las normativas existentes, especialmente aquellas relacionadas con los métodos de análisis de etanol en Pisco Quebranta. La inclusión de técnicas espectroscópicas modernas puede mejorar la calidad y eficiencia del control de calidad.
3. Capacitación Continua:
Fomentar programas de capacitación continua para analistas y profesionales del sector, centrándose en la aplicación y comprensión de las técnicas modernas de análisis, como la espectroscopia en el Infrarrojo Cercano.
4. Investigación Adicional:
Incentivar la investigación adicional en el desarrollo de métodos analíticos más avanzados y eficientes para la cuantificación de componentes específicos en Pisco Quebranta. Esto puede incluir la exploración de nuevas tecnologías y enfoques innovadores debido a que en el mercado se ofertan equipos cada vez más versátiles y de mayor exactitud y precisión.
5. Divulgación de Resultados:

Fomentar la divulgación de los resultados obtenidos mediante conferencias, seminarios o publicaciones científicas. Esto permitirá compartir conocimientos y experiencias, promoviendo la adopción de prácticas analíticas avanzadas en la industria.

6. Colaboración con Instituciones Académicas:

Establecer colaboraciones entre la industria y las instituciones académicas para fomentar la investigación conjunta y el desarrollo de métodos analíticos innovadores. Esto puede conducir a avances significativos en la calidad del análisis de bebidas alcohólicas destiladas.

7. Monitoreo Continuo de Calidad:

Establecer un sistema de monitoreo continuo de calidad que incluya la verificación regular de la precisión y confiabilidad de los métodos utilizados. Esto garantizará la consistencia y validez de los resultados a lo largo del tiempo.

8. Apoyo Gubernamental:

Buscar el apoyo gubernamental para la implementación de técnicas analíticas modernas en la industria, posiblemente a través de incentivos fiscales o subvenciones para la adquisición de equipos y la capacitación del personal.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Libros:

Apellido, Inicial del nombre. (Año). *Título del libro*. Editorial. Ciudad de publicación.

- Alexeiev, V. N. (1978). *Análisis Cuantitativo*. Editorial MIR. Moscú.
- Skoog, D., & West, D. (1969). *Introducción a la Química Analítica*. Editorial Centro regional de ayuda técnica. Buenos Aires, Argentina.
- Ayres, G. (1975). *Análisis Químico Cuantitativo*. Editorial Harla S.A. México.
- Christian, G. (2009). *Química Analítica*. Editorial Mc Graw Hill. México.
- Day, U. (1989). *Química Analítica Cuantitativa*. Editorial Prentice Hall. México.
- Schenk, F. (1979). *Química Analítica Cuantitativa*. Editorial Limusa. México.
- Fischer, P., & Peters (1979). *Análisis químico Cuantitativo*. Editorial Centro de ayuda técnica. Buenos Aires, Argentina.
- Harris, D. (2012). *Análisis Químico Cuantitativo*. Editorial Reverte. México.
- Skoog, D., West, D., Holler, F., & Crouch, S. (2014). *Fundamentos de Química analítica*. Editorial Cengage Learning. México.
- Belarra, M. A. (2011). *Introducción a la Química Analítica*. Prensas Universitaria De Zaragoza. Zaragoza.

2. Libros con autor corporativo:

Asociación de Químicos Analíticos Oficiales (AOAC). (1975). *Official Methods of Analysis*. (12a ed.). Editor: William Horwitz. Washington, D.C.

3. Libros en español con autor corporativo:

Dujardin Salleron. (1970). *Tables No. 62412.- De Correction Alcoométriques, Oud Richesse en Alcohol, dès Liquides Spiritueux*. 3, Rue Rayenne. 6a. París.

Montejano U., S. (2000). *Alcoholimetría*.

4. Normas:

- AOAC. (2000). ²AOAC 942.06:2000 - Alcohol by volume in distilled liquors.
- AOAC. (2000). ²AOAC 945.06:2000 - Specific gravity (apparent) of distilled liquors.
- NTP. (1966). ²NTP 210.003:1966 - BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método usual por picnometría para determinar la densidad y la densidad relativa.
- NTP. (2003). ²NTP 319.229:2003 - BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Alcohol etílico. Método de ensayo. Determinación del grado alcohólico volumétrico.
- Diario Oficial de las Comunidades Europeas. (2000-12-29).

5. Antecedentes de Investigación:

- Robinson, J. (1970). *Principios de Análisis instrumental*. Editorial Acribia. Zaragoza, España. Serrano Serrano, T. (2018). *Operaciones de análisis químico*. Editorial SINTESIS. España.
- Mengana-Trujillo, A. M., Tejera-Cisneros, H. E., Más-Diego, S. M., & Córdova-Rodríguez, V. V. (2022). Selección de una técnica analítica para la determinación de la concentración de etanol [Selection of an analytical technique for the determination of ethanol concentration]. *Tecnología Química*, 42(3), Epub 15-Oct-2022. <http://orcid.org/0000-0002-0540-0973>; <http://orcid.org/0000-0002-9209-1960>; <http://orcid.org/0000-0002-1464-3985>
- Casper, B. (Sin fecha). Análisis de bebidas alcohólicas destiladas con un sistema de cromatografía de gases Agilent 8890. Agilent Technologies, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.

- Reyes-Linares, A., Lorenzo-Izquierdo, M., Herrera-Marrero, N., & Mato-Pérez, S. (Sin fecha). Ensayo de aptitud para la determinación de grado alcohólico, acidez total y tiempo de permanganato en alcohol por comparación entre laboratorios de las destilerías de Azcuba. Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar (Icidca), Vía Blanca 804 y Carretera Central, San Miguel del Padrón, La Habana, Cuba. Correo electrónico: arlyn.reyes@icidca.azcuba.cu.
- Velarde, L. (2021). Determinación de metanol y etanol en bebidas alcohólicas sin registro sanitario expendidas en el distrito de Huánuco [Trabajo académico de segunda especialidad]. Lima: Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Farmacia y Bioquímica, Unidad de Posgrado.
- Borroto-Mato, D., Lorenzo-Izquierdo, M., García-Gutiérrez, R., & Reyes-Linares, A. (Sin fecha). Aspectos generales sobre la determinación de alcoholes superiores en bebidas alcohólicas. Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar (Icidca), Vía Blanca No. 804 y Carretera Central, San Miguel del Padrón, La Habana, Cuba. Correo electrónico: dancelis.borroto@icidca.azcuba.cu.

ANEXOS

Anexo 1
Proyecto de Tesis

Universidad Católica de Santa María
Escuela de Postgrado
Programa Especial de Postgrado Doctoral



**Estudio comparativo de la determinación de alcohol etílico en
bebidas alcohólicas destiladas por los métodos oficiales y el
método de espectroscopia en la región espectral del
infrarrojo cercano**

Proyecto de Tesis presentada por el Maestro
Mgter. Salinas Sanchez, Armando Antonio
para optar el Grado Académico de Doctor en Ciencias Naturales mención
Ingeniería Química

Arequipa - Perú
2024

I. PREAMBULO

Este trabajo de investigación se sitúa en el campo de la Ciencia, subárea ciencias naturales, que comprende a las ciencias químicas y dentro de las ciencias químicas se encuentra clasificada la química analítica, aplicándose luego al campo del control de calidad, en este caso con un especial énfasis en el análisis químico del Pisco de la variedad Quebranta.

Este estudio surge de una exploración meticulosa de métodos tradicionales y propone una evaluación comparativa con la técnica de espectroscopía en la región del infrarrojo cercano, buscando optimizar la precisión y eficiencia del proceso analítico. A través de este enfoque innovador, se busca no solo cumplir con los estándares regulatorios sino también contribuir al cuerpo de conocimiento científico con metodologías mejoradas y relevantes para el sector productor de bebidas alcohólicas.

La revisión exhaustiva de la literatura científica actual revela aspectos importantes sobre la precisión y eficiencia de los métodos tradicionales para medir el contenido alcohólico en destilados como el Pisco de la variedad Quebranta. A pesar de que los procedimientos estándar gozan de amplia aceptación, estos se ven afectados por costos operativos y de mayor duración en el análisis. Frente a estas limitaciones, la espectroscopía en la región del infrarrojo cercano se perfila como una alternativa interesante, ofreciendo un análisis rápido y costo-efectivo. Su capacidad para proporcionar datos precisos de forma más ágil sugiere un potencial considerable para establecerse como la nueva técnica oficial aplicable optimizando así el control de calidad y la verificación de estándares en la producción del Pisco.

II. PLANTEAMIENTO TEÓRICO

1. Problema de investigación

1.1. Enunciado del problema

Esta investigación se orienta hacia la resolución de problemas prácticos y económicos, donde la mejora de la eficiencia en el proceso analítico se convierte en un componente clave para la toma de decisiones informadas. Se aspira a ofrecer una alternativa que no solo sea científicamente robusta, sino también aplicable en términos de viabilidad operativa y costos, contribuyendo así a la optimización general del análisis de contenido de alcohol etílico en bebidas alcohólicas destiladas.

1.2. Interrogantes del problema

- o ¿Cuál es el nivel actual de etanol presente en el Pisco de la variedad Quebranta?
- o ¿Cómo afecta la cuantificación del etanol a la percepción de calidad del producto por parte del consumidor?
- o ¿Existen métodos confiables y eficientes para determinar el contenido de etanol en el Pisco?
- o ¿Es posible analizar alcohol etílico o etanol en muestras de bebidas alcohólicas destiladas?
- o ¿El resultado obtenido en el contenido de alcohol etílico por el método oficial es considerado como valor verdadero, teórico o de referencia?
- o ¿Es posible hacer análisis de alcohol etílico por el método espectroscópico en la región del espectro del Infrarrojo cercano?
- o ¿El resultado experimental obtenido en el proceso analítico espectroscópico cumplirá las normas técnicas especificadas por la Entidad correspondientes?
- o ¿Es posible comparar ambas técnicas y sus resultados para demostrar la viabilidad de la técnica propuesta?

o ¿Es posible aceptar como técnica oficial el análisis de alcohol etílico por el método espectroscópico en el Infrarrojo cercano?

1.3. Descripción del problema

Se lleva a cabo un trabajo de tipo experimental, cuyo estudio está delimitado a determinar el contenido de etanol presente en bebidas alcohólicas destiladas, específicamente Pisco Puro Quebranta, mediante los métodos oficializados por la Norma Técnica Peruana y el que se propone, que es la técnica de espectroscopía de absorción en la región del infrarrojo cercano, el que puede ser un método de análisis alternativo a los ya conocidos métodos oficiales.

Este trabajo de investigación se sitúa en el campo del conocimiento científico, y dentro de ella en las ciencias naturales,

El área de estudio que corresponde a la subdivisión del campo de las ciencias naturales es las ciencias químicas y, dentro de las ciencias químicas se encuentra clasificada la química analítica,

La línea de investigación corresponde al control químico y de calidad de productos, en este caso con un especial énfasis en el control de calidad del Pisco.

El propósito es comprobar la viabilidad del método espectroscópico como una alternativa competitiva o como un complemento a los procedimientos estándar de la industria para la medición de alcohol etílico, con el potencial de mejorar la práctica de control de calidad y ofrecer una opción más sustentable en calidad para los productores de bebidas alcohólicas destiladas.

1.4. Justificación del problema:

1.4.1 Justificación Técnica

Dada la creciente demanda de Pisco de calidad en el mercado nacional e internacional y la competencia entre empresas por ofrecer productos que satisfagan al consumidor es bastante alta, es imperativo garantizar que la cuantificación y del etanol y otros componentes sea precisa

y confiable. Una determinación exacta del contenido de etanol puede impactar directamente en la reputación de la marca, la seguridad del consumidor y el cumplimiento de regulaciones.

Se trata de proporcionar al campo del análisis instrumental con las técnicas espectroscópicas del IR cercano, una propuesta de método en el análisis de la determinación de alcohol etílico en Pisco, de una manera rápida, y con resultados de exactitud y precisión aceptable.

1.4.2. Justificación económica

La técnica para proponer es una técnica que es rápida, suministra resultados aceptables, en el menor tiempo posible y principalmente presenta un bajo costo, requisitos importantes en la selección de un método analítico.

1.4.3. Justificación social

Con un control químico adecuado se busca medir en las mejores condiciones posibles los contenidos de los analitos alcohólicos expresado como etanol, y comprobar la calidad del producto en su contenido de grado de alcohólico que presenta de acuerdo con la norma técnica correspondiente, y que el producto en su uso no provoque daño al consumidor, es decir, debe ser un producto inocuo.

La innovación en los métodos de análisis es crucial frente a las exigencias del mercado global y las regulaciones de calidad. Este trabajo busca establecer un método alternativo, rápido, económico, fiable y eficiente, aspectos requeridos por productores y entidades regulatorias.

1.4.4. Justificación personal

Es de interés y de mucha importancia para el tesista obtener un logro académico en su desarrollo personal y profesional.

2. Marco conceptual.

La literatura revisada indica que, aunque los métodos oficiales son ampliamente utilizados, presentan en algunos casos ciertas limitaciones en cuanto a costos y tiempo de procesamiento. La técnica de espectroscopía de infrarrojo cercano emerge como una alternativa prometedora debido a su rapidez y bajo costo operativo, con potencial para ser implementada como un método estándar u oficial para ser empleado en los laboratorios de servicios o de la industria del Pisco.

2.1 Métodos Oficiales de Determinación de Etanol

Los métodos oficiales, como los basados en cromatografía de gases (GC) con detección por ionización de llama (FID), son ampliamente utilizados debido a su precisión y capacidad para separar y cuantificar etanol en presencia de otros compuestos volátiles. La AOAC (Asociación de Oficiales Analíticos Químicos) ha establecido varios métodos estándar que requieren una preparación específica de muestras, como la destilación previa (Lachenmeier et al., 2010; Lvova et al., 2006; Madrera & Valles, 2007). Estos métodos tradicionales siguen siendo el estándar de oro debido a su alta precisión y capacidad para manejar interferencias de otros componentes presentes en las bebidas alcohólicas (Chen et al., 2020).

A continuación, se muestra un listado de los métodos oficiales de determinación de Etanol.

² 2.1.1 Cromatografía de Gases con Detección por Ionización de Llama (GC-FID)

- **Descripción:** Este método implica la separación de los componentes de una muestra mediante cromatografía de gases y la detección de etanol a través de ionización de llama. Es muy preciso y ampliamente utilizado para analizar muestras complejas debido a su alta resolución y sensibilidad. **Referencias:** Lachenmeier et al., 2010; Madrera & Valles, 2007.

2.1.2 Método de Destilación y Densidad

- **Descripción:** Consiste en la destilación del alcohol presente en la muestra seguida de la medición de su densidad utilizando un picnómetro o hidrómetro. Este método es tradicional y muy utilizado en el análisis de bebidas alcohólicas.
- **Referencias:** AOAC 942.05.

2.1.3 Método de Destilación con Reducción Volumétrica

- **Descripción:** La muestra se destila y el volumen del destilado se mide directamente. Es un método sencillo y directo para determinar el contenido de alcohol en muestras líquidas.
- **Referencias:** AOAC 920.57.

2.1.4 Método de Destilación y Valoración

- **Descripción:** En este método, el etanol se destila de la muestra y el destilado se valora con una solución de dicromato en medio ácido. Es un método químico que proporciona resultados precisos para la concentración de etanol.
- **Referencias:** AOAC 935.21.

2.1.5 Método de Resonancia Magnética Nuclear (NMR)

- **Descripción:** Utiliza la resonancia magnética nuclear para identificar y cuantificar el etanol en una muestra. Este método es muy preciso y no destructivo, permitiendo la identificación de varios componentes de la muestra simultáneamente.
- **Referencias:** Utilizado en la industria y en investigaciones científicas recientes (Chen et al., 2020).

2.1.6 Espectroscopía Infrarroja (IR)

- **Descripción:** Este método mide la absorción de luz infrarroja por el etanol presente en la muestra. La espectroscopía IR es rápida y no destructiva, adecuada para análisis en tiempo real.
- **Referencias:** Mendes et al., 2003.

2.1.7 Método de Fermentación y Valoración

- **Descripción:** La muestra se fermenta con levadura para producir etanol, que luego se valora químicamente. Este método es menos común pero útil en ciertas aplicaciones específicas.
- **Referencias:** Descrito en la literatura técnica.

2.1.8 Método de Espectroscopía de Infrarrojo Cercano (NIR)

- **Descripción:** Utiliza la absorción de luz en la región del infrarrojo cercano para medir la concentración de etanol. Es un método no destructivo que no requiere una preparación extensa de la muestra, ideal para análisis rápidos y en campo.
- **Referencias:** Gallignani et al., 1993; Zhu et al., 2022.

2.1.9 Método de Densidad con Oscilómetro Digital

- **Descripción:** Determina la densidad del etanol en la muestra utilizando un oscilómetro digital. Este método es preciso y fácil de usar, adecuado para análisis rápidos de muestras líquidas.
- **Referencias:** ISO 2448:1998.

2.2 La Espectroscopía en el Infrarrojo Cercano (NIR)

Este método no destructivo y rápido utiliza la absorción de luz en la región espectral del infrarrojo cercano para determinar la concentración de etanol. La espectroscopía NIR puede realizarse sin necesidad de un tratamiento extensivo de la muestra, lo que la hace adecuada para análisis rápidos en el lugar de producción. Se han desarrollado modelos de calibración basados en regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS) que permiten la determinación precisa del contenido de etanol en diversas bebidas (Gallignani et al., 1993; Mendes et al., 2003). Estudios recientes han demostrado la eficacia de la espectroscopía NIR para la determinación de etanol en una amplia gama de bebidas alcohólicas, incluyendo cervezas, vinos y licores destilados, utilizando técnicas como la transformación de espectros y el análisis multivariante para mejorar la precisión y reducir el ruido de fondo en los datos espectrales (Zhu et al., 2022).

2.3 Comparación de Métodos

La espectroscopía NIR ofrece ventajas significativas sobre los métodos tradicionales, como la eliminación de pasos de preparación de muestras complicados y la capacidad de realizar análisis rápidos y no invasivos. Sin embargo, los métodos cromatográficos oficiales siguen siendo preferidos en muchas aplicaciones debido a su capacidad para manejar interferencias complejas y proporcionar resultados altamente precisos (Nordon et al., 2005; Wang et al., 2003).

2.4 Fundamentos de la Espectroscopía en el Infrarrojo Cercano (NIR)

2.4.1 Descripción General

La espectroscopía en el infrarrojo cercano (NIR) es una técnica analítica no destructiva que se utiliza para determinar la concentración de etanol en diversas bebidas alcohólicas. Este

método se basa en la absorción de luz en la región del infrarrojo cercano del espectro electromagnético, generalmente entre 780 nm y 2500 nm. La NIR es especialmente valorada por su capacidad de análisis rápido y directo, sin necesidad de una preparación extensiva de la muestra.

2.4.2 Principios de Funcionamiento

La espectroscopía NIR aprovecha la absorción de radiación infrarroja cercana por las moléculas de etanol. Las moléculas vibran a frecuencias características cuando son irradiadas con luz infrarroja, y estas vibraciones específicas se traducen en picos de absorción en el espectro NIR. Las diferencias en la energía de vibración y rotación de las moléculas de etanol permiten su identificación y cuantificación precisa.

2.4.3 Modelos de Calibración

Para lograr una determinación precisa del contenido de etanol, se desarrollan modelos de calibración basados en regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS). Estos modelos correlacionan las intensidades de absorción medida en el espectro NIR con las concentraciones conocidas de etanol en las muestras de calibración. La PLS es especialmente útil para manejar datos espectrales complejos y ruidosos, permitiendo la extracción de información relevante para la cuantificación del etanol (Gallignani et al., 1993).

2.4.4 Aplicaciones y Ventajas

La espectroscopía NIR se ha demostrado efectiva en una amplia gama de bebidas alcohólicas, incluyendo cervezas, vinos y licores destilados. Sus ventajas principales incluyen:

- **Rapidez:** Los análisis pueden completarse en cuestión de segundos a minutos, lo que es ideal para entornos de producción en tiempo real.

- **No Destructivo:** Las muestras no se destruyen durante el análisis, permitiendo su posterior uso.
- **Mínima Preparación de Muestras:** A diferencia de otros métodos que requieren destilación o separación, la NIR puede analizar muestras directamente, ahorrando tiempo y recursos.

2.4.5 Eficacia y Precisión

Estudios recientes han demostrado la eficacia de la NIR para la determinación de etanol en bebidas alcohólicas. Zhu et al. (2022) combinaron la espectroscopía NIR portátil con calibración multivariante para el análisis de etanol, logrando alta precisión y eficiencia. Esta técnica ha sido utilizada no solo para medir el etanol, sino también para identificar y cuantificar otros componentes como azúcares y ácidos orgánicos, mejorando así la caracterización integral de las bebidas (Zhu et al., 2022).

2.4.6 Reducción del Ruido y Mejora de la Precisión

El análisis multivariante y las transformaciones espectrales juegan un papel crucial en la mejora de la precisión de los datos NIR. Las técnicas como la derivada primera y segunda, la normalización y el centrado en la media ayudan a reducir el ruido de fondo y las variaciones no deseadas, destacando las características espectrales relevantes para la cuantificación del etanol (Chen et al., 2020).

2.4.7 Aplicaciones y Estudios Recientes

Estudios recientes han demostrado que la espectroscopía NIR es efectiva para la determinación de etanol en diversas bebidas alcohólicas. Por ejemplo, Zhu et al. (2022) combinaron la espectroscopía NIR portátil con calibración multivariante para la determinación

de etanol en bebidas, logrando alta precisión y eficiencia. Además, Chen et al. (2020) utilizaron la espectroscopía infrarroja media por transformada de Fourier (FT-MIR) para la determinación no destructiva de niveles de etanol en bebidas fermentadas, mostrando la viabilidad y precisión del método.

2.5 Etanol

El etanol o también llamado alcohol etílico, es un compuesto químico orgánico alifático que presenta en su estructura el grupo funcional orgánico OH llamado hidroxilo, que corresponde a la familia de los alcoholes. Dentro de las características que presenta son, es un líquido incoloro, olor etéreo muy fuerte y penetrante, y es un líquido inflamable, tiene una temperatura de ebullición por debajo de 100 °C. miscible en agua en cualquier proporción, su concentración es de 96% en relación porcentual en peso formando una mezcla azeotrópica

El etanol es un compuesto químico conocido desde la antigüedad, se obtiene por medio de procesos fermentativos de azúcares simples, y son convertidos en alcohol etílico, el que puede ser consumido por los seres humanos y que luego tiene un comportamiento fisiológicamente como una sustancia psicoactiva. El alcohol es el componente característico de las bebidas alcohólicas.

Dentro de otras propiedades del etanol se pueden mencionar las siguientes:

Fórmula:	C ₂ H ₆ O
Pureza:	99.9% v/v
Densidad:	789 kg/m ³ (0.7895 g/cm ³)
Masa molar:	46.08 g/mol
Punto de ebullición:	78.37 °C
Clasificación:	alcohol
Punto de fusión:	-141-1 °C
Denominación de la IUPAC:	etanol

⁶
Fórmula empírica: C_2H_6O

Fórmula semidesarrollada: CH_3-CH_2-OH

⁶
Es un compuesto que se ha obtenido desde la antigüedad por medio de procesos fermentativos de sustancias azucaradas, feculentas, o azúcares simples, como la uva, la melaza, la remolacha, o la papa, forma parte de numerosas bebidas como el vino, aguardiente, cerveza, etc. Y se emplea en el sector farmacéutico como antiséptico y desinfectante, y en el de los cosméticos.

El etanol es un líquido que sirve como ingrediente principal de las bebidas alcohólicas.
¹¹
Es el compuesto característico de las llamadas bebidas alcohólicas, como el vino (con alrededor de un 13 % V/V), la cerveza (entre un 5 % V/V y un 8 % V/V), los licores (hasta un 50 % V/V) o los aguardientes (hasta un 70 % V/V).

2.5.1 Etimología

El etanol es el nombre sistemático definido por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC en inglés) para una molécula con dos átomos de carbono (prefijo "et-") que tiene un único vínculo entre ellos (el sufijo "-ano") y un grupo hidroxilo unido -OH (sufijo "-ol").

El prefijo de *etilo* fue acuñado en 1834 por el químico alemán Justus Von Liebig, etilo es una contracción de la palabra francesa *éter* (cualquier sustancia que se evapora o sublima fácilmente a temperatura ambiente) y la palabra griega *ὕλη* (*hylé*, sustancia). El nombre de etanol fue acuñado como resultado de una resolución que fue adoptada en la Conferencia Internacional sobre Nomenclatura Química que se celebró en abril de 1892 en Ginebra, Suiza.

2.5.2 Tipos de Alcohol

El etanol se emplea como antiséptico, se encuentra en las bebidas alcohólicas, como cerveza o vino, y se usa en el campo farmacéutico y en perfumería.

El alcohol metílico, se conoce como metanol y se utiliza como disolvente.

El alcohol isopropílico, también se llama isopropanol, o propanol y se utiliza, sobre todo, para limpiar aparatos electrónicos, lentes ópticos, y también como desinfectante

2.5.3 Control de Calidad

Según Feigenbaum Armand ⁵ define al Control de Calidad como al “conjunto de esfuerzos efectivos de los diferentes grupos de una organización para la integración del desarrollo, mantenimiento y superación de la calidad de un producto, con el fin de hacer posible su fabricación y servicios a satisfacción completa del consumidor y al nivel económico más bajo posible”

⁵ La Sociedad American de Control de Calidad (AMERICAN SOCIETY OF QUALITY CONTROL), la define como un “conjunto de características de un producto, proceso o servicio, que le confieren su aptitud para satisfacer las necesidades del usuario.”

Calidad significa que el producto que oferta una empresa debe ser lo ⁵ mejor para el consumidor dentro de ciertas condiciones especificadas por la empresa llamadas “Especificaciones” y que considera un producto de calidad, y bajo costo al alcance del consumidor.

2.5.4 Departamento de control de calidad

Toda organización empresarial dispone de un área de producción o planta, un área administrativa, área de servicios generales, accesos, y un Departamento de Control de Calidad, cuya función principal ⁵ es garantizar la precisión e integridad del producto de salida o producto final ⁵ acabado, se hace necesario comprobar la calidad de todos los productos o artículos antes ⁵ de que sean distribuidos para su venta en el mercado. En la fabricación de productos alimenticios, la Empresa debe disponer de un laboratorio químico con una infraestructura física adecuada, dividido en secciones como área de preparación de muestras, área de controles organolépticos, ensayos físicos y químicos, biológicos, área de instrumentos, etc. Debe tener

servicios higiénicos para varones y damas, vestuarios, oficinas, almacenes, etc., reactivos químicos frescos, vigentes, y de la categoría de calidad patrón primario o reactivo para análisis, que obedezcan las normas técnicas de la ACS (Sociedad Química Americana), equipos de última generación debidamente validados, técnicas de análisis normalizadas, materiales de laboratorio, campanas de extracción de gases, conexiones eléctricas, y de gas.

2.6 Validación del método Analítico

1 La validación se define como el establecimiento de pruebas documentadas que aportan un alto grado de seguridad de que un proceso planificado se efectuará uniformemente en conformidad con los resultados previstos especificados.

Para validar un método analítico, se requiere, un entorno de trabajo que garantice la seguridad de los resultados que se obtengan. La garantía de la calidad de los resultados obtenidos en un laboratorio analítico requiere actuar mediante procedimientos correctos, previamente establecidos, que se definen como normas correctas del laboratorio analítico.

Otra definición empleada es que la validación se puede interpretar como el proceso de definición de las necesidades analíticas y la confirmación de que el método en cuestión ha considerado capacidades consistentes con las que la aplicación requiere.

Las normas de validación incluyen los siguientes aspectos:

- Buena organización funcional
- Personal de alto nivel de adiestramiento
- Instalaciones adecuadas y suficientes
- Métodos disponibles, actualizados y aprobados
- Equipos y aparatos apropiados, calificados y en buen estado de funcionamiento
- Procedimientos apropiados para la toma de muestras
- Utilización de reactivos apropiados y soluciones valoradas idóneas

- Utilización del material auxiliar, como material de vidrio y otros, apropiados y en perfectas condiciones para su uso
- Utilización de patrones y muestras de referencias correctas
- Verificación y supervisión de los resultados obtenidos y que sean auditables
- Adecuada información y comunicación de los resultados obtenidos
- Higiene y seguridad en el laboratorio
- Establecer políticas de autoinspección

2.6.1 Tipos de validación

- Validación Prospectiva

Es la que se realiza sobre un proceso antes de que sea implementado, el cual puede darse para la fabricación de nuevos productos, se aplica cuando se diseña un nuevo método analítico, cuando hay cambios fundamentales en un proceso o cuando se incorpora un equipo o sistema para uso.

Es la validación que comúnmente se elige porque nos asegura el éxito del proceso antes de su implementación, además que se pueden elegir y controlar las variables a ensayar en el proceso.

- Validación Retrospectiva

Es la que se realiza sobre el análisis de ensayos ya elaborados, en la cual se revisa y analiza con métodos estadísticos, los parámetros físicos y los resultados analíticos, no debiendo existir cambios en la formulación, modificaciones de equipos o instalaciones, ni cambios en el método de ensayo.

El proceso se considera válido si al menos el 95 % de los resultados analíticos cumplen con las especificaciones internas y al menos el 90 % de los controles de proceso no tienen variaciones significativas. Se aplica para métodos por cromatografía líquida, métodos espectrofotométricos, y métodos volumétricos.

- **1 Validación Simultánea**

Es la que produce cuando es imposible completar la validación antes de la puesta en el Mercado del producto. Se da si solo ha producido un limitado número de lotes o si los lotes no se producen frecuentemente o tal vez si la fabricación se ha producido con modificaciones y las pruebas demuestran que los parámetros estén conformes.

- **Revalidación**

Se realiza cuando un método validado ha sido modificado en alguno de los pasos del procedimiento establecido, o se ha variado alguno de los instrumentos, reactivos, o material empleado originalmente, y se realiza en periodos establecidos.

2.6.2 Validación de Métodos Analíticos

Es el establecimiento de la evidencia documental de que un procedimiento analítico conducirá, con alto grado de seguridad, a la obtención de resultados precisos y exactos, dentro de las especificaciones y los atributos de calidad previamente establecidos. Con la validación de métodos se demuestra que un método analítico es adecuado para la aplicación previa. Para demostrar que los resultados para una aplicación especial caen dentro de una desviación de medida definida, es preciso comprobar el método.

CUANDO ES NECESARIO VALIDAR UN METODO

- Un método de análisis se valida cuando es necesario verificar que las variables o parámetros ejecutados son los recomendados para resolver un problema analítico determinado
- Cuando se mejora u optimiza un método ya establecido
- Cuando los ensayos de control de calidad señalan que el método en uso presenta variaciones de valores con el tiempo
- Un método analítico es usado en un laboratorio químico diferente o con diferentes técnicos de laboratorio
- Cuando se dispone de un método nuevo

- Se desea demostrar la equivalencia entre dos métodos, que establece la comparación entre un método normalizado y uno alternativo.
- Mejoramiento o un equipo nuevo de análisis

2.6.3 Importancia de la Validación

- **1** Demuestra que los métodos son adecuados a los análisis propuestos en las condiciones descritas, ya que la validación es la herramienta que permite obtener las pruebas documentales al respecto.
- Trabaja con métodos que ofrecen confianza y seguridad en los resultados, lo cual a su vez minimiza el número de fallos y repeticiones permitiendo un importante ahorro de costos
- Trabajar con métodos validados permite no solo el conocimiento del método analítico sino también cumplir con las exigencias legales, con el fin de asegurar la calidad y eficacia del producto.

2.6.4 Plan Maestro de Validación

La validación empieza con la planificación, esta planificación incluye prever la realización de todas las instancias de calibración, mantenimiento, capacitación, desarrollo de documentos, etc. que corresponda, antes de comenzar con las actividades de validación propiamente dichas.

El plan es el desarrollo planificado y sistemático de todas las actividades relacionadas que atañe al establecimiento en su totalidad y en el que se describe que equipos, sistemas, métodos y procedimientos habrán de validarse y cuando lo serán. En el documento deberá de especificarse la forma de presentación necesaria para cada documento de validación (IQ, OQ, PQ en el caso de equipos y sistemas, validación de procesos, validación de métodos analíticos) e indicar que tipo de información deberá reflejarse en cada momento.

El plan maestro de validación indicará también porque y cuando se efectuarán las revalidaciones, ya sea después de hacerse modificaciones o cambios en la ubicación de equipos

o sistemas, cambios de los procesos o equipos usados en la fabricación, o cambios en los métodos de valoración o equipos utilizados en las pruebas. El orden en que cada parte del establecimiento será validada habrá de especificarse en el plan maestro de validación.

Su contenido es el siguiente:

- Objetivos
- Alcance
- Responsabilidades
- Cronograma de trabajo
 - Actividad y/o proceso a realizar
 - Tipo de validación
 - Programación
 - Fases
 - Identificación de las necesidades
- Elaboración de los protocolos de validación
- Realización de pruebas analíticas
- Recopilación de datos
- Análisis de resultados
- Conclusiones

2.6.5 Desarrollo de un método analítico

El desarrollo lógico de un método analítico transcurre en diferentes fases:

➤ CARACTERÍSTICAS DE PRACTICABILIDAD

Han de evaluarse los parámetros de practicabilidad del método analítico: precisión exigible, sensibilidad deseable, grado de selectividad, tiempo, costo, tamaño de la muestra, cualificación del personal, tipo de equipo e instrumentación, condiciones de seguridad, etc.

➤ **CARACTERISTICAS DE IDONEIDAD**

La puesta a punto del método analítico incluye desde los primeros estudios de tanteo con patrones, hasta la utilización del método en muestras reales que garanticen el buen funcionamiento del Sistema en el momento del análisis.

➤ **CARACTERISTICAS DE FIABILIDAD**

Esta última etapa permitirá conocer las características de fiabilidad del método para su aplicación rutinaria dichas características son las que demuestran la capacidad de un método analítico para mantener a lo largo del tiempo los criterios fundamentales de validación.

2.6.6 Parámetros de Validación de un método Analítico:

Los parámetros analíticos considerados en validación son:

➤ **LINEALIDAD**

Es la capacidad del método analítico para proporcionar resultados que son directamente proporcionales a la concentración del analito en la muestra dentro de un rango establecido.

Siempre que sea posible se buscará una respuesta de tipo lineal que facilitará su trazado, interpolación e interpretación.

El rango se define como el intervalo entre la concentración superior e inferior de analito para el cual se ha demostrado la correcta precisión, exactitud, y linealidad del método descrito.

➤ **LIMITE DE DETECCION (LOD)**

4 Es la mínima cantidad del analito en la muestra que se puede detectar, aunque no necesariamente cuantificar bajo dichas condiciones experimentales.

➤ **LIMITE DE CUANTIFICACION (LOQ)**

El límite de cuantificación de dicho método es la mínima cantidad de analito presente en la muestra que se puede cuantificar, bajo las condiciones experimentales descritas, con una adecuada precisión y exactitud. Significa un término cuantitativo

➤ **SELECTIVIDAD**

Capacidad de un método analítico para medir y/o identificar simultánea o separadamente los analitos de interés, de manera inequívocas, en presencia de otras sustancias químicas que pueden estar presentes en la muestra.

La selectividad de un método analítico se debería determinar antes de iniciar el estudio de cualquier otro parámetro de validación, dado que debe conocerse en qué grado la respuesta del método es únicamente proporcionada por el analito, sin interferencias de otras sustancias relacionadas con el de una u otra forma. La selectividad indica el grado de ausencia de interferencias con otras especies que contiene la matriz de la muestra

➤ **SENSIBILIDAD**

La sensibilidad de un instrumento o de un método es una medida de su capacidad de diferenciar pequeñas variaciones en la concentración del analito. Dos factores limitan la sensibilidad: la pendiente de la curva de calibrado y la reproducibilidad o precisión del Sistema de medida.

Entre dos métodos que tengan igual precisión será más sensible aquel cuya curva de calibrado tenga mayor pendiente, o si dos métodos tienen curvas de calibrado con igual pendiente, será más sensible aquel que presente la mejor precisión

➤ **ROBUSTEZ**

Es la medida de su capacidad para permanecer inalterado ante pequeñas pero deliberadas variaciones en ciertos parámetros, proporcionando idea de su fiabilidad “ESTABILIDAD” durante su empleo en rutina. Es por tanto la capacidad que demuestra el procedimiento de análisis para proporcionar resultados válido en presencia de pequeños cambios respecto de las condiciones señaladas en el método, susceptibles de producirse durante su utilización.

➤ **PRECISION**

Expresa el grado de concordancia, coincidencia o grado de dispersión entre una serie de medidas de tomas múltiples a partir de una misma muestra homogénea, obtenidas en condiciones estipuladas. El objetivo del estudio de la precisión es conocer la variabilidad o el más o menos del método de ensayo, esta variabilidad es debida a errores aleatorios inherentes a todo método de ensayo.

Como consecuencia de la existencia de estos errores, los análisis efectuados sobre muestras idénticas, en las mismas circunstancias, no conducen generalmente a resultados idénticos, los factores susceptibles de influir sobre los resultados de ensayo no pueden ser siempre controlados (operadores, equipo instrumental, reactivos, tiempo, etc.).

➤ **4
REPETITIVIDAD**

Estudia la variabilidad realizando una serie de análisis sobre la misma muestra en las mismas condiciones operativas, es decir, por un mismo analista, con los mismos aparatos, reactivos, en un mismo laboratorio y en período de tiempo corto.

Se expresa matemáticamente por el coeficiente de variación (desviación estándar relativa) de una serie de medidas, un factor de gran influencia es la concentración del analito.

➤ **PRECISION INTERMEDIA**

Estudia la variabilidad del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra, pero en condiciones operativas, con diferentes analistas, aparatos, días, etc. y en un mismo laboratorio.

➤ **REPRODUCIBILIDAD**

Estudia la variabilidad del método bajo condiciones operativas diferentes y en distintos laboratorios. La reproducibilidad se determina analizando una serie de alícuotas procedentes de lotes homogéneos en diferentes laboratorios, diferentes analistas y utilizando condiciones operativas y ambientales distintas, pero siguiendo el procedimiento descrito en el método.

➤ **EXACTITUD**

Expresa la proximidad de concordancia entre el resultado o valor que es aceptado convencionalmente como valor aceptado o verdadero y el valor experimental encontrado o determinado. No debe confundirse exactitud y precisión, la precisión está relacionada con la dispersión de una serie de mediciones, pero no da ninguna indicación de lo cerca que está del valor verdadero, hay mediciones muy precisas, pero pocas exactas, sin embargo, para que un método sea exacto se requiere un cierto grado de precisión.

3. **Análisis de antecedentes investigativos.**

 Determinación de Etanol mediante Espectroscopía NIR y Métodos Tradicionales:

- Un estudio publicado en Food Analytical Methods comparó la espectroscopía NIR y la espectroscopía infrarroja de transformada de Fourier en fase líquida (FT-MIR) para la determinación de etanol en bebidas alcohólicas destiladas. Este estudio encontró que ambas técnicas son complementarias y efectivas para la determinación rápida y precisa de etanol y metanol, sin necesidad de una preparación extensiva de la muestra (Lvova et al., 2006; Mendes et al., 2003).

Métodos y Equipos Utilizados

Espectroscopía NIR y FT-MIR:

- **NIR:** Utiliza longitudes de onda en la región del infrarrojo cercano (780 nm a 2500 nm) y es ideal para la detección rápida y no invasiva de etanol en muestras líquidas. Es portátil y permite análisis multicomponente sin necesidad de preparación extensa de la muestra.

- **FT-MIR:** Opera en la región media del infrarrojo (2500 nm a 25000 nm) y ofrece una alta precisión en la identificación de enlaces químicos específicos, como los de C-H y O-H, cruciales para la detección de etanol y metanol.

Equipos Específicos:

- El espectrómetro infrarrojo Alcoquick 4000 fue utilizado en una versión portátil para medir la fuerza alcohólica en vino, cerveza y licores. Este dispositivo realiza mediciones rápidas (menos de 60 segundos) y cuenta con un ciclo de limpieza automática

Resultados y Comparaciones

Precisión y Validación:

- La espectroscopía NIR mostró alta precisión con desviaciones estándar relativas (RSD) generalmente por debajo del 0.2% para vinos, lo que es comparable o mejor que los métodos densimétricos tradicionales.
- La FT-MIR también demostró ser efectiva para la identificación y cuantificación de etanol y metanol, con resultados precisos en diferentes tipos de bebidas destiladas.

Métodos Tradicionales de Referencia:

- **Cromatografía de Gases (GC):** Utilizado como método de referencia, especialmente en combinación con detectores de ionización de llama (FID) para cuantificaciones precisas.
- **Destilación y Picnometría:** Métodos volumétricos tradicionales utilizados para generar datos de comparación en estudios de validación.

Aplicaciones y Conclusiones

Ambas técnicas, NIR y FT-MIR, son complementarias y proporcionan un enfoque robusto para la determinación de etanol en bebidas alcohólicas. La espectroscopía NIR es particularmente útil para análisis rápidos y portátiles, mientras que FT-MIR ofrece una precisión superior en la identificación de compuestos específicos.

La combinación de estos métodos con técnicas tradicionales como la cromatografía de gases puede optimizar la precisión y eficiencia en la determinación de etanol y metanol en diversas aplicaciones analíticas.

Calibración Multivariada y Modelos de Regresión de Mínimos Cuadrados Parciales (PLS):

La espectroscopía NIR combinada con la calibración multivariada, como la regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS), ha demostrado ser una técnica precisa y eficiente para la determinación de etanol. Un estudio reciente desarrolló un modelo PLS multivariante para la determinación de etanol en bebidas fermentadas utilizando espectroscopía NIR portátil. Este enfoque permite análisis rápidos y precisos, mejorando la eficiencia en el control de calidad de las bebidas alcohólicas (Zhu et al., 2022).

Comparación de Métodos Cromatográficos y Espectroscópicos:

En un estudio de comparación, la espectroscopía NIR fue evaluada contra la cromatografía de gases con detección por ionización de llama (GC-FID). Los resultados indicaron que, aunque GC-FID ofrece una precisión ligeramente mayor, la espectroscopía NIR proporciona una alternativa más rápida y menos costosa,

especialmente útil en aplicaciones de control de calidad en tiempo real (Nordon et al., 2005).

Desarrollo de Métodos Rápidos y No Destructivos:

La investigación de Gallignani et al. (1993) publicada en el Journal of Near Infrared Spectroscopy se centró en el uso de la espectroscopía NIR para la determinación no destructiva de etanol en diversas bebidas alcohólicas. Este estudio destacó las ventajas de la espectroscopía NIR en términos de velocidad y simplicidad comparada con métodos tradicionales que requieren procedimientos de destilación y separación más complejos.

Ventajas de la Espectroscopía NIR

Velocidad y Simplicidad: La espectroscopía NIR permite realizar mediciones rápidas y precisas sin necesidad de preparación extensa de las muestras, lo cual es una ventaja significativa sobre los métodos tradicionales que implican destilación y separación.

No Destructiva: Esta técnica no destruye las muestras, lo que permite el análisis directo de las bebidas sin necesidad de abrir los envases, haciendo que sea ideal para el control de calidad en tiempo real.

Multicomponente: Permite la determinación simultánea de múltiples componentes dentro de una muestra, mejorando la eficiencia del análisis.

Comparación con Métodos Tradicionales

Los métodos tradicionales, como la destilación y la cromatografía de gases (GC), aunque precisos, son más laboriosos y requieren más tiempo y recursos. En contraste,

la espectroscopía NIR ofrece una alternativa más rápida y económica, especialmente útil en aplicaciones industriales donde la rapidez y la eficiencia son cruciales.

Resultados del Estudio

El estudio mostró que la espectroscopía NIR puede proporcionar resultados comparables a los métodos tradicionales en términos de precisión y exactitud, con la ventaja adicional de ser una técnica no destructiva y rápida. Esto la convierte en una herramienta valiosa para el análisis de etanol en bebidas alcohólicas, optimizando el proceso de control de calidad y reduciendo costos operativos.

- **Espectroscopía FT-MIR para Determinación de Etanol en Bebidas Fermentadas:**

Un estudio reciente en BMC Chemistry evaluó la espectroscopía infrarroja media por transformada de Fourier (FT-MIR) para la determinación de etanol en bebidas fermentadas, mostrando que esta técnica no solo es precisa, sino también adecuada para la determinación simultánea de otros componentes volátiles presentes en las bebidas alcohólicas (Chen et al., 2020).

Detalles del estudio:

Instrumentación y Procedimiento:

Se utilizó un espectrómetro FTIR (Spectra 65, Perkin Elmer, UK) en modo ATR con una ventana ZnSe y un volumen de muestra de 1 mL.

La cromatografía de gases con detector de ionización de llama (GC-FID) se utilizó como método comparativo para determinar el contenido de etanol en las muestras.

Las muestras incluían ocho tipos de bebidas fermentadas tradicionales etíopes: Tej, Tella, Korefe, Keribo, Birz, Netch Tella, Filter Tella y Borde.

Preparación y Análisis de Muestras:

Las muestras fueron recolectadas en botellas de vidrio ámbar y mantenidas a 4 °C hasta el momento del análisis.

No se realizó tratamiento previo a las muestras excepto la filtración, ya que estas bebidas no contienen CO₂.

Resultados:

Las regiones espectrales seleccionadas para el análisis fueron 1200-850 cm⁻¹, siendo esta la más sensible para la absorción de etanol.

Se aplicaron varios tratamientos matemáticos a los datos espectrales para optimizar la precisión del modelo de calibración multivariada (PLS).

Comparación con GC-FID:

La FT-MIR demostró ser una técnica rápida y menos costosa en comparación con GC-FID, especialmente útil para el control de calidad en tiempo real.

Aunque GC-FID ofrece una precisión ligeramente mayor, FT-MIR proporciona resultados rápidos y fiables para la determinación de etanol y otros componentes volátiles en bebidas fermentadas.

4. Objetivos

4.1. Objetivo General

Determinar la eficacia y precisión el contenido de alcohol etílico en bebida alcohólica destilada, Pisco Quebranta, por el método analítico de Espectroscopia IRc, y compararlo con los métodos normalizados, para evaluar su viabilidad analítica para su uso como método oficial alternativo.

4.2. Objetivos Específicos

- 4.2.1 Desarrollar un método espectroscópico en el Infrarrojo Cercano para cuantificar el contenido de etanol en bebidas alcohólicas destiladas del tipo Pisco Quebranta.
- 4.2.2 Determinar cuantitativamente el contenido de etanol en muestras de Pisco Quebranta mediante las técnicas normalizadas señaladas por la Norma Técnica Peruana, por los métodos del alcoholímetro y del Picnómetro
- 4.2.3 Evaluar la precisión y confiabilidad de los métodos existentes de cuantificación de etanol en bebidas alcohólicas destiladas.
- 4.2.4 Medir cuantitativamente el grado alcohólico en muestras de Pisco Quebranta mediante la técnica espectrofotométrica en la región espectral del Infrarrojo Cercano (IRc), utilizando parámetros específicos y protocolos de validación.
- 4.2.5 Comparar los resultados de la medición de etanol en Pisco Quebranta mediante el método espectrofotométrico en IRc con los métodos tradicionales de análisis, como el picnómetro y el alcoholímetro, considerando criterios de eficacia y precisión.
- 4.2.6 Validar el método espectrofotométrico en la región del infrarrojo cercano para la cuantificación de etanol en Pisco Quebranta, determinando la linealidad, la exactitud, precisión y rechazo de datos.
- 4.2.7 Proponer al método de análisis espectroscópico al IRc como técnica alternativa oficial para el análisis cuantitativo de etanol, en Piscos y bebidas alcohólicas destiladas.

5. Hipótesis

Fundamento:

Existe una variedad de técnicas analíticas y de métodos químicos analíticos como cromatográficas, redox, y espectroscópicos, para ejecutar análisis del contenido alcohólico como etanol en muestras de bebidas alcohólicas destiladas, como el Pisco Quebranta, y que permiten determinar cuantitativamente su grado alcohólico que presenta,

Respuesta:

Es factible realizar un análisis detallado y cuantificar la concentración de etanol en Piscos utilizando tanto los métodos convencionales oficiales como la técnica de espectroscopía en la región del infrarrojo cercano (NIR). Esta última técnica, caracterizada por su precisión y eficiencia, podría ser adoptada como un método analítico oficial alternativo para la determinación de etanol en bebidas alcohólicas destiladas, enfocándose específicamente en el Pisco puro.

III. Planteamiento operacional

3.1 Técnicas, instrumentos y materiales de verificación.

En el desarrollo del trabajo de tesis se utilizará las siguientes técnicas y los siguientes instrumentos:

Método por Espectroscopía en IRc, que utiliza un espectrofotómetro UV, V, IRc, infrarrojo cercano, calibrado con soluciones patrón de etanol absoluto para medir la absorción en el rango de longitud de onda específico del etanol.

Método del Alcoholímetro, emplea un alcoholímetro digital de precisión, con calibración regular y control de calidad para garantizar la precisión.

Método Oficial por Picnómetro, usa picnómetros de vidrio de alta precisión y un termómetro calibrado para determinar la densidad y, por lo tanto, el contenido alcohólico contrastando con tablas para determinar su grado alcohólico.

Con los resultados obtenidos se realizan con ellos una comparación de Resultados mediante Análisis estadístico para comparar los datos obtenidos por cada método y determinar la precisión, linealidad, exactitud, robustez y sensibilidad.

3.2 Campo de Verificación

3.2.1 Ubicación espacial

La investigación se desarrolla en un laboratorio de investigación en el laboratorio, en el ámbito de las Ciencias Químicas, específicamente dentro de la disciplina de Química Analítica, que corresponde a un laboratorio de Control de Calidad. Este trabajo se desarrollará específicamente en laboratorios que están debidamente equipados para llevar a cabo mediciones de etanol en bebidas alcohólicas. La elección de esta localización es fundamental, ya que se trata de una zona con una rica tradición y reconocimiento en la producción de Pisco puro del tipo Quebranta, lo que proporciona acceso directo a muestras representativas y permite realizar análisis en condiciones óptimas para la investigación dentro del campo del Control de Calidad en la industria pisquera.

3.2.2 Ubicación temporal

El estudio se efectuará en un periodo de tiempo determinado en el año 2024, con el fin de asegurar que los resultados sean estructuralmente relevantes y replicables en el tiempo.

3.2.3. Unidades de estudio

La unidad de estudio está constituida por bebidas alcohólicas destiladas (Pisco Santiago Queirolo, Pisco Botija, Pisco Demonio de los Andes, Pisco Cuatro Gallos y Pisco Majes Tradición). La investigación considera una muestra por cada marca de Pisco, y con una de ellas se establece análisis en réplicas de 3 ensayos. Las muestras proceden de diferentes zonas pisqueras (Ica, y Arequipa) y son obtenidas en forma aleatoria en los supermercados de la ciudad de Arequipa.

El procedimiento de muestreo es un muestreo aleatorio estratificado por productor y lote para garantizar una muestra que sea homogénea y representativa.

Tipo de muestras en estudio

Muestra	Marca del producto	Codigo del tipo de pisco	% etanol declarado
1	Santiago Queirolo	A	42
2	Botija	B	40
3	Demonio de los andes	C	40
4	Cuatro gallos	D	40
5	Majes tradición	E	40

3.2.4. Variables e indicadores

1. Variable Independiente

- Contenido alcohólico de la muestra

2. Variables Dependientes

- Exactitud
- Precisión
- Linealidad
- Límite de sensibilidad
- Robustez

Variable Independiente	Indicadores
Contenido alcohólico de la muestra	-Método por Espectroscopía en IR (Infrarrojo) -Método del Alcoholímetro -Método Oficial de Análisis de Etanol por el Método de Picnómetro
Variable Dependiente	Indicadores
Exactitud	Error relativo Error absoluto
Precisión	Desviación estándar (SD) de mediciones repetidas
Linealidad	Coeficiente de determinación (R^2) de la curva de calibración Pendiente de la curva de calibración
Límite de Sensibilidad	Límite de detección (LOD): concentración mínima detectable
Robustez	Variación en los resultados con pequeños cambios en parámetros como temperatura, pH, y tiempo de análisis

3. Estrategia de recolección de datos

- Coordinación y organización de sesiones de medición en el laboratorio químico analítico en condiciones adecuadas.
- Recursos instrumentales como espectrofotómetros de UV, V, IRc, alcoholímetros y picnómetros.
- Validación de los instrumentos mediante calibración contra estándares reconocidos.
- Análisis estadístico para el manejo de los resultados, para evaluar la precisión, linealidad, exactitud y robustez de cada método.

IV. Cronograma de trabajo

Actividades	Mes 1	Mes 2	Mes 3	Mes 4	Mes 5	Mes 6
Semana	1 2 3 4	1 2 3 4	1 2 3 4	1 2 3 4	1 2 3 4	1 2 3 4
1. Recolección de datos	X X X	X X --	----	----	----	----
2. Estructuración de resultados	----	-- X X	X X X -	----	----	----
3. Análisis de datos	----	----	--- X	X X X -	----	----
4. Redacción de borrador del informe	----	----	----	-- X X	X X X -	----
5. Revisión del borrador y ajustes	----	----	----	----	--- X	X X X -
6. Informe final y presentación	----	----	----	----	----	-- X X

X: Indica las semanas en las que se programan las actividades principales.

--: Indica las semanas en las que no se programan actividades relacionadas con esa línea del cronograma.

Notas:

La recolección de datos se realizará intensivamente durante las primeras seis semanas para garantizar que se obtiene toda la información necesaria para el estudio.

La estructuración de resultados comenzará en la segunda mitad del segundo mes y se extenderá hasta la tercera semana del tercer mes, donde se organizarán los datos recolectados.

El análisis de datos se llevará a cabo desde la última semana del tercer mes hasta la tercera semana del cuarto mes.

La redacción del borrador del informe se planifica para las últimas dos semanas del cuarto mes y las primeras tres semanas del quinto mes.

La revisión del borrador y los ajustes se realizarán en las últimas semanas del quinto mes y las primeras tres semanas del sexto mes.

Finalmente, el informe final y su presentación están programados para las últimas dos semanas del proyecto, permitiendo tiempo para la preparación de la presentación y la consolidación del documento.

V. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Libros:

- Alexeiev, V. N. (1978). *Análisis Cuantitativo*. Editorial MIR. Moscú.
- Skoog, D., & West, D. (1969). *Introducción a la Química Analítica*. Editorial Centro regional de ayuda técnica. Buenos Aires, Argentina.
- Ayres, G. (1975). *Análisis Químico Cuantitativo*. Editorial Harla S.A. México.
- Christian, G. (2009). *Química Analítica*. Editorial Mc Graw Hill. México.
- Day, U. (1989). *Química Analítica Cuantitativa*. Editorial Prentice Hall. México.
- Schenk, F. (1979). *Química Analítica Cuantitativa*. Editorial Limusa. México.
- Fischer, P., & Peters (1979). *Análisis químico Cuantitativo*. Editorial Centro de ayuda técnica. Buenos Aires, Argentina.

- Harris, D. (2012). *Análisis Químico Cuantitativo*. Editorial Reverte. México.
 - Skoog, D., West, D., Holler, F., & Crouch, S. (2014). *Fundamentos de Química analítica*. Editorial Cengage Learning. México.
 - Belarra, M. A. (2011). *Introducción a la Química Analítica*. Prensas Universitaria De Zaragoza. Zaragoza.
2. Libros con autor corporativo:
- Asociación de Químicos Analíticos Oficiales (AOAC). (1975). *Official Methods of Analysis*. (12a ed.). Editor: William Horwitz. Washington, D.C.
3. Libros en español con autor corporativo:
- Dujardin Salleron. (1970). Tables No. 62412.- De Correction Alcoométriques, Oud Richeesse en Alcohol, dès Liquides Spiritueux. 3, Rue Rayenne. 6a. París.
 - Montejano U., S. (2000). *Alcoholimetría*.
4. Normas:
- AOAC. (2000). ² AOAC 942.06:2000 - Alcohol by volume in distilled liquors.
 - AOAC. (2000). ² AOAC 945.06:2000 - Specific gravity (apparent) of distilled liquors.
 - NTP. (1966). ² NTP 210.003:1966 - BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método usual por picnometría para determinar la densidad y la densidad relativa.
 - NTP. (2003). ² NTP 319.229:2003 - BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Alcohol etílico. Método de ensayo. Determinación del grado alcohólico volumétrico.
 - Diario Oficial de las Comunidades Europeas. (2000-12-29).
5. Antecedentes de Investigación:
- Chen, C., Zhu, Z., Tang, M., & Wang, Z. (2020). Non-destructive determination of ethanol levels in fermented alcoholic beverages using Fourier transform mid-infrared spectroscopy. *BMC Chemistry*, 14(1), 1-10. <https://doi.org/10.1186/s13065-020-00709-6>

Gallignani, M., Garrigues, S., & de la Guardia, M. (1993). Direct determination of ethanol in all types of alcoholic beverages by near-infrared derivative spectrometry. *Analyst*, 118(10), 1167-1173. <https://doi.org/10.1039/AN9931801167>

Lachenmeier, D. W., Godelmann, R., Steiner, M., Ansay, B., Weigel, J., & Krieg, G. (2010). Rapid and mobile determination of alcoholic strength in wine, beer and spirits using a flow-through infrared sensor. *Chem Cent J*, 4(1), 1-10.

Lvova, L., Paolesse, R., Natale, C. D., & D'Amico, A. (2006). Detection of alcohols in beverages: An application of porphyrin-based electronic tongue. *Sensors Actuators B Chem*, 118(1), 439-447.

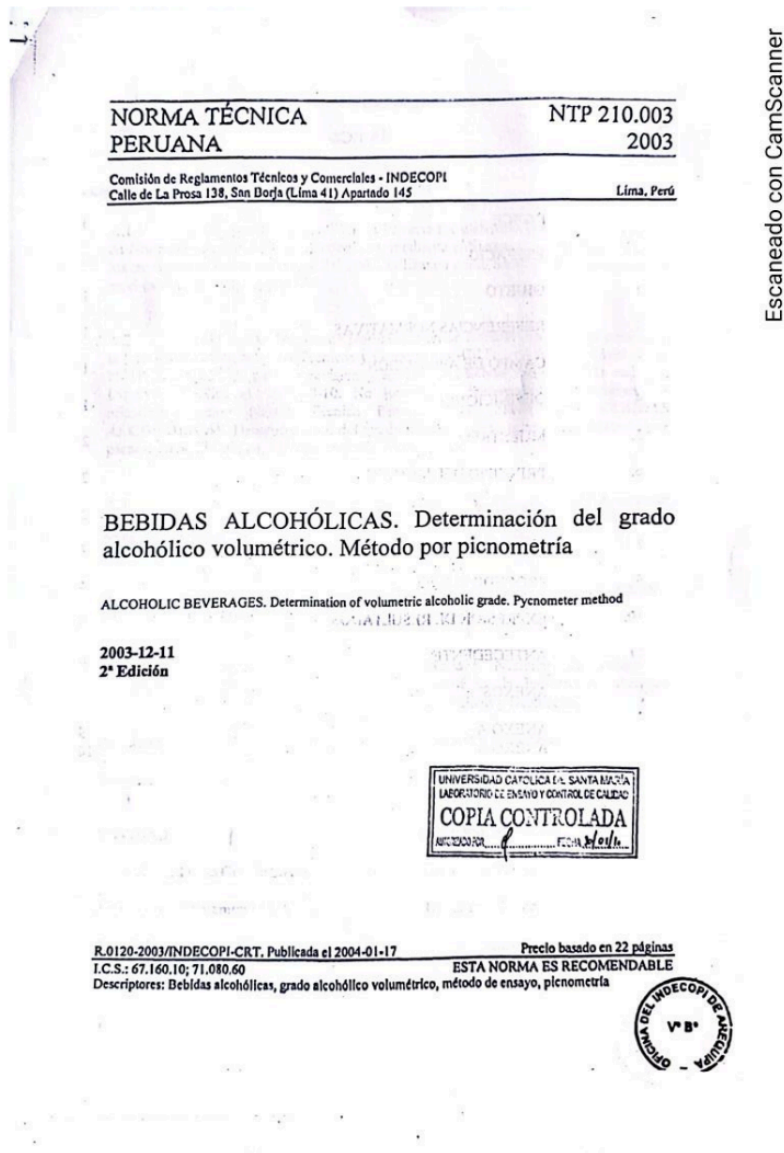
Mendes, L. S., Oliveira, F. C. C., Suarez, P. A. Z., & Rubim, J. C. (2003). Determination of ethanol in fuel ethanol and beverages by Fourier transform (FT)-near infrared and FT-Raman spectrometries. *Anal Chim Acta*, 493(2), 219-231.

Nordon, A., Mills, A., Burn, R. T., Cusick, F. M., & John, D. L. (2005). Comparison of non-invasive NIR and Raman spectrometries for determination of alcohol content of spirits. *Anal Chim Acta*, 548(1-2), 148-158.

Zhu, C., Li, Z., & Liu, Y. (2022). Combining portable NIR spectroscopy and multivariate calibration for high-throughput determination of ethanol in beverages. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 30(3), 145-154. <https://doi.org/10.1177/09670335221083672>

ANEXO

1. NORMA TÉCNICA PERUANA 2010.003.2003 – BEBIDAS ALCOHÓLICAS.
Determinación del grado alcohólico volumétrico. Método por picnometría.



ÍNDICE		página
	ÍNDICE	i
	PREFACIO	ii
1.	OBJETO	1
2.	REFERENCIAS NORMATIVAS	1
3.	CAMPO DE APLICACIÓN	1
4.	DEFINICIONES	1
5.	MUESTREO	2
6.	PRINCIPIO DEL MÉTODO	2
7.	EQUIPO Y MATERIALES	2
8.	REACTIVOS	2
9.	PROCEDIMIENTO	4
10.	EXPRESIÓN DE RESULTADOS	6
11.	ANTECEDENTE	6
	ANEXOS	
	ANEXO A	9
	ANEXO B	10

Escaneado con CamScanner

PREFACIO

A. RESEÑA HISTÓRICA

A.1 La presente Norma Técnica Peruana fue elaborada por el Comité Técnico de Normalización de Bebidas Alcohólicas, mediante el Sistema 2 u Ordinario, durante los meses de agosto y setiembre del 2003, utilizando como antecedente a los indicados en el capítulo correspondiente.

A.2 El Comité Técnico de Normalización de Bebidas Alcohólicas presentó a la Comisión de Reglamentos Técnicos y Comerciales -CRT-, con fecha 2003-09-24, el PNTP 210.003:2003, para su revisión y aprobación, siendo sometido a la etapa de Discusión Pública el 2003-10-10. No habiéndose presentado observaciones fue oficializada como Norma Técnica Peruana NTP 210.003:2003 BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Determinación del grado alcohólico por volumetría. Método por pycnometría, 2ª Edición, el 17 de enero de 2004.

A.3 Esta Norma Técnica reemplaza a la NTP 210.003:1966. La presente Norma Técnica Peruana ha sido estructurada de acuerdo a las Guías Peruanas GP 001:1995 y GP 002:1995.

B. INSTITUCIONES QUE PARTICIPARON EN LA ELABORACIÓN DE LA NORMA TÉCNICA PERUANA

Secretaría	Sociedad Nacional de Industrias- Comité de la Industria de Bebidas Alcohólicas y Destilados
------------	---

Presidente	Mario Maggi Pacheco
------------	---------------------

Secretario	Luis Taipe Palacios
------------	---------------------

ENTIDAD

Agroindustrial Casa Grande S.A.A

Agroindustrial Paramonga S.A.

Agro Industrial Laredo S.A.A.

REPRESENTANTE

Victor Ruiz Valera

Marino Rodriguez

Alejandro Sanchez
Carlos Carrión



ALKOHLE E.I.R.L.	José Jiménez
CERPER	Maribel Espinoza
COLAROMO S.R.L.	Carlos Torres
Destilerías Unidas S.A.C	Fredy Chávez
FYAREPSA	Félix Arce Fredy Mejía
FOOD SOLUTIONS S.A.C.	Sonia Palomino Elsa Zubiarte
GRUPO COMERCIAL BARI S.A.	Danko Miskulin José Pizarro
INASSA	Emma Aguinaga
La Molina Calidad Total Laboratorios	Lourdes Hernández
Licores San Francisco S.A.	Nicanor Revilla
Ministerio de Salud- DIGESA	Francisco Loayza
Ministerio de la Producción	Luis Guerrero
SGS del Perú	Bertha Sulca Esther Benites
S.A.T. S.A.C.	Lylyams Inga
Consultora	Gloria Reyes

—0000000—

Escaneado con CamScanner

BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Determinación del grado alcohólico volumétrico. Método por picnometría

1. OBJETO

Esta Norma Técnica Peruana establece el método por picnometría para la determinación del grado alcohólico en muestras de bebidas alcohólicas o alcohol etílico.

2. REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Técnica Peruana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda Norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos en base a ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones recientes de las normas citadas seguidamente. El Organismo Peruano de Normalización posee, en todo momento, la información de las Normas Técnicas Peruanas en vigencia.

Normas Técnicas Peruanas

2.1	NTP 210.001:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Definiciones
2.2	NTP 210.019:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Extracción de muestras
2.3	NTP 211.020:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Alcohol etílico. Definiciones
2.4	NTP 211.039:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Destilación de muestras



3. CAMPO DE APLICACIÓN

Esta Norma Técnica Peruana se aplica a las bebidas alcohólicas y a los diferentes tipos de alcohol etílico definidos en el NTP 210.019 y NTP 211.020, respectivamente.

4. DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Técnica Peruana se aplican las siguientes definiciones:

4.1 **temperatura de referencia:** La temperatura de referencia para la determinación del grado alcohólico queda fijada en 20 °C.

4.2 **picnómetro:** Frasco que se emplea para determinar la densidad de los líquidos.

5. MUESTREO

El muestreo se efectúa de acuerdo al NTP 210.001.

6. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método del picnómetro se basa en la determinación del grado alcohólico volumétrico por gravimetría.

7. EQUIPOS Y MATERIALES

- 7.1 Balanza analítica, con sensibilidad de 0,0001 g.
- 7.2 Picnómetro calibrado de 100 mL ó 50 mL. Véase Figura 1.
- 7.3 Baño de agua a $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 7.4 Sistema de destilación: Véase Anexo A, de ser necesario.

8. REACTIVOS

- 8.1 Agua destilada o desionizada.



Escaneado con CamScanner

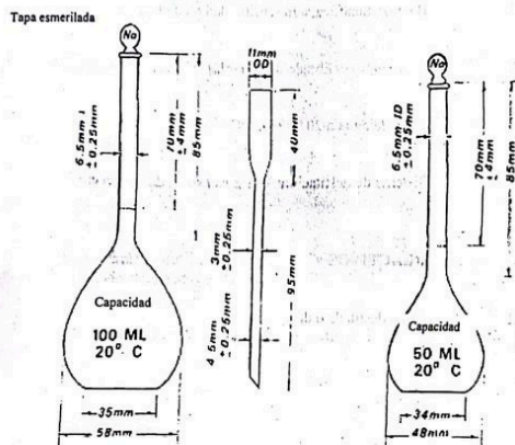


FIGURA 1 - Picnómetro calibrado de 100 mL ó 50 mL

9. PROCEDIMIENTO

(Algunas bebidas destiladas no requieren destilación previa a la determinación, por ejemplo whisky bourbon, mezclas de alcohol-agua conteniendo trazas de ingredientes volátiles.)

9.1 Muestras de ensayo conteniendo 60 % Alc. Vol. o menos por volumen

9.1.1 Calibración a 20 °C del picnómetro de 100 ml (véase Figura 1).

- a) Llenar completamente el picnómetro limpio con agua recientemente destilada, tapar y sumergirlo en un baño de agua a la temperatura de referencia, nivelar el baño por encima de la marca de graduación del picnómetro.
- b) Luego de 30 minutos, remover la tapa y con un tubo capilar ajustar hasta poner el menisco tangente a la marca de graduación.
- c) Con pequeños rollos de papel de filtro, secar el interior del cuello del picnómetro, tapar y sumergir en un baño de agua a temperatura de referencia por 15 minutos.
- d) Retirar el picnómetro, secar, dejar reposar 15 minutos y pesar.
- e) Vaciar el picnómetro, enjuagar con acetona y secar completamente con una corriente de aire.
- f) Dejar que el picnómetro vacío llegue a la temperatura de referencia, tapar y pesar.
- g) El peso de agua contenido en el aire = Peso del picnómetro lleno - Peso del picnómetro vacío

9.1.2 Llenar el picnómetro limpio y seco con la porción de ensayo y ajustar el volumen a la temperatura de calibración como en el apartado 9.1.1.

NOTA: Si el extracto seco de la muestra es menor o igual a 6 g/L, la muestra no requiere destilación. En este caso los pasos 9.1.3 al 9.1.8 no son de aplicación.



9.1.3 Transferir el contenido del picnómetro a un matraz de destilación previamente enjuagado con agua fría y conteniendo algunos reguladores de ebullición o equivalente.

9.1.4 Enjuagar el picnómetro 3 veces usando un total de 25 mL de agua fría (40 mL para vinos y aperitivos) y añadir el agua de enjuague al matraz de destilación.

9.1.5 Colocar el picnómetro húmedo de tal manera que el adaptador conectado a la parte inferior del refrigerante llegue casi al fondo del picnómetro.

9.1.6 Rodear el picnómetro con hielo o agua helada. Completar las conexiones haciendo pasar a través del condensador una corriente de agua manteniendo la temperatura a $\leq 25^{\circ}\text{C}$ a la salida.

9.1.7 Destilar aproximadamente 96 mL entre 30 min – 60 min, usando mayor tiempo para alto porcentaje de alcohol.

9.1.8 Remover y tapar el picnómetro. Mezclar el destilado por rotación y arrastrar con agua algunas gotas que puedan estar sobre la marca de graduación del picnómetro.

9.1.9 Sumergir el picnómetro en baño de agua a la temperatura de referencia y después de 30 min diluir a volumen cuidadosamente, con ayuda del tubo capilar, por adición de agua previamente hervida y enfriada a la misma temperatura.

9.1.10 Determinar la gravedad específica del destilado y del Anexo B obtener el % de alcohol por volumen.

9.2 Muestras conteniendo mas de 60 % Alc.Vol

Proceder como en el apartado 9.1 con los siguientes cambios:

9.2.1 Calibrar a 20°C los picnómetros de 100 mL y 50 mL (véase Figura 1).

9.2.2 Llenar el picnómetro de 50 mL con la porción de ensayo y ajustar el volumen a 20 °C . Transferir el contenido del picnómetro a una matraz de destilación previamente enjuagado con agua fría y conteniendo algunos reguladores de ebullición o equivalente.

9.2.3 Adicionar 50 mL de agua fría al matraz de destilación y coleccionar el destilado en un picnómetro de 100 mL .

9.2.4 Enrasar el picnómetro a 20 °C .

9.2.5 Determinar la gravedad específica del destilado y del Anexo B obtener el % de alcohol por volumen.

10. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

10.1 Determinar la gravedad específica del destilado como en el apartado 9.1.1 para la porción de ensayo.

$$\text{Gravedad específica en el aire} = \frac{S}{W}$$

donde:

S = peso de la porción de ensayo

W = peso del agua

10.2 Obtener el correspondiente grado alcohólico a 20 °C de acuerdo a las tablas del Anexo B.

10.3 Para muestras conteniendo mas 60 % Alc.Vol., se hace la siguiente corrección:



$$\% \text{ Alcohol a } 20^{\circ}\text{C} = D \times \frac{W}{W'}$$

Donde:

D = % Alcohol por volumen a 20 °C (Valor obtenido en 10.2)

W = Peso del picnómetro de 100 mL con agua a 20 °C

W' = Peso del picnómetro de 50 mL con agua a 20 °C

11. ANTECEDENTES

- | | | |
|------|---|--|
| 11.1 | AOAC 942.06:2000 | Alcohol by volume in distilled liquors |
| 11.2 | AOAC 945.06:2000 | Specific gravity (apparent) of distilled liquors |
| 11.3 | NTP 210.003:1966 | BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método usual por picnometría para determinar la densidad y la densidad relativa |
| 11.4 | NTP 319.229:2003 | BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Alcohol etílico. Método de ensayo. Determinación del grado alcohólico volumétrico |
| 11.5 | Diario Oficial de las Comunidades Europeas 2000-12-29 | |

ANEXO A
(INFORMATIVO)

SISTEMA DE DESTILACIÓN

NOTA 1: En el caso de bebidas alcohólicas con extracto seco mayor a 6 g/L, destilar la muestra como se indica en el apartado 9.1.3 al 9.1.8 ó en la NTP 211.039, y se determina el grado alcohólico del destilado.

NOTA 2: En el caso de bebidas alcohólicas con un contenido de extracto seco menor o igual a 6 g/L, la muestra no requiere destilación.

A.1 **Matraz de destilación:** Matraz de fondo redondo de 500 mL.

A.2 **Refrigerante recto,** tipo Leibig con camisa (chaqueta) de ≥ 400 mm de longitud con un tubo interior de $9 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$, de diámetro interno. Este refrigerante se coloca verticalmente y al extremo inferior se le adapta un tubo de vidrio de longitud adecuada para que llegue casi hasta el fondo del recipiente en que se recoge el destilado.

A.3 **Manta de calentamiento** con control de temperatura

A.4 **Reguladores de ebullición:** Fragmentos de piedra pómez, porcelana porosa, perlas de vidrio o cualquier otro material adecuado. Debe asegurarse su completa limpieza antes de ser utilizado.



ANEXO B
(NORMATIVO)

Grado alcohólico a 20 °C correspondiente a gravedad
específica a 20/20 °C

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol. (20 °C)
1.0000	998,20	0,0
0,9998	998,05	0,1
0,9997	997,90	0,2
0,9995	997,75	0,3
0,9994	997,59	0,4
0,9992	997,44	0,5
0,9991	997,29	0,6
0,9989	997,14	0,7
0,9988	996,99	0,8
0,9986	996,85	0,9
0,9985	996,70	1,0
0,9983	996,55	1,1
0,9982	996,40	1,2
0,9980	996,25	1,3
0,9979	996,11	1,4
0,9978	995,96	1,5
0,9976	995,81	1,6
0,9975	995,67	1,7
0,9973	995,52	1,8
0,9972	995,38	1,9
0,9970	995,23	2,0
0,9969	995,09	2,1
0,9967	994,94	2,2
0,9966	994,80	2,3
0,9965	994,66	2,4
0,9963	994,51	2,5
0,9962	994,37	2,6
0,9960	994,23	2,7
0,9959	994,09	2,8
0,9957	993,95	2,9
0,9956	993,81	3,0
0,9955	993,66	3,1
0,9953	993,52	3,2
0,9952	993,38	3,3
0,9950	993,24	3,4
0,9949	993,11	3,5
0,9948	992,97	3,6
0,9946	992,83	3,7
0,9945	992,69	3,8
0,9943	992,55	3,9

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol. (20 °C)
0,9942	992,41	4,0
0,9941	992,28	4,1
0,9939	992,14	4,2
0,9938	992,00	4,3
0,9937	991,87	4,4
0,9935	991,73	4,5
0,9934	991,59	4,6
0,9932	991,46	4,7
0,9931	991,32	4,8
0,9930	991,19	4,9
0,9928	991,06	5,0
0,9927	990,92	5,1
0,9926	990,79	5,2
0,9924	990,65	5,3
0,9923	990,52	5,4
0,9922	990,39	5,5
0,9920	990,26	5,6
0,9919	990,12	5,7
0,9918	989,99	5,8
0,9916	989,86	5,9
0,9915	989,73	6,0
0,9914	989,60	6,1
0,9913	989,47	6,2
0,9911	989,34	6,3
0,9910	989,21	6,4
0,9909	989,08	6,5
0,9907	988,95	6,6
0,9906	988,82	6,7
0,9905	988,69	6,8
0,9903	988,56	6,9
0,9902	988,43	7,0
0,9901	988,30	7,1
0,9900	988,18	7,2
0,9898	988,05	7,3
0,9897	987,92	7,4
0,9896	987,79	7,5
0,9895	987,67	7,6
0,9893	987,54	7,7
0,9892	987,42	7,8
0,9891	987,29	7,9

.. continuación

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9889	987,16	8,0
0,9888	987,04	8,1
0,9887	986,91	8,2
0,9886	986,79	8,3
0,9884	986,66	8,4
0,9883	986,54	8,5
0,9882	986,42	8,6
0,9881	986,29	8,7
0,9879	986,17	8,8
0,9878	986,05	8,9
0,9877	985,92	9,0
0,9876	985,80	9,1
0,9875	985,68	9,2
0,9873	985,56	9,3
0,9872	985,44	9,4
0,9871	985,31	9,5
0,9870	985,19	9,6
0,9868	985,07	9,7
0,9867	984,95	9,8
0,9866	984,83	9,9
0,9865	984,71	10,0
0,9864	984,59	10,1
0,9862	984,47	10,2
0,9861	984,35	10,3
0,9860	984,23	10,4
0,9859	984,11	10,5
0,9858	983,99	10,6
0,9857	983,88	10,7
0,9855	983,76	10,8
0,9854	983,64	10,9
0,9853	983,52	11,0
0,9852	983,40	11,1
0,9851	983,29	11,2
0,9849	983,17	11,3
0,9848	983,05	11,4
0,9847	982,94	11,5
0,9846	982,82	11,6
0,9845	982,70	11,7
0,9844	982,59	11,8
0,9842	982,47	11,9

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9841	982,35	12,0
0,9840	982,24	12,1
0,9839	982,12	12,2
0,9838	982,01	12,3
0,9837	981,89	12,4
0,9836	981,78	12,5
0,9834	981,67	12,6
0,9833	981,55	12,7
0,9832	981,44	12,8
0,9831	981,32	12,9
0,9830	981,21	13,0
0,9829	981,10	13,1
0,9827	980,98	13,2
0,9826	980,87	13,3
0,9825	980,76	13,4
0,9824	980,64	13,5
0,9823	980,53	13,6
0,9822	980,42	13,7
0,9821	980,31	13,8
0,9820	980,19	13,9
0,9818	980,08	14,0
0,9817	979,97	14,1
0,9816	979,86	14,2
0,9815	979,75	14,3
0,9814	979,64	14,4
0,9813	979,52	14,5
0,9812	979,41	14,6
0,9811	979,30	14,7
0,9810	979,19	14,8
0,9808	979,08	14,9
0,9807	978,97	15,0
0,9806	978,86	15,1
0,9805	978,75	15,2
0,9804	978,64	15,3
0,9803	978,53	15,4
0,9802	978,42	15,5
0,9801	978,31	15,6
0,9800	978,20	15,7
0,9799	978,09	15,8
0,9797	977,98	15,9



.. continuación

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9796	977,87	16,0
0,9795	977,76	16,1
0,9794	977,65	16,2
0,9793	977,55	16,3
0,9792	977,44	16,4
0,9791	977,33	16,5
0,9790	977,22	16,6
0,9789	977,11	16,7
0,9788	977,00	16,8
0,9787	976,89	16,9
0,9786	976,79	17,0
0,9784	976,68	17,1
0,9783	976,57	17,2
0,9782	976,46	17,3
0,9781	976,35	17,4
0,9780	976,25	17,5
0,9779	976,14	17,6
0,9778	976,03	17,7
0,9777	975,92	17,8
0,9776	975,81	17,9
0,9775	975,71	18,0
0,9774	975,60	18,1
0,9772	975,49	18,2
0,9771	975,38	18,3
0,9770	975,28	18,4
0,9769	975,17	18,5
0,9768	975,06	18,6
0,9767	974,95	18,7
0,9766	974,85	18,8
0,9765	974,74	18,9
0,9764	974,63	19,0
0,9763	974,52	19,1
0,9762	974,42	19,2
0,9761	974,31	19,3
0,9760	974,20	19,4
0,9758	974,09	19,5
0,9757	973,99	19,6
0,9756	973,88	19,7
0,9755	973,77	19,8
0,9754	973,66	19,9

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9753	973,56	20,0
0,9752	973,45	20,1
0,9751	973,34	20,2
0,9750	973,24	20,3
0,9749	973,13	20,4
0,9748	973,02	20,5
0,9747	972,91	20,6
0,9746	972,80	20,7
0,9745	972,70	20,8
0,9743	972,59	20,9
0,9742	972,48	21,0
0,9741	972,37	21,1
0,9740	972,27	21,2
0,9739	972,16	21,3
0,9738	972,05	21,4
0,9737	971,94	21,5
0,9736	971,83	21,6
0,9735	971,73	21,7
0,9734	971,62	21,8
0,9733	971,51	21,9
0,9732	971,40	22,0
0,9730	971,29	22,1
0,9729	971,18	22,2
0,9728	971,08	22,3
0,9727	970,97	22,4
0,9726	970,86	22,5
0,9725	970,75	22,6
0,9724	970,64	22,7
0,9723	970,53	22,8
0,9722	970,42	22,9
0,9721	970,31	23,0
0,9719	970,20	23,1
0,9718	970,09	23,2
0,9717	969,98	23,3
0,9716	969,87	23,4
0,9715	969,76	23,5
0,9714	969,65	23,6
0,9713	969,54	23,7
0,9712	969,43	23,8
0,9711	969,32	23,9

.. continuación

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9710	969,21	24,0
0,9708	969,10	24,1
0,9707	968,99	24,2
0,9706	968,88	24,3
0,9705	968,77	24,4
0,9704	968,66	24,5
0,9703	968,55	24,6
0,9702	968,43	24,7
0,9701	968,32	24,8
0,9700	968,21	24,9
0,9698	968,10	25,0
0,9697	967,99	25,1
0,9696	967,87	25,2
0,9695	967,76	25,3
0,9694	967,65	25,4
0,9693	967,53	25,5
0,9692	967,42	25,6
0,9691	967,31	25,7
0,9689	967,19	25,8
0,9688	967,08	25,9
0,9687	966,97	26,0
0,9686	966,85	26,1
0,9685	966,74	26,2
0,9684	966,62	26,3
0,9683	966,51	26,4
0,9681	966,39	26,5
0,9680	966,28	26,6
0,9679	966,16	26,7
0,9678	966,05	26,8
0,9677	965,93	26,9
0,9676	965,81	27,0
0,9674	965,70	27,1
0,9673	965,58	27,2
0,9672	965,46	27,3
0,9671	965,35	27,4
0,9670	965,23	27,5
0,9669	965,11	27,6
0,9667	964,99	27,7
0,9666	964,88	27,8
0,9665	964,76	27,9

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9664	964,64	28,0
0,9663	964,52	28,1
0,9661	964,40	28,2
0,9660	964,28	28,3
0,9659	964,16	28,4
0,9658	964,04	28,5
0,9657	963,92	28,6
0,9655	963,80	28,7
0,9654	963,68	28,8
0,9653	963,56	28,9
0,9652	963,44	29,0
0,9651	963,32	29,1
0,9649	963,20	29,2
0,9648	963,07	29,3
0,9647	962,95	29,4
0,9646	962,83	29,5
0,9644	962,71	29,6
0,9643	962,58	29,7
0,9642	962,46	29,8
0,9641	962,33	29,9
0,9639	962,21	30,0
0,9638	962,09	30,1
0,9637	961,96	30,2
0,9636	961,84	30,3
0,9634	961,71	30,4
0,9633	961,59	30,5
0,9632	961,46	30,6
0,9631	961,33	30,7
0,9629	961,21	30,8
0,9628	961,08	30,9
0,9627	960,95	31,0
0,9626	960,82	31,1
0,9624	960,70	31,2
0,9623	960,57	31,3
0,9622	960,44	31,4
0,9620	960,31	31,5
0,9619	960,18	31,6
0,9618	960,05	31,7
0,9617	959,92	31,8
0,9615	959,79	31,9



.. continuación

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9614	959,66	32,0
0,9613	959,53	32,1
0,9611	959,40	32,2
0,9610	959,27	32,3
0,9609	959,14	32,4
0,9607	959,01	32,5
0,9606	958,87	32,6
0,9605	958,74	32,7
0,9603	958,61	32,8
0,9602	958,47	32,9
0,9601	958,34	33,0
0,9599	958,20	33,1
0,9598	958,07	33,2
0,9597	957,94	33,3
0,9595	957,80	33,4
0,9594	957,66	33,5
0,9593	957,53	33,6
0,9591	957,39	33,7
0,9590	957,26	33,8
0,9588	957,12	33,9
0,9587	956,98	34,0
0,9586	956,84	34,1
0,9584	956,70	34,2
0,9583	956,57	34,3
0,9582	956,43	34,4
0,9580	956,29	34,5
0,9579	956,15	34,6
0,9577	956,01	34,7
0,9576	955,87	34,8
0,9575	955,73	34,9
0,9573	955,59	35,0
0,9572	955,44	35,1
0,9570	955,30	35,2
0,9569	955,16	35,3
0,9567	955,02	35,4
0,9566	954,88	35,5
0,9565	954,73	35,6
0,9563	954,59	35,7
0,9562	954,44	35,8
0,9560	954,30	35,9

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9559	954,15	36,0
0,9557	954,01	36,1
0,9556	953,86	36,2
0,9554	953,72	36,3
0,9553	953,57	36,4
0,9551	953,42	36,5
0,9550	953,28	36,6
0,9548	953,13	36,7
0,9547	952,98	36,8
0,9545	952,83	36,9
0,9544	952,69	37,0
0,9543	952,54	37,1
0,9541	952,39	37,2
0,9540	952,24	37,3
0,9538	952,09	37,4
0,9537	951,94	37,5
0,9535	951,79	37,6
0,9533	951,63	37,7
0,9532	951,48	37,8
0,9530	951,33	37,9
0,9529	951,18	38,0
0,9527	951,02	38,1
0,9526	950,87	38,2
0,9524	950,72	38,3
0,9523	950,56	38,4
0,9521	950,41	38,5
0,9520	950,25	38,6
0,9518	950,10	38,7
0,9517	949,94	38,8
0,9515	949,79	38,9
0,9513	949,63	39,0
0,9512	949,47	39,1
0,9510	949,32	39,2
0,9509	949,16	39,3
0,9507	949,00	39,4
0,9506	948,84	39,5
0,9504	948,68	39,6
0,9502	948,52	39,7
0,9501	948,37	39,8
0,9499	948,21	39,9

.. continuación

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9498	948,05	40,0
0,9496	947,88	40,1
0,9494	947,72	40,2
0,9493	947,56	40,3
0,9491	947,40	40,4
0,9489	947,24	40,5
0,9488	947,08	40,6
0,9486	946,91	40,7
0,9485	946,75	40,8
0,9483	946,58	40,9
0,9481	946,42	41,0
0,9480	946,26	41,1
0,9478	946,09	41,2
0,9476	945,93	41,3
0,9475	945,76	41,4
0,9473	945,59	41,5
0,9471	945,43	41,6
0,9470	945,26	41,7
0,9468	945,09	41,8
0,9466	944,93	41,9
0,9465	944,76	42,0
0,9463	944,59	42,1
0,9461	944,42	42,2
0,9460	944,25	42,3
0,9458	944,08	42,4
0,9456	943,91	42,5
0,9454	943,74	42,6
0,9453	943,57	42,7
0,9451	943,40	42,8
0,9449	943,23	42,9
0,9448	943,06	43,0
0,9446	942,88	43,1
0,9444	942,71	43,2
0,9442	942,54	43,3
0,9441	942,37	43,4
0,9439	942,19	43,5
0,9437	942,02	43,6
0,9435	941,84	43,7
0,9434	941,67	43,8
0,9432	941,49	43,9

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9430	941,32	44,0
0,9428	941,14	44,1
0,9427	940,97	44,2
0,9425	940,79	44,3
0,9423	940,61	44,4
0,9421	940,43	44,5
0,9420	940,26	44,6
0,9418	940,08	44,7
0,9416	939,90	44,8
0,9414	939,72	44,9
0,9412	939,54	45,0
0,9411	939,36	45,1
0,9409	939,18	45,2
0,9407	939,00	45,3
0,9405	938,82	45,4
0,9403	938,64	45,5
0,9402	938,46	45,6
0,9400	938,28	45,7
0,9398	938,10	45,8
0,9396	937,91	45,9
0,9394	937,73	46,0
0,9392	937,55	46,1
0,9391	937,36	46,2
0,9389	937,18	46,3
0,9387	937,00	46,4
0,9385	936,81	46,5
0,9383	936,63	46,6
0,9381	936,44	46,7
0,9379	936,26	46,8
0,9378	936,07	46,9
0,9376	935,88	47,0
0,9374	935,70	47,1
0,9372	935,51	47,2
0,9370	935,32	47,3
0,9368	935,14	47,4
0,9366	934,95	47,5
0,9364	934,76	47,6
0,9363	934,57	47,7
0,9361	934,38	47,8
0,9359	934,19	47,9



.. continuación

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9357	934,00	48,0
0,9355	933,81	48,1
0,9353	933,62	48,2
0,9351	933,43	48,3
0,9349	933,24	48,4
0,9347	933,05	48,5
0,9345	932,86	48,6
0,9344	932,67	48,7
0,9342	932,47	48,8
0,9340	932,28	48,9
0,9338	932,09	49,0
0,9336	931,90	49,1
0,9334	931,70	49,2
0,9332	931,51	49,3
0,9330	931,31	49,4
0,9328	931,12	49,5
0,9326	930,92	49,6
0,9324	930,73	49,7
0,9322	930,53	49,8
0,9320	930,34	49,9
0,9318	930,14	50,0
0,9316	929,95	50,1
0,9314	929,75	50,2
0,9312	929,55	50,3
0,9310	929,35	50,4
0,9308	929,16	50,5
0,9306	928,96	50,6
0,9304	928,76	50,7
0,9302	928,56	50,8
0,9300	928,36	50,9
0,9298	928,16	51,0
0,9296	927,96	51,1
0,9294	927,77	51,2
0,9292	927,57	51,3
0,9290	927,36	51,4
0,9288	927,16	51,5
0,9286	926,96	51,6
0,9284	926,76	51,7
0,9282	926,56	51,8
0,9280	926,36	51,9

Sp-gr a 20 °C/20 °C	Densidad a 20 °C, g/L	% Alc.Vol (20 °C)
0,9278	926,16	52,0
0,9276	925,95	52,1
0,9274	925,75	52,2
0,9272	925,55	52,3
0,9270	925,35	52,4
0,9268	925,14	52,5
0,9266	924,94	52,6
0,9264	924,73	52,7
0,9262	924,53	52,8
0,9260	924,32	52,9
0,9258	924,12	53,0
0,9256	923,91	53,1
0,9254	923,71	53,2
0,9252	923,50	53,3
0,9250	923,30	53,4
0,9248	923,09	53,5
0,9245	922,88	53,6
0,9243	922,68	53,7
0,9241	922,47	53,8
0,9239	922,26	53,9
0,9237	922,06	54,0
0,9235	921,85	54,1
0,9233	921,64	54,2
0,9231	921,43	54,3
0,9229	921,22	54,4
0,9227	921,01	54,5
0,9225	920,80	54,6
0,9223	920,59	54,7
0,9220	920,38	54,8
0,9218	920,17	54,9
0,9216	919,96	55,0
0,9214	919,75	55,1
0,9212	919,54	55,2
0,9210	919,33	55,3
0,9208	919,12	55,4
0,9206	918,91	55,5
0,9203	918,69	55,6
0,9201	918,48	55,7
0,9199	918,27	55,8
0,9197	918,06	55,9

.. continuación

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc. Vol (20°C)
0,9195	917,84	56,0
0,9193	917,63	56,1
0,9191	917,42	56,2
0,9189	917,20	56,3
0,9186	916,99	56,4
0,9184	916,77	56,5
0,9182	916,56	56,6
0,9180	916,35	56,7
0,9178	916,13	56,8
0,9176	915,91	56,9
0,9174	915,70	57,0
0,9171	915,48	57,1
0,9169	915,27	57,2
0,9167	915,05	57,3
0,9165	914,83	57,4
0,9163	914,62	57,5
0,9160	914,40	57,6
0,9158	914,18	57,7
0,9156	913,97	57,8
0,9154	913,75	57,9
0,9152	913,53	58,0
0,9150	913,31	58,1
0,9147	913,09	58,2
0,9145	912,87	58,3
0,9143	912,65	58,4
0,9141	912,43	58,5
0,9139	912,22	58,6
0,9136	912,00	58,7
0,9134	911,78	58,8
0,9132	911,55	58,9
0,9130	911,33	59,0
0,9128	911,11	59,1
0,9125	910,89	59,2
0,9123	910,67	59,3
0,9121	910,45	59,4
0,9119	910,23	59,5
0,9117	910,01	59,6
0,9114	909,78	59,7
0,9112	909,56	59,8
0,9110	909,34	59,9

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc. Vol (20°C)
0,9107	909,11	60,0
0,9105	908,89	60,1
0,9103	908,67	60,2
0,9101	908,44	60,3
0,9099	908,22	60,4
0,9096	908,00	60,5
0,9094	907,77	60,6
0,9092	907,55	60,7
0,9090	907,32	60,8
0,9087	907,10	60,9
0,9085	906,87	61,0
0,9083	906,64	61,1
0,9081	906,42	61,2
0,9078	906,19	61,3
0,9076	905,97	61,4
0,9074	905,74	61,5
0,9071	905,51	61,6
0,9069	905,29	61,7
0,9067	905,06	61,8
0,9065	904,83	61,9
0,9062	904,60	62,0
0,9060	904,37	62,1
0,9058	904,15	62,2
0,9055	903,92	62,3
0,9053	903,69	62,4
0,9051	903,46	62,5
0,9049	903,23	62,6
0,9046	903,00	62,7
0,9044	902,77	62,8
0,9042	902,54	62,9
0,9039	902,31	63,0
0,9037	902,08	63,1
0,9035	901,85	63,2
0,9032	901,62	63,3
0,9030	901,39	63,4
0,9028	901,15	63,5
0,9025	900,92	63,6
0,9023	900,69	63,7
0,9021	900,46	63,8
0,9019	900,23	63,9



.. continuación

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,9016	899,99	64,0
0,9014	899,76	64,1
0,9012	899,53	64,2
0,9009	899,29	64,3
0,9007	899,06	64,4
0,9004	898,82	64,5
0,9002	898,59	64,6
0,9000	898,36	64,7
0,8997	898,12	64,8
0,8995	897,89	64,9
0,8993	897,65	65,0
0,8990	897,42	65,1
0,8988	897,18	65,2
0,8986	896,94	65,3
0,8983	896,71	65,4
0,8981	896,47	65,5
0,8978	896,23	65,6
0,8976	896,00	65,7
0,8974	895,76	65,8
0,8971	895,52	65,9
0,8969	895,28	66,0
0,8967	895,05	66,1
0,8964	894,81	66,2
0,8962	894,57	66,3
0,8959	894,33	66,4
0,8957	894,09	66,5
0,8955	893,85	66,6
0,8952	893,61	66,7
0,8950	893,37	66,8
0,8947	893,13	66,9
0,8945	892,89	67,0
0,8943	892,65	67,1
0,8940	892,41	67,2
0,8938	892,17	67,3
0,8935	891,93	67,4
0,8933	891,69	67,5
0,8931	891,45	67,6
0,8928	891,20	67,7
0,8926	890,96	67,8
0,8923	890,72	67,9

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8921	890,48	68,0
0,8918	890,23	68,1
0,8916	889,99	68,2
0,8914	889,75	68,3
0,8911	889,50	68,4
0,8909	889,26	68,5
0,8906	889,01	68,6
0,8904	888,77	68,7
0,8901	888,52	68,8
0,8899	888,28	68,9
0,8896	888,03	69,0
0,8894	887,79	69,1
0,8891	887,54	69,2
0,8889	887,29	69,3
0,8886	887,05	69,4
0,8884	886,80	69,5
0,8881	886,55	69,6
0,8879	886,31	69,7
0,8877	886,06	69,8
0,8874	885,81	69,9
0,8872	885,56	70,0
0,8869	885,31	70,1
0,8867	885,06	70,2
0,8864	884,82	70,3
0,8862	884,57	70,4
0,8859	884,32	70,5
0,8857	884,07	70,6
0,8854	883,82	70,7
0,8852	883,57	70,8
0,8849	883,32	70,9
0,8847	883,06	71,0
0,8844	882,81	71,1
0,8842	882,56	71,2
0,8839	882,31	71,3
0,8837	882,06	71,4
0,8834	881,81	71,5
0,8831	881,55	71,6
0,8829	881,30	71,7
0,8826	881,05	71,8
0,8824	880,79	71,9

.. continuación

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8821	880,54	72,0
0,8819	880,29	72,1
0,8816	880,03	72,2
0,8814	879,78	72,3
0,8811	879,52	72,4
0,8809	879,27	72,5
0,8806	879,01	72,6
0,8803	878,75	72,7
0,8801	878,50	72,8
0,8798	878,24	72,9
0,8796	877,99	73,0
0,8793	877,73	73,1
0,8791	877,47	73,2
0,8788	877,21	73,3
0,8785	876,96	73,4
0,8783	876,70	73,5
0,8780	876,44	73,6
0,8778	876,18	73,7
0,8775	875,92	73,8
0,8772	875,66	73,9
0,8770	875,40	74,0
0,8767	875,14	74,1
0,8765	874,88	74,2
0,8762	874,62	74,3
0,8759	874,36	74,4
0,8757	874,10	74,5
0,8754	873,84	74,6
0,8752	873,58	74,7
0,8749	873,32	74,8
0,8746	873,06	74,9
0,8744	872,79	75,0
0,8741	872,53	75,1
0,8738	872,27	75,2
0,8736	872,00	75,3
0,8733	871,74	75,4
0,8731	871,48	75,5
0,8728	871,21	75,6
0,8725	870,95	75,7
0,8723	870,68	75,8
0,8720	870,42	75,9

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8717	870,15	76,0
0,8715	869,89	76,1
0,8712	869,62	76,2
0,8709	869,35	76,3
0,8707	869,09	76,4
0,8704	868,82	76,5
0,8701	868,55	76,6
0,8698	868,28	76,7
0,8696	868,02	76,8
0,8693	867,75	76,9
0,8690	867,48	77,0
0,8688	867,21	77,1
0,8685	866,94	77,2
0,8682	866,67	77,3
0,8680	866,40	77,4
0,8677	866,13	77,5
0,8674	865,86	77,6
0,8672	865,59	77,7
0,8669	865,32	77,8
0,8666	865,05	77,9
0,8663	864,78	78,0
0,8661	864,50	78,1
0,8658	864,23	78,2
0,8655	863,96	78,3
0,8652	863,69	78,4
0,8650	863,41	78,5
0,8647	863,14	78,6
0,8644	862,86	78,7
0,8641	862,59	78,8
0,8639	862,31	78,9
0,8636	862,04	79,0
0,8633	861,76	79,1
0,8630	861,49	79,2
0,8628	861,21	79,3
0,8625	860,94	79,4
0,8622	860,66	79,5
0,8619	860,38	79,6
0,8617	860,10	79,7
0,8614	859,83	79,8
0,8611	859,55	79,9



.. continuación

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8608	859,27	80,0
0,8605	858,99	80,1
0,8603	858,71	80,2
0,8600	858,43	80,3
0,8597	858,15	80,4
0,8594	857,87	80,5
0,8591	857,59	80,6
0,8589	857,31	80,7
0,8586	857,03	80,8
0,8583	856,75	80,9
0,8580	856,46	81,0
0,8577	856,18	81,1
0,8574	855,90	81,2
0,8572	855,62	81,3
0,8569	855,33	81,4
0,8566	855,05	81,5
0,8563	854,76	81,6
0,8560	854,48	81,7
0,8557	854,19	81,8
0,8554	853,91	81,9
0,8552	853,62	82,0
0,8549	853,34	82,1
0,8546	853,05	82,2
0,8543	852,76	82,3
0,8540	852,48	82,4
0,8537	852,19	82,5
0,8534	851,90	82,6
0,8531	851,61	82,7
0,8529	851,32	82,8
0,8526	851,03	82,9
0,8523	850,74	83,0
0,8520	850,45	83,1
0,8517	850,16	83,2
0,8514	849,87	83,3
0,8511	849,58	83,4
0,8508	849,29	83,5
0,8505	848,99	83,6
0,8502	848,70	83,7
0,8499	848,41	83,8
0,8496	848,11	83,9

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8493	847,82	84,0
0,8491	847,53	84,1
0,8488	847,23	84,2
0,8485	846,93	84,3
0,8482	846,64	84,4
0,8479	846,34	84,5
0,8476	846,05	84,6
0,8473	845,75	84,7
0,8470	845,45	84,8
0,8467	845,15	84,9
0,8464	844,85	85,0
0,8461	844,55	85,1
0,8458	844,25	85,2
0,8455	843,95	85,3
0,8452	843,65	85,4
0,8449	843,35	85,5
0,8446	843,05	85,6
0,8443	842,75	85,7
0,8440	842,44	85,8
0,8437	842,14	85,9
0,8434	841,84	86,0
0,8430	841,53	86,1
0,8427	841,23	86,2
0,8424	840,92	86,3
0,8421	840,62	86,4
0,8418	840,31	86,5
0,8415	840,00	86,6
0,8412	839,70	86,7
0,8409	839,39	86,8
0,8406	839,08	86,9
0,8403	838,77	87,0
0,8400	838,46	87,1
0,8397	838,15	87,2
0,8394	837,84	87,3
0,8390	837,52	87,4
0,8387	837,21	87,5
0,8384	836,90	87,6
0,8381	836,59	87,7
0,8378	836,27	87,8
0,8375	835,96	87,9

.. continuación

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8371	835,64	88,0
0,8368	835,32	88,1
0,8365	835,01	88,2
0,8362	834,69	88,3
0,8359	834,37	88,4
0,8356	834,05	88,5
0,8352	833,73	88,6
0,8349	833,41	88,7
0,8346	833,09	88,8
0,8343	832,77	88,9
0,8340	832,45	89,0
0,8336	832,12	89,1
0,8333	831,80	89,2
0,8330	831,48	89,3
0,8326	831,15	89,4
0,8323	830,82	89,5
0,8320	830,50	89,6
0,8317	830,17	89,7
0,8313	829,84	89,8
0,8310	829,51	89,9
0,8307	829,18	90,0
0,8303	828,85	90,1
0,8300	828,52	90,2
0,8297	828,19	90,3
0,8293	827,85	90,4
0,8290	827,52	90,5
0,8287	827,18	90,6
0,8283	826,85	90,7
0,8280	826,51	90,8
0,8277	826,17	90,9
0,8273	825,83	91,0
0,8270	825,49	91,1
0,8266	825,15	91,2
0,8263	824,81	91,3
0,8260	824,47	91,4
0,8256	824,13	91,5
0,8253	823,78	91,6
0,8249	823,44	91,7
0,8246	823,09	91,8
0,8242	822,74	91,9

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8239	822,39	92,0
0,8235	822,04	92,1
0,8232	821,69	92,2
0,8228	821,34	92,3
0,8225	820,99	92,4
0,8221	820,63	92,5
0,8218	820,28	92,6
0,8214	819,92	92,7
0,8210	819,57	92,8
0,8207	819,21	92,9
0,8203	818,85	93,0
0,8200	818,49	93,1
0,8196	818,12	93,2
0,8192	817,76	93,3
0,8189	817,40	93,4
0,8185	817,03	93,5
0,8181	816,66	93,6
0,8178	816,30	93,7
0,8174	815,93	93,8
0,8170	815,55	93,9
0,8166	815,18	94,0
0,8163	814,81	94,1
0,8159	814,43	94,2
0,8155	814,06	94,3
0,8151	813,68	94,4
0,8148	813,30	94,5
0,8144	812,92	94,6
0,8140	812,54	94,7
0,8136	812,15	94,8
0,8132	811,77	94,9
0,8128	811,38	95,0
0,8125	810,99	95,1
0,8121	810,60	95,2
0,8117	810,21	95,3
0,8113	809,82	95,4
0,8109	809,42	95,5
0,8105	809,02	95,6
0,8101	808,63	95,7
0,8097	808,23	95,8
0,8093	807,82	95,9



.. continuación

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8039	807,42	96,0
0,8085	807,01	96,1
0,8081	806,61	96,2
0,8077	806,20	96,3
0,8072	805,78	96,4
0,8068	805,37	96,5
0,8064	804,96	96,6
0,8060	804,54	96,7
0,8056	804,12	96,8
0,8051	803,70	96,9
0,8047	803,27	97,0
0,8043	802,85	97,1
0,8039	802,42	97,2
0,8034	801,99	97,3
0,8030	801,55	97,4
0,8026	801,12	97,5
0,8021	800,68	97,6
0,8017	800,24	97,7
0,8012	799,80	97,8
0,8008	799,35	97,9

Sp-gr a 20°C/20°C	Densidad a 20°C, g/L	% Alc.Vol (20°C)
0,8003	798,90	98,0
0,7999	798,45	98,1
0,7994	798,00	98,2
0,7990	797,54	98,3
0,7985	797,08	98,4
0,7981	796,62	98,5
0,7976	796,15	98,6
0,7971	795,68	98,7
0,7966	795,21	98,8
0,7962	794,73	98,9
0,7957	794,25	99,0
0,7952	793,77	99,1
0,7947	793,28	99,2
0,7942	792,79	99,3
0,7937	792,30	99,4
0,7932	791,80	99,5
0,7927	791,29	99,6
0,7922	790,79	99,7
0,7917	790,28	99,8
0,7912	789,76	99,9
0,7907	789,24	100,0

2. NMX-V-013-S-1980. BEBIDAS ALCOHÓLICAS DESTILADAS. DETERMINACIÓN DEL POR CIENTO DE ALCOHOL EN VOLUMEN EN LA ESCALA GAY-LUSSAC A 288K (15°C). NORMAS MEXICANAS. DIRECCIÓN GENERAL DE NORMAS. (ESTA NORMA CANCELA LA NOM V-13-1970)

NMX-V-013-S-1980. BEBIDAS ALCOHÓLICAS DESTILADAS. DETERMINACIÓN DEL POR CIENTO DE ALCOHOL EN VOLUMEN EN LA ESCALA GAY-LUSSAC A 288 K (15°C). NORMAS MEXICANAS. DIRECCIÓN GENERAL DE NORMAS. (ESTA NORMA CANCELA LA NOM-V-13-1970).

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Patrimonio y Fomento Industrial.- Dirección General de Normas. Departamento de Normalización Nacional. Exp. No. 231.1.

AVISO AL PÚBLICO

Con fundamento en los artículos 33, Fracción XX, y Quinto Transitorio de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal, así como en los artículos 1o., 2o., 4o., 5o. 6o., 23, 26, 27, 29, 39, 40, 42 y 43 de la Ley General de Normas y de Pesas y Medidas, y en el artículo 13, fracciones I, II, VII, X, XI, XVIII, XXI, del Reglamento Interior de la Secretaría de Patrimonio y Fomento Industrial, y en el artículo 20, fracción III, del Reglamento Interior de la Secretaría de Salubridad y Asistencia, estas Secretarías han aprobado la siguiente Norma Mexicana:

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el método para la determinación del por ciento de alcohol en volumen en la escala Gay-Lussac a 288 K (15°) en bebidas alcohólicas destiladas.

2. REACTIVOS Y MATERIALES

2.1. Gránulos o trozos de carburo de silicio (carborundum) o perlas de vidrio.

2.2. Agua destilada.

3. APARATOS Y EQUIPO

3.1 Juego de alcoholímetros certificados con escala Gay-Lussac, graduados en 0.1° G.L. y referidos a 288 K (15°C).

3.2. Termómetro certificado con escala de 273 a 323 K (0 a 50°C) graduado en 0.5 de grado.

3.3. Probeta con cavidad para termómetro con diámetro 2 cm más grande que el diámetro del alcoholímetro que se use para la determinación.

3.4 Matraz volumétrico de 200 cm³.

3.5. Matraz de destilación de 500 cm³.

3.6. Refrigerante tipo Liebig de 600 cm de longitud con el extremo inferior terminando en tubo y con la punta cortada a bisel.

3.7. Adaptador para refrigerante.

3.8. Equipo común de laboratorio.

4. PROCEDIMIENTO

4.1. En un matraz volumétrico medir 200 cm³ de la muestra a la temperatura de 293 K (20°C) transferirlos cuantitativamente con 40 cm³ de agua al matraz de destilación que contiene gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio, conectarlo al refrigerante mediante el adaptador.

El destilado se recibe en el matraz volumétrico utilizado para medir la muestra y en el que previamente se pone un poco de agua para que el destilado borbotee evitando pérdidas, por falta de condensación.

Es recomendable que el matraz volumétrico se encuentre sumergido en un baño de hielo durante el curso de la destilación.

Cuando la cantidad del destilado contenida en el matraz volumétrico se acerque al aforo, suspender la destilación, completar el volumen con agua a la temperatura que le midió la muestra, homogeneizar y transferirla a la probeta.

Tomar la temperatura del líquido y cuando ésta se encuentre a 288 K (15°C) introducir el alcoholímetro y efectuar la determinación.

5. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

La lectura se toma directamente en el alcoholímetro, si en el momento de la determinación la muestra está a una temperatura diferente de 288 K (15°C) ésta debe corregirse usando las tablas de correcciones alcoholimétricas (ver inciso 7.2.). El resultado final es el valor promedio de las lecturas corregidas.

6. REPETIBILIDAD Y/O REPRODUCTIBILIDAD

La diferencia entre dos resultados sucesivos, obtenidos en las mismas condiciones, no debe exceder del 0.3%. En caso contrario, repetir las determinaciones.

7. BIBLIOGRAFÍA

7.1. Association of Official Analytical Chemists (A.O.A.C.) Official Methods of Analysis.- 12a. Edition 1975.- William Horwitz Editor. Washington. D. C.

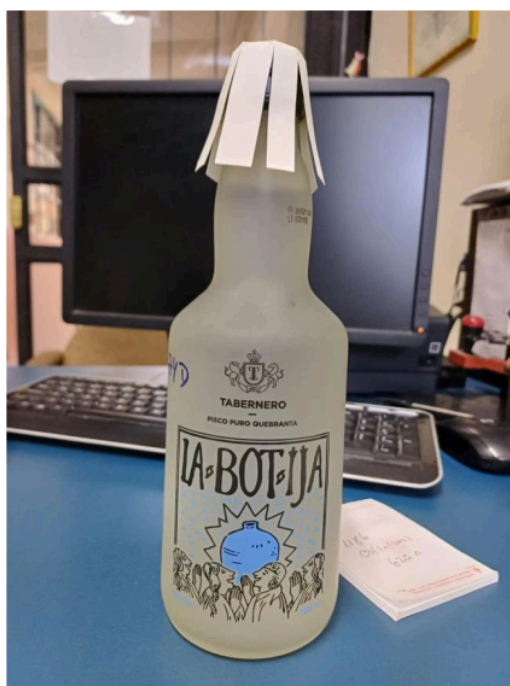
7.2. Dujardin Salleron.- Tables No. 62412.- De Correction Alcoométriques, Oud Richesse en Alcohol, des Liquides Spiritueux.- 3, Rue Rayenne. 6a.- París.

7.3. Montejano U. Salvador.- Alcoholimetría.

México, D. F., a 27 de junio de 1980.- El Director General de Normas, Román Serra Castaños.- Rúbrica.- La Directora General de Laboratorios de Salud Pública, de la Subsecretaría de Salubridad, Ma. de Lourdes Costarrica González.- Rúbrica.

3. MUESTRAS DE LOS ENSAYOS ANALÍTICOS







4. EQUIPOS DE MEDICIÓN





ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCIÓN SHIMADZU 160 A



Estudio comparativo de la determinación de alcohol etílico en bebidas alcohólicas destiladas por los métodos oficiales y el método de espectroscopia en la región espectral del infrarrojo cercano

INFORME DE ORIGINALIDAD

16%	16%	1%	7%
INDICE DE SIMILITUD	FUENTES DE INTERNET	PUBLICACIONES	TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

1	es.scribd.com	Fuente de Internet	3%
2	cybertesis.uni.edu.pe	Fuente de Internet	3%
3	idoc.pub	Fuente de Internet	2%
4	www.studocu.com	Fuente de Internet	2%
5	Submitted to Universidad Católica de Santa María	Trabajo del estudiante	1%
6	es.wikipedia.org	Fuente de Internet	1%
7	islaslopezsantiago.blogspot.com	Fuente de Internet	1%

8

vsip.info

Fuente de Internet

1 %

9

www.scribd.com

Fuente de Internet

1 %

10

pisco.net.pe

Fuente de Internet

1 %

11

img1.wsimg.com

Fuente de Internet

1 %

Excluir citas

Apagado

Excluir coincidencias < 1 %

Excluir bibliografía

Apagado