

# Análisis de bebidas alcohólicas destiladas con un sistema de cromatografía de gases Agilent 8890

## Autor

Brent Casper  
Agilent Technologies, Inc.  
Wilmington, DE, EE.UU.

## Resumen

El análisis de bebidas alcohólicas destiladas es una aplicación compleja para la cromatografía de gases (GC) debido al gran componente acuoso de la matriz de la muestra. El agua dentro de la muestra acorta la vida útil de la columna GC y requiere que el usuario realice un mantenimiento continuo del inyector y de la columna. Esta nota de aplicación muestra la capacidad de un sistema GC Agilent 8890 con una columna Agilent J&W DB-WAX UI para realizar con precisión el análisis repetido de bebidas alcohólicas.

## Introducción

En los últimos años, la popularidad del whisky Bourbon americano ha ido en aumento. Para satisfacer esta creciente demanda, ha habido un crecimiento drástico de las destilerías en todo Estados Unidos. Este aumento de la producción de whisky Bourbon ha propiciado la necesidad de un análisis rápido y reproducible de las bebidas alcohólicas.

Tradicionalmente, el análisis por GC de las bebidas alcohólicas destiladas ha resultado difícil debido a su alto contenido en agua (de un 40 a un 80 %)¹. Por lo general, el análisis de una muestra con un contenido de agua tan elevado requiere una preparación importante de la muestra o el uso de técnicas de cromatografía de líquidos². Cuando el análisis de bebidas alcohólicas se realiza con GC, se utiliza típicamente una columna de polietilenglicol (PEG) polar para la separación. Las columnas de PEG polar tienden a deteriorarse, debido a las repetidas inyecciones de muestras que contienen matrices con altas concentraciones de alcohol/agua. Esto requiere que el usuario realice un mantenimiento frecuente del inyector, de la columna o de ambos³.

Esta nota de aplicación muestra el uso de una columna de GC J&W DB-WAX UI en un sistema GC 8890 para el análisis de bebidas alcohólicas. El flujo de trabajo consistió en inyecciones repetidas de whisky Bourbon puro. Esto demostró la capacidad de este sistema para analizar muestras complejas con matrices difíciles y mantener el tiempo de retención y la precisión del área.

## Experimento

### Muestras de prueba

Se compró el whisky Bourbon Select de Woodford Reserve Distiller a un proveedor minorista local de bebidas alcohólicas. Las muestras de whisky Bourbon se transfirieron a un vial de muestreador automático de 2 ml con un inserto de vial de 250 µl, y se inyectaron puras en el GC.

### Instrumentos

El análisis del whisky Bourbon se realizó en un GC 8890 con un detector de ionización de llama (FID). Se utilizó un inyector split/splitless en modo split. El gas portador de helio se utilizó en modo de flujo constante. La Tabla 1 proporciona parámetros detallados del método; la Tabla 2 presenta una lista de consumibles.

Tabla 1. Condiciones del método de GC.

| Parámetros del método              |  |
|------------------------------------|--|
| Cromatógrafo de gases              | GC Serie 8890  |
| Software                           | OpenLAB CDS 2.2  |
| Muestreador automático de líquidos | Inyector automático de líquidos Agilent Serie 7693A (inyección de 1 µl)  |
| Inyector (split/splitless)         | 250 °C, 50:1 split   |
| Columna                            | J&W DB-WAX UI (ref. 122-7032UI)  |
| Flujo de la columna                | 2,0 ml/min (flujo constante)   |
| Horno                              | 40 °C (4 minutos de retención),<br>5 °C/min a 100 °C (sin retención),<br>10 °C/min hasta 200 °C (sin retención)<br>Tiempo del método: 26 minutos |
| FID                                | 250 °C<br>400 ml/min de aire<br>30 ml/min de hidrógeno<br>25 ml/min de nitrógeno   |

Tabla 2. Lista de consumibles Agilent utilizados.

| Consumibles  | Referencia  |
|--|-------------|
| Tapones de rosca con séptum  | 5185-5820   |
| Viales de rosca de 2 ml  | 5182-0716   |
| Insertos de vial (250 µl)  | 5181-8872   |
| Jeringa de ALS, azul, 10 µl, émbolo de PTFE                        | G4513-80203 |
| Séptums inertes, Advanced Green                                    | 5183-4759   |
| Arandela para liners de inyección, antiadherente                   | 5188-5365   |
| Liner inerte, ultrainerte, split, baja caída de presión            | 5190-2295   |
| Columna GC Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert, 30 m × 0,25 mm, 0,25 µl | 122-7032UI  |
| Columna GC Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert, 20 m × 0,18 mm, 0,18 µl | 121-7022UI  |

## Resultados y comentarios

La Figura 1 muestra un cromatograma de ejemplo del análisis del whisky Bourbon puro Woodford Reserve mediante GC/FID. Debido al alto contenido de etanol de la muestra (45 %), el pico de etanol (pico 3) es muy superior al de los componentes menores. El uso de la columna J&W DB-WAX UI proporciona una excelente forma de pico para otros analitos de interés complejos. Entre ellos se incluyen alcoholes, ésteres y ácidos orgánicos, que están presentes

en concentraciones mucho menores. Estos componentes menores del whisky Bourbon ayudan a configurar la variedad de sabores complejos que están presentes en la bebida alcohólica<sup>1</sup>.

Debido a la variedad de analitos de interés presentes en el Bourbon, se requiere una ruta de flujo para GC inerte cuando se realizan análisis repetidos. El uso de una columna J&W DB-WAX UI permite el análisis de múltiples inyecciones de whisky Bourbon puro sin necesidad de un mantenimiento repetido de la columna.

Se realizó un estudio de estabilidad con inyecciones repetidas de whisky Bourbon. La Figura 2 muestra los cromatogramas FID superpuestos de la 1ª y 400ª inyección de la muestra de Bourbon. La Figura 2 muestra que la estabilidad del tiempo de retención y la forma del pico se mantuvieron constantes en las 400 inyecciones. Esto demuestra la robustez del sistema GC 8890 y de la columna J&W DB-WAX UI. También se observó una cola de pico mínima en compuestos cromatográficamente complejos, como el ácido acético (pico 7) después de 400 inyecciones repetidas.

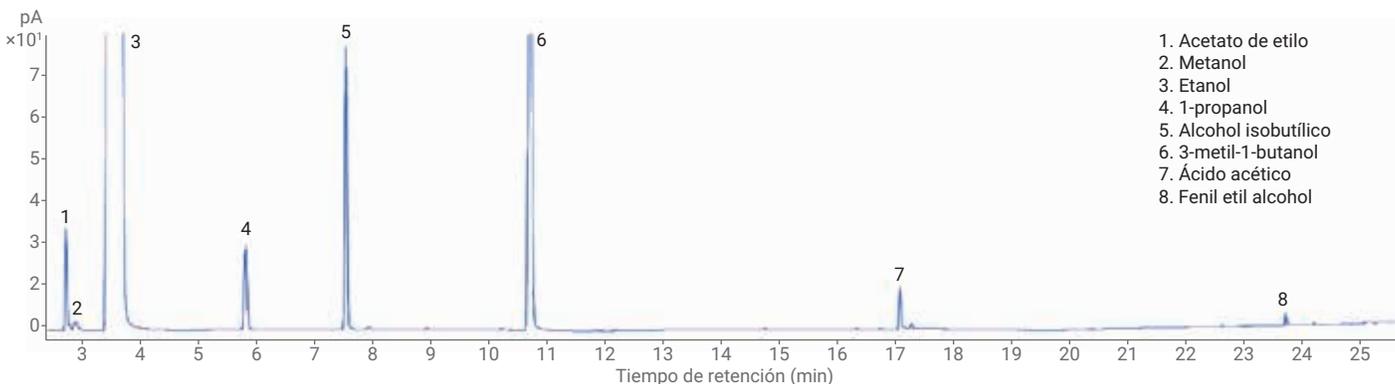


Figura 1. Ejemplo de cromatograma del análisis del whisky Bourbon Select de Woodford Reserve Distiller.

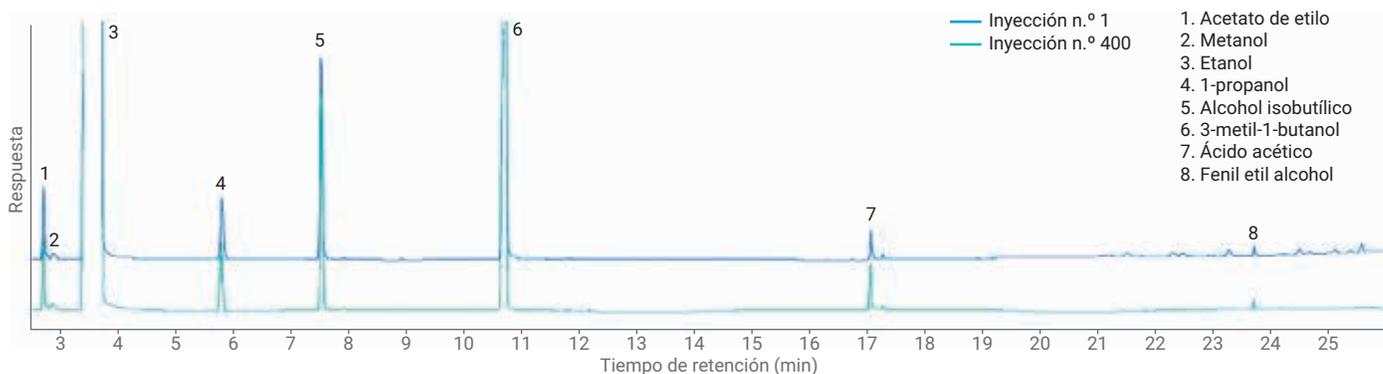


Figura 2. Ejemplo de cromatograma superpuesto de la 1ª y 400ª inyección de Bourbon Select de Woodford Reserve Distiller.

Otro conjunto de experimentos tuvo por objeto aumentar el rendimiento mediante la reducción del tiempo de análisis por GC necesario para el análisis de las bebidas alcohólicas. Para reducir el tiempo de análisis, se investigaron dos planteamientos diferentes. En primer lugar, se instaló una columna con un diámetro interno (d.i.) más pequeño y una fase estacionaria similar. En segundo lugar, se utilizó hidrógeno como gas portador. La Tabla 3 proporciona los parámetros del método utilizados con la columna de diámetro interno más pequeño con helio e hidrógeno como gas portador. Se utilizó un traductor de métodos para ayudar a

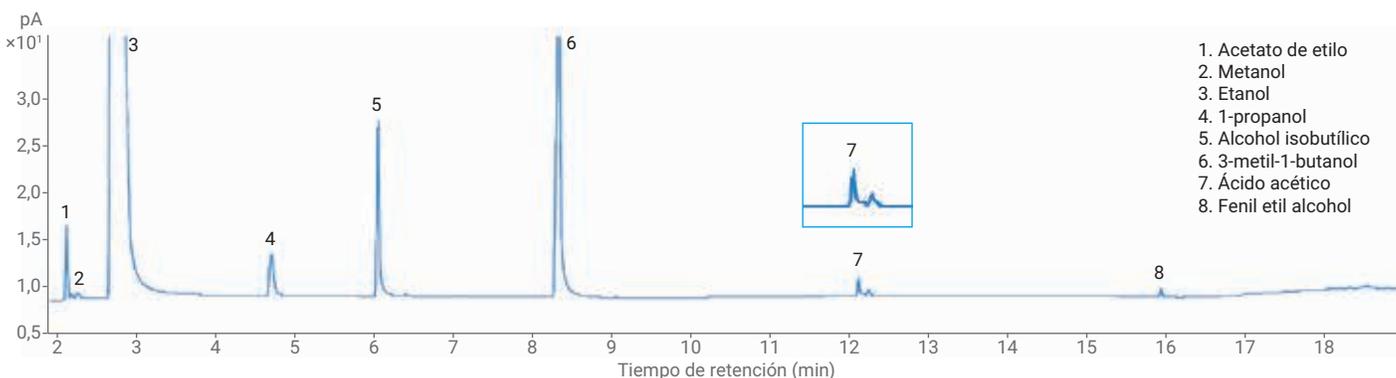
transferir el método de una columna de 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm a una columna de 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm.

La Figura 3 muestra los resultados del análisis del whisky Bourbon Woodford Reserve con helio como gas portador en la columna más pequeña de 0,18 mm de diámetro interno. El tiempo de análisis original de 26 minutos se ha reducido a 19 minutos con la columna de diámetro interno más pequeño. Se obtuvieron buenas formas de pico para los analitos de interés incluso con este tiempo de análisis más corto. Un ejemplo es el ácido orgánico indicado como pico 7 en la Figura 3.

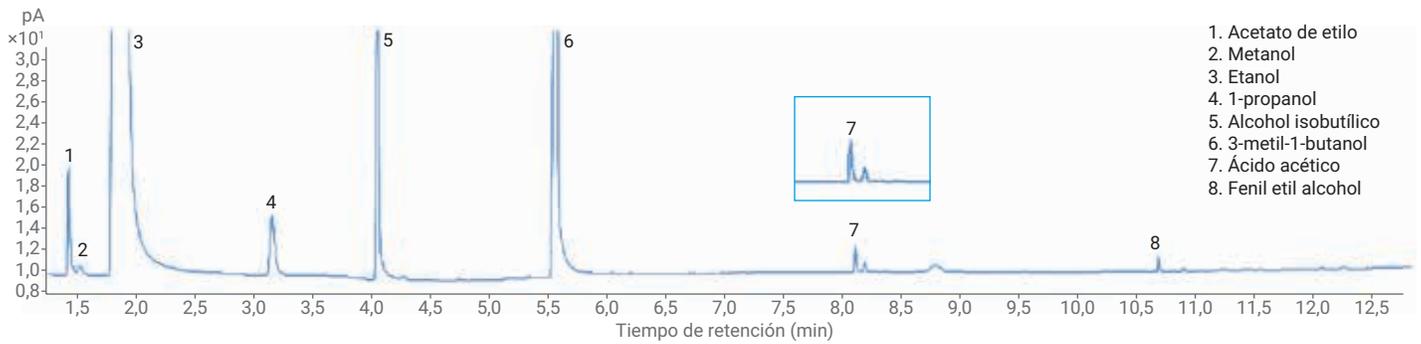
El cambio de helio a hidrógeno como gas portador redujo aún más el tiempo de análisis de las bebidas alcohólicas hasta 12,8 minutos. La Figura 4 muestra el cromatograma con una columna de 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm con hidrógeno como gas portador. El cambio a hidrógeno como gas portador y a una columna de diámetro interno más pequeño permite reducir el tiempo de análisis a la mitad (de 26 a 13 minutos) del tiempo de análisis original (Figura 1), al tiempo que se mantiene la forma de pico de los analitos de interés.

**Tabla 3.** Condiciones del método para el análisis con la columna de 0,180 mm de diámetro interno.

|                            | Helio como gas portador  | Hidrógeno como gas portador   |
|----------------------------|--|---|
| Inyector (split/splitless) | 250 °C, 200:1 split  | 250 °C, 200:1 split   |
| Columna                    | J&W DB-WAX UI (ref. 121-7022UI)  | J&W DB-WAX UI (ref. 121-7022UI)   |
| Flujo de la columna        | 1,0 ml/min (flujo constante)   | 1,2 ml/min (flujo constante)  |
| Horno                      | 40 °C (4 minutos de retención);<br>8,8 °C/min a 100 °C (sin retención);<br>17 °C/min a 200 °C (2,3 minutos de retención)<br>Tiempo del método: 19,01 minutos | 40 °C (2,67 minutos de retención);<br>13 °C/min a 100 °C (sin retención);<br>25 °C/min a 200 °C (1,54 minutos de retención)<br>Tiempo del método: 12,83 minutos |
| FID                        | 250 °C<br>400 ml/min de aire<br>30 ml/min de hidrógeno<br>25 ml/min de nitrógeno   | 250 °C<br>400 ml/min de aire<br>30 ml/min de hidrógeno<br>25 ml/min de nitrógeno  |



**Figura 3.** Análisis del whisky Bourbon Woodford Reserve en una columna de 0,180 mm de diámetro interno con helio como gas portador.



**Figura 4.** Análisis del whisky Bourbon Woodford Reserve en una columna de 0,180 mm de diámetro interno con hidrógeno como gas portador.

## Conclusión

El análisis de muestras acuosas, como las bebidas alcohólicas destiladas, representa un desafío único para la CG. El sistema GC 8890 con una columna J&W DB-WAX UI prueba la capacidad de una ruta de flujo inerte para ofrecer resultados repetibles en el transcurso de 400 inyecciones de muestras acuosas. También se pueden adoptar pasos sencillos con la ayuda de la traducción de métodos y una columna de diámetro interno más pequeño para ayudar a reducir el tiempo de análisis y mejorar el rendimiento de las muestras.

## Referencias

1. Analysis of Distilled Spirits Using an Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Column. *Nota de aplicación de Agilent Technologies*, publicación 5991-6638EN (2016)
2. Ng, L.; Lafontaine, P.; Harnois, J. Gas Chromatographic-Mass Spectrometric Analysis of Acids and Phenols in Distilled Alcohol Beverages. Application of Anion-Exchange Disk Extraction Combined with In-Vial Solution and Silylation, *J. Chromatogr. A* **2000**, *873(1)*, 29–38.
3. MacNamara, K.; Lee, M.; Robbat Jr., A. Rapid Gas Chromatographic Analysis of Less Abundant Compounds in Distilled Spirits by Direct Injection with Ethanol-Water Venting and Mass Spectrometric Data Deconvolution. *J. Chromatogr. A* **2010**, *1217(1)*, 136-142.
4. Fitzgerald, G.; *et al.* Characterization of Whiskeys Using Solid-Phase Microextraction with Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *J. Chromatogr. A* **2000**, *896(1-2)*, 351–359.

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

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Impreso en EE. UU., 7 de diciembre de 2018  
5994-0487ES