UNIVERSIDAD SAN PEDRO FACULTAD DE MEDICINA HUMANA PROGRAMA DE ESTUDIO DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA



Identificación de metanol en bebidas alcohólicas de dudosa procedencia en la Dirección Ejecutiva de Criminalística P.N.P, Lima.

Tesis para optar el Título Profesional de Químico Farmacéutico

Autor (es)

Herrera Martinez Sara Peña Huamanchumo Lisseth Madeleine

Asesor

Torres Solano Carol Giovanna

(Código ORCID:)

0000-0002-2313-3039

Chimbote - Perú

2021

1 Palabra clave

Tema	Salud
Especialidad	Toxicología

Keywords

Subject	Health
Speciality	Toxicology

Línea de investigación

Línea de investigación	Medicina Básica
Área	Toxicología
Sub área	Medicina Básica
Disciplina	Farmacología y farmacia

2 Título

Identificación de metanol en bebidas alcohólicas de dudosa procedencia en la Dirección Ejecutiva de Criminalística P.N.P, Lima.

3 Resumen

El presente trabajo tenía como propósito establecer los criterios adecuados que debe cumplir las bebidas alcohólicas, comprobando los niveles de metanol en las bebidas alcohólicas de dudosa procedencia llegadas a la Dirección ejecutivade criminalística de la PNP, cuantificando la presencia de metanol por cromatografía de gases con el Técnica de estandarización externa, para luego hacer una relatividad de los resultados con las normativas vigentes. El estudio realizado fue Analítico-experimental.

Para realizar el trabajo de investigación se procedió a seleccionar el universo de trabajo para nuestra investigación, por Aptitud, a recolectar bebidas alcohólicas de dudosa procedencia traídas de diversos departamentos del Perú a la dirección ejecutiva de criminalística P.N.P, tomando 50 muestras de bebidas alcohólicas, que comprendía de 17 whiskies, 32 vinos, 1 pisco. Se examinó por medio de cromatografía de gases, para la identificación tanto de metanol como de etanol como parte de la composición de las muestras alcohólicas. Asimismo se observó y anoto los valores numéricos del tiempo de retención (tR) de la muestra patrón (estándar), con los valores numéricos de tiempos de retención de nuestra población (muestras alcohólicas), posterior se Analizó las áreas de tR de la muestra patrón con cada muestra, para así hallar laconcentración final del metanol en cada muestra analizada.

Luego se procedió con el trabajo analítico, así como el estudio de los resultados, determinación estadístico representativo y estudio de varianza utilizándose el programa Microsoft Excel (p<0,05) verificando con los rangos establecidos según NTP.

Palabras clave: NTP- Norma técnica peruana, CG-Cromatografia de GaseS,TR-tiempo de retención.

4 Abstract

The purpose of this work is to establish the appropriate criteria that alcoholic beverages must meet, checking the methanol levels in alcoholic beverages of doubtful origin, the Executive Directorate of criminology of the PNP ends, quantifying the presence of methanol by gas chromatography with The external standardization technique, to then make a relativity of the results with the current regulations. The study carried out will be analytical-experimental.

To carry out the research work, we proceeded to select the universe of work for our research, by Aptitud, to collect alcoholic beverages of doubtful origin brought from various departments of Peru to the PNP criminalistics executive direction, taking 50 samples of alcoholic beverages, which They will include 17 whiskeys, 32 wines, 1 pisco. It is examined by means of gas chromatography, for the identification of both methanol and ethanol as part of the composition of alcohol samples. Likewise, the numerical values of the retention time (tR) of the standard sample (standard) are executed and noted, with the numerical values of the retention times of our population (alcoholic samples), after which the tR areas of the sample were analyzed.standard with each sample, in order to find the final concentration of methanol in each sample analyzed.

Then we will proceed with the analytical work, as well as the study of the results, representative statistical determination and study of variance using the Microsoft Excel program (p <0.05) verifying with the ranges established according to NTP.

Keywords: NTP- Peruvian technical standard, CG-Gases Chromatography, TR-retention time.

Índice

1	Palabra clave	i
2	Título	ii
3	Resumen	iii
4	Abstract	v
5	Introducción	8
6	Problema	10
7	Marco Teórico.	10
8	Hipótesis	16
9	Objetivos	16
10	Metodología	17
11	Resultados	23
12	Análisis y discusión	30
13	Conclusiones	33
14	Recomendaciones	33
15	Referencia Bibliográfica	34
16	Agradecimiento	36
17	Anexos	37

Índice de tablas

<u>1</u>	Tabla N°1	10
<u>2</u>	Tabla N°2	11
<u>3</u>	Tabla N°3	12
<u>4</u>	Tabla N°4	13
<u>5</u>	Tabla N°5	14
<u>6</u>	Tabla N°6	14
<u>7</u>	Tabla N°7	17
8	Tabla N°8	20

5 Introducción

Antecedentes y fundamentación científica.

Universidad de San Carlos de Guatemala- Lidia Sánchez Calderón (2005) realizo un estudio sobre la determinación de metanol en 24 muestras de bebidas alcohólicas fermentadas habituales y conocidos en Guatemala utilizando GC, lo cual concluyo que el metanol se descubrió presente como contaminante en los cuatros bebidas fermentadas habituales y populares. La cantidad de metanol encontrada fue de 27ppm a 141ppm el cual no sobrepasa el límite permitido de 300 ppm.

De igual modo, en la facultad del Salvador Rodas López (2008) realizo un estudio sobre la determinación de metanol por cromatografía de gases con el procedimiento de estandarización externa, el cual los resultados que se consiguieron se visualizó que las determinaciones detallanque un 79% de las muestras están dentro de los parámetros establecidos.

Universidad Mayor de San Andrés La Paz-Bolivia el Lic. Wilson Cori (2014) realizo un trabajo sobre la determinación de metanol utilizando el equipo de cromatografía de gases, en este estudio se pudo concluir que la cantidad de metanol en tres bebidas analizadas se encontraba dentro del límite permitido por su normativa, pero que su presencia era un claro indicador que no había un buen proceso de manufactura en la elaboración de las bebidas o adulteración.

Universidad del Azua en Ecuador, Jara A., (2013) realizo una investigación sobre la determinación de metanol en la bebida alcohólica aguardiente que es elaborado artesanalmente, este estudio se concluyó que solo el 25% de las bebidas sobrepasaban el límite permitido (16.76, 12.20 y 14.23mg/100 cc) y el 75% se encontraba dentro de los rangos establecidos por su normativa (10mg/100cc.

Universidad estatal de Bolivia, "Cuenca G." y "Collay", (2015) realizo un trabajo de investigación por cromatografía de gases, este estudio solo abarco tres bebidas alcohólicas, el cual se logró identificar y cuantificar el metanol en estas muestras, y se pudo concluir y que los valores encontrados estaban dentro del límite permitido por su normativa "INEM".

En nuestro País en la ciudad de Lima, Saca C. (2012), también realizaronun estudio sobre la determinación de metanol en Pisco, este trabajo pudo darnos como resultados que las bebidas analizadas no sobrepasaban la "NTP- 211.009.2012".

Sarmiento H. realizo un estudio en el cual se buscó determinar la presencia y cuantificación de metanol en Pisco, el cual concluyo que solo el 19.7% de las muestras estaban por encima del límite establecidas (100 mg/100 ml) por nuestra Normativa, Asimismo se pudo observar que el 56.3% de las muestras cumplía con el grado alcohólico requerido para piscos que es de 38.0 a 48.0 % Alc.Vol.

En el Distrito de Rímac Rosas A.,(2015) llevó a cabo un trabajo de investigación en el cual se basaba en identificar metanol en bebidas alcohólicas (Aguardiente) Asimismo se concluyó que la presencia de metanol en las bebidasno sobrepasaban el imite establecido pero asimismo el grado alcohólico se encontraba debajo del porcentaje aceptable, el cual es un indicados que fueron adulteradas con otras sustancias.

Mujica D Y Villar C, realizaron un estudio sobre la identificación de metanol por espectrofotométrica en la ciudad de Cajamarca, este estudio se concluyó que las bebidas analizadas se encontraban dentro del límite aceptable por nuestra Normativael cual era un indicador que estas bebidas habían tenida un buen proceso de Manufactura teniendo en consideración las pautas indicadas para estos tipos de productos, el cual eran aptos para el consumo.

En la Facultad Peruanas de los andes, Huancayo-Perú, Quispe Moltalvo yAzañero (2018), realizaron un estudio sobre la determinación de metanol en bebidas vendidas en los centros nocturnos de la ciudad de Huancayo, este estudio se pudo concluir que las bebidas se encontraban dentro de los límites establecidos por nuestra Normativa de 300ppm.

Los estudios que han realizados son fundamentales para llevar a cabo esta investigación sobre las bebidas alcohólicas recolectadas en la Dirección de Criminalística que son incautadas por proceder de lugares dudosos.

6 Problema

¿En qué manera la determinación de metanol en las bebidas alcohólicas recolectadas en la Direjcri sobrepasa los rangos establecidos en la NTP?

7 Marco Teórico

Al hablar de Metanol (Woodley, 2016) (CH3OH) se denomina alcohol metílico o alcohol "de madera" porque originalmente se obtenía de la destilación de esta materia prima en ausencia de aire. Actualmente puede producirse a partir de gas natural, carbón, madera, e incluso de residuos orgánicos (biomasa celulósica). Es el más simple de los alcoholes y se caracteriza por ser incoloro. Fue descubierto por Boyle en 1661 en el alquitrán de madera (Uribe, 2001).

Características de Metanol:

El alcohol metílico puede ser absorbido por la piel, alvéolos pulmonares y mucosa gástrica; una vez absorbido, se distribuye rápidamente a todos los órganos. Su biotransformación se realiza principalmente en el hígado, obteniéndose como producto final dos metabolitos activos: formaldehído y ácido fórmico, cuya reacción es catalizada por las enzimas alcohol deshidrogenasa y aldehído deshidrogenasa, su eliminación se hace en mayor parte por la orina como ácido fórmico o formaldehído; también se elimina en menor porcentaje por vía entero-hepática. (Córdoba, 1992)

Metanol como contaminante en bebidas alcohólicas

El contenido de alcohol etílico en una bebida que no se haya sometido a controles de calidad y sanidad, puede estar diluido o rebajado con metanol, un alcohol derivado de la madera que al metabolizarse ocasiona ceguera permanente. Su ingestión causa ceguera porque destruye irreversiblemente el nervio óptico y una dosis mayor a 30 mL puede causar la muerte. Intoxicación por metanol La contaminación

con metanol, se produce en el momento de la fermentación de jugos azucarados para la obtención de bebidas alcohólicas, en la cual, además de etanol, se producen también cantidades variables de metanol y otros compuestos volátiles (Harris, 1995). El metanol no es un producto de la fermentación alcohólica, ya que su presencia en este tipo de bebidas se debe a la desesterificación de las 12 pectinas estearasas presentes en las frutas. El límite permisible de este alcohol según las normas Tecnicas Peruanas NTP 211.001-2021, NTP 212.032-2001, NTP 211.006-2005, en vinos es de 40.00 mg/L, en Pisco es de 100mg/L y en Whiscky 500mg/l. La intoxicación por metanol ocurre frecuentemente por vía digestiva en el caso de bebidas alcohólicas adulteradas con alcohol desnaturalizado o por vía respiratoria, digestiva o a través de la piel intacta en el caso de exposición en ambientes laborales, desde donde se pueden originar intoxicaciones graves y aún mortales. El o los individuos pueden sobre vivir dejando como secuela la ceguera irreversible pues la retina, es el sitio de manifestación de la toxicidad del metanol. El metanol se absorbe con rapidez en el cuerpo por inhalación, por vía oral y tópica, el metabolismo hacia acido fórmico es rápido, y se oxida a dióxido de carbono por una enzima dependiente de la presencia de ácido fólico. (Antonio, 2003). La mayor parte de los métodos usados en la determinación de metanol se basan en su oxidación a formaldehído y la posterior determinación de este último, aunque actualmente por medio de la cromatografía de gases, es posible la determinación del metanol como tal. El alcohol metílico se absorbe por todas las vías (oral, dérmica y respiratoria), aunque la absorción por piel difícilmente pueda dar lugar a intoxicaciones agudas. (Sandoval, 1984). Con frecuencia se plantea el problema bajo la forma de intoxicación crónica. Su carácter irritante genera frecuentes lesiones de entrada, muy típicas en la contaminación crónica por vía respiratoria, como bronquitis crónicas, frecuentemente con componentes asmatiformes, y alteraciones en la mucosa de las vías respiratorias altas. Puede provocar neumonía por aspiración pulmonar. El metanol se distribuye rápidamente en los tejidos de acuerdo al contenido acuoso de los mismos, ya que su volumen de distribución es de 0.6 L/Kg de peso. La mayor parte del metanol circula en el agua plasmática. Una vez absorbido se dirige al hígado donde sufre procesos de oxidación a una velocidad 7 veces menor comparada con las del alcohol.

Intoxicación aguda

La vía más frecuente de absorción en una intoxicación aguda es la digestiva. La dosis letal varía entre 20 y 100 ml aunque algunos autores informan dosis letales de 240 ml. La muerte por metanol va siempre precedida de ceguera. Se sabe que incluso 15 ml de metanol han causado ceguera y el responsable de ello es el formaldehído (Salas, 2002).

De acuerdo a la dosis absorbida, las formas de presentación son las siguientes:

<u>Forma Leve</u>: Sensación nauseosa, molestias epigástricas y cefaleas. Si el tiempo de absorción es de algunas horas se presenta visión borrosa (Uribe, 2004).

Forma Moderada: Se producen vómitos. Hay taquicardia y depresión del sistema nervioso central. ___ se produce el cuadro de embriaguez, es poco intenso y corto en su duración. La piel está fría y sudorosa,

la visión es borrosa y hay taquipnea.

<u>Forma Grave</u>: El paciente está en coma y presenta acidosis metabólica. La respiración es superficial y rápida. El color de la piel y las mucosas cianótico. Las dificultades para respirar pueden llegar al edema agudo de pulmón. La orina y el aliento huele a formaldehído. Se presenta edema cerebral; coma y a veces convulsiones. Las intoxicaciones graves presentan insuficiencia renal aguda.

Intoxicación crónica

La exposición crónica al metanol, fundamentalmente por vía respiratoria, produce alteraciones mucosas en las vías respiratorias superiores y en la conjuntiva. Se favorecen extraordinariamente los procesos alérgicos respiratorios, que mejoran en cuanto se evita el contacto con la sustancia. Si la cantidad absorbida es suficientemente alta, pueden producirse trastornos de la visión que oscilan desde la pérdida de la agudeza visual hasta la ceguera. Las lesiones por contacto se presentan con mayor frecuencia en antebrazos y manos, y se producen por exposiciones prolongadas.

Las intoxicaciones en adultos se dan casi siempre por ingestión de bebidas alcohólicas adulteradas, luego de la cual, la midriasis precoz es signo de mal pronóstico y significa pérdida irreparable de la función visual. Y e niños, por el empleo de fricciones de alcohol para fiebre, dolor abdominal, tos, e (Raymond, 1998)

Tratamiento

- a) Lavado gástrico con carbón activado en las primeras 4 horas después de la ingestión
- b) Líquidos parenterales
- c) Vendaje ocular precoz
- d) Manejo de la acidosis mediante la administración de bicarbonato de acuerdo con los gases arteriales
- e) Administración parenteral de etanol (1 mg/kg). Se utiliza la infusión endovenosa de etanol absoluto diluido en dextrosa al 5% en AD, para pasar en 15 minutos, continuando con una dosis de 125 mg/kg/hora para mantener concentraciones sanguíneas de etanol de 100-200 mg/dl, las cuales causan ebriedad; este tratamiento se debe mantener por 72 horas.

El etanol se presenta en ampollas de 2 ml y 5 ml al 97%; 1 ml de etanol contiene 790 mg de alcohol. Cuando no se cuente con el etanol para vía parenteral, el tratamiento se hace por vía oral, con:

- a) Aguardiente (100 ml tienen 30-35 ml de etanol puro)
- b) Whisky 40-45% de etanol en volumen
- c) Vodka 40-45% de etanol en volumen. La hemodiálisis se utiliza cuando los síntomas progresan

a pesar del alcohol etílico, o bien si la concentración de metanol en la sangre es igual o superior a 50 mg/100 ml.

Métodos para la determinación de metanol

La mayor parte de los métodos usados en la determinación de metanol se basan en su oxidación a formaldehído y una posterior determinación de este último. Algunos de los métodos usados son: el del reactivo de Scheffer, del ácido cromotrópico, refractometría y cromatografía de gases.

Para cuantificar el metanol contenido en las bebidas alcohólicas se usará la cromatografía, ya que ésta técnica presenta las siguientes ventajas con respecto a los otros métodos: es eficiente, permite alta resolución, requiere cantidades pequeñas de muestras, alta sensibilidad, alta velocidad de análisis y buena exactitud. De hecho, esta técnica, es posiblemente la que más se ha desarrollado en los últimos años en cuanto a análisis químicos, y se basa en la separación de una mezcla de dos o más compuestos diferentes (o iones) por la distribución entre dos fases, una de ellas estacionaria y la otra móvil.

La fase estacionaria puede ser un sólido o un líquido dispuesto sobre un sólido que actúa como soporte, de gran área superficial, la función básica del soporte es la de "mantener" (sostener, retener) la fase estacionaria. Idealmente debería ser un material inerte que "mantiene" la fase estacionaria sobre su superficie como una película delgada. La mayoría de los soportes cromatográficos están hechos de diatomita.

La fase móvil es un fluido (puede ser gas o un líquido) que se usa como portador de la mezcla. El proceso cromatográfico, aparentemente simple en la práctica, es en realidad una compleja unión de fenómenos tales como hidrodinámica, cinética, termodinámica, química de superficie y difusión.

Principios generales de cromatografía de gases

La cromatografía de gases es una técnica en la que se volatiliza la muestra y se inyecta en una columna cromatografía. A diferencia de los otros tipos de cromatografía, la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito; su única función es la de transportar el analito a través de la columna.

Existen dos tipos de cromatografía de gases (GC): la cromatografía gas-sólido (GSC) y la cromatografía gas-líquido (GLC), siendo esta última la que se utiliza más ampliamente y que se puede llamar simplemente cromatografía de gases (GC).

Instrumentación:

La GC se lleva a cabo en un cromatógrafo, los componentes fundamentales de un cromatógrafo de gases son:

- a) Fuente de gas
- b) Sistema de inyección
- c) Horno y columna cromatografía

- d) Sistema de detección
- e) Sistema de registro
- f) Gas portador: El gas portador cumple básicamente dos propósitos: transportar los componentes de la muestra y crear una matriz adecuada para el detector.

Un gas portador debe reunir ciertas condiciones:

- Debe ser inerte para evitar interacciones (tanto con la muestra como con la fase estacionaria)
- Debe ser capaz de minimizar la difusión gaseosa
- Fácilmente disponible y puro
- Económico
- Adecuado al detector a utilizar.

El mejor gas a usar en la columna cromatográfica como portador de los analitos es el hidrógeno, sin embargo, dada su peligrosidad, es más usado como gas de encendido en el detector FID, junto con el aire. Los gases portadores utilizados en cromatografía no afectan a la separación ya que no tienen ninguna influencia sobre los procesos de absorción – desorción o de partición que se produce en la columna, por lo que no afectan a la selectividad de esta; de cualquier forma, los términos de difusión el la fase móvil de la ecuación de Van Deemter, si dependen de la naturaleza del gas portador, por lo que las curvas de AEPT serán ligeramente distintas para cada tipo de gas, lo que a su vez influirá sobre la velocidad óptima de la fase móvil y, en consecuencia los tiempos de análisis.

La inyección de muestra es un apartado crítico; ya que se debe inyectar una cantidad previamente establecida, adecuada al método y debe introducirse de forma rápida para evitar el ensanchamiento de las bandas de salida; este efecto se produce con cantidades elevadas de analito. El método más utilizado emplea una micro jeringa (de capacidad de varios micro litros) para introducir el analito en una cámara de vaporización instantánea, que está sellada por una junta de goma de silicona llamada septa o septum. Si la columna empleada es empaquetada, el volumen a inyectar será de unos 20 μL, y en el caso de las columnas capilares dicha cantidad suele ser de 1 μL. Para obtener estas cantidades, se utiliza un divisor de flujo a la entrada de la columna que desecha parte del analito introducido. En caso de muestras sólidas, simplemente se introducen en forma de disolución, ya que en la cámara de vaporización instantánea el disolvente se pierde en la corriente de purga y no interfiere en la elusión.

Columnas y sistemas de control de temperatura:

La columna es el lugar donde ocurre la separación; en GC se emplean dos tipos de columnas: las empaquetadas o de relleno y las columnas capilares (columnas tubulares abiertas) Estas últimas son más comunes en la actualidad debido a que presentan mejor resolución, tiempos de análisis más cortos, puesto que hay más platos teóricos por unidad de área, y los picos cromatograficos son más estrechos. La longitud de estas columnas es variable, de 2 a 50 metros, y están construidas en acero inoxidable,

vidrio, sílice fundida o teflón. Como lo muestra la figura 5, debido a su longitud y a la necesidad de ser introducidas en un horno, las columnas suelen enrollarse en una forma helicoidal con diámetros de 10 a 30 cm., dependiendo del tamaño del horno.

La temperatura es una variable importante, ya que de ella va a depender el grado de separación de los diferentes analitos. Para ello, debe ajustarse con una precisión de décimas de grado. Dicha temperatura depende del punto de ebullición del analito o analitos y por lo general se ajusta a un valor igual o ligeramente superior a él. Para estos valores, el tiempo de elusión va a oscilar entre 2 y 30-40 minutos. Si tenemos varios componentes con diferentes puntos de ebullición, utiliza un programa de temperatura con lo cual ésta va aumentando ya sea de forma continua o por etapas. En muchas ocasiones, el elegir correctamente el programa de temperatura puede significar separar bien o no los diferentes analitos. (G-CSQ-02,2005)

Factores que afectan la eficiencia de una columna:

Entre los factores que afectan la eficiencia de una columna están: longitud, diámetro interno, tamaño de las partículas del relleno, naturaleza de las fases, cantidad de fase estacionaria, temperatura, velocidad del gas portador y cantidad de muestra inyectada.

El detector:

Es un dispositivo capaz de convertir una propiedad física, no medible directamente, en una señal y ofrecernos información sobre la naturaleza y magnitud de la propiedad física. En cromatografía, un detector funciona comparando una propiedad física entre el gas portador puro y el mismo gas portador llevando cada uno de los componentes que previamente se han separado en la columna, esta acción se traduce en una señal tipo eléctrica, que posteriormente se amplificará mediante un registrador gráfico, integrador u ordenador permitiendo observar los componentes que salen de la columna. Intensidad de la emisión molecular de la fluorescencia de heteroátomos complejas previa separación cromatográfica.

Aplicaciones

La GC tiene dos importantes campos de aplicación.

Por una parte, permite separar mezclas orgánicas complejas, compuestos organometálicos y sistemas bioquímicos.

Su otra aplicación es como método para determinar cuantitativa y cualitativamente los componentes de la muestra. Para el análisis cualitativo se suele emplear el tiempo de retención, que es único para cada compuesto dadas unas determinadas condiciones (mismo gas portador, rampa de temperatura y flujo) o el volumen de retención. En aplicaciones cuantitativas, integrando las áreas de cada compuesto o midiendo su altura y recurriendo a una curva de calibración se obtiene la concentración o cantidad presente de cada analito.

Para realizar una validación efectiva se necesita tener en cuenta una serie de parámetros importantes

para llegar a conclusiones significativas sobre el comportamiento del método. Dentro de estos tenemos: Linealidad, exactitud.

8 Hipótesis.

Las Bebidas Alcohólicas de dudosa procedencia cuantificado por cromatografía de gases sobrepasan los rangos establecidos por la NTP.

9 Objetivos

Objetivo general:

Determinar si los niveles de metanol en bebidas alcohólicas de dudosa procedencia sobrepasan los rangos establecidos en la NTP.

Objetivos específicos:

- Realizar los estudios organolépticos de las muestras recolectadas.
- Realizar el estudio cromatógrafo a las muestras de bebidas alcohólicas recolectadas en la Direjcri.
- Evaluar los resultados con los rangos establecidos en la NTP.

10 Metodología

Tipo y Diseño de investigación:

Tipo

"Analítico-experimental, aleatorizado, completo."

Diseño

La presente investigación buscó Cuantificar el metanol en bebidas de dudosa procedencia recolectada en la Dirección Ejecutiva de criminalística de P.N.P, teniendo en cuenta el siguiente diseño experimental:

Grupos	Bebidas
Grupo I	Pisco
Grupo II	Whiskies
Grupo III	Vinos

Población y muestra

Poblacion1: Bebidas Alcohólicas.

Poblacion2: Metanol.

• Poblacion3: Etanol.

Muestra:

• M1: Vinos 32 unidades

• M2: Whiskies 17 unidades.

• M3: Pisco 1unidades

• M4: metanol 250ml

• M5: Etanol 250 ml

Técnicas e instrumentos de investigación:

Método:

Se utilizó el equipo de CG para la identificación y cuantificación de metanol en bebidas alcohólicas de dudosa procedencia llegadas al sector de criminalística y toxicología de la P.N.P. El examen, se llevó a, cabo, por duplicado, en cada Análisis.

Preparación de estándares – curva de calibración

Se preparó en un balón volumétrico de 100ml una solución de etanol al 40% V/V, para ello se midió 0.75 ml de metanol y se agregó al valón volumétrico aforando con agua destilada, después se aforó con la satisfacción de etanol al 40% V/V. Se homogenizó, consiguiendo una satisfacción de concentración de 600 mg/100mL. Más adelante se prepararon siete resoluciones por dilución de la previo, a las concentraciones de 475.2, 316.8, 237.6, 158.4, 79.2, 39.6 y 19.8 mg/100 mL.

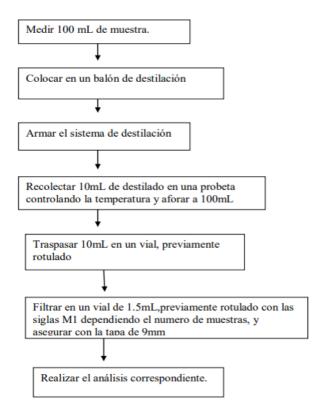
Para cuantificar el metanol que se encuentra en las muestras de bebidas alcohólicas usando una curva de calibración con patrones externos dejando claro los tiempos de retención y sus respectivas superficies en los cromatogramas, se procedió así: En un esférico volumétrico de 100 mL. Se preparó una satisfacción llevándolo precisamente a la mitad con etanol al 40% V/V Se midió 0.75 mL de metanol y fue transferido al esférico, después se aforó con la satisfacción de etanol al 40% V/V. Se homogenizó, consiguiendo una satisfacción de

concentración de 600 mg/100mL. Más adelante se prepararon siete resoluciones por dilución de la previo, a las concentraciones de 475.2, 316.8, 237.6, 158.4, 79.2, 39.6 y 19.8 mg/100 mL. Luego se inyecto 1µL de todas las soluciones por triplicado en el equipo de CG, Asi conseguimos el Area de las muestras con esta información se pudo realizar nuestra curva de calibración, el cual fue primordial para compararlas con el área y cuantificar el metanol en las muestras analizadas.

Tratamiento de la Muestra:

Para que las muestras puedan ser inyectadas en el equipo de CG necesitan un previo tratamiento el cual se plasma en el siguiente gráfico:

Diagrama N°1: Tratamiento de la muestra



Nota: Este tratamiento solo aplica en muestras que contiene color por ejemplo los Vinos.

Lectura por cromatografía de gas

Ajuste de las condiciones cromatografías

Para determinar el metanol se utilizó un CG- de la marca Fid Agilent

Technologies Modelo 7890A (GC-FID), Asimismo el equipo ya se encuentra

programado.

Columna: Columna capilar de sílice fundida de 0,32mm x 30m, cubierta

relacionada de etapa G43 de 1,8um

Temperatura del inyector: 200 °C Modo Split Relación 20:1

Temperatura del detector: 280 °C

Temperatura de la columna: Velocidad Inicial: 35 cm/s.

Gas Portador: Helio

Volumen de Inyección: 1ul

El tiempo de corrida es de 5 minutos usando como gas transportador al Helio.

Determinación de Linealidad de método

Se procedió preparando ocho soluciones Patrón con diferentes concentraciones de

metanol "19.8, 39.6, 79.2, 158.4, 237.6, 316.8, 475.2 y 600mg/ 100mL".estas

soluciones se preparó como se detalló líneas arriba, posteríos a la preparación de las

concentraciones correspondientes se procedió a inyectar por triplicado todas las

concentraciones y se procedió a dejar correr en el equipo.

Con los resultados de la corrida se determinó el coeficiente por medio de la ecuación

(8) el cual dio como resultado un valor de 0.999, el cual es un indicador de que hay

una relación lineal entre la concentración del analito, (x) y el sector medida (y), en

el rango de 19.8 a 600 mg/100mL. Los valores de pendiente (b) e intercepto (a) son

los reportados en los resultados de regresión lineal.

Según las ecuaciones (5) y (6); además se calculó la desviación nivel de la regresión

(Sr) usando la ecuación (7).

20

Determinación de Exactitud

Para la determinación de este parámetro se llevó a cabo un ensayo de porcentaje de recobro, para comprender la precisión a diferentes concentraciones. Se utilizó la curva de calibración N° 1 el cual tuvo un rango de concentración de 19.8 a 600 mg/100 ml La curva de calibración usada para este ensayo es la curva 01 cuyo rango de concentración es de 19.8 a 600 mg/100 mL. Los resultados que se obtuvo de los intercepto penciente y coeficiente de correlación es: a = -543.48, b = 186.22 y r = 0.9994. De igual manera se preparó tres muestras de concentración y se procedió a inyectar por triplicado para hallar la concentración final del metanol, y se procedió al calculo del porcentaje de recobro.

Lectura de la muestra

Para proceder con la lectura de las muestras se procedió anotando el tiempo de retención y Área para cada muestra, con el fin de realizar la comparación con el área y el tiempo de retención de la muestra patrón.

Fue fundamentan haber realizado la curva de calibración el cual nos dio el promedio de las áreas respectivas, y el sistema del equipo pudo comparar el resultado de nuestro patrón con nuestras muestras inyectadas, dándonos un lectura al 100 % de efectividad.

Procesamiento y análisis de la información

Los datos fisicoquímicos y organolépticos de las muestras recogidas se dan a conocer en una "Ficha de recolección de información" donde se ingresó los resultados.

Para las lecturas en cromatografía de gases el procesamiento de los datos es preciso por el Programa y el software de conjunto de cromatografía de gas.

El equipo mediante su programa determina y cuantifica el metanol en las muestras analizadas, relaciona el área y TR de las muestras con las guardadas en la corrida de la curva de calibración del patrón (metanol) en sus diferentes concentraciones.

Realiza la corrida de las muestras y se anota los resultados que emiten el equipo en el TR y sus áreas, posterior se saca el promedio de las tres corridas por muestra, obteniendo el promedio el cual será luego utilizado para comparar con el resultado que se obtuvo en la curva de calibración de la muestra patrón.

Posterior se utilizó el software Microsoft Excel para las tabulaciones de los resultados de las muestras analizadas.

11 Resultados

TABLA 1.Datos del estándar de metanol

Lvl					Area	Amt/Area
	(min)sig					
1	5.374	24.97190	2.25922	11.05334		
2		119.21492	8.83182	13.49834		
3		251.97848	18.57895	13.56258		
4		502.06749	36.78368	13.64919		
PROMEDIO	5.374	224.55819	16.61341	12.94086		
% DSR	0.00000	207.11927	15.02552	1.259865		

Nota: Esta tabla muestra el tiempo de retención del estándar de Etanol.

TABLA 2.

Datos del estándar de Etanol

Lvl	Ret Time	Amount	Area	Amt/Area
	(min)sig			
1	6.607	40.00000	3.69229e4	1.08334e-3
2		40.00000	3.69018e4	1.08396e-3
3		40.00000	3.69086e4	1.08376e-3
4		40.00000	3.44527e4	1.16101e-3
PROMEDIO	6.607	40.00000	3.63E+4	1.10302e-3
%DSR	0.00000	0.00000	1229.23145	3.86630e-5

Nota: Esta tabla muestra el tiempo de retención del estándar de Metanol

Datos obtenidos de la lectura del cromatógrafo de gases de las muestras analizadas.

TABLA N°3

Datos de las muestras de Vino

BEBIDA	Item	N° Muestra	TR ST [min]	TR Muestra	AREA ST	AREA MUESTRA	AMOUNT STD ug/g	AMOUNT MUESTRA
Vino	1	M-1	5.374	5.362	2.25922	3.99036	24.9719	0.0000
Vino	2	M-2	5.374	5.365	2.25922	3.71685	24.9719	0.0000
Vino	3	M-11	5.898	5.857	45.57676	11.21670	25.5700	6.2929
Vino	4	M-12	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	5	M-13	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	6	M-14	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	7	M-15	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	8	M-16	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	9	M-17	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	10	M-18	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	11	M-19	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	12	M-20	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	13	M-21	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	14	M-22	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	15	M-23	5.898	5.858	45.57676	10.49421	25.5700	5.8545
Vino	16	M-24	5.898	5.851	45.57676	22.47967	25.5700	12.6118
Vino	17	M-25	5.898	5.856	45.57676	11.33529	25.5700	6.3595
Vino	18	M-26	5.898	5.853	45.57676	12.24127	25.5700	6.8677
Vino	19	M-27	5.898	0.000	45.57676	0.00000	25.5700	0.0000
Vino	20	M-28	5.898	5.854	45.57676	14.74400	25.5700	8.2719

Vino	21	M-29	5.898	5.856	45.57676	10.37091	25.5700	5.8184
Vino	22	M-30	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	23	M-31	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
Vino	24	M-32	5.898	5.849	45.57676	19.94135	25.5700	11.1877
Vino	25	M-33	5.374	5.361	2.25922	8.24607	24.9719	0.0000
Vino	26	M-34	5.374	5.358	2.25922	11.39481	24.9719	0.0000
Vino	27	M-35	5.374	5.355	2.25922	11.73197	24.9719	0.0000
Vino	28	M-36	5.374	5.355	2.25922	9.59374	24.9719	0.0000
Vino	29	M-37	5.374	5.355	2.25922	9.82233	24.9719	0.0000
Vino	30	M-38	5.374	5.343	2.25922	3.10777	24.9719	0.0000
Vino	31	M-39	5.374	5.341	2.25944	3.13966	24.9719	0.0000
Vino	32	M-40	5.374	5.373	2.25922	1.72690	24.9719	0.0000

Nota: Esta tabla indica que 32 muestras de Vinos, los tiempos de retención de las muestras son similares al estándar de Metanol.

TABLA N°4

Datos de las muestras de Whiscky

BEBIDA	Item	N° Muestra	TR ST [min]	TR Muestra	AREA ST	AREA MUESTRA	AMOUNT STD ug/g	AMOUNT MUESTRA
Whiscky	1	M-3	5.374	5.373	2.25922	1.72690	24.9719	0.0000
Whiscky	2	M-4	5.374	5.349	2.25922	10.37490	24.9719	0.0000
Whiscky	3	M-5	5.898	5.858	45.57676	21.05145	25.5700	11.8105
Whiscky	4	M-6	5.898	5.854	45.57676	39.25615	25.5700	22.8105
Whiscky	5	M-7	5.898	5.858	45.57676	18.60001	25.5700	10.4352
Whiscky	6	M-8	5.898	5.857	45.57676	18.92842	25.5700	10.6194
Whiscky	7	M-9	5.898	5.859	45.57676	12.49857	25.5700	7.0121
Whiscky	8	M-41	5.393	5.385	19.00632	9.68386	249.3883	127.0652
Whiscky	9	M-42	5.393	5.393	19.00632	9.75134	249.3883	127.9513
Whiscky	10	M-43	5.393	5.384	19.00632	9.83825	249.3883	129.0910
Whiscky	11	M-44	5.393	5.388	19.00632	9.64484	249.3883	126.5533
Whiscky	12	M-45	5.393	5.393	19.00632	6.05098	249.3883	79.3970
Whiscky	13	M-46	5.393	5.395	19.00632	6.11689	249.3883	80.2618
Whiscky	14	M-47	5.393	5.397	19.00632	6.12407	249.3883	80.3560
Whiscky	15	M-48	5.393	5.395	19.00632	6.17455	249.3883	81.0184
Whiscky	16	M-49	5.393	5.343	19.00632	9.20462	249.3883	120.7553
Whiscky	17	M-50	5.393	5.391	19.00632	9.20462	249.3883	120.7770

Nota: Esta tabla indica que 17 muestras de Whisckys, los tiempos de retención de las muestras son similares al estándar de Metanol.

TABLA N°5

Datos de las muestras de Pisco

BEBIDA	Item	N° Muestra	TR ST [min]	TR Muestra	AREA ST	AREA MUESTR A	AMOUNT STD ug/g	AMOUNT MUESTRA
Pisco	1	M-10	5.374	5.337	2.25922	4.00011	24.9719	0.0000

Nota: Esta tabla indica que 01 muestra de Pisco, los tiempos de retención de las muestras son similares al estándar de Metanol.

TABLA $N^{\circ}6$ Resultados de la concentración del grado alcohólico en las muestras recolectadas.

N°	MUESTRA	GRADO
		ALCOHÓLICO
		°GL (LEIDO)
M-01	Vino	8%
M-02	Whiscky	65%
M-03	Whiscky	11%
M-04	Whiscky	6%
M-05	Whiscky	15%
M-06	Whiscky	15%
M-07	Whiscky	15%
M-08	Whiscky	15%
M-09	Whiscky	15%
M-10	Pisco	43%
M-11	Vino	8%
M-12	Vino	65%
M-13	Vino	11%
M-14	Vino	6%

M-15	Vino	15%
M-16	Vino	8%
M-17	Vino	65%
M-18	Vino	8%
M-19	Vino	65%
M-20	Vino	11%
M-21	Vino	8%
M-22	Vino	65%
M-23	Vino	11%
M-24	Vino	6%
M-25	Vino	15%
M-26	Vino	8%
M-27	Vino	65%
M-28	Vino	11%
M-29	Vino	15%
M-30	Vino	8%
M-31	Vino	8%
M-32	Vino	65%
M-33	Vino	11%
M-34	Vino	6%
M-35	Vino	15%
M-36	Vino	8%
M-37	Vino	65%
M-38	Vino	11%
M-39	Vino	6%
M-40	Vino	15%
M-41	Whiscky	8%

M-42	Whiscky	65%
M-43	Whiscky	11%
M-44	Whiscky	6%
M-45	Whiscky	15%
M-46	Whiscky	8%
M-47	Whiscky	65%
M-48	Whiscky	11%
M-49	Whiscky	6%
M-50	Whiscky	15%

NOTA: Datos Obtenidos por el alcoholímetro

12 Análisis y discusión

El presente trabajo de exploración fue realizado para la determinación de metanol en bebidas alcohólicas de dudosa procedencia en el cual se muestreo 17 whiscky,32 Vinos y 1 pisco, para de esta forma tener datos exactos del nivel de alcohol y porcentaje de alcohol metílico que poseían estas muestras de bebidas, en concordancia al estudio de Euromonitor concluyo que en el Perú el alcohol adulterado representa el 56.1% del mercado no regulado, asi mismo solo el 26% representa el alcohol artesanal ilegal.

Lima es la localidad donde se llegó a más grande recaudación de bebidas alcohólicas ilegales, que existe para la preparación artesanal del vino, pisco y adulteración de Whisky, organización y venta libre, el no cumplimiento de las normas técnicas trae consigo la multiplicación de varias marcas de Vino, Pisco, Whisky que no cumple con los requisitos dados por las normas técnicas peruanas (NTP).

Las bebidas alcohólicas así sean de producto industrial y/o artesanal, al ser de simple ingreso y la mayor parte de bajo valor están expuestos a diferentes ocasiones que resultan en variación, adulteración y falsificación.

Los datos relacionados a la determinación de metanol en estas bebidas recogidas reportados en este trabajo de exploración, fueron tomados de Dirección Ejecutiva de Criminalística P.N.P donde fueron incautadas estas bebidas estudiadas.

El equipo utilizado se realizó en CG-FID el cual tiene un ionización en llama, este equipo es muy selectivo y específico al momento de separar el analitode la muestra.

En los resultados de la tabla N° 1 y N° 3 se puede observar el tiempo de retención del nivel es de 5.37 y de la muestras (vino) es de 5.36 detallando que hay presencia de metanol en la exhibe, De igual modo en la tabla N° 4 (Whisky el tiempo de retención del metanol y de la exhibe es de 5.37 este es un indicio que la exhibe tiene presencia de metanol, de esta forma en la tabla de las muestras de Vinos de la tabla N° 3 el promedio del tiempo de retención del niveles de 5.898 y de las muestras es de 5.885, estos resultados demostrarías que en las muestras de Vinos hay presencia de metanol.

En las muestras de Pisco en la tabla N°5 el tiempo de retención del nivel es de 5.374 y el de la exhibe es de 5.377 demostrando que en la exhibe de Pisco se cuantifica presencia de metanol.

En las muestras de Whisky en las Tabla N° 4 el promedio del tiempo de retención del nivel es de 5.393 Y de las muestras es de 5.392.

Los resultados de las muestras al 100%, se comprobó que la Concentración de alcohol metílico obtenido en el examen están por arriba del más alto permitido según la NTP 212.032.2001, NTP 211.001.2002 y NTP 211.006:2016 que son normas que corresponden al Vino, Pisco y Whisky.

Se determinó que las muestras de vinos estudiadas sobrepasaron el límite más alto en un total del 100% del mismo modo que las exhibe de Pisco, de igual modo en un 80% de las muestras de Whisky brindaron positivo en la existencia de metanol y sobrepasaron el más alto permitido en la concentración de metanol permitido.

Los valores obtenidos del TR del patrón (metanol) y de las muestras teniendo en cuenta un decimal es de 5.3 y 5.8. Al analizar los resultados se puede comprobar que el tiempo de retención del patrón y de las muestras tiene una diferencia decimal muy estrecha y la semejanza es mayor afirmando que correspondería al metanol, estas muestras fueron analizadas bajo las propiedades del ambiente y de trabajo en el conjunto.

Analizando los resultados se comprobó la presencia de metanol, y esto es un indicador de un mal proceso de manufactura en su fabricación o en una de las etapas de su fermentación, así como un indicador de adulteración de las bebidas.

Por último, se puede asegurar que con el presente trabajo de exploración se demostró que las 50 muestras de bebidas alcohólicas (vino, pisco y whisky) de dudosa procedencia sobrepasaron el límite más alto de alcohol metílico y que estas bebidas incumplen con las normas técnicas peruanas, consumir estas bebidas puede generar un riesgo para la salud del consumidor.

Hoy en Día sabemos que las autoridades tienen una lucha constante y permanente con el contrabando de bebidas, adulteraciones, y bebidas ilegales elaborados artesanalmente si llevar una buena práctica de manufactura, que luego son expendidas a la población generando un riesgo en la salud del consumidor.

Esperamos que el presente estudio logre ser útil de orientación para que las Autoridades que corresponden logren llevar a cabo cumplir las normas técnicas establecidas para estos tipos de bebidas y el cliente sea muchísimo más cuidadosa al comprar bebidas alcohólicas en sitios no confiables.

Asimismo, deseamos que este estudio sea de utilidad para nuestras autoridades fiscales que puedan poner en disposición de la población para que también puedan saber los riesgos de consumir una bebida alcohólica que no presenta certificado de calidad y son conseguidas de lugares de dudosa procedencia.

13 Conclusiones y Recomendaciones

Conclusiones

- Los valores alcohólicos registrados en la etiqueta no concordaron con los datos obtenidos, con el alcoholímetro.
- El exámen cualitativo de las muestras de dudosa procedencia recogidas de la DIREJCRI, por medio del exámen arrojo resultados positivos.
- La concentración de metanol, que fue cuantificada en las 50 bebidas analizadas supera el límite aceptado, para este tipo de bebidas, su presencia es indicador de malas prácticas, elaboración y / o adulteración de bebidas alcohólicas

Recomendaciones

- Realizar una unión con las entidades pertinentes para hacer un exámen a nivel local y nacional, con la proporción de muestras primordiales, que asegure que las bebidas alcohólicas que se comercializan en mercado o centros comerciales cumplan con las normas establecidas.
- Destinar más elementos baratos para hacer un estudio más extenso y comprobar las regulaciones nacionales para ver si concuerdan con los estándares de todo el mundo de calidad de bebidas alcohólicas.
- Desarrollar nuevos procedimientos, para saber la existencia de alcoholes superiores y otros elementos en las bebidas

14 Referencia Bibliográfica

Antonio, Luis, Miguel. (2003). Vinos y Enologias (en línea). Recuperado en: http://www.apoloybaco.com/Aguardientes.htm

Calderon.M.A (2002). Sistemas para la detección de fraudes en bebidas alcohólicas destiladas y envejecidas. (Tesis de pregrado). Universidad de Granada, España.

Córdoba. Toxicología. (1992) 4ª. Edición. Editorial Manual Moderno.

Documento Técnico (2001) Evaluación de Riesgos: Bebidas Alcohólicas Artesanales. Ministerio de Salud. Perú.

Edición, Traducido de la 13ª Edición en Inglés. Editorial Manual Moderno.

Editorial Iberoamericana. Estados Unidos.

Editorial McGraw-Hill. Mexico.

Enciclopedia online de prevención de riesgos laborales, SEGULAB. (2005). Ficha de seguridad, metanol (en línea). Recuperado en: http://www.segulab.com/metanol.htm

Harris, Daniel. (1995). Análisis Químico Cuantitativo 3ª Edición.

Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos Cubano (INHA). (2000).

Calidad de varios rones cubanos (en línea). Recuperado en: http://bvs.sld.cu/revistas/ali/vol15_2_01/ali03201.htm

Intoxicación y Acidosis Metabólica producida por Metanol. (2002).

Estados Unidos de América, Recuperado de: www.intox.org/pagesource/treatment/spanish/acidosis_metabo lica.htm

Jacobs.M. (1980). The Chemical Analysis of Foods and Food Products.

3rd. Edition. Roberte Krieger Publishing Co. Inc. United Status of

America.

Jovel.A, Reyes.R (1998).Cromatografia gas-Liquido en la industria licorera. (Tesis de pregrado).Universidad de El salvador, El Salvador.

Klaassen.C; Watkins.J. (2009) Manual de Toxicología. Editorial McGraw-Hill. Mexico.

Klaassen.C; Watkins.J. Manual de Toxicología. (2002) 5ª. Edición.

Norma Oficial Mexicana NOM-053-SSA1-(1993). Medidas Sanitarias del Proceso y Uso del Etanol (Alcohol Metílico). Mexico.

Salas O. (2002). Identificación y Cuantificación de Metanol en Perfumes de Cinco Marcas Nacionales por Cromatografía de Gases. Guatemala.

Sandoval H. (1984). Determinación Cuantitativa por Cromatografía Gas-Liquido de los Alcoholes: Metanol, 1-Propanol, 2-Propanol, 1-Butanol, 2-Butanol, 3-Metil-1Propanol, 2-Pentanol y 3- Metil-1-Butanol, que se encuentran presentes en Licores de Preparación Clandestina (Aguardientes). Guatemala.

Trae.B; Dreisbach.R. (2000) Manual de Toxicología Clínica de Dreisbach, Prevención, Diagnóstico y Tratamiento. 7ª.

Uribe, C. (2001) Manual de Toxicología ClínicaBogotá, Colombia. Temis.

15 Agradecimiento

A Dios. Siempre la vida para Él.

A nuestros padres, por su esfuerzo incalculable, su amor incondicional y constante apoyo en cada reto que hemos asumido. A ustedes nuestra entera e interminable gratitud.

Ala Mg.Carol Giovanna Torres, por sus certeros e importantes aportes en esta investigación como asesor permanente.

A los Peritos Químicos Farmacéuticos: Dr. Ángel Castañeda, Dra. Alejandra Rubiños y a todos los peritos del Laboratorio de Criminalística de la PNP, por la consideración, el conocimiento compartido y por su colaboración.

A nuestros asesores, por el tiempo otorgado y su paciencia en la elaboración del presente trabajo.

16 Anexos

Anexo 1





POLICIA NACIONAL DEL PERU

DIREJCRI PNP DIRLACRI

EL SUSCRITO, JEFE DE LA DIVISION DE QUIMICA Y TOXICOLOGIA FORENSE-DIRLCRI-DIREJCRI-DE LA POLICIA NACIONAL DEL PERÚ:

HACE CONSTAR:

QUE POR LA PRESENTE AUTORIZO A HERRERA MARTINEZ, SARA IDENTIFICADA CON DNI N°47417789, Y PEÑA HUAMANCHUMO, LISSETH MADALEINE IDENTIFICADA CON DNI N° 70011918, REALIZAR SU PROYECTO DE INVESTIGACION PARA LOS FINES EDUCATIVOS EN LA DIRECCION DE LABORATORIO CRIMINALISTICO-DIRECCIÓN EJECUTIVA DE CRIMINALISTICA PNP.

SE EXPIDE LA PRESENTE CONSTANCIA A SOLICITUD DE LOS ESTUDIANTES, PARA REALIZAR LOS TRAMITES CORRESPONDIENTES EN SU RESPECTIVA UNIVERSIDAD.

PERIFORD WICCO FORGMAN DOFF 3792

TRAMUEL A

Anexo 2Operacionalización de variables

Variable	Tipo de	Definición	Operacionalización	Dimensiones	Instrumentos	Indicador	Nivel de	Unidad	Índice	Valor
	Variable	conceptual					medición	de		
								medida		
Determinación	Cuantitativa	El alcohol	Identificara presencia		Instrumentación	Porcentaje	Nominal	De	Porcentaje	Norma
y	Independiente	metílico es un	de metanol. Mediante	Aspectos	del laboratorio y	de metanol		Razón	de	Técnica
concentración		metabolito	el examen Físico	cualitativos	técnicas	en la			metanol	Peruana
de metanol en		secundario que	químico se		químicas a	muestras de			en las	
bebidas		produce	cuantificará por	Aspectos	toxicológicas y	bebidas			muestras	
alcohólicas		reacciones	cromatografía de	cuantitativos	Ficha de	alcohólicas				
		toxicas	gases el metanol.		recolección de	se encuentra				
		fisiológicas. Se			datos	dentro de las				
		realizó la				normas				
		identificación				Peruanas				
		analítica				establecidas				
		experimental.								

Anexo 3

Linealidad

$$y = a + bx$$
 Ecuación (1)

Donde:

y = la respuesta del equipo, en este caso el área.

a = intercepto

b = pendiente de la recta

x = concentración

Exactitud

% de recobro = Concentración calculada X100 Ecuación (9)

Concentración original

% de error = 1 <u>- Concentración calculada</u> X100 Ecuación (10)

Concentración original

Anexo 4Confiabilidad y validación del instrumento

Linealidad del método se muestran los resultados del área medida en cada caso y su respectivo promedio.

C (mg/100mL)	A1	A2	A3	A (promedio)
19.9	3684	3675	3684	3681
39.6	7006	7018	7019	7014
79.2	14479	14537	14515	14510
158.4	30022	29901	30195	30039
237.6	42478	42490	42575	42514
316.8	56428	56419	56418	56421
475.2	86136	86120	86139	86131
600	113940	113950	113974	113954

Regresión lineal curva 01

Parámetro	Valor	Sd
a	-543.48	807.37
b	186.22	2.53

$$y = a + bx$$

$$r = 0.999$$

$$Sr = 1447.99 \ n = 8$$

Exactitud

C(mg/100mL)	Área promedio	Recobro (%)
20	3330	101.1
250	46637	101.7
500	92000	99.8

Promedio del %recobro =100.89

Anexo 5

Instrumento: Para la determinación de metanol se utilizó un Cromatógrafo de Gases-Fid, Agilent Technologies Modelo 7890A (GC-FID)



Anexo 6Base de Datos obtenidas del Cromatógrafo de Gases-Fid, Agilent Technologies Modelo 7890A (GC-FID)

Item	N° Muestra	BEBIDA	TR ST [min]	TR Muestra	AREA ST	AREA MUESTRA	AMOUNT STD ug/g	AMOUNT MUESTRA
1	M-1	Vino	5.374	5.362	2.25922	3.99036	24.9719	0.0000
2	M-2	Vino	5.374	5.365	2.25922	3.71685	24.9719	0.0000
3	M-3	Whiscky	5.374	5.373	2.25922	1.72690	24.9719	0.0000
4	M-4	Whiscky	5.374	5.349	2.25922	10.37490	24.9719	0.0000
5	M-5	Whiscky	5.898	5.858	45.57676	21.05145	25.5700	11.8105
6	M-6	Whiscky	5.898	5.854	45.57676	39.25615	25.5700	22.8105
7	M-7	Whiscky	5.898	5.858	45.57676	18.60001	25.5700	10.4352
8	M-8	Whiscky	5.898	5.857	45.57676	18.92842	25.5700	10.6194
9	M-9	Whiscky	5.898	5.859	45.57676	12.49857	25.5700	7.0121
10	M-10	Pisco	5.374	5.337	2.25922	4.00011	24.9719	0.0000
11	M-11	Vino	5.898	5.857	45.57676	11.21670	25.5700	6.2929
12	M-12	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
13	M-13	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
14	M-14	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
15	M-15	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
16	M-16	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
17	M-17	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
18	M-18	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
19	M-19	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000

20	M-20	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
21	M-21	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
22	M-22	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
23	M-23	Vino	5.898	5.858	45.57676	10.49421	25.5700	5.8545
24	M-24	Vino	5.898	5.851	45.57676	22.47967	25.5700	12.6118
25	M-25	Vino	5.898	5.856	45.57676	11.33529	25.5700	6.3595
26	M-26	Vino	5.898	5.853	45.57676	12.24127	25.5700	6.8677
27	M-27	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
28	M-28	Vino	5.898	5.854	45.57676	14.74400	25.5700	8.2719
29	M-29	Vino	5.898	5.856	45.57676	10.37091	25.5700	5.8184
30	M-30	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
31	M-31	Vino	5.898	5.898	45.57676	45.57676	25.5700	0.0000
32	M-32	Vino	5.898	5.849	45.57676	19.94135	25.5700	11.1877
33	M-33	Vino	5.374	5.361	2.25922	8.24607	24.9719	0.0000
34	M-34	Vino	5.374	5.358	2.25922	11.39481	24.9719	0.0000
35	M-35	Vino	5.374	5.355	2.25922	11.73197	24.9719	0.0000
36	M-36	Vino	5.374	5.355	2.25922	9.59374	24.9719	0.0000
37	M-37	Vino	5.374	5.355	2.25922	9.82233	24.9719	0.0000
38	M-38	Vino	5.374	5.343	2.25922	3.10777	24.9719	0.0000
39	M-39	Vino	5.374	5.341	2.25944	3.13966	24.9719	0.0000
40	M-40	Vino	5.374	5.373	2.25922	1.72690	24.9719	0.0000
41	M-41	Whiscky	5.393	5.385	19.00632	9.68386	249.3883	127.0652
42	M-42	Whiscky	5.393	5.393	19.00632	9.75134	249.3883	127.9513
43	M-43	Whiscky	5.393	5.384	19.00632	9.83825	249.3883	129.0910

M-44	Whiscky	5.393	5.388	19.00632	9.64484	249.3883	126.5533
M-45	Whiscky	5.393	5.393	19.00632	6.05098	249.3883	79.3970
M-46	Whiscky	5.393	5.395	19.00632	6.11689	249.3883	80.2618
M-47	Whiscky	5.393	5.397	19.00632	6.12407	249.3883	80.3560
M-48	Whiscky	5.393	5.395	19.00632	6.17455	249.3883	81.0184
M-49	Whiscky	5.393	5.343	19.00632	9.20462	249.3883	120.7553
M-50	Whiscky	5.393	5.391	19.00632	9.20462	249.3883	120.7770
	M-45 M-46 M-47 M-48 M-49	 M-45 Whiseky M-46 Whiseky M-47 Whiseky M-48 Whiseky M-49 Whiseky 	M-45 Whiseky 5.393 M-46 Whiseky 5.393 M-47 Whiseky 5.393 M-48 Whiseky 5.393 M-49 Whiseky 5.393	M-45 Whiscky 5.393 5.393 M-46 Whiscky 5.393 5.395 M-47 Whiscky 5.393 5.397 M-48 Whiscky 5.393 5.395 M-49 Whiscky 5.393 5.343	M-45 Whiscky 5.393 5.393 19.00632 M-46 Whiscky 5.393 5.395 19.00632 M-47 Whiscky 5.393 5.397 19.00632 M-48 Whiscky 5.393 5.395 19.00632 M-49 Whiscky 5.393 5.343 19.00632	M-45 Whiscky 5.393 5.393 19.00632 6.05098 M-46 Whiscky 5.393 5.395 19.00632 6.11689 M-47 Whiscky 5.393 5.397 19.00632 6.12407 M-48 Whiscky 5.393 5.395 19.00632 6.17455 M-49 Whiscky 5.393 5.343 19.00632 9.20462	M-45 Whiscky 5.393 5.393 19.00632 6.05098 249.3883 M-46 Whiscky 5.393 5.395 19.00632 6.11689 249.3883 M-47 Whiscky 5.393 5.397 19.00632 6.12407 249.3883 M-48 Whiscky 5.393 5.395 19.00632 6.17455 249.3883 M-49 Whiscky 5.393 5.343 19.00632 9.20462 249.3883

ANEXO 7 $\label{eq:curva} \text{Curva de calibración de los estándares-preparación N° 2}$

C (mg/100mL)	A1	A2	A3	A (promedio)
19.9	3556	3440	3672	3556
39.6	7100	7183	7150	7144
79.2	14281	14261	14365	14302
158.4	30628	29560	31733	30640
237.6	42366	41187	42490	42014
316.8	56417	55404	56565	56128
475.2	85325	85131	86336	85597
600	112038	113534	113261	112944

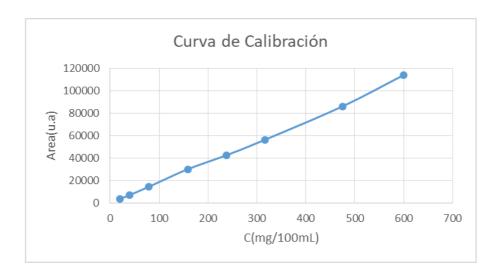
NOTA: En la tabla se muestran los resultados del área medida en cada caso y su respectivo promedio.

ANEXO 8 $\label{eq:curva} \mbox{Curva de calibración de los estándares-preparación N° 3}$

C (mg/100mL)	A1	A2	A3	A (promedio)
19.9	3590	3584	3679	3618
39.6	7018	7074	7016	7036
79.2	14407	14328	14537	14424
158.4	30268	30219	30192	30226
237.6	42542	42514	42510	42522
316.8	56741	56725	56418	56628
475.2	86559	86560	86137	86418
600	113264	113272	113975	113503

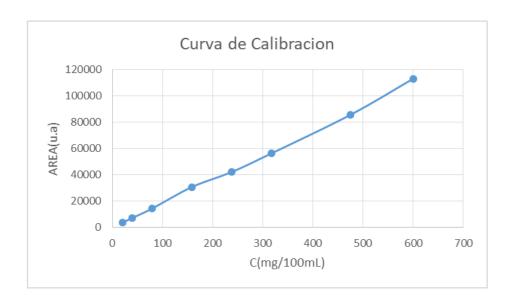
Nota: Se muestran los resultados del área medida en cada caso y su respectivo promedio.

Figura 1 Curva de calibración



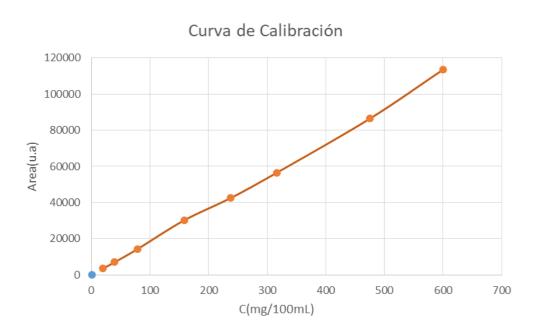
Nota: Curva de calibración del patrón N° 1

Figura 7. Curva de calibración



Nota: Curva de calibración del patrón N° 2

Figura 3. Curva de calibración



Nota: Curva de calibración del patrón N° 3